99.999 mass% アルミニウム多結晶における 動的再結晶

田中康介*† 伊藤主計*††
山縣 裕** 大塚正久*

*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

J. Japan Inst. Metals, Vol. 63, No. 7 (1999), pp. 859-865

Dynamaic Recrystallization of 99.999 mass% Aluminum Polycrystal

Kousuke Tanaka*†, Kazue Ito*††,
Hiroshi Yamagata** and Masahisa Otsuka*

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

**R & D Div., Yamaha Motor Co., Ltd., Iwata 438-8501

Constant-compression speed testing was performed using a 99.999 mass% aluminum polycrystal with a grain size of 1.0 mm at temperatures ranging from 413 to 653 K and initial strain rates ranging from $1.67 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ to $1.67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. The true stress-true strain curves showed a variation from a single peak type to multipeak type with increasing temperature and with decreasing strain rate. The apparent activation energy for the deformation was measured from the temperature and strain rate dependence of the first peak stress. The value was $136 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ which is nearly the same value as the activation energy for the self-diffusion of aluminum. Recrystallized grains containing subgrains were observed in the specimens showing stress oscillations. The stress oscillations were assessed to be caused by dynamic recrystallization. The dynamic recrystallization takes place around the first peak stress of the stress oscillation at an initial strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and at 513 K. The dynamically recrystallized grain size at a strain of 1.0 decreases linearly with increasing Zener-Hollomon parameter Z .

(Received November 26, 1998; In Final Form March 3, 1999)

Keywords: aluminum, elevated temperature deformation, polycrystal, compression testing, dynamic recrystallization, stress oscillation

I. 緒 言

高純度アルミニウム単結晶の変形において、広い温度・歪速度範囲において核生成・粒成長を伴う動的再結晶が生じる⁽¹⁾⁽²⁾。動的再結晶による新粒が明瞭に検出される単結晶を用いた系統的試験によって、著者らはこれまで回復および再結晶の挙動を調査してきた。圧縮⁽³⁾⁻⁽⁸⁾および引張試験⁽⁹⁾においては、多重の応力振動を伴う応力歪曲線が現れること、クリープ試験では周期的なクリープ速度の急増が現れる⁽¹⁰⁾ことなどが明らかになっている。また、微量の不純物元素の影響を調べた結果⁽¹¹⁾⁻⁽¹⁴⁾、粒界移動の速度が不純物により抑制されることで、動的再結晶が現れなくなることなども明ら

かになっている。ppm オーダーの不純物濃度の影響が顕著に現れる点や、応力振動が単結晶のみ明瞭に検出できる点などは、銅やニッケル、オーステナイト鉄などの挙動と異なっている。

結晶粒界をすでに有する多結晶試料では、動的再結晶出現の有無やその形態が単結晶試料と異なることが予想される。そこで、本研究では 99.999 mass% アルミニウム多結晶を広い温度・歪速度範囲における圧縮試験に供し、得られた変形曲線および変形組織を調査し、単結晶の場合と比較することを目的とした。

II. 実 験 方 法

供試材は、99.999 mass% アルミニウム熱間押し材で、主な不純物含有量は、Si<1.0, Fe<0.7, Cu<1.0, Mg<0.8, Zn<0.5, V<1.0, Zr<0.3(各 mass ppm; GD-MS 分析による)である。これより直径 6 mm、高さ 8 mm の円柱状試験

† 芝浦工業大学大学院生、現在：核燃料サイクル開発機構(Graduate Student, Present address: Japan Nuclear Cycle Development Institute.)

†† 芝浦工業大学学生、現在：エヌケーケー条鋼(株)(Undergraduate Student, Present address: NKK Bars & Shapes Co. Ltd.)

片を切り出し、エメリー研磨、電解研磨を施した後、673 K で大気中にて 1.8 ks の焼鈍を行った。平均結晶粒径は 1.0 mm である。

最終調整後の試験片をインストロン万能試験機(Model 1127)により大気中で定速圧縮試験した。試験条件は温度 413~653 K, 初期歪速度で $1.67 \times 10^{-1} \sim 1.67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ である。温度は試験片に接触させた熱電対により測定した。圧子には TiC 平行板を用い、高歪まで均一に圧縮を行うため、グラファイト系の潤滑剤を両端面に塗布した。

組織の凍結はクロスヘッド停止後 3 s 以内に荷重状態のまま水冷することにより行った。組織観察には偏光顕微鏡を用いた。観察面には電解研磨および Barker 氏液による陽極酸化を施した。

Ⅲ. 実験結果および考察

1. 圧縮変形曲線

Fig. 1 に初期歪速度 $\dot{\epsilon} = 1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ における応力-歪 (σ - ϵ) 曲線と温度との関係を示す。規則性には欠けるが、動的再結晶に特徴的な多重の応力振動が見られる。動的再結晶発生時における一般的な挙動として、低温(高応力)域では単一ピーク型、高温(低応力)域では多重ピーク型となることが報告⁽¹⁵⁾されているが、類似した傾向がうかがえる。高温になると曲線から応力振動が消え、一定の応力で変形が進行する定常状態が現れる。変形応力は温度の上昇とともに単調に低下する。また、第 1 ピークの出現時期は温度の上昇とともに早期化(低歪側へ移行)するが、573 K では遅れる傾向にある。

Fig. 1 の応力振動の振幅は小さい。ニッケル⁽¹⁶⁾や銅⁽¹⁷⁾,

Fig. 1 Effect of temperature on the compressive stress-strain curves at an initial strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

炭素鋼⁽¹⁸⁾などにおける σ - ϵ 曲線は、加工硬化後に明瞭な応力ピークを迎えた後に加工軟化あるいは多重の応力振動を示し、その応力低下の割合は大きい。

Fig. 2 に 493 K における σ - ϵ 曲線の $\dot{\epsilon}$ 依存性を示す。 $\dot{\epsilon} = 1.67 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ においては、単調に硬化する動的回復型曲線を示すが、 10^{-2} s^{-1} においては後述するように動的再結晶発生の目安となるピーク応力が現れる。さらに 10^{-3} s^{-1} では多重の応力ピークを有する曲線になり、 10^{-4} s^{-1} では曲線の振幅が大きくなる。そして 10^{-5} s^{-1} で応力振動が消え、真歪 0.9 の高歪域において小さい応力ピークを示すのみとなる。これより、 $\dot{\epsilon}$ の低下に伴って単一ピークから多重ピークを有する曲線へと変化し、第 1 ピーク応力は単調に低下することがわかる。さらに、ピーク歪は $\dot{\epsilon}$ の低下とともにいったん低歪側へ移行するが、ある臨界の $\dot{\epsilon}$ を越えると再び増大する傾向にある。

2. 第 1 ピーク応力からの変形の律速機構の推定

変形応力 σ は温度の上昇および歪速度の低下に伴い単調に減少する。この変形を次の変形速度式で示される熱活性化過程で検討する。

$$\dot{\epsilon} = AF(\sigma) \exp(-Q_{\text{app}}/RT) \quad (1)$$

ここで、 A は定数、 $F(\sigma)$ は応力の関数、 Q_{app} は変形の見かけの活性化エネルギー、 R は気体定数である。 $F(\sigma)$ として下記の関数⁽¹⁹⁾を使う。

$$F(\sigma) = \sigma^n \quad (2)$$

ここで、 n は定数。

$$Q_{\text{app}} = -R[\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial (1/T)]_{\sigma} \quad (3)$$

真応力-真歪曲線上で特徴的な第 1 ピーク応力 σ_p において Q_{app} を決定する。Fig. 3 に第 1 ピークの応力を温度に対して表示した。このデータより任意の σ_p を生ずるときの $\ln \dot{\epsilon}$ と $1/T$ とをアレニウスプロットした各直線は 30 MPa 以下の応力ではほぼ平行となり、それらの傾きから Q_{app} は $136 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ と求められた。これはアルミニウムにおける自己拡散

Fig. 2 Effect of strain rate on the stress-strain curves at 493 K.

の活性化エネルギー $142 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ (20) とほぼ等しい値である。これより、変形は拡散支配の動的復旧過程により律速されると考えられる。

変形条件を比較するパラメータとして Zener と Hollomon⁽²¹⁾ が提案した温度補償歪速度因子 $Z (\equiv \dot{\epsilon} \exp(Q_{\text{app}}/RT))$ がよく用いられる。 Q_{app} が応力依存性を示さない場合には、式(1)は Z を用いて次式のように表せる。

$$Z = A F(\sigma) \quad (4)$$

式(4)より Z と σ の関係から応力関数 F が求められる。

Fig. 4 は Z と第 1 ピーク応力 σ_p とを両対数スケールでプロットした結果である。 $\ln \sigma_p$ と $\ln Z$ との関係は、ほぼ直線近似できる。このことは次式が成立することを示している。

$$Z = A \sigma_p^n \quad (5)$$

式(5)を採用すると、変形速度式は次式のように表せる。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma_p^n \exp(-Q_{\text{app}}/RT) \quad (6)$$

式(6)において、一定の T における $\dot{\epsilon}$ と σ_p のプロットに

Fig. 3 Primary peak stress as a function of temperature and strain rate.

Fig. 4 Primary peak stress vs. parameter $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q_{\text{app}}/RT)$. $Q_{\text{app}} = 136 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$.

よって得られた直線の勾配から、応力指数 n は約 11 と求められた。これはアルミニウムの高温クリープにおける結果 $n = 4.4$ (22) と比べておよそ 2.5 倍も大きい。

Fig. 5 は応力-歪曲線形状と試験条件との関係を $\log \dot{\epsilon} - 1/T$ 線図上にプロットしたものである。○は多重応力振動の現れる条件を示しており、△は単一ピーク型の曲線、×は単調な動的回復型の曲線を示している。 $\sigma - \epsilon$ 曲線は、高 Z 域では単一ピーク型、低 Z 側における変形では多重ピーク型の形状を示す。応力ピークまたは応力振動は $10^9 \text{ s}^{-1} < Z < 10^{15} \text{ s}^{-1}$ の範囲において出現する。

3. 動的再結晶組織

Fig. 6 および Fig. 7 は、真歪 1.0 での組織に及ぼす温度および歪速度の影響を示したものである。低温・高歪速度条件では初期粒径より微細化した起伏の多い粒界から成る結晶粒で構成される。また、内部にサブグレインを含む結晶粒と含まない新粒が混在している。この組織は変形中における新粒の生成とそれに続くサブグレイン形成、すなわち動的再結晶の発現による組織であり、静的再結晶では説明出来ない。McQueen ら⁽²³⁾ は Yamagata により報告されている 99.999 mass% アルミニウム多結晶における応力振動⁽¹⁾ は動的粒成長(変形中に既存の粒界が急激に移動する現象)による応力の振れであり、動的再結晶の発現を示すものではないと指摘した。しかし変形後、組織が微細化した本研究に対しては動的粒成長の発生は考えられない。これらの結果は、99.999 mass% アルミニウムの多結晶試料においても単結晶と同様に確かに動的再結晶が発現することを示すものである。

動的再結晶によって生じた新粒およびサブグレインの寸法

Fig. 5 Classification of stress-strain curves according to the occurrence of stress peak. Plotted on a $\log \dot{\epsilon}$ vs. $1/T$ diagram. Code ○ shows multiple stress peaks, code Δ single stress peak and code × no stress peak.

(a)

(b)

(c)

Fig. 6 Effect of temperature on the microstructure of specimen deformed at $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ up to a strain of 1.0. (a) 453 K, (b) 493 K, (c) 553 K.

は、温度の上昇および歪速度の低下に伴い増大する傾向にある。動的再結晶で生じた粒径 D_s と Z との関係を整理すると **Fig. 8** のように負の相関関係が得られる。大橋ら⁽¹⁶⁾によると、ニッケルにおいて、 Z 一定の変形条件での真応力-真歪

(a)

(b)

Fig. 7 Effect of strain rate on the microstructure of specimen deformed at 493 K up to a strain of 1.0. (a) $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, (b) $1.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Fig. 8 Mean size of dynamically recrystallized grain as a function of parameter Z . Strain 1.0.

Fig. 9 Microstructure change during compressive test at 533 K and $1.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

曲線は、初期粒径 D_0 の増加に伴い多重ピーク型から単一ピーク型へと変化する。系統的な研究結果により、曲線形状は次式で示されるような D_0 と D_s の大小関係で決まることを大橋らは提案している。

$$D_0 = 2D_s \quad (7)$$

$D_0 > 2D_s$ の粗粒初期組織では、変形に伴う細粒化過程で単一ピーク型の曲線が現れるのに対し、 $D_0 < 2D_s$ の細粒初期組織では逆に粗粒化過程で多重ピーク型の曲線が現れると結論している。

本研究の結果は式(7)には従わず、初期粒径 D_0 のおよそ $1/5$ の動的再結晶粒径 D_s となる変形条件でも多重ピーク型の曲線となった。

4. 再結晶粒の発生状況と成長挙動

Fig. 9 に 533 K, $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ において所定の歪まで変形させた後の組織を示す。Fig. 9(a) は試験前組織である。変形開始後においては、もとの結晶粒の中にサブグレインが形成され始め (Fig. 9(b))、さらに進むと試験片全面にわたりサブグレイン組織が広がる (Fig. 9(c))。これは小傾角粒界の形成によって結晶が多数のサブグレインに分割された状態であり、この段階では動的回復が起こっていることを示唆している。

第1ピーク応力付近ではサブグレインとともに動的再結晶粒が観察される (Fig. 9(d), Fig. 10)。Fig. 10 と Fig. 11 は試料の全断面を見たものである。動的再結晶粒以外のところはサブグレイン組織よりなる。加工軟化後に迎えた極小応力付近では、この動的再結晶粒が広範囲に発達している (Fig. 11)。

これらの組織変化よりピーク直前で動的再結晶粒が核生成することが考えられる。動的再結晶粒は、転位密度の高い部分を侵食して行き、応力が低下し、これらの過程が協力現象として繰り返し起こることにより巨視的な応力振動が発生する。第1ピークの出現時期は動的再結晶発生の目安になるものと考えられる。

5. 他の報告例との比較

アルミニウム多結晶を高温圧縮すると比較的狭い温度および歪速度範囲で応力振動を伴う動的再結晶が発生することが確認できた。現在まで、高純度アルミニウム多結晶の高温変形の研究の中で、多重の応力振動を伴う動的再結晶の発生は、Yamagata⁽¹⁾の結果を除いては報告されていない(最

† 以下、本文中に他の研究者のレポートを引用したもので単に%と記されたものは、元々の報告に mass%, mol% などの表示のないものである。

(a)

(b)

Fig. 10 Whole macroscopic views of the specimen deformed at 533 K and $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ up to the peak stress ($\epsilon=0.28$). Observed on (a) X plane and (b) Y plane, which are, respectively, perpendicular and parallel to the compressive axis.

近, Ponge ら⁽²⁴⁾は99.9995%単結晶[†]の引張りおよび圧縮試験で明瞭な多重の応力振動を伴う動的再結晶を確認し, Yamagata の結果を支持している。

Dadson ら⁽²⁵⁾は 99.999%アルミニウム多結晶(平均結晶粒径 0.85 mm)の高温圧縮試験(温度 573 K, 673 K, 真歪速度 $4.61 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)において動的再結晶は起こらずにサブグレインの出現を伴う動的回復のみが起こると報告している。また, Kassner ら⁽²⁶⁾は99.999%アルミニウム多結晶(非等軸粒; 長径 0.64 mm, 短径 0.22 mm)の 644 K でのねじり試験において新粒の発生は見られず, 全体の1/3程度のサブグレインが大角化した幾何学的動的再結晶組織を示したと報告している。

このような結果の本実験との相違理由としては供試材の純度の影響がまず考えられる。本研究で用いた試料は帯熔融精製により高純度化したものであり, 不純物元素の含有量は 10 ppm 以下である。このため 99.999 mass%は保証できる

(a)

(b)

Fig. 11 Whole macroscopic views of the specimen deformed at 533 K and $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ up to the bottom stress ($\epsilon=0.35$). Observed on (a) X plane and (b) Y plane, which are, respectively, perpendicular and parallel to the compressive axis.

純度であると考えられる。しかし, Dadson ら⁽²⁵⁾および Kassner ら⁽²⁶⁾の報告では公称純度のみの表示であり, 微量不純物については言及していない。

次に彼らの使用した試料純度が本研究と同じレベルであるという前提の元に考察すると, 初期結晶粒径 D_0 の影響が考えられる。99.999 mass%アルミニウムにおける応力振動の出現温度・歪速度範囲は, 単結晶⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾⁽¹¹⁾, $D_0=3.0 \text{ mm}$ の単結晶⁽¹⁾, そして本研究における $D_0=1.0 \text{ mm}$ の単結晶の順に狭くなり, 振幅および振動数とも減少している。これより, 初期結晶粒径の低下に伴い, 応力歪曲線上の応力振動は出にくくなる。多結晶の場合, 既存の粒界が動的再結晶粒の成長を阻害し, 応力振動が出にくくなるものと考えられる。

Dadson ら⁽²⁵⁾および Kassner ら⁽²⁶⁾の実験では, 結晶粒径 D_0 がそれぞれ 0.85 mm, 0.64 mm と比較的小さい。多結晶の場合, はじめから粒界があるため新粒が発生しても見過ごしやすい。また, 応力振動が現れにくいので, 「動的再結晶は現れない」という先入観で見過ごしてしまったのかもしれ

ない。ただし、他の金属では動的再結晶の発生しやすさが、初期結晶粒径の影響を受けることが報告⁽¹⁵⁾⁻⁽¹⁷⁾されている。高純度アルミニウムの場合、変形前の初期結晶粒径を系統的に変化させるのが難しい。そのため応力振動が大きい小さいかではなく、動的再結晶そのものの発生しやすさが初期結晶粒径の影響をどの程度受けるかは今回は確認できなかった。

さらにその後 Kassner ら⁽²⁷⁾は、99.999% アルミニウムの室温での圧縮試験(不均一変形するので、0.2程度ずつ歪を加え、その都度、試験片を加工し直し再び歪を加えるという形で歪2.0付近まで変形)において歪1.7で動的再結晶組織を確認している。初期の結晶粒径は0.6と0.7 mmである。その時の応力-歪曲線は加工硬化後、歪1.2付近で加工軟化する形であった。試験後の試料保持を低温で行い、組織観察に注意を払ってはいるが変形温度が室温と低く、動的再結晶があったというにとどまっている。応力振動と動的再結晶組織の間の明確な関係は実験的に提示されていない。

応力-歪曲線に多重の応力振動が出ることは、従来、動的再結晶の発現の重要な目安となってきた。銅などでは初期結晶粒径が1 mm以下でも明瞭な応力振動が検出⁽¹⁷⁾される。初期粒径が細かい多結晶試料に力振動が明瞭でないのは、アルミニウムの著しい特徴である。Fig. 1およびFig. 2で高応力および低応力の曲線には力振動が見られない。提示した以外の組織観察は本研究では行っていないので、力振動のないときに動的再結晶が起きているかどうかは定かでない。検討した多結晶の初期結晶粒径の力振動におよぼす影響の他に、アルミニウム単結晶においても銅を10 ppm程度添加すると力振動を伴うことなく動的再結晶が出現する場合のある⁽¹⁴⁾ことが、最近明らかになっている。動的再結晶中の粒界移動が関わっているものと思われるが、これらとの関連についてはさらに検討が必要である。

IV. 結 言

平均結晶粒径1.0 mmの99.999 mass% アルミニウム多結晶を、温度413~653 K、初期歪速度で $1.67 \times 10^{-1} \sim 1.67 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の範囲で定速圧縮試験を行い、真応力-真歪曲線形状および変形組織を検討して以下の結果を得た。

(1) 真応力-真歪曲線形状は、温度の上昇および歪速度の低下に伴い、単一ピーク型から多重ピーク型へと変化する。

(2) 第1ピーク応力 σ_p の温度 T および歪速度 $\dot{\epsilon}$ 依存性は次式で近似できる。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma_p^n \exp(-Q_{\text{app}}/RT)$$

ここに、変形の見かけの活性化エネルギー Q_{app} は $136 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 、 n は11、 A は定数である。 Q_{app} は自己拡散の活性化エネルギーとほぼ等しい。

(3) 応力振動後にサブグレインを含む新結晶粒組織が認められる。ゆえに、応力振動は動的再結晶の発生に起因している。

(4) 533 K、初期歪速度 $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ において、動的再結晶粒は第一ピーク応力付近で発生する。

(5) 高歪1.0における動的再結晶組織の平均結晶粒径は、Zener-Hollomon パラメータ Z の増加とともに低下する。

文 献

- (1) H. Yamagata: Scripta Metall. Mater., **27**(1992), 201.
- (2) 山縣 裕, 大塚正久: まてりあ, **36**(1997), 795.
- (3) H. Yamagata: Scripta Met. Mater., **27**(1992), 727.
- (4) H. Yamagata: Scripta Met. Mater., **27**(1992), 1157.
- (5) H. Yamagata: Scripta Met. Mater., **30**(1994), 411.
- (6) 山縣 裕: 軽金属, **44**(1994), 373.
- (7) 田中康介, 小池俊之, 山縣 裕, 大塚正久: 日本金属学会誌, 投稿中.
- (8) 田中康介, 小池俊之, 山縣 裕, 大塚正久: 日本金属学会誌, 投稿中.
- (9) Y. Watanabe, T. Koike, K. Tanaka, M. Otsuka and H. Yamagata: to appear in Mater. Trans., JIM.
- (10) 小池俊之, 田中康介, 大塚正久, 山縣 裕: 日本金属学会誌, **62**(1998), 37.
- (11) K. Tanaka, T. Koike, M. Otsuka and H. Yamagata: *Strength of Materials*, The Japam Institute of Metals, (1994), 787.
- (12) H. Yamagata: Acta Metall. Mater., **43**(1995), 723.
- (13) T. Koike, M. Otsuka and H. Yamagata: Proceedings of 7th International Symposium on Physical Simulation, (1997), Tsukuba, Japan.
- (14) 藤田将巨, 大塚正久, 山縣 裕, 小池俊之, 田中康介: 軽金属学会第93回秋期大会講演概要, (1997), 325.
- (15) 酒井 拓: 日本金属学会会報, **22**(1983), 1036.
- (16) 大橋正幸, 遠藤孝雄, 酒井 拓: 日本金属学会誌, **54**(1990), 435.
- (17) 古城紀雄, 岡田陽三, 堀 茂徳: 材料, **29**(1980), 12.
- (18) 酒井 拓, 大橋正幸: 鉄と鋼, **67**(1981), 2000.
- (19) 結晶の高温塑性: J-P. Poirier, 小口 醇訳, 養賢堂, (1980), 63.
- (20) T. S. Lundy and J. F. Murdock: J. Appl. Phys., **33**(1962), 1671.
- (21) C. Zener and J. H. Hollomon: J. Appl. Phys., **15**(1944), 22.
- (22) H. J. Frost and M. F. Ashby: *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press, (1982), 21.
- (23) H. J. McQueen, W. Blum, S. Straub and M. E. Kassner: Scripta Metall. Mater., **28**(1993), 1299.
- (24) D. Ponge, M. Bredehoft and G. Gottstein: Scripta Materialia, **37**(1997), 1769.
- (25) A. B. C. Dadson and R. D. Doherty: Acta Metall. Mater., **39**(1991), 2589.
- (26) M. E. Kassner and M. E. McMahon: Metall. Trans., **18A**(1987), 835.
- (27) M. E. Kassner, J. Pollard, E. Evangelists and E. Cerri: Acta Metall. Mater., **42**(1994), 3223.