ECCI 法による銅単結晶の疲労転位構造の観察*

兼子佳久 橋本 敏

大阪市立大学大学院工学研究科機械物理系専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 66, No. 12 (2002), pp. 1297-1303
Special Issue on Materials and Technologies for Risk Society
© 2002 The Japan Institute of Metals

Observation of Dislocation Structure of Fatigued Copper Single Crystals using ECCI Method

Yoshihisa Kaneko and Satoshi Hashimoto

Department of Mechanical and Physical Engineering, Graduate School of Engineering, Osaka City University, Osaka 558-8585

In order to detect persistent slip bands (PSBs) which can be nucleus of fatigue cracks, surfaces of fatigued copper single crystals were observed using electron channeling contrast imaging (ECCI) method. The ECCI method enables us to observe dislocation structure existing near the surface of bulk crystal, nondestructively. The copper single crystals having $[2\bar{3}1]$, $[001]$ and $[\bar{1}11]$ tensile axes were cyclically deformed at a constant plastic shear strain amplitude of 2×10^{-3} . After the fatigue tests, the ECCI observations of the crystal surfaces were performed with a field-emission scanning electron microscope. When the $[2\bar{3}1]$ single crystals were fatigued until 1500 cycles, band-like images along a primary slip plane were detected by the ECCI method. It was found at high-magnification observation that the band-like image was composed from ladder-like structure. Because this structure is identical to the PSB which has been observed with transmission electron microscope (TEM), it can be concluded that the band-like images of the ECCI observation were the PSBs which were formed near crystal surface. The ECC images of the fatigued single crystals having $[001]$ and $[\bar{1}11]$ axes revealed linear and wavy structures lying perpendicular to tensile axis, respectively. These structures were also analogues to the observations which have been conducted using the TEM.

(Received June 20, 2002; Accepted July 31, 2002)

Keywords: fatigue, electron channeling contrast imaging, dislocation structure, persistent slip band, copper, single crystal

1. 緒 言

金属の結晶に疲労変形を与えると、転位が増殖し、様々な形態に配列することが種々の金属で確認されている¹⁾。例えば銅単結晶では、まず転位密度が高い部分と低い部分の2つの領域から構成されるペインとよばれる転位構造が形成される。さらに繰返し変形を与え続けると、Persistent Slip Band (PSB) とよばれるすべり面に沿ったはしご状の転位構造がしばしば形成される。この PSB はペイン構造と比べて非常に大きな塑性ひずみを緩和できるため、PSB が形成されると疲労変形の大部分は PSB に局在化する。粒内で発生する疲労き裂の多くは変形が集中する PSB に沿ってやがて形成される²⁻⁴⁾。したがって、疲労き裂発生の前段階として PSB が形成されるので、何らかの方法で PSB 形成を検知することは疲労き裂発生の予知につながる。

従来、疲労変形をうけた金属結晶の転位構造は透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて観察されてきた。上述の PSB も TEM を用いて数多く観察されている。しかしながら、TEM を用いた転位構造観察では結晶を薄膜状に加工しなければならないので、例えば使用中の機械部品を検査し、再び

使用することはできない。また、TEM では試料を観察できる範囲が光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡 (SEM) に比べて狭いので、PSB の数が少ない場合、検出できない可能性がある。このような理由から、疲労損傷の程度を非破壊的に評価するためには、TEM に代わる転位構造の観察手法の確立が望まれる。

TEM に代わる転位観察手法として Electron Channeling Contrast Imaging (ECCI) 法とよばれる観察技術がいくつか報告されてきている⁶⁻¹²⁾。この手法は SEM を用いて表面近傍の転位を非破壊的に観察できることを特徴としている。1960 年代には Booker ら¹³⁾ は後方散乱電子強度が入射電子線と反射結晶面との角度に依存して変化することに着目し、後方散乱電子像による転位線の観察の可能性を言及していた。しかしながら、結晶が厚いと多重散乱の効果が大きいので、結晶を薄膜にしなければコントラストの良い像が得られなかった^{14,15)}。このような手法では、材料を薄膜状に加工しなければならないので、転位構造の観察にはもっぱら TEM が用いられてきた。しかしながらその後、電界放出型の電子銃が開発されると、電界放出型 SEM を用いた厚い結晶における転位線の ECCI 観察が報告されるようになった^{8,11,12)}。このようにバルク状結晶の転位線を観察できるようになったことから、疲労変形を受けた金属結晶における転位構造の観察に ECCI 法が応用されはじめている¹⁶⁻¹⁹⁾。疲労き裂の多

* 2002 年 3 月 29 日日本金属学会春期大会において発表

くは材料表面から形成されるが, ECCI 法では表面近傍の転位構造が観察できること, 非破壊的に観察できること, および TEM に比べて広い範囲を観察できることから, ECCI 法は金属疲労損傷の研究における新たな観察手法として期待できる。

本研究では銅単結晶を用いて定塑性ひずみ振幅下で疲労試験を行い, その表面を ECCI 法で観察した. 従来 TEM で観察されている転位構造および実験中の応力-ひずみ応答から推測される転位構造と本研究の ECCI 観察結果とを比較することによって, 材料の疲労損傷評価に対する ECCI 法の有用性を調査した。

2. 実験方法

2.1 疲労試験

結晶方位の異なる三種類の銅単結晶 (80 mm×30 mm×4.5 mm) を種付け Bridgman 法により純度 99.998 mass% の銅素材から作製した. 放電加工により, それらの銅単結晶を Fig. 1 に示す形状の平滑試験片に成形した. 三種類の試験片の結晶方位をステレオグラフを用いて Fig. 2 に示す. 試験片の引張軸方位は単一すべり方位である $[2\bar{3}1]$, 多重すべり方位である $[001]$ および $[\bar{1}11]$ である. 切り出した試験片は, エメリ紙による機械研磨の後, 真空中で最大温度 1173 K の繰返し焼鈍を 24 時間施した. 焼鈍の後, 電解研磨により表面層を除去し, 鏡面状に仕上げた。

疲労試験は, 室温, 大気中で行った. 疲労試験機は島津サーボバルサ EHF-FB5KN を用いた. 疲労試験中は塑性せん断ひずみ振幅を $\gamma_p = 2 \times 10^{-3}$ の一定値に保持した. 塑性ひずみ振幅を制御するために, 荷重の信号およびひずみゲージによって測定されるひずみの信号をコンピュータで随時解析し, 適切な信号を疲労試験機の制御器にフィードバックさせた. ひずみ波形は三角波で, 周波数は 0.5 Hz である. $[2\bar{3}1]$ 引張軸の試験片 (単一すべり方位) では, 500, 1500, 5000, および 10000 サイクルで繰返し負荷を停止した. 多重すべり方位である $[001]$ および $[\bar{1}11]$ 引張軸の試験片ではそれぞれ 10000 および 5000 サイクルで実験を中断した。

2.2 ECCI 観察

結晶表面に電子線を照射すると, 通常の SEM 観察に利用される二次電子に加えて, 後方散乱電子も放出される. Coates²⁰⁾ は後方散乱電子の強度が結晶方位に依存することを見だし, SEM 内で電子線をロッキングさせながら後方散乱電子の強度を測定すると, 菊池パターンに似た Electron Channeling Pattern (ECP) が得られることを示した. 後方散乱電子強度の結晶方位依存性の模式図を Fig. 3 に示す. 結晶表面から放出される後方散乱電子の強度は Fig. 3 に示すように, 入射電子線と反射結晶面との角度がブラッグの条件を満たす角度で急激に変化する。

表面近傍に格子欠陥が存在する場合の後方散乱電子強度の変化は Wilkinson ら^{21,22)} によって詳細に検討されているが, その変化の機構を模式的に表現すると Fig. 4 のようになる. 転位が表面近傍に存在している場合, その周囲の結晶面

Fig. 1 Schematic illustration of shape of a copper single crystal specimen.

Fig. 2 Stereographic projections of crystallographic orientation of the single crystal specimens having (a) $[2\bar{3}1]$, (b) $[001]$, and (c) $[\bar{1}11]$ tensile axes.

Fig. 3 Schematic diagram of orientation dependent intensity of the backscattered electron in relation to deviation from the Bragg condition, where θ_B indicates the Bragg angle.

Fig. 4 Schematic diagram of change in the backscattered electron intensity in the vicinity of a dislocation. The incident beam is tilted so as to satisfy the Bragg condition.

に歪みが生じる。例えば、Fig. 4 に示した結晶面は転位の右側では右、左側では左にそれぞれわずかに傾斜している。ここで、ブラッグ角より少しだけ大きい入射角度に固定した条件で、電子線を走査させる場合を考える。転位より左側では θ はさらに増加するので、後方散乱電子の強度に変化はない。一方、転位の右側では、転位による結晶面の傾斜のために θ は局所的に減少し、 $\theta < \theta_B$ となる領域が現れる。このような領域では θ のわずかな変化でも後方散乱電子の強度が急激に増加するために、転位を含む領域では後方散乱電子の強度は Fig. 4 のように大きく変化すると予想される。したがって、後方散乱電子像(反射電子像)では転位は TEM 観察の場合とは逆に明るいイメージとして観察されることになる。後方散乱電子強度のこのような変化として観察される転位像の幅は電子線の性質や表面からの転位の深さなどに依存して変化すると計算されている²¹⁾。また観察できる転位の深さは、シリコン単結晶では 30 keV の条件で約 100 nm⁹⁾、25 keV の条件で約 250 nm⁸⁾ とそれぞれ報告されている。

入射電子線の角度をブラッグ角に調整するためには結晶を回転させる必要がある。この方位調整には ECP を利用する。ECP 像におけるチャネリングバンドの端部、すなわち明暗部の境界線がブラッグの条件を満たす方位となる⁶⁾。

疲労試験後、試験片を再び研磨し、表面を平滑にした。ECCI 観察には電界放出型 SEM JEOL JSM-6500F を用いた。ECCI 観察の条件はプローブ電流が約 3.5 nA、加速電圧が 15 keV である。ECCI 観察を行う試料表面の結晶面は、 $[2\bar{3}1]$ 、 $[001]$ 、および $[\bar{1}11]$ 引張軸試験片でそれぞれ(111)、(100)、および(110)面である。

Fig. 5 Changes in stress amplitude and Bauschinger energy parameter during fatigue test in the copper single crystal having $[2\bar{3}1]$ tensile axis.

3. 実験結果および考察

3.1 繰返し応力-ひずみ応答

引張軸が $[2\bar{3}1]$ である単一すべり方位の銅単結晶に 10000 サイクルまで繰返し変形を与えた場合の、応力振幅の変化を Fig. 5 に示す。繰返し変形の初期では、転位の増殖による結晶の硬化によって応力振幅は急激に増加した。その後、約 2000 サイクルで応力振幅は飽和した。飽和応力振幅は約 60 MPa であり、この値を主すべり面上のせん断応力に分解すると、飽和分解せん断応力は約 28 MPa となる。この応力振幅は、銅単結晶の応力振幅と塑性ひずみ振幅との関係における plateau 領域の応力振幅²³⁾に一致する。PSB はこの plateau 領域において形成されるので、本実験の疲労負荷条件でも $[2\bar{3}1]$ 単結晶では PSB の形成が予想される。

応力振幅が増加するにしたがってヒステリシスループの形状は当然変化したが、応力振幅が飽和した後もヒステリシスループ形状は変化し続けた。このようなループ形状の変化は PSB 形成に関連すると考えられている²⁴⁻²⁶⁾。ヒステリシスループ形状を定量的に評価するために次式で与えられるパウシンガエネルギーパラメータ β_E ²⁴⁾ を計算した。

$$\beta_E = \frac{\sigma_a \epsilon_{pl} - \oint \sigma d\epsilon}{\oint \sigma d\epsilon} \quad (1)$$

ここで、 σ_a は応力振幅、 ϵ_{pl} は塑性ひずみ振幅、周積分はヒステリシスループの面積である。繰返し数の増加にともなう β_E 値の変化も Fig. 5 に示す。 β_E 値は初期に急速に増加した後、約 1200 サイクルで極大値となり、その後は徐々に減少した。また、500, 1500, 5000 サイクルで中断した実験で測定された応力振幅と β_E 値の変化も Fig. 5 の結果とはほぼ同じであった。

PSB 内の変形ははしご状転位壁の間を運動する転位によってもたらされ、変形応力の多くは転位運動の摩擦力に起因すると考えられている²⁷⁾。したがって、PSB が形成されると変形機構に不可逆的な要素が増加するので、パウシンガエネルギーパラメータ β_E が減少しはじめると提案されてい

る²⁴⁾。本研究では約 1200 サイクルで β_E 値が極大となったので、ヒステリシスループ形状の変化からは 1200 サイクル以降で PSB 形成が開始したと予想される。

引張軸方位が[001]および $[\bar{1}11]$ の単結晶の応力振幅と β_E 値の変化を Fig. 6 および Fig. 7 にそれぞれ示す。[001]引張軸では応力振幅は増加後一旦減少し、その後飽和した。飽和応力振幅は約 100 MPa である。このような応力振幅の変化は Gong ら²⁸⁾の実験結果とはほぼ一致する。 β_E 値は[231]単結晶と同様に初期の増加後に減少したが、飽和値は[231]単結晶に比べ高かった。 $[\bar{1}11]$ 単結晶を用いて 10000 サイクルまで疲労試験を続けると疲労き裂の発生および伝ぱが確認されたので、 $[\bar{1}11]$ 単結晶では繰返し数の上限を 5000 サイクルとした。 $[\bar{1}11]$ 単結晶は実験初期には他の方位に比べ非常に急速に硬化し、応力振幅は 160 MPa に達した。その後は徐々に減少し、5000 サイクル時では応力振幅は約 130 MPa となったが、この応力振幅は[231]単結晶と比較すると非常に高い値である。 $[\bar{1}11]$ 単結晶でこのような急速な繰返し硬化および高い応力振幅は Lepisto ら²⁹⁾の結果とも一致する。 $[\bar{1}11]$ 単結晶での β_E 値は初期には他の方位と同様に増加するが、[231]単結晶のような明確な極大値は見られなかった。

Fig. 6 Changes in stress amplitude and Bauschinger energy parameter during fatigue test in the copper single crystal having [001] tensile axis.

Fig. 7 Changes in stress amplitude and Bauschinger energy parameter during fatigue test in the copper single crystal having $[\bar{1}11]$ tensile axis.

上述のような異なる引張軸方位を有する単結晶間の応力振幅や β_E 値の違いは結晶内部での転位運動や転位同士の反応の違いに起因している。したがって、従来の TEM 観察結果¹⁾と同様に、疲労負荷後の ECCI 観察結果も引張軸に大きく依存することが期待される。

3.2 ECCI 法による転位構造の観察

ECCI 法により観察される像(ECC 像)が結晶の表面形態起因するものではないことを調査するために、同じ領域の ECC 像と二次電子像とを比較した。Fig. 8 に 1500 サイクルまで繰返し変形を与えた[231]単結晶の二次電子像と ECC 像を示す。二次電子像からわかるように、表面には目立った凹凸はなく滑らかである。一方 ECC 像では、バンド状の構造がいくつか確認できる。したがって、ECC 像に見られるコントラストは表面の凹凸に起因しておらず、表層部近傍における結晶の何らかの変化に起因していると言える。

Fig. 9 に 500, 1500, 5000, および 10000 サイクルまで疲労変形を与えた[231]単結晶で観察された ECC 像を示す。500 サイクルの疲労変形を与えた結晶の ECC 像では短い帯状の白いコントラストが複数見られるが、その他には特徴的な構造は観察できなかった。一方、それ以降の 1500, 5000, および 10000 サイクルまで疲労変形させた結晶の ECC 像では、主すべり面に沿ったバンド状の構造が確認で

Fig. 8 (a) Secondary electron and (b) ECC images of same area in the [231] single crystal fatigued until 1500 cycles.

Fig. 9 Changes in the ECC images of the $[2\bar{3}1]$ single crystals which were fatigued until (a) 500, (b) 1500, (c) 5000, and (d) 10000 cycles.

きる。そのバンド状構造の面積比率も繰返し数の増加とともに変化している。Fig. 9 の例では 1500, 5000, および 10000 サイクルでそれぞれ、9%, 21%, 30%であった。Fig. 5 に示したように $[2\bar{3}1]$ 単結晶では約 1200 サイクルで β_E 値は極大値になった。Fig. 9 で見られるバンド状の構造が PSB であるとする、 β_E 値が極大値となる繰返し数から PSB 形成が始まるとするモデル²⁴⁾と 1500 サイクル以降の ECCI 観察でバンド状のコントラストが観察されその量が繰返し数とともに増加したという結果はよく一致する。

Fig. 9 で観察されたバンド状構造を高倍率で観察した ECC 像を Fig. 10 に示す。主すべり面に沿ったバンド状構造は、はしご状に規則正しく配列した壁状構造により構成されていることがわかる。この壁構造間の間隔は約 $1.4 \mu\text{m}$ であった。バンド状構造以外の領域(母相)ではランダムな形状の模様が見られた。このような構造は従来 TEM で観察されてきた PSB とペインの転位構造^{30,31)}と形状や寸法が同じである。したがって、Fig. 9 のバンド状構造や Fig. 10 のはしご状構造は結晶の表面近傍に形成されている PSB であると断定できる。

10000 サイクルまで疲労変形させた $[001]$ 引張軸結晶の ECC 像を Fig. 11 に示す。 (001) 面に平行に並んだ直線状の構造が確認できる。構造間隔は約 $0.5 \mu\text{m}$ であった。Jin ら³¹⁾は $[001]$ 引張軸を有する銅単結晶の $\{100\}$ 面から TEM 観察した疲労転位構造を報告し、転位壁が引張軸に対して平行および垂直な $\{100\}$ 面の 1 つ(すなわち Fig. 2 (b)での (010) または (001) 面)に沿って並んだ転位構造およびそれら

Fig. 10 ECC image showing ladder-like dislocation structure of PSBs observed at the $[231]$ single crystals fatigued until 1500 cycles. Specimen surface is parallel to (111) plane.

が混在するラビリンス転位構造を観察している。 $\{001\}$ 面に並んだ転位壁の構造は本研究での ECC 像とその形態が類似している。また、TEM 観察された測定された転位壁間隔は $0.52 \mu\text{m}$ であったことから、Fig. 11 の ECC 像も疲労変形によって形成された転位構造を反映していると考えられる。

Fig. 12 に 5000 サイクルの疲労変形を与えた $[\bar{1}11]$ 単結晶の ECC 像を示す。引張軸方向に対して垂直方向に伸びた波

Fig. 11 ECC image of (100) plane in the [001] single crystal fatigued until 10000 cycles. Bright lines arranging perpendicular to tensile axis are recognized.

Fig. 12 ECC image of (110) plane in the [111] single crystal fatigued until 5000 cycles, showing sinusoidal band-like structures.

状の構造が観察された。疲労変形させた[111]単結晶における転位構造のTEM観察はLepistoら³³⁾によって報告されている。本研究での観察面とは異なり彼らの観察面は(121)であったが、Fig. 12と類似した波状の転位構造を観察している。

4. 結 言

三種類の異なる引張軸を有する銅単結晶試験片を用いて塑性せん断ひずみ振幅 $\gamma_p = 2 \times 10^{-3}$ の条件で疲労試験を行い、結晶の表面をECCI法で観察した結果、以下のような結論が得られた。

(1) 単一すべり方位である[231]引張軸の銅単結晶では、500サイクル後のECCI観察では像に特徴的な変化は見られなかったが、1500サイクル以降では主すべり面に沿ったバンド状の構造が観察された。高倍率のECC像ではTEMで

観察されているものと同じ形態のはしご状構造が見られたので、そのようなバンド状構造はPSBであると言える。また、1500サイクル以降でECCI法によりPSBを検出したことは、バウシニングエネルギーパラメータ β_E の変化から推測されるPSB形成とも一致する。

(2) 多重すべり方位である[001]および[111]引張軸方位では、引張軸に対して垂直な直線状および波状の構造がそれぞれ観察された。このような組織もTEMで従来観察されている転位構造と非常に類似していた。

(3) 電界放出型SEMを用いたECCI法によって、疲労変形を受けた結晶の転位構造を非破壊的に観察し、PSBを検知することができた。したがって、このECCI法は材料の疲労損傷を検査し、き裂発生を未然に防ぐことへの応用が期待できる。

電界放出型SEMを用いたECC像の撮影については日本電子株式会社応用研究センター 小野昭成氏および柳原利成氏の協力を得た。また疲労試験の一部は本学学生の池田真志氏の協力を受けた。これらの方々の多大なるご助力に感謝します。

本研究は日本学術振興会科学研究費補助金、基盤研究(B)(2)、課題番号12450284の助成を受けた。

文 献

- 1) S. Suresh: *Fatigue of Materials*, Second Edition, (Cambridge University Press, Cambridge, 1998) pp. 39–85.
- 2) J. Polak: *Mater. Sci. Eng.* **74**(1985) 85–91.
- 3) A. Hunsch and P. Neumann: *Acta Metall.* **34**(1986) 207–217.
- 4) B.-T. Ma and C. Laird: *Acta Metall.* **37**(1989) 325–336.
- 5) G. R. Booker, A. M. B. Shaw, M. J. Whealan and P. B. Hirsch: *Philos. Mag.* **16**(1967) 1185–1191.
- 6) P. Morin, M. Pitaval, D. Besnard and G. Fontaine: *Philos. Mag.* **40**(1979) 511–524.
- 7) J. T. Czernuszka, N. J. Long, E. D. Boyes and P. B. Hirsch: *Philos. Mag. Lett.* **62**(1990) 227–232.
- 8) D. C. Joy: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **183**(1990) 199–209.
- 9) J. T. Czernuszka, N. J. Long, E. D. Boyes and P. B. Hirsch: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* **209**(1991) 289–292.
- 10) A. J. Wilkinson, G. R. Anstis, J. T. Czernuszka, N. J. Long and P. B. Hirsch: *Philos. Mag. A* **68**(1993) 59–80.
- 11) Ng. B.-C., M. A. Simkin and M. A. Crimp: *Mater. Sci. Eng. A* **A239-240**(1997) 150–156.
- 12) B. A. Simkin and M. A. Crimp: *Ultramicroscopy* **77**(1999) 65–75.
- 13) G. R. Booker, A. M. B. Shaw, M. J. Whealan and P. B. Hirsch: *Philos. Mag.* **16**(1967) 1185–1191.
- 14) D. R. Clarke: *Philos. Mag.* **24**(1971) 973–979.
- 15) R. M. Stern, T. Ichinokawa, S. Takashima and H. Hashimoto: *Philos. Mag.* **26**(1972) 1495–1499.
- 16) R. Zauter, F. Petry, M. Bayerlein, C. Sommer, H.-J. Christ and H. Mughrabi: *Philos. Mag. A* **66**(1992) 425–436.
- 17) T. Zhai, J. W. Martin, G. A. D. Briggs and A. J. Wilkinson: *Acta Mater.* **44**(1996) 3477–3488.
- 18) D. Melisova, B. Weiss and R. Stickler: *Scr. Mater.* **36**(1997) 1061–1066.
- 19) Bo Gong, Zhirui Wang, Daolun Chen and Zhongguang Wang: *Scr. Mater.* **37**(1997) 1605–1610.
- 20) D. G. Coates: *Philos. Mag.* **16**(1967) 1174–1189.
- 21) A. J. Wilkinson, G. R. Anstis, J. T. Czernuszka, N. J. Long and P. B. Hirsch: *Philos. Mag. A* **68**(1993) 59–80.
- 22) A. J. Wilkinson and P. B. Hirsch: *Philos. Mag. A* **72**(1995) 81–103.
- 23) H. Mughrabi: *Mater. Sci. Eng.* **33**(1978) 207–223.
- 24) A. Abel: *Mater. Sci. Eng.* **36**(1978) 117–124.
- 25) Y. Kaneko, Y. Morita and S. Hashimoto: *Scr. Mater.* **37**(1997)

- 963–968.
- 26) Y. Kaneko, N. Ishikawa, A. Vinogradov and K. Kitagawa: *Scr. Mater.* **38**(1998) 1609–1614.
- 27) Bo Gong, Zhirui Wang and Zhongguang Wang: *Acta Mater.* **45**(1997) 1365–1377.
- 28) J. M. Finney and C. Laird: *Philos. Mag.* **31**(1975) 339–366.
- 29) T. K. Lepisto and P. O. Kettunen: *Mater. Sci. Eng.* **83**(1986) 1–15.
- 30) F. Ackermann, L. P. Kubin, J. Lepinoux and H. Mughrabi: *Acta Metall.* **32**(1984) 715–725.
- 31) Bao-Tong Ma and C. Laird: *Mater. Sci. Eng. A* **102**(1988) 247–258.
- 32) N. Y. Jin and A. T. Winter: *Acta Metall.* **32**(1984) 1173–1176.
- 33) T. Lepisto, V.-T. Kuokkala and P. Kettunen: *Scr. Metall.* **18**(1984) 245–248.