SiC_p/Al2024 複合材料の疲労き裂発生および 伝ば挙動に及ぼす予ひずみの影響[†]

秋 庭 義 明* 田 中 啓 介*
清 水 憲 一** 萩 原 隆 彰***

Effect of Prestrain on Fatigue Crack Initiation and Propagation in SiC_p/Al2024 Composites

by

Yoshiaki AKIWA*, Keisuke TANAKA*, Kenichi SHIMIZU**
and Takaaki HAGIWARA***

The effect of prestrain on the fatigue crack initiation and propagation behavior of an aluminum alloy (2024-T6) reinforced with 20 volume percent of SiC particles was investigated. Cracks were mainly nucleated in the matrix by prestrain of about 0.32% strain. The X-ray diffraction method was used to measure the change of residual stress in the SiC particles and in the matrix before and after prestrain. The residual stress changed from -134 to -107 MPa in the SiC phase and from 0.6 to -12 MPa in the matrix phase. Fatigue tests were conducted using a specially designed servo-hydraulic fatigue testing machine in a scanning electron microscope. The initiation and propagation behavior of small fatigue cracks in a smooth specimen was observed. Fatigue cracks were mainly nucleated from the matrix cracking and propagated in the matrix near the particles. When compared at the same maximum stress intensity factor, K_{max} , the crack propagation rate, dc/dN , of the prestrained material was higher than that of the non-prestrained material because of the damage near the interface.

Key words: Fatigue, Metal matrix composite, Particle, SiC, Prestrain, In situ observation

1 緒 言

炭化ケイ素 (SiC) 粒子で強化したアルミニウム合金は製造および 2 次加工に既存技術が適用可能であるため、比較的安価な複合材料として期待される。このような複合材料を構造用材料として用いるためには、疲労特性の解明が不可欠であり、従来 S-N 曲線をもとにした疲労特性や、比較的長いき裂を対象としたき裂伝ば挙動について検討されてきた。強化粒子の充填によって強度特性は向上する一方で、強化粒子の割れや粒子近傍の母材が破壊起点となるなど、強化粒子の役割は複雑である。き裂の発生や微小き裂の伝ば挙動に対する強化粒子の役割を明らかにすることは、材料の健全性や寿命評価の際に重要となるばかりでなく、新素材の開発にも重要な指針を与えることが予想される。

Mummery ら¹⁾は走査型電子顕微鏡 (SEM) 内における単調荷重負荷下でのき裂進展のその場観察を行い、粒子割れを起点とする微小き裂の合体によってき裂が伝ばすることを明らかにした。また疲労に関しては、Davidson ら²⁾は片側き裂材の疲労試験を SEM 内で行い、疲労き裂伝ば挙動を観察しているが、き裂発生や表面微小き裂については検討されてない。城野ら^{3), 4)}および李ら⁵⁾は、表面微小疲労き裂の発生および伝ば挙動を観察している。き裂は粒子近傍の母材部より発生し、伝ば挙動は強化粒子の存在によって不規則となることを報

告した。しかしながら、観察は主にレプリカ法によっており、その場観察に基づく伝ば過程の詳細な観察例は少ない。前報⁶⁾では、平均粒子径が 3 μ m と 30 μ m の SiC 粒子で強化した二種類の複合材料における疲労き裂の発生および伝ば挙動をその場観察し、粒子径が小さい場合には母材部からき裂が発生し、粒子径が大きい場合には粒子の割れが疲労き裂の発生点となることを明らかにした。また表面微小き裂の伝ば挙動についてみると、粒子径が大きい場合には、粒子にき裂が接近することによって粒子割れが誘起され、粒子割れと主き裂の合体によってき裂が伝ばすることを示した。

Fig. 1. Micrograph of composite.

[†] 原稿受理 平成 9 年 7 月 28 日 Received July 28, 1997

* 正 会 員 名古屋大学工学部機械工学科 〒464-8603 名古屋市中千種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-8603

** 正 会 員 岡山大学工学部機械工学科 〒700-8530 岡山市津島中, Dept. of Mech. Eng., Okayama Univ., Tsushima-naka, Okayama, 700-8530

*** 日本車輛(株) 〒456-0032 名古屋市熱田区三本松町, Nippon Sharyo Ltd., Atsuta-ku, Nagoya, 456-0032

構造用材料においては 2 次加工過程における塑性変形や過大荷重による損傷の疲労特性に及ぼす影響は無視できず, これまで予ひずみの効果について多くの研究がなされたが,^{7)~9)} 複合材料における研究例は少なく,¹⁰⁾ 予ひずみが複合材料の疲労特性に及ぼす影響については不明な点が多い。

本研究では, 予ひずみを負荷した炭化ケイ素粒子強化アルミニウム合金を用いて, SEM 内で疲労試験を行った。き裂の発生および表面微小き裂の伝ば挙動のその場観察を行い, 予ひずみがき裂の発生と伝ばに及ぼす影響について検討した。

Fig. 2. Test specimen.

2 試験方法

2.1 材料および試験片

供試材料は, 粉末冶金法により製作した炭化ケイ素粒子強化アルミニウム合金 (SiC_p/Al2024-T6) である。SiC 粒子の体積含有率は 20%, 平均粒子径は 30 μ m である。複合材は厚さ 3.3mm の板の押出し材であり, T6 処理を施した。押出し方向と平行方向のヤング率は 108GPa, 0.2% 耐力は 395MPa, 引張強さは 459MPa, 破断伸びは 2.5% である。Fig. 1 に複合材の組織写真を示す。粒子はほぼ均一に分布しており, また母材のアルミニウムの結晶粒径は, 約 5 μ m であった。

Fig. 2 に試験片形状を示す。試験片は, ワイヤ放電加工により 3.3mm の板材より試験片長手方向が押出し方向となるように切り出した。観察面には先端半径 1mm の半球状のエンドミルを用いて深さ約 150 μ m, 直径約 1mm の鈍い切欠きを導入した。最後に, 電解研磨によって表面層を約 50 μ m 除去し, エンドミルによる加工の影響を取り除いた。また, き裂観察を容易にするため電解研磨後, ダイヤモンドペーストで表面を若干研磨した。

2.2 予ひずみ負荷

疲労試験に先立ち, 走査型電子顕微鏡付電気油圧サーボ式疲労試験機 (島津 SEM サーボパルサー) を用いて静的に手動で予ひずみを負荷した。本研究では, 予ひず

みの影響を確実に抽出するため, 表面初期損傷が明確に観察されるまで段階的に負荷し, 応力 350MPa, 全ひずみ約 0.32% まで予ひずみを負荷した。ここで, ひずみの測定には静ひずみ計 (Kyowa SM-60D) を使用し, 試験片観察面の裏側に貼ったゲージ長さ 2mm のひずみゲージからの出力を測定した。

2.3 X 線残留応力測定

予ひずみ負荷の前後における SiC 相とアルミニウム合金相の試験片長手方向の残留応力変化を X 線法により測定した。X 線回折には回転陰極を有する強力 X 線回折装置 (マックスサイエンス MXP18) を使用した。特性 X 線として Fe-K α 線を用いて, 強化粒子については SiC 213 回折, 母材については Al 400 回折に対して残留応力測定を行った。測定には $\sin^2\psi$ 法を用い, $\sin^2\psi$ は 0 から 0.6 までの 0.1 刻みとした。測定は 3 回行い, その平均値を採用した。応力定数は SiC 相, Al 相それぞれについて -740, -158 (MPa/deg) を用いた。¹¹⁾ なお, 押出し加工による集合組織の影響を考慮し, $\pm 1^\circ$ の揺動を行った。測定は試験片長手方向である荷重軸方向についてのみ行った。

2.4 疲労試験

疲労試験には予ひずみ負荷と同じ走査型電子顕微鏡付電気油圧サーボ式疲労試験機を使用した。試験条件は, 片振り正弦波, 応力比 $R = 0.1$ とした。最大負荷応力を 240MPa とし荷重制御で行った。繰返し速度は, 直接観察時には 1Hz, それ以外は 5Hz とした。試験環境は全て室温真空中である。

2.5 表面き裂観察

表面観察は倍率 30~5 000 倍でその場観察を行った。疲労試験中常時 TV 信号をモニターし, き裂と強化粒子の相互作用を詳細に観察した。また 2 000 回毎に疲労試験を中断し, 詳細に表面観察するとともに, 必要に応じて画像処理装置 (PIAS-III) に画像を取り込んだ。き裂

Table I. Residual phase stress measured by X-ray diffraction.

	Phase stress in Al (MPa) $\langle \sigma_1 - \sigma_3 \rangle_m$	Phase stress in SiC (MPa) $\langle \sigma_1 - \sigma_3 \rangle_p$
Before prestrain	0.6	-134.3
After prestrain	-11.8	-107.3

Table II. Number of cracks initiated at various sites.

	Matrix cracking	Matrix cracking near particle	Decohesion at interface
Prestrain	17	11	6
Fatigue	27	14	5

(a) Matrix cracking.

(b) Matrix cracking near particle.

(c) Decohesion at interface.

Fig. 3. Crack initiation.

長さは画像データをもとに、荷重軸に垂直な方向への投影長として測定した。

3 実験結果および考察

3・1 X線残留応力測定

SiC の線膨張係数はアルミニウムより小さいため冷却過程において、SiC 相に圧縮、アルミニウム相に引張熱残留応力が発生する。Table I に X 線法による残留応力の測定結果を示す。ここで、 σ_1 、 σ_3 はそれぞれ試験片長手方向応力と試験片表面垂直方向応力であり、本研究ではそれらの差の平均値 $\langle\sigma_1 - \sigma_3\rangle$ を測定した。予ひずみ負荷前は SiC 相で -134.3MPa の圧縮、アルミニウム相で 0.6MPa の引張りであった。予ひずみ負荷前後で比較すると SiC 相では引張り側に 27.0MPa 、アルミニウム相では 12.4MPa 圧縮側に変化した。2 次元弾塑性有限要素法を用いて、予ひずみ負荷による母材全体および SiC 粒子全体の平均の残留応力変化を解析したが（付録参照）、予ひずみを負荷する前のアルミニウム相、SiC 相の荷重軸方向平均熱残留応力はそれぞれ 32.2MPa 、 -128.7MPa であり、予ひずみ負荷前後で比

較すると SiC 相では引張り側に 27.8MPa 、アルミニウム相では 7.0MPa 圧縮側に変化した。有限要素解析は 2 次元であるためか、定量的には必ずしも一致しないが、その変化の傾向は実験結果とよく対応する。

3・2 予ひずみによるき裂発生

表面観察を行いながら静的荷重を徐々に負荷した。表面き裂は負荷応力 350MPa 、全ひずみ約 0.32% の予ひずみを負荷した時点で発生した。なお負荷応力 340MPa ではき裂は観察されなかった。また、除荷後の残留ひずみは 70×10^{-6} であり、大きな塑性変形は生じていない。

き裂発生位置は、粒子から比較的離れた母材部、粒子近傍の母材部および粒子と母材の界面に分類された。き裂は切欠きの中のみならず切欠きの外側にも発生し合計 58 本観察された。これらのき裂の長さは全長で $10 \sim 160\mu\text{m}$ であった。き裂発生位置が明らかなものの内訳を Table II に示す。母材部分での発生が 50% を占め最も多い。ただし、母材部分のき裂の内部に粒子が存在するかどうかは不明である。Fig. 3 に、予ひずみ負荷時に発生したき裂の例を示す。荷重方向は上下方向である。Fig. 3 (a) は母材部分で発生したき裂、(b) は粒子近傍の母材に発生したき裂、(c) は強化粒子と母材との界面から発生したき裂である。前報⁶⁾において、繰返し負荷を与えた場合のき裂発生箇所は、粒子割れが大部分を占めることを示したが、本条件の静的な負荷では粒子割れは観察されなかった。理由は明確ではないが、母材もしくは粒子-母材間の界面の強度は、SiC 粒子よりも相対的に静的負荷に対して弱いようである。

3・3 疲労によるき裂発生

疲労試験を開始してから繰返し数 2.0×10^5 回で新たに観察されたき裂のうちき裂発生位置が明らかなものについて Table II にまとめた。き裂は合計 62 本観察された。疲労においても母材部分が 59% で最も多く、やはり粒子割れは観察されなかった。前報⁶⁾では疲労によるき裂の大部分は粒子割れであることを報告したが、本結果とは異なる。これらき裂の発生点において、SEM による観察では予ひずみによる損傷は検出されなかったが、塑性変形や極微視的な損傷が予ひずみにより誘起されたものと推察される。また、一定応力振幅下におけるき裂発生点の大部分が粒子割れであった⁶⁾ことを考慮すると、予ひずみ量がより小さい場合には、粒子割れからのき裂も発生するものと考えられる。

有限要素法（付録参照）による繰返し最大負荷応力時の粒子の荷重軸方向応力（最大主応力にほぼ対応する）は予ひずみ材の方が大きく、これにより粒子割れが誘起されるとすると上述の実験結果とは対応しない。一方、相当応力は予ひずみ材の方が小さくなるが、ぜい性材料の破壊に対する相当応力の役割は明確でない。ここで、前述の予ひずみによるき裂発生点が界面や粒子近傍の母材部においても観察されたことは、予ひずみによって界面近傍の母材部が損傷を受けたことを意味してお

Fig. 4. Scanning electron micrographs of surface cracks.

Fig. 5. Crack propagation behavior of crack I.

り, これによって粒子に作用する応力が減少したとも考えられる. なお, Llorca ら^{12), 13)}は低サイクル疲労と単調引張りを比較し, 単調引張りの方が粒子割れが多いことを示しており, この点についてはさらに検討の必要があろう.

3・4 疲労き裂伝ば

前述のごときき裂は多数発生したが, このうち連続的に伝ばを続けたものは3箇所のき裂のみで, それらのき裂はいずれも予ひずみを負荷したときに発生したき裂であった. 切欠きの内部に発生したき裂は1本のみ(き裂Ⅲ)で, 他の2本(き裂Ⅰ, Ⅱ)は切欠きの外側に発生した. なお, き裂Ⅲは複数のき裂の合体によるものである. 繰返し数 2.5×10^5 回におけるき裂Ⅰの表面写真をFig. 4 (a)に, き裂Ⅱを(b)に示す. これらのき裂は, 予ひずみによって図中のB~C点およびF~G点まで発生した全長約130, 160 μm の予き裂が主き裂となったものである. き裂は界面および粒子近傍の母材部を迂回しながら伝ばし, 粒子割れは少ない. なお, き裂ⅠのC点の左側では明瞭なき裂開口が認められないことより, 母材によるブリッジング状態にあるものと考えられる.

Fig. 5に, Fig. 4 (a)中のC-D間のき裂伝ば速度の変化と, それに対応する表面写真を示す. 図中の黒塗印は, き裂伝ばが確認されなかった点である. これらの点におけるき裂伝ば速度は, 最小き裂長さ分解能を繰返し数で割った値をプロットした. き裂はI, J, K点で一時的な停留が認められるが, このうちI, J点は母材部

Fig. 6. Crack propagation behavior of crack III.

Fig. 8. Scanning electron micrographs of fracture surface.

Fig. 7. Relation between crack propagation rate and maximum stress intensity factor.

である。疲労試験終了後の破面観察においても、内部に粒子は認められず、これらの一時停留は母材部でのき裂の屈曲に起因するものと考えられる。K 点は粒子①の直前で一時停留したものであり、粒子がき裂伝ばの抵抗になっていることを示している。この後き裂は粒子①を回り込むように伝ばし、このときの伝ば速度はそれ以前に比較して 10 倍程度高速である。これは粒子近傍の応力が大きいこと、また予ひずみによる界面近傍の損傷が原因と考えられる。なお後述のごとく、き裂は粒子との界面ではなく、界面近傍の母材部を伝ばしている。

き裂Ⅲのき裂伝ばにともなう粒子割れの例を Fig. 6 に示す。き裂は粒子③の約 5 μm 手前の母材部の L 点で一時停留し、停留中に粒子④の割れが観察された。その後、き裂は粒子④の割れに向かって伝ばし、最終的に粒子割れと合体した。このとき粒子割れとの合体前後における伝ば速度はほぼ一定で、顕著な加速、減速は認められない。

以上のように、本実験条件では粒子割れは比較的少なく、主に粒子近傍の母材部分、あるいは粒子と母材との界面を伝ばしていることがわかる。これは、前述のごとく予ひずみ負荷による界面や粒子近傍の損傷によって粒

Table III. Mechanical properties used in FEM analysis.

Material	Young's modulus E(GPa)	0.2% proof strength $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Poisson's ratio	Work hardening coefficient	Coefficient of thermal expansion
Matrix(Al2024-T6)	75.4	366	0.325	0.110	23×10^{-6}
Particle(SiC)	450	—	0.114	—	3.3×10^{-6}

子に作用する応力が低下することや、界面近傍の母材の応力が大きく、き裂が迂回しやすくなったことなどが原因と考えられる。

き裂伝ば速度と最大応力拡大係数の関係を Fig. 7 に示す。ただし、合体の多いき裂Ⅲを除く 2 本のき裂についてまとめ、き裂Ⅰにおけるブリッジングの影響は考慮していない。また、応力拡大係数は前報⁶⁾と同様に半円き裂として計算した。図中の実線は片側切欠き材を用いて、室温大気中、応力比 $R = 0.1$ の荷重漸減試験で得られた長いき裂の関係であり、また○印は前報⁶⁾の予ひずみを負荷しない材料の結果である。本研究による予ひずみ材と予ひずみを負荷しない材料のき裂伝ば速度を比較すると、同一の K_{max} に対して伝ば速度は大きくばらつくものの、その下限(図中点線)は両者でほぼ等しく、上限は予ひずみ材の方が 10 倍程度高伝ば速度側にある。すなわち、下限に対応する母材部での屈曲や、強化粒子による一時停留の効果は予ひずみの有無には依存しないことを意味している。一方上限は、予ひずみによる損傷によって、き裂が粒子と母材の界面近傍を伝ばしやすく、この時の高伝ば速度によって与えられる。ただし、このような加速効果は予ひずみの程度にも依存すると考えられ、損傷の程度が小さい場合には、加速効果も小さくなるものと考えられる。また、残留応力の観点から見ると、前述のごとく予ひずみ負荷により母材部の平均残留応力は圧縮側に变化し、圧縮の平均応力が重畳された状態となるが、その変化量は小さく、残留応力の伝ば速度に及ぼす影響は小さいようである。

鉄鋼材料における予ひずみの効果は、主に負荷によって発生したすべり帯き裂が連結することによって、高き裂伝ば速度を誘起すると説明される。⁹⁾しかしながら、上述のごとく本複合材料においては、母材部での損傷よりもむしろ強化粒子の界面近傍の損傷による加速効果が大きいようである。

3・5 破面観察

試験片は前述の 3 本のき裂が合体して総繰返し数約 2.7×10^5 回で破断した。Fig. 8 (a) に Fig. 5 の粒子①近傍の疲労による破面写真を示す。粒子のまわりには母材が付着しており、破面での粒子の露出は見られないことから、き裂は界面近傍の母材中を伝ばしたことがわかる。Fig. 8 (b) は予ひずみ負荷時に発生した Fig. 4 (b) の粒子②近傍の破面であるが、(a) の疲労破面とは異なり、母材と粒子の界面のはく離が明瞭に認められる。

4 結 言

体積含有率 20%、平均粒径 30 μ m の SiC 粒子で強化し

Fig. 9. Change of axial residual stress with prestress.

たアルミニウム合金の予ひずみ材の疲労試験を行った。表面でのき裂発生および微小き裂の伝ばを SEM 中で直接観察した。得られた主な結果をまとめる。

(1) X 線法で得られた母材の残留応力は予ひずみ負荷する前後で 0.6 および -12MPa、SiC 相では -134 および -107 MPa であり、母材では圧縮側に、SiC 相では引張り側に变化した。

(2) 静的な予ひずみ負荷によるき裂発生位置は、母材部分が最も多く、ついで粒子と母材との界面、粒子近傍の母材部分の順であり、粒子割れは認められなかった。

(3) 予ひずみ材の疲労によるき裂発生位置は、予ひずみ負荷による結果と同様母材部分、粒子近傍の母材部分、粒子と母材との界面の順に多く、予ひずみを与えない材料で多く観察された粒子割れは認められない。

(4) 予ひずみを負荷した SiC 粒子強化アルミニウム中を伝ばする疲労き裂は、粒子と母材との界面や粒子近傍の母材中を高速に伝ばし、粒子割れは比較的少なかった。

(5) き裂伝ば速度と K_{max} の関係は予ひずみ材のほう がやや高速側であった。これは予ひずみ負荷時に導入された界面近傍の母材部の損傷が原因と考えられる。

付 録

Marc K6.1 を用いて 2 次元弾塑性有限要素解析を行った。ユニットセルモデルを用い、2 次元平面応力で解析した。8 節点のアイソパラメトリック要素を用い、要素数と節点数はそれぞれ 453、1408 とした。SiC 粒子と母材のアルミニウム合金の材料パラメータは Table III に示す値を用いた。また、母材部の応力—塑性ひずみ関係は、母材単体の引張り試験結果をもとに次式で与えた。

$$\sigma = 366(1 + \epsilon_p / 0.00547)^{0.110} \quad (1)$$

Fig. 10. Distribution of axial stress at $\sigma_{\max} = 240$ MPa. Fig. 11. Distribution of von Mises equivalent stress at $\sigma_{\max} = 240$ MPa.

熱残留応力は、T6 処理（190℃）の温度を適用し、170℃の冷却を仮定した。

予ひずみを負荷する前と予ひずみを負荷した後の、SiC 相とアルミニウム相の荷重軸方向の残留応力変化をFig. 9 に示す。ただし、図に示す残留応力は、それぞれ SiC 相とアルミニウム相の全要素の応力を平均（要素面積の重みつき）したものである。熱処理によって、SiC 相には -128.7MPa の圧縮の残留応力が、アルミニウム相には 32.2MPa の引張りの残留応力が生ずる。一方、350MPa 負荷後の荷重軸方向の残留応力は、SiC 相では -100.9MPa の圧縮、アルミニウム相では 25.2MPa の引張りとなり、負荷前後では SiC 相では引張りに27.8MPa、アルミニウム相では -7.0MPa 圧縮側に变化する。

Fig. 10 に予ひずみなしおよび予ひずみ材の 240MPa 負荷時での荷重軸方向応力分布を示す。AB および BC はそれぞれ X, Y 方向にタイイングし（平面を保って変形する）、Y 方向に負荷した。粒子内の応力は予ひずみ材の方が大きく、特に粒子中心の Y 方向応力は、予ひずみなしで 204MPa であるのに対して、予ひずみ材では 229MPa と大きくなる。また、図中矢印部で最大値

247MPa をとり予ひずみ材の方が予ひずみなしの材料よりも高応力になる。

Fig. 11 は、Fig. 10 と同一の条件における相当応力分布を示したものである。粒子内の相当応力が 290MPa 以上の領域の面積比に注目すると、予ひずみなしで 85%、予ひずみ材で 70% となり、予ひずみを負荷することによって粒子内の相当応力は減少する。

なお、最大負荷応力 240MPa、最小負荷応力 0MPa の繰返しでは弾性変形であり、各応力成分の変化幅は予ひずみの有無に関わらず同一である。

参考文献

- 1) P. M. Mummery and B. Derby, J. Mater. Sci., **29**, 5615 (1994).
- 2) D. L. Davidson, Met. Trans. A, **18A**, 2115 (1987).
- 3) M. Jono and A. Sugeta, Mater. Sci. Res. Int., **1**, 175 (1995).
- 4) 菅田 淳, 城野政弘, 別所邦彦, 坂口篤司, 材料, **45**, 443 (1996).
- 5) 李 湘兵, 三沢啓志, 日本機械学会論文集, **A-61**, 1940 (1995).
- 6) 秋庭義明, 田中啓介, 清水憲一, 萩原隆彰, 日本機械学

- 会論文集, **A-62**, 2506 (1996).
- 7) 西谷弘信, 西田新一, 日本機械学会論文集, **39**, 798 (1973).
- 8) 西谷弘信, 後藤真宏, 宮川浩臣, 日本機械学会論文集, **A-53**, 378 (1987).
- 9) 長瀬康夫, 泉沢正郎, 日本機械学会論文集, **A-54**, 1474 (1988).
- 10) D. M. Knowles, T. J. Downes and J. E. King, *Acta Metall Mater.*, **41**, 1189 (1993).
- 11) 田中啓介, 秋庭義明, 清水憲一, 松井元康, 日本材料学会第 29 回 X 線材料強度に関するシンポジウム論文集, p.16 (1993).
- 12) J. Llorca and P. Poza, *Acta Metall. Mater.*, **43**, 3959 (1995).
- 13) J. Llorca, A. Martin, J. Ruiz and M. Elices, *Metall Trans.*, **24A**, 1575 (1993).