純スズの動的再結晶

砂田 俊秀^{*†} 大塚 正久^{*}
山 縣 裕^{**} 藤原 雅美^{***}

^{*}芝浦工業大学工学部材料工学科

^{**}ヤマハ発動機株式会社研究開発センター

^{***}日本大学工学部総合教育学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 63, No. 4 (1999), pp. 467-473

Dynamic Recrystallization of Pure Tin

Toshihide Sunada^{*†}, Masahisa Otsuka^{*},
Hiroshi Yamagata^{**} and Masami Fujiwara^{***}

^{*}Department of Material Science, Shibaura Institute of Technology, Tokyo 108-8548

^{**}R & D Division, Yamaha Motor Co., Ltd., Iwata 438-8501

^{***}Department of General Education, College of Engineering, Nihon University, Koriyama 963-1165

Constant-compressive-load creep testing on polycrystalline (average grain size; 1.48 mm) and [110] single crystalline Sn was carried out at 393 K. Rapid increases in the creep rate (strain burst) were observed for polycrystalline Sn under stresses ranging from 3.5 to 5.5 MPa. The strain burst was also observed for a single crystalline Sn at 5 MPa. Microstructural observations revealed that the newly recrystallized grains contain subgrains and that the strain burst is caused by dynamic recrystallization. A constant-compression-speed testing was also performed at a strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and at 393 K. The stress-strain curve showed a multipeak stress-strain curve which is typical of dynamic recrystallization.

(Received November 4, 1998, In Final Form January 11, 1999)

Keywords: tin, creep testing, constant compression speed testing, microstructure, dynamic recrystallization, subgrain, grain boundary migration, grain boundary sliding, elevated temperature deformation

I. 緒 言

スズは室温が、 $0.6T_m$ (T_m は融点)に相当し、容易にクリープ変形が起こる。室温で安定な β スズは体心正方構造を取り、特徴的な変形機構を示すことから多くの研究がなされている。これらの研究の大部分は変形の活性化エネルギーの測定⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾などに主眼が置かれている。そして変形挙動の研究から、動的復旧の機構は、動的回復によると考えられている。

引張試験は広範囲の試験条件で行われている⁽⁷⁾。変形後の組織は引張軸方向に引き延ばされて、応力-歪曲線には定常変形状態が現れる。クリープ曲線は正遷移型クリープ曲線が報告されている。しかし、ChuとLiの押し込み(Impression)クリープ試験⁽⁸⁾において、動的再結晶が発現したとの記述もあるが、動的再結晶が起こらない条件を選択して主に実験を行っており、動的再結晶についての調査は不十分であ

ると言える。

動的回復によって転位密度を下げきれない場合、動的再結晶が発現すると考えられる。クリープ中の動的再結晶は金⁽⁹⁾、ニッケル⁽¹⁰⁾、鉛⁽¹¹⁾、白金⁽¹²⁾、高純度アルミニウム⁽¹³⁾等で報告されている。このときにはクリープ速度が急激に増加する現象(strain burst, 後述)が観察される。また高歪においても結晶粒は引き延ばされることなく、比較的等軸な結晶粒からなる組織が観察される。

そこで、本研究では、高純度スズの圧縮クリープ試験および定速圧縮試験を行い、動的復旧過程に関する調査を行った。その結果、動的再結晶の発現を示唆するstrain burstが観察された。本稿では、このstrain burstが動的再結晶によるものかを解明し、動的復旧過程を明らかにする。

II. 実 験 方 法

1. 多結晶供試材

多結晶試験片の供試材として、99.998 mass%スズ丸棒押出し材(Good Fellow 社製)を用いた。不純物濃度は、Fe:

† 芝浦工業大学大学院生、現在：ホンダエンジニアリング㈱ (Graduate Student, Shibaura Institute of Technology, Present address: Honda Engineering Co., Ltd.)

2, Cu: 7, Pb: 7, Ag: 2, Ca<1, Nb<1, 各 mass ppm である。

2. 単結晶供試材

単結晶試験片は改良 Bridgman 法で作成した。原料として 99.999 mass% スズ(三菱マテリアル製)を用いた。主な不純物濃度は, Fe: 3.0, Al: 2.6, Mg: 2.1, Ca: 1.0, Cu: 0.1, Pb: 1.0 各 mass ppm である。

これから単結晶を作成した。まず, 鋳型(石英ガラス製)下部に種結晶をはめ込み, 鋳型上部に原料をセットした。装置内部を真空にし, 種結晶に冷やし金を当てながら, 発熱体を鋳型付近に近づけ種結晶を 5 mm 程, 材料と共に溶解した。温度 623 K で 7.2 ks 保持を行った後, $5 \times 10^{-4} \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ の速度で発熱体を引き上げた。できた単結晶を真空中, 温度 353 K, 21.6 ks の焼鈍を行い, インゴット中の転位密度を均一にした。作成した単結晶はサブバウンダリーを含まなかった。X 線により測定した長手方向の目的方位からのずれは, 最大 0.026 rad であった。

3. 多結晶試験片

供試材をダイヤモンドモンドカッターで切断した。切断によって容易に再結晶が起こる。再結晶粒を削り落とす目的で流水中でエメリー研磨(#500~#2400)を行った。さらに, 平行研磨治具を用いて 6 mm×6 mm×9 mm にした。

表面加工層を除去する目的で化学研磨⁽¹⁴⁾を行った。化学研磨液には以下の 3 種類を用いた。研磨液 A: 60 mass% 硝酸 4 容, 35 mass% 塩酸 1 容, 99 mass% 酢酸 1 容, 純水 4 容。研磨液 B: 60 mass% 硝酸 1 容, 99 mass% 酢酸 1 容, 純水 1 容。研磨液 C: 60 mass% 硝酸 1 容, 99 mass% 酢酸 1 容, グリセリン 4 容。

化学研磨の手順は以下の通りである。まず, 研磨液 A で表面酸化皮膜を溶解した。これを水洗し, 研磨液 B で研磨を行った。表面の光沢がでるまで研磨を行った。再び水洗を行い, 研磨液 C で研磨を行った。以上の操作によって表面は鏡面となった。

内部歪を除去する目的で, 焼鈍を行った。大気中, 温度 473 K, 時間 3.6 ks である。焼鈍後, 再度化学研磨を行い, 表面を鏡面にした。試験片の平均結晶粒径は 1.48 mm と粗大であった。

4. 単結晶試験片

圧縮軸が[110]になるようにダイヤモンドカッターで切断した。切断部付近は多結晶化が起こるので, 放電加工によってこの部分を除去した。この操作により, 5 mm×5 mm×7.5 mm の角柱状とした。

多結晶と同様な条件で, 表面加工層除去の化学研磨, 歪取り焼鈍, 最終化学研磨を行った。これを微分干渉顕微鏡で観察し, 試験片表面に結晶粒の生成していないものを試験片とした。

完成した試験片の転位密度をエッチヒロック法によって測

定した。転位密度は $3.36 \times 10^9 \text{ m}^{-2}$ であった。十分な焼鈍後の金属の転位密度は $10^{10} \sim 10^{12} \text{ m}^{-2(15)}$ なので, 歪取り焼鈍は十分に行われたことが分かる。

5. クリープ試験

圧縮クリープ試験にはレバー式定荷重クリープ試験機を用いた。レバー比が 2:1 である。大気中, 393 K, 応力 3 MPa~5.5 MPa の範囲で行った。温度保持精度は $\pm 1 \text{ K}$ であった。圧縮プラテンとして TiC セラミックス平行板を用いた。潤滑剤として液体状グラファイトを塗布した。本条件では良好な潤滑を示し, バレリングは回避された。

strain burst 前後の解析のため, 歪および応力を真歪, 真応力に変換した。これはチャートから数値を読み, 次式によって計算した。

$$\varepsilon = -\ln(1 - \varepsilon_n)$$

$$\sigma = \sigma_n(1 - \sigma_n)$$

ここで, σ は真歪, ε_n は公称歪, σ は真応力, ε_n は公称応力である。

6. 圧縮試験

動的再結晶が発現すれば, 応力-歪曲線には応力振動が得られるはずである。そこでインストロン万能試験機を用いて, 温度 $393 \pm 1 \text{ K}$, 初期歪速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で圧縮試験を行った。

7. 組織観察

自動研磨機の台座(後の化学研磨に耐えられるのでテフロンで作成)に試験片を固定した。これを研磨機にセットし, エメリー研磨(#500~#2400)を観察面まで行った。試験片が変形しないように最小荷重(1 N)で研磨した。99.999 mass% Sn 単結晶の常温付近での臨界分解剪断応力は約 0.2 MPa である⁽¹⁶⁾のに対し, このとき試験片にかかる応力は概算で最大 0.128 MPa 程度であり, 研磨中に変形はしない。

エメリー研磨後, 即座に化学研磨(研磨液 A, B, C)を施し, 表面加工層を除去し平滑にした。同じ単結晶試験片の研磨前, 機械研磨化学研磨後について転位密度を比較した。両者に大差はなく, サブバウンダリーは形成されていなかったため研磨による影響はないものと考えられた。微分干渉顕微鏡および偏光顕微鏡で組織観察を行った。化学研磨では粒界やサブバウンダリーが優先的に腐食された。

格子の歪, サブグレインの形成などを検出し, 結晶粒の方位を見るために背面反射 X 線写真を撮影した。タングステン製の対陰極を備えた X 線発生装置を用いた。撮影条件は加速電圧 45 kV, 電子線電流 20 mA, 露出時間は 1.8 ks であった。

Ⅲ. 結果および考察

1. 多結晶試験片におけるクリープ曲線

Fig. 1 に応力 3~5.5 MPa におけるクリープ曲線を示す。特徴的なことは、3 MPa をのぞくすべての応力において、曲線の傾きが途中で大きく階段状に変化する。3, 4 および 5 MPa のクリープ速度の変遷を Fig. 2 に示す。Fig. 1 における 4 MPa および 5 MPa の階段状の大きな変化はクリープ速度が急激に突出することに対応する。このような現象は strain burst と名付けられている。strain burst はクリープ速度の減少中、つまり加工硬化段階で起きている。3 MPa の場合、3~4 ks 付近にやや山が見られるものの、クリープ速度は緩やかに減少し明瞭な strain burst は見られない。現時点では、strain burst と認められる明瞭な歪速度の突出と、それ以外の歪速度の山(例えば 3 MPa の場合の 3~4 ks 付近)の差については明らかでない。

2. 多結晶試験片における組織観察

strain burst の有無に関わらず、変形後の組織は粒界が波

Fig. 1 Compressive creep curves of polycrystals at 393 K.

Fig. 2 Creep rate vs. time curves of polycrystals.

状化し、結晶粒はサブグレインを含んでいた。典型的な組織を Fig. 3 に示す。5 MPa で歪0.33まで試験後の試料を偏光顕微鏡で観察。図中↓は粒界の位置を示す。細い線状のものがサブバウンダリーである。サブバウンダリーとからんで、粒界は曲がっている。写真でははっきりしないが、粒界とサブバウンダリーは偏光を強くかけることによって判別される。結晶方位の違いが色の濃淡差で観察されるためである。結晶粒による色の濃淡は、アルミニウムで酸化膜を作った状態(陽極酸化処理)でも観察⁽¹³⁾された。酸化膜を形成しやすいスズでも同じ理由で色の濃淡が観察されたことが考えられ

Fig. 3 Grain boundaries (indicated by arrows) and subboundaries of the polycrystals crept up to a strain of 0.33 at 5 MPa.

Fig. 4 Grain boundary morphology of polycrystals crept for 54 ks. The corresponding strain is indicated below each figure. Typical grain boundary morphology of the undeformed specimen is shown in the upper left corner.

る。

54 ks 試験後の試料全体の粒界をトレースしたものを Fig. 4 に示す。比較のため、変形前の試験片についても示している(圧縮軸は紙面上下方向)。試験前の粒界はなめらかで、粒内にサブグレインは観察されない。変形後はいずれの試験片においても粒界が波状化し、著しい粒成長が観察される。明瞭な strain burst は起きない 3 MPa が一番粒成長が著しいことから、粒成長と strain burst は必ずしも関係ないものと思われる。また、3.5 MPa および 5 MPa においては双晶粒界らしいもの(図中の直線の粒界、5 MPa では左下、3.5 MPa では右上)が観察された。これが、変形中に形成されたものか、変形前から存在していたかは不明である。変形双晶であるならば、これに伴い strain burst のような現象が起こった可能性もある。

3. 多結晶試験片の高温圧縮試験

strain burst が動的再結晶によるならば、応力-歪曲線には応力振動が現れることが予想される。そこで高温圧縮試験を初期歪速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行った。得られた応力-歪曲線を Fig. 5 に示す。ピーク応力を示した後、加工硬化、軟化の過程を繰り返す多重応力振動を示し、動的再結晶の発現を強く示唆している。

4. 単結晶試験片のクリープ曲線

変形双晶は結晶格子の c 軸方向、つまり $[001]$ 方向に応力をかけたとき⁽¹⁾に起こる。そこで、変形双晶の出現を避けるために $[110]$ 方位を圧縮軸とした。この方位付近では、衝撃的な変形によっても変形双晶は起こらず、変形様式はすべりによることが報告⁽¹⁸⁾されている。試験条件は多結晶において strain burst が顕著であった応力 5 MPa を選んだ。クリープ曲線(a)とクリープ速度の変遷(b)を Fig. 6 に示す。ここでは大きい strain burst が 17 ks 付近に観察される。Fig. 1 の 5 MPa の多結晶に比べ出現は遅い。strain burst 直前の

Fig. 5 True stress vs. true strain curve of polycrystals at a strain rate of $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

クリープ速度 $6.46 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ に対し、strain burst 後のクリープ速度は $4.09 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ と、その変化は約65倍であった。多結晶のクリープ速度の変化が4倍程度であるのに比べ非常に大きい。また、strain burst 発現は多結晶の場合より遅かった。

5. 単結晶試験片の組織観察

strain burst 後の歪0.29における変形組織を Fig. 7 に示す。試験片全体の粒界をトレースしたものと、その一部(Fig. 7 上白抜き部分)を微分干渉顕微鏡で観察したものである。圧縮軸に垂直な横断面で観察した。試験前には単結晶であったが、試験後には三つの結晶粒となっている。粒界は波状化しサブグレインを結晶粒内部に含むことが分かる。

Fig. 7 の各結晶粒に X 線(直径 1 mm)を照射し、それらのラウエ回折像を得た。これを Fig. 8 に示す。各結晶粒のスポットは引き延ばされ、それらはさらに細かく細分化されている。これは、変形を受けサブグレインを形成したことを示す。この回折像はサブグレインが観察された組織観察と一致する。ちなみに、静的再結晶組織のものは、明確なスポットを示した。それぞれの結晶粒を比較すると、明らかに異なった方位を示し、 $[110]$ スポットとも明らかに異なっている。単結晶であったものが、変形を受けた結晶粒から構成される

Fig. 6 Creep curve (a) and creep rate vs. time curve (b) of a $[011]$ single crystal at 5 MPa.

Fig. 7 Dynamically recrystallized grains (upper drawing) and subgrains in the grains (lower micrograph) observed after the creep test up to a strain of 0.29 at 5 MPa.

組織となるには、核の生成-成長を経る動的再結晶が起きたことでしか説明できない。

6. strain burst と動的再結晶の関係

クリープ中の動的再結晶に関する報告は他金属では多数⁽⁹⁾⁻⁽¹³⁾あり、strain burst の発現が観察されている。本実験の strain burst の原因は変形双晶ではなく、動的再結晶に起因することは明らかである。しかしながら、多結晶の場合には、strain burst の原因として他の可能性も考えられる。

Straub と Blum⁽¹⁹⁾はアルミニウム多結晶(99.99 mass% Al, 粒径 3.5 mm)の高温圧縮クリープ試験において突発的にクリープ速度が増大する現象を報告している。粒内にはサブグレインを含む組織とともに長距離の粒界移動が見られたことから、クリープ速度の増加は粒成長によるものと結論づけた。これを McQueen ら⁽²⁰⁾は、動的結晶粒成長(dynamic grain growth)と称し、山縣の報告⁽²¹⁾した高純度アルミニウム多結晶の高温圧縮試験の応力振動を、これによるものと指摘した。本実験でも同様なことが考えられなくもないが、粒成長は strain burst の有無に関わらず発現していること、また、単結晶で strain burst が出ることは明らかなので、多結晶の場合も strain burst の原因は動的再結晶であると考えするのが自然である。粒界移動することによって歪エネルギーを低下させることが知られている。これを歪誘起粒界移動(バルジング機構)⁽²²⁾⁽²³⁾というが、本実験の粒成長はこれに相当すると考えられる。

サブグレインが生成し、粒界が凹凸化したところに動的再結晶核の出ることが多く報告されている。これは凹凸化した粒界で粒界すべりが起き、不均一変形が導入されることによる⁽²³⁾。粒界すべりが起こっているか確認するために多結晶試料の表面を平滑にし、応力 5 MPa で strain burst 直前の歪 0.05 までクリープ試験を行った。その表面の SEM 写真を

Fig. 8 Laue back reflection photographs for the dynamically recrystallized crystals. (a) pattern obtained from the left grain, (b) from the central grain, and (c) from the right grain in Fig. 7.

Fig. 9 に示す. (a) から, 粒界移動によって粒界が波状化したことが分かる. (b) および (c) は表面に格子模様を金蒸着して試験したものである. (b) から粒界移動で粒界は波状化するが, 格子模様に変化が見られない. 粒界移動で波状化するときには粒界すべりのような不均一歪は導入されないことが分かる. (c) では粒界を挟んで格子模様がずれている箇所

Fig. 9 Scanning electron micrographs of polycrystalline specimens crept up to a strain of 0.05 at 5 MPa. Grain boundary migration in (a) and (b), and grain boundary sliding in (c).

が観察され, 粒界すべりが起こっている. このとき, 粒界は波状化していない. このような箇所の方が不均一変形が導入され核生成サイトとなり得るであろう. 粒界が激しく波状化しているところが必ずしも核生成サイトと成り得るわけではないといえる. strain burst 発現までの時間, 歪が単結晶より多結晶の方が少ないのは, 多結晶の粒界すべりが動的再結晶の発現を促進しているためとも考えられる.

7. strain burst 前後でのクリープ速度変化

多結晶と単結晶の strain burst 時のクリープ速度の変化はそれぞれ 4 倍, 65 倍と, 実に 10 倍以上も異なる. この原因を以前, 高純度アルミの strain burst の解析で用いた方法⁽¹⁷⁾に基づき考察する.

strain burst は軟らかい新粒(動的再結晶粒)の急激な生成を伴って起こる現象と考えられる. 変形の進行に伴い加工硬化した結晶中に, 新粒が発生し, 発生した新粒がある程度大きくなった状態を考える. この状態で, 新粒の体積率 V_{DR} , 変形応力 σ_{DR} , 加工硬化粒の体積率 V_{WH} , 変形応力 σ_{WH} とする. このとき, $0 < V_{DR} \leq 1$ である.

まず, strain burst が新粒生成に伴って生じるとすると, strain burst 前後の変形速度比 $\dot{\epsilon}_{SB}/\dot{\epsilon}$ は, 次式⁽¹⁷⁾で与えられる.

$$\dot{\epsilon}_{SB}/\dot{\epsilon} = 1/[1 - (1 - 1/k) V_{DR}]^n$$

ここで, n は応力指数, $k = \sigma_{WH}/\sigma_{DR}$

式より, 縦軸に変形速度比, 横軸に体積比としてプロットしたものを Fig. 10 に示す. スズのクリープにおいて応力指数 n は 4.6~7⁽¹⁾⁽⁴⁾⁽⁷⁾⁽²⁴⁾が報告されているので, この付近に

Fig. 10 Calculated creep rate ratio vs. volume fraction of new grains. The two indicated portions correspond to the experimentally observed values for a single crystal and polycrystals.

について示した。 k の値は 3 を用いた。 圧縮試験の応力振動 (Fig. 5) も動的再結晶によるものと考えられる。 この時、降伏応力 (1.62 MPa) が新粒の変形応力 σ_{DR} 、ピーク応力 (5.17 MPa) が加工硬化粒の変形応力 σ_{WH} に相当すると仮定すると、その比率が 3 程度であったためである。

図より体積率が高くなるほど、つまり動的再結晶粒が大きく成長するほど、strain burst によるクリープ速度比が大きいく。 本試験のクリープ速度比は多結晶が 4 倍、単結晶が 65 倍ということを見ると、多結晶試験片では新粒が大きくは成長できず、多結晶と単結晶の違いなので既存の粒界が粒成長を妨げていることが想像できる。 多結晶の動的再結晶過程で粗粒化する場合、粒界上で生ずる新粒が結晶粒同士の衝突を起こし、準安定な粒径を生ずる⁽²⁵⁾ことが知られている。 すでにある粒界が新粒成長の抵抗となり粒成長は止まるか減少するということである。 多結晶の場合には既存の結晶粒が strain burst 時に成長できる最大の体積率と考えられる。 strain burst 前に粒成長する事や試験後の試験片には特に粗大な結晶粒が 2, 3 個が存在する。 この粗大結晶粒が試験片の体積の 3~4 割程度 (粗大粒すぎて通常の粒径測定法を用いることができないのでおよその値) を占めた (Fig. 10 の横軸 0.3~0.4) とするとクリープ速度の変化は計算値と良く一致する。 一方、単結晶の場合には旧粒界が存在しない。 新粒の粒界が高速で移動し、試験片の大部分である 7~9 割程度を新粒が占めたと考えると、クリープ速度変化の値は計算値と良く一致する。

粗大粒であったことが strain burst の観察された理由と思われる。 明確に strain burst を検出するにはクリープ速度比を大きくするという事なので、粗大結晶粒であった方が望ましい。 一般的には微細粒の方が動的再結晶が起こりやすい事が知られているが、スズの微細粒では先の理由から動的再結晶の発現は変形挙動 (strain burst) に現れにくいと考えられる。 高純度アルミニウムの場合も粗大結晶粒の方が現れやすい⁽²⁶⁾。 今までスズのクリープ試験で strain burst の報告がないのはこのような理由からかもしれない。

IV. 結 言

純スズの圧縮クリープ試験、定速圧縮試験を 393 K で行った。 その結果次のようなことが明らかになった

(1) 多結晶、単結晶ともにクリープ速度の急激な増加であ

る strain burst が観察される。 これは動的再結晶の発現に起因する。

(2) 定速圧縮試験において [110] 単結晶は、動的再結晶に典型的な多重の応力振動を示す。

(3) strain burst に伴うクリープ速度の増加は、多結晶は 4 倍程度、単結晶は 65 倍程度である。 多結晶の場合には既存粒界が新粒の成長を妨げるためクリープ速度の増加は少ないと考えられる。 そして新粒が大きく成長するほど大きくなると言える。

(4) 多結晶の strain burst は単結晶よりも早期に出現する。 多結晶では粒界すべりによる不均一変形が導入され、新粒の核生成場所として働くためと考えられる。

文 献

- (1) J. Weertman and J. E. Breen: J. Appl. Phys., **27**(1956), 1189.
- (2) O. D. Sherby and J. Weertman: Acta Metall., **27**(1979), 387.
- (3) R. E. Frenkel, O. D. Sherby and J. E. Dorn: Acta Metall., **3**(1955), 470.
- (4) J. E. Breen and J. Weertman: J. Metals, **7**(1955), 1230.
- (5) J. Weertman: J. Appl. Phys., **28**(1957), 196.
- (6) S. H. Shu, J. B. Cohen and J. Weertman: Metall. Trans. A, **14**(1983), 117.
- (7) P. Adeva, G. Caruana, O. A. Ruano and M. Torralba: Mater. Sci. Eng. A, **194**(1995), 17.
- (8) S. N. G. Chu and J. C. M. Li: Mater. Sci. Eng., **39**(1979), 1.
- (9) D. Hardwick, C. M. Sellars and W. J. McG Tegart: J. Inst. Metals, **90**(1961-62), 21.
- (10) R. C. Gifkins: J. Inst. Metals, **87**(1958-1959), 255.
- (11) G. J. Richardson, C. M. Sellers and W. J. McG Tegart: Acta Metall., **14**(1966), 1225.
- (12) T. Hamada, S. Hitomi and Y. Ikematsu: Mater. Trans., JIM, **37**(1996), 353.
- (13) 山縣 裕, 大塚正久: まてりあ, **36**(1997), 795.
- (14) 藤原雅美, 広川友雄: 日本金属学会誌, **51**(1987), 830.
- (15) 杉本孝一, 長村光造, 山根寿己, 牧 正志, 菊池潮美, 落合庄治郎, 村上陽太郎: 材料組織学, 朝倉書店, (1995), 142.
- (16) N. Nagasaka: J. J. Appl. Phys., **28**(1989), 446.
- (17) 小池俊之, 田中康介, 山縣 裕, 大塚正久: 日本金属学会誌, **62**(1998), 44.
- (18) T. Hirokawa: J. Sci. Hiroshima Uni., **23A**(1960), 637.
- (19) S. Straub and W. Blum: Scripta Met. Mater., **24**(1990), 1837.
- (20) H. J. McQueen, W. Blum, S. Staurb and M. E. Kassner: Scripta Met. Mater., **28**(1993), 1299.
- (21) H. Yamagata: Scripta Met. Mater., **27**(1992), 201.
- (22) 牧 正志, 田村今男: 鉄と鋼, **15**(1984), 2073.
- (23) 酒井 拓: 鉄と鋼, **81**(1995), 1.
- (24) F. A. Mohamed, K. L. Murty and J. W. Morris, JR.: Metal. Trans., **4**(1972), 935.
- (25) 酒井 拓: 日本金属学会会報, **22**(1983), 1036.
- (26) 藤田将巨, 大塚正久, 山縣 裕, 小池俊之, 田中康介: 第93回秋期軽金属学会概要集, (1997), 325.