

恒温クロス圧延により微細化されたAZ91 マグネシウム合金板材の超塑性挙動

鳥阪 泰憲*・筆谷 秀一^{*2}・加藤 正仁*・広橋 光治^{*2}

Superplastic Behavior in Magnesium Alloy of AZ91 Grain Refined by Isothermal Cross-rolling
Yasunori TORISAKA, Shuichi FUDETANI, Masahito KATOH and Mitsuji HIROHASHI

Synopsis : Thin magnesium alloy sheets of AZ91 by using isothermal cross-rolling have been prepared in present study. These sheets were annealed around the temperature between 0% and 100% recrystallization. X-ray pole figure analysis (XPFA) by Schulz's reflection method was used in order to investigate the texture of annealed sheets. As a result of XPFA, a large anisotropic texture was reduced compared to unidirectional rolled AZ91 sheets. Constant initial strain tensile tests were carried out at elevated temperatures and at several strain-rates. The m value over about 0.3 was observed at testing temperature of 573 to 623K at strain rate of 1.0×10^{-4} to $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, and at testing temperature of 648K at strain rate of 1.0×10^{-3} to $2.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. The temperature indicated the peak in elongations moved largely to lower temperature region. The activation energy required for superplastic deformation was calculated to be $73\text{--}76 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$, which was almost the same value of the activation energy for self-diffusional grain boundary coefficient in magnesium.

Key words: magnesium alloy; AZ91; isothermal-rolling; cross-rolling; superplasticity; XPFA; anisotropy; texture; activation energy; grain boundary diffusion; fine particles.

1. 緒言

マグネシウム合金は実用金属中最も軽く、比強度、振動吸収性などの面で優れた特性を有し、資源量も豊かな金属である。そのため、マグネシウム合金は構造材料として、各方面からその用途が期待されている。しかし、この合金の最大の欠点は稠密六方格子(hcp)を有するため、何といっても脆いことである。特にMg-Al系合金、とりわけアルミニウムを9%含むAZ91ではその傾向が顕著で、全く加工ができないと言っても過言ではない。そのため、現在では鋳造材としてのみ利用されているのが実状である。

上記脆さの改善策として、最近では再結晶による結晶粒の微細化を利用した超塑性技術が活発に研究されている。その例として、現在粉末押出し法(PM)¹⁾や大きなせん断力を与えることが可能なECAE(Equal Channel Angular Extrusion)²⁾を用い、押し出し中に生じる動的再結晶によって超微細化されたAZ91丸棒材の超塑性化がある。

一方、熱間圧延法^{3,4)}および通電加熱方式の恒温圧延法(以下、IMIR: Ingot Metallurgy with Isothermal-Rolling)⁵⁻⁸⁾により微細化されたAZ91板材の超塑性化が報告されている。超塑性板材は、家電機器・情報機器、特にデジタルカメラ、ノートパソコン、携帯電話などの筐体、更には自動車関連の構造用材料としてその利用が大いに注目されてい

るためである。しかしながら、この一方向圧延された超塑性板材(以下、RM材)の集合組織は大きな異方性をもつ⁷⁾。したがって、圧延方向に引張った場合と、圧延方向と直行する方向で引張った場合とでは、全伸びが大きく異なる⁷⁾。この事実は、実際の成形、特にプロー成形などを行う上で大きな問題となる。

そこで本研究では、上記集合組織のもつ異方性を低減させるため、AZ91鋳造材のIMIRにおいてクロス圧延を適用することにした。なお、クロス圧延はAZ31押出し材で成形性の効果が報告されている^{9,10)}。そして、その後クロス圧延されたAZ91板材(以下、CRM材)を種々の温度およびひずみ速度で引張り、そのときの全伸びおよびひずみ速度感受性指数、 m 値を求め、RM材と比較検討した。

2. 実験試料および方法

本実験に供した試料はMg-Al系鋳造合金AZ91で、その化学組成をTable 1に示す。この試料から、厚さ10mm、幅40mm、長さ40mmの圧延ビレットを切り出した。そして、幅方向および長さ方向の一端に圧延のための先付けを行い、クロス圧延に供した。

圧延には、Table 2に示す仕様を満足する恒温圧延機を用いた。すなわち、あらかじめロール温度を573Kまで加熱

平成19年8月6日受付、平成20年2月4日受理(Received on Aug. 6, 2007; Accepted on Feb. 4, 2008)

* 産業技術総合研究所(National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, 1-2-1 Namiki Tsukuba Ibaraki 305-8564)

*2 千葉大学大学院自然科学研究科(Graduate School of Science and Technology, Chiba University)

Table 1. Chemical composition of AZ91 alloy (mass%).

Mg	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe
Bal.	9.0	0.8	0.1	0.1	0.05	0.05

Table 2. Specifications of isothermal rolling.

Maximum load	20 ton f
Maximum temperature on roll surface	673 K
Width of uniform temperature on roll surface	100 mm
Keeping temperature of roll chocks and stand	303 K

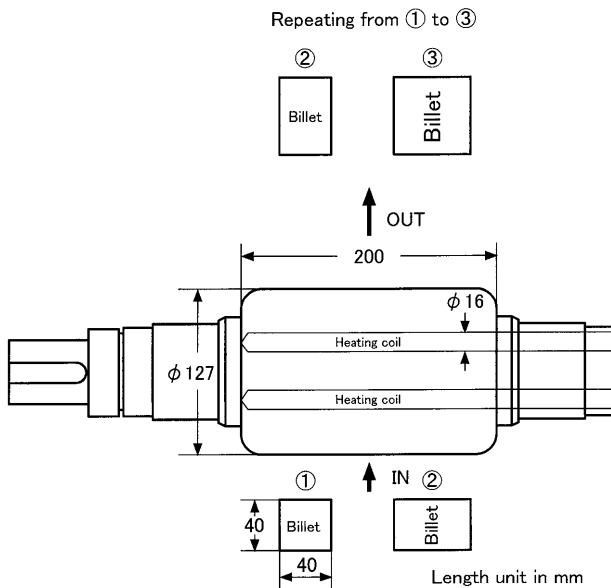


Fig. 1. Isothermal cross rolling method.

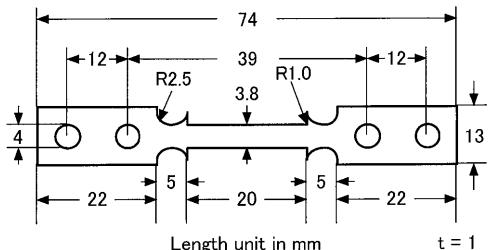
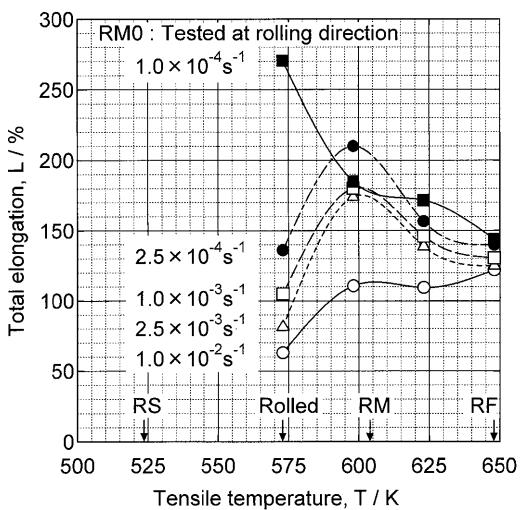
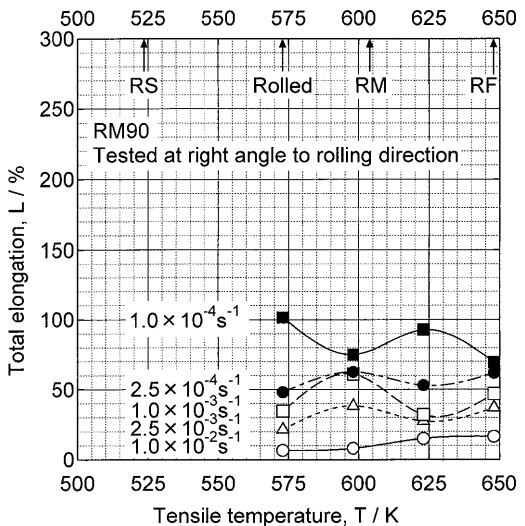


Fig. 2. Specimen dimensions for tensile tests.

しておき、圧延ビレットを電気炉中にて573Kで300s保持後、1パス当たり0.5mmの圧下量で圧延し、最終厚さを1mm（圧下率90%）とした。このときの圧延方法には、Fig. 1に示すように交互による幅および長さ方向でのクロス圧延を採用した。そして、再結晶の途中域である603K×1hの焼なましを施し、Fig. 2に示す形状に切り出した後、高温引張試験に供した。再結晶を途中で中断させたのは、その方が再結晶を完了させたAZ91材よりも超塑性特性に優れているためである⁶⁾。なお、試験片の切り出しでは、最後の圧延方向を引張方向に合わせた。

組織観察には、2%ナイタル(HNO_3 : 2mL, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$: 98mL)によるエッチングを行い、光学顕微鏡で観察後、線分法により結晶粒の大きさを求めた。

Fig. 3. Variation in elongation to failure as function of tensile temperature at indicated strain rates for RM0 material.⁶⁾Fig. 4. Variation in elongation to failure as function of tensile temperature at indicated strain rates for RM90 material.⁷⁾

高温引張試験は、島津製作所製引張試験機、SERVO PULSER EHF-EA5Tを用いて、 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $2.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ および $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度一定で行った。試験温度は573K, 598K, 623Kおよび648Kとし、真空中で試験を行った。ここで、昇温速度は20K/minであった。

3. 実験結果および考察

AZ91の超塑性板材を圧延方向に引張った場合の全伸びをFig. 3（以下、RM0材）⁶⁾に、圧延方向と直行する方向で引張った場合の全伸びをFig. 4（以下、RM90材）⁷⁾にそれぞれ示す。ここで、図中RSは再結晶開始温度を、RFは再結晶終了温度を、またRMは圧延後の熱処理温度をそれぞ

れ示す⁵⁾。両図を比較すると、全伸びが大きく異なっており、特に後者では前者と同じ光頭組織を有するにもかかわらず、全伸びの値は著しく小さく、最大でも約100%である。

Fig. 5はCRM材の高温引張試験の結果を、Fig. 3およびFig. 4同様、試験温度をx軸に、全伸びをy軸にとってプロットしたものである。CRM材の全伸びはRM0材とRM90材の丁度中間に位置し、その最大伸びはFig. 6(図中の最小スケールは10 mm)に示すように約150%である。

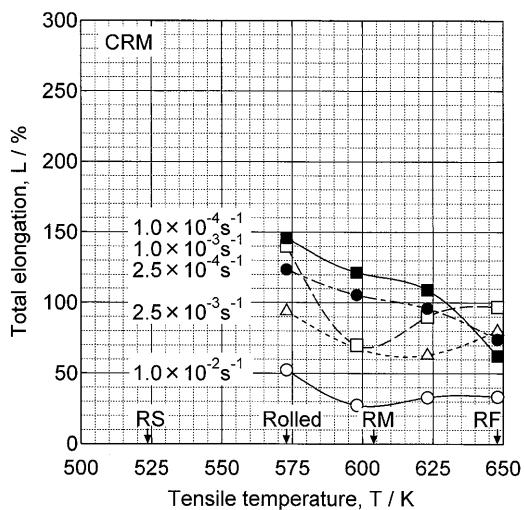


Fig. 5. Variation in elongation to failure as function of tensile temperature at indicated strain rates for CRM material.

一般に、超塑性では引張温度が上昇するに従い、全伸びは大きくなり、ある温度を超えると全伸びは低下する。Fig. 3およびFig. 4では、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合を除いて、引張温度が上昇するに従い、全伸びは大きくなり、その最大ピーク温度は600K付近で、この温度を超えると全伸びは急激に低下している。しかし、CRM材については上記とは様相が全く異なる。すなわち、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の場合を除いて、全伸びが最大となるピーク温度は低温度側に大きく移動し、一見引張温度が下がれば下がるほど全伸びが大きくなっているように見える。AZ91の超塑性板材を実際成形する上で、この事実は大きなメリットとなる。

Fig. 7に、Fig. 6で示した各場所におけるCRM材の破断

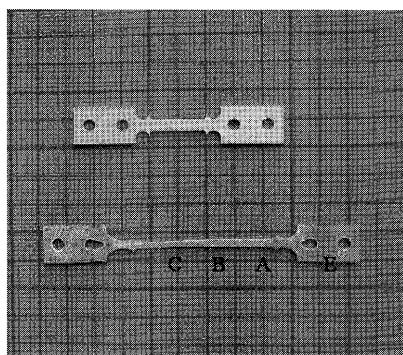


Fig. 6. Specimens (CRM) before tensile test (top) and after failure (bottom) at temperature of 573K and at strain-rate of $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

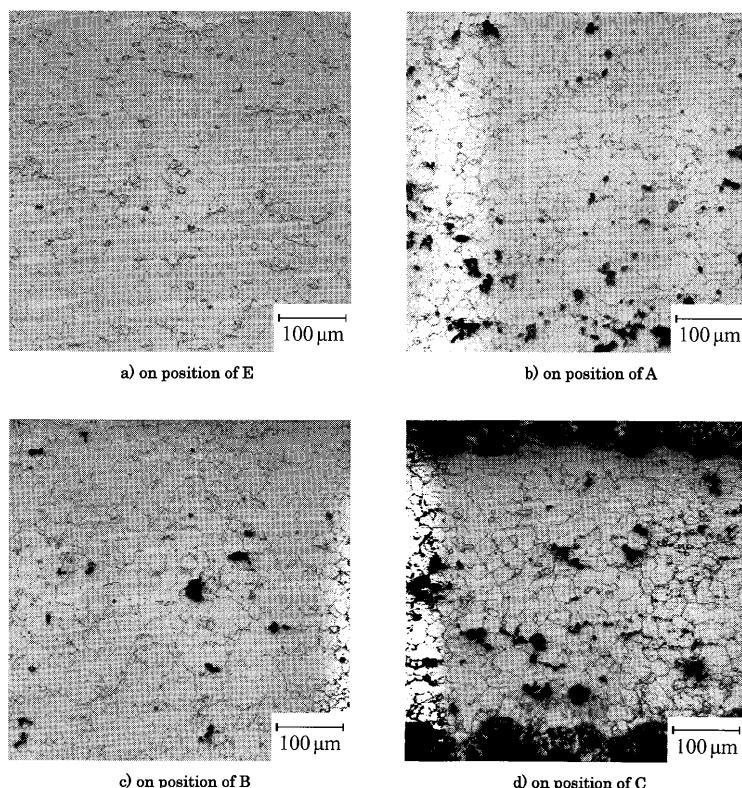


Fig. 7. Optical microstructures after failure on several positions in Fig. 6.

後の光顯組織を示す。観察位置は圧延面とは直交する圧延方向の断面である。したがって、Fig. 7における引張方向は紙面に垂直な方向となる。図中、白色部分はマグネシウム固溶体 δ 相を、所々の灰色部分は γ 相($Al_{12}Mg_7$)を、また黒色部分は変形中に生じたキャビティをそれぞれ示している。

Fig. 6 で示したCRM材の変形途中のB点における組織写真をモノクロ2階調表示し、キャビティの面積率を求める
と、4.7%であった。同じ試験条件（試験温度573K、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ）で270%伸びたRM0材の7.1%⁶⁾および100%伸びたRM90材の35.4%⁷⁾に対し、CRM材では異方性が低減したためか、その数は非常に少ない。しかし、線分法による破断後の結晶粒径はRM0材では変形量に対し、全く粗大化することなく、つかみ部の粒径とほとんど同じで、15 μm を保ったままであった⁶⁾のに対し、CRM材ではRM90材と大体同じで、約25 μm であった。

Fig. 8 はCRM材の応力-ひずみ曲線で得られたピーク流動応力を y 軸に、ひずみ速度を x 軸にとってプロットした結果を示したものである。 m 値は試験温度573~623Kにおいて、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の間および試験温度648Kにおいて、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ から $2.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の間で約0.3以上を示している。RM0材およびRM90材の各温度における流動応力-ひずみ速度関係は先の報告^{6,7)}で述べた通りである。

マグネシウム合金の超塑性試験では、流動応力の測定に応力-ひずみ曲線の10%ひずみにおける応力がよく用いられる(JIS H7501)。これは、このような小さなひずみでは結晶粒の粗大化は非常に少ないと仮定されるからである。Fig. 9はCRM材の応力-ひずみ曲線で得られた10%ひずみにおける応力を流動応力としてy軸に、ひずみ速度をx軸にとってプロットしたものである。Fig. 8と比較して、10%ひずみにおける応力はピーク流動応力より少し小さい

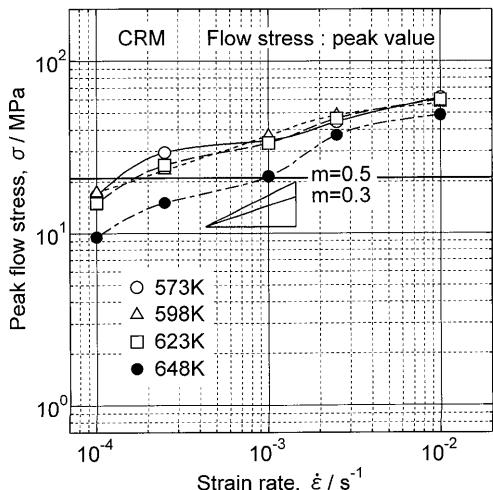


Fig. 8 Variation in flow stress corresponding with peak value as function of strain rate at indicated temperatures for CRM material

程度で、全体としての m 値の傾向はほとんど変わらない。

なお、Fig.10は代表的な荷重-変位曲線の生データを示したものである。これらの曲線は、一般的の超塑性試験で得られる曲線とほぼ同じ形状を示している。

以上に述べたCRM材とRM材における全伸びの相違が何に起因するのかを明らかにするため、CRM材の高温変形に要する活性化エネルギーを求めるこにした。

一般に、高温クリープ変形の熱活性化過程におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は、変形に要する活性化エネルギーを Q とするとき、

で与えられる。 A は材料定数、 R はガス定数、 T は引張温度である。

また、材料定数を K 、ひずみ速度感受性指数を m とする
と、次式が成立する。

そして、(2)式を(1)式に代入し、両辺の対数をとると、

が成立する。

ここで、 \dot{v} を一定とすれば、(3)式は

また、 σ を一定とすれば(3)式は

となる。

ここで、Fig. 8およびFig. 9を用い、最大 m 値の得られる σ を図中の実線で示したように、21 MPa 一定とし、(5)式

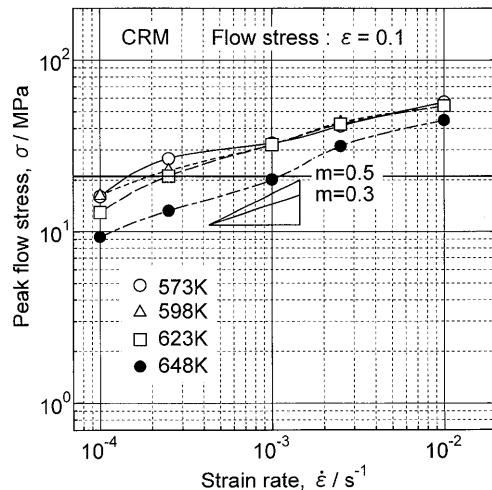


Fig. 9 Variation in flow stress corresponding with strain of 0.1 as function of strain rate at indicated temperatures for CRM material.

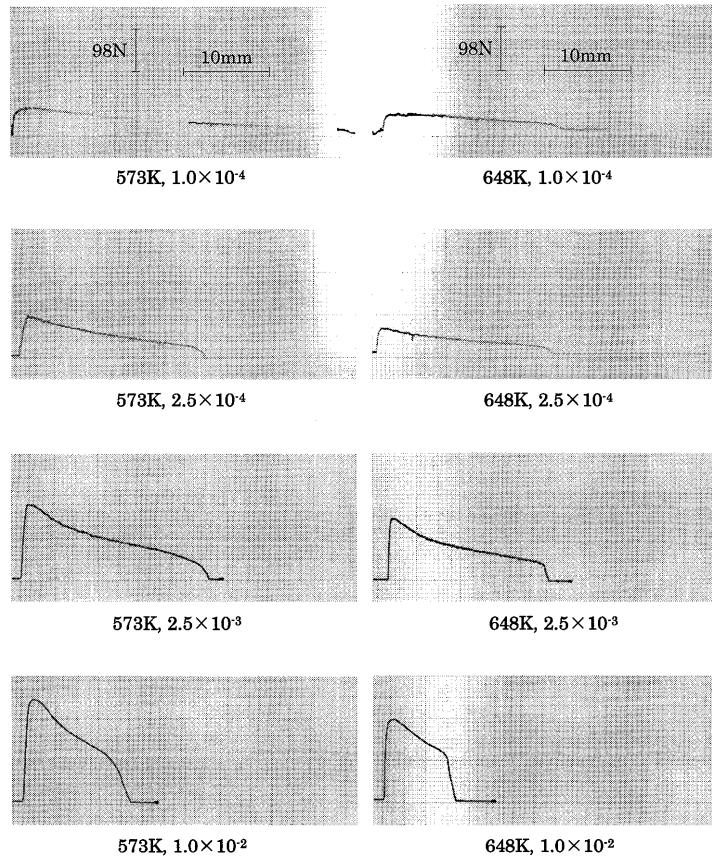


Fig. 10. Typical real data to failure for CRM material.

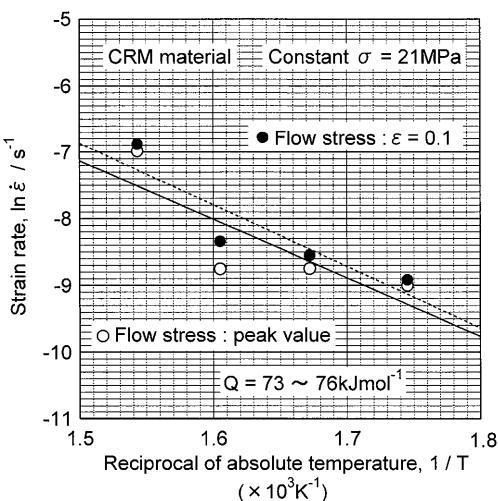


Fig. 11. Activation energies required for high temperature deformation in case of two kinds of flow stress corresponding with peak value and strain of 0.1 in CRM material.

を使って $\ln \dot{\varepsilon} - 1/T$ なる関係をプロットすると、Fig.11 が得られる。そして、直線の勾配から活性化エネルギーが求められ、その値は $73 \sim 76 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ と計算される。

Table 3 に示すように、マグネシウムの自己粒内拡散に要する活性化エネルギーの値は $135 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 、自己粒界拡散に要する活性化エネルギーの値は $67 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ であることが知られている¹¹⁾。本実験の高温引張試験で得られた

Table 3. Self diffusion energies of Mg for both volume diffusion and grain boundary diffusion.

Material	Activation energy (kJ · mol ⁻¹)	
	Volume diffusion	Grain boundary diffusion
Mg in Mg	135 ¹¹⁾	67 ¹¹⁾

CRM材の活性化エネルギーの値、 $73 \sim 76 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ はマグネシウムの自己粒界拡散の活性化エネルギーの値に近く、それぞれ RM0 材⁶⁾の活性化エネルギー $70 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ と RM90 材⁷⁾の活性化エネルギー $87 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ のほぼ中間に等しい。したがって、CRM 材の高温変形は、RM 材同様、主としてマグネシウムの自己粒界拡散に律速されたもので、その全伸び挙動は先に述べたように、RM0 材と RF90 材の中間に相当する結果になったものと考えられる。

Watanabe ら¹²⁾は押出し後圧延された AZ61 板材を用い、遷移温度 585K より低温度側 ($523 \sim 573\text{K}$) では粒界拡散が変形を支配し、その活性化エネルギーは $90 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 、高温度側 ($598 \sim 673\text{K}$) では粒内拡散が変形を支配し、その活性化エネルギーは $143 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ であることを示した。Mabuchi ら¹³⁾は粉末法による AZ91 丸棒材を用い、 $543 \sim 673\text{K}$ では、遷移温度は見られず、粒界拡散と粒内拡散の両方の組み合わせが変形を支配し、その活性化エネルギーは $121 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ であることを示した。また、Wei ら⁴⁾は熱間圧延された AZ91 板材を用い、 $623 \sim 698\text{K}$ の高温度および $1.0 \times 10^{-3} \sim 1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度範囲内で $93 \sim 238$

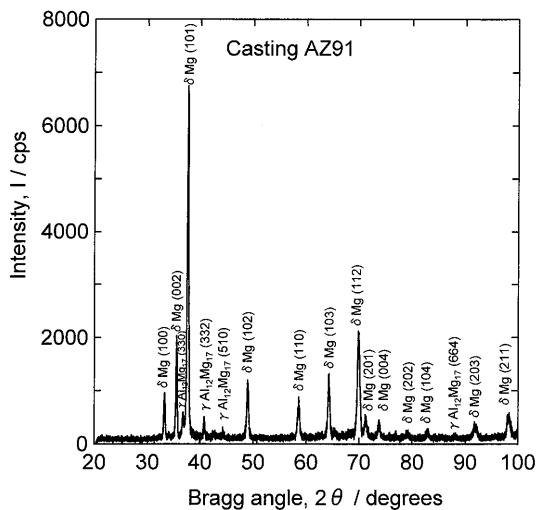


Fig. 12. A result of X-ray diffraction measurement for AZ91 ingot.

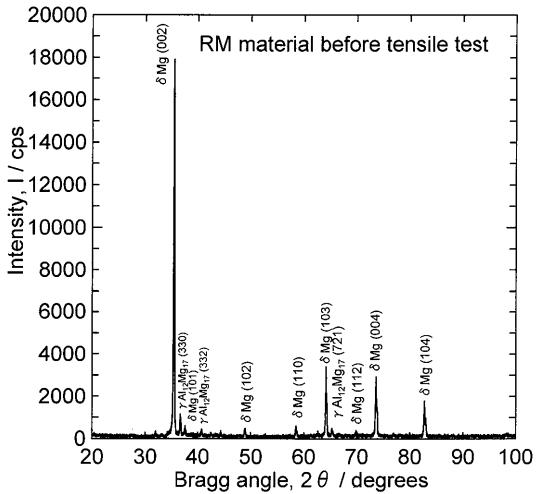


Fig. 13. A result of X-ray diffraction measurement for RM material before tensile test.

$\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ の活性化エネルギーを得た。そして、この高い活性化エネルギーの原因は、超塑性変形(GBS)に対する粒界近傍および粒内での転位クリープの大きな役割にあるとした。

本実験でも遷移温度は見られなかったが、活性化エネルギーは73~76 $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ と上記値に比し、比較的小さかった。したがって、CRM材の変形機構はMabuchiらと同じく、粒界拡散と粒内拡散の両方によるもので、どちらかというと粒界拡散が粒内拡散を上回っていたものと思われる。

マグネシウムでは、室温におけるすべり系は底面(0001)における3方向の<1120>のみであるが、温度が上がるに従って、柱面{1010}<1120>の3通りおよび錐面(1011)<1120>の6通りのすべり系が新たに生じる。Fig.12, Fig.13およびFig.14はAZ91铸造材、RM0材およびCRM材の圧延面に対するX線ディフラクトメータの回折結果をそれぞれ示したものである。これらの図より、Fig. 7で示したように、

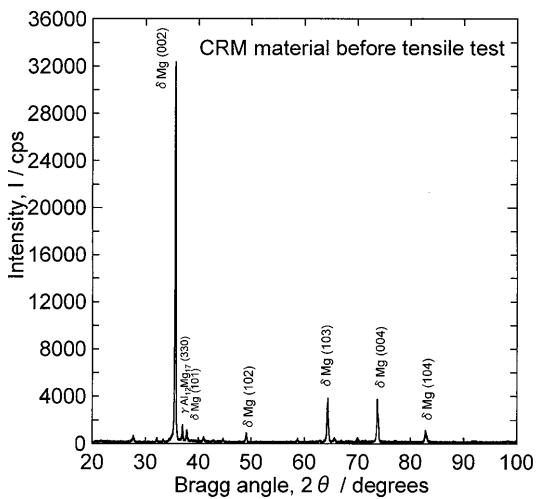


Fig. 14. A result of X-ray diffraction measurement for CRM material before tensile test.

AZ91にはδ相とγ相の2種類しか存在しないことが分かる。また、铸造材では底面(0002)および柱面(1010)はわずかであるが、錐面(1011)が非常に大きく出現している。これに対し、恒温圧延後のRM材とCRM材では柱面(1010)および錐面(1011)が消失し、底面(0002)が非常に大きく出現している。しかし両者において明瞭な区別は見られない。

そこで、これらの材料の集合組織を知るため、X線極点図解析(XPFA)をSchulzの反射法を用いて行うこととした。

回折角2θを(0002)のそれに合わせ固定した後、この状態で試料を、圧延面(圧延方向がRD)の幅方向(TD)であるA軸および圧延面の法線方向(ND)であるB軸の周りにそれぞれ回転させながらND面における(0002)面からの回折X線強度を計測した。なお、CRM材におけるRD方向はクロス圧延時の最後の圧延方向に一致させた。この圧延方向は先に述べたように、CRM材の引張方向でもある。

Fig.15⁷⁾およびFig.16にRM材およびCRM材のND面におけるポーラーネットと呼ばれる極点図をそれぞれ示す。図はA軸の回転角αを $\alpha=0\sim90^\circ$ 、またB軸の回転角βを $\beta=0\sim360^\circ$ とし、前者を半径方向、後者を円周方向の座標として、得られた回折強度をプロットしたものである。この結果、(0002)面からの回折強度の等高線図が得られる。

ここで、図中心における $\alpha=90^\circ$ は入・反射X線を含む面と試料面が垂直な状態で、先に述べた回折と同じである。

RM材では、等高線は同心円上ではなく、花びら状の異方性をもち、また鋭くとがった山形になっており、その頂点は図中心に丁度一致している。これはRM材の再結晶後の六方晶底面が大きな異方性をもちながらも、その多くは圧延面に対し、ほぼ平行に配向している傾向が強いことを示している。次に、 $\alpha=70\sim90^\circ$ および $\beta=120\sim240^\circ$ の間で、等高線の山が削り取られたような跡が確認される。この部

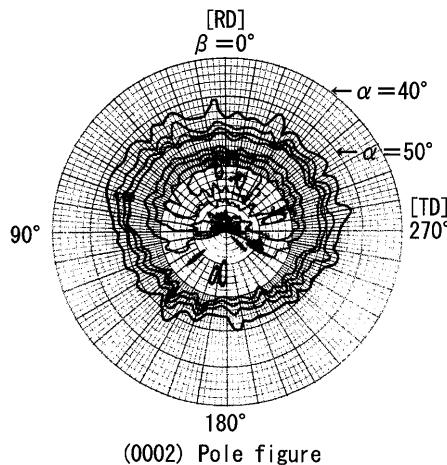


Fig. 15. (0002) pole figure corresponding to RM material before tensile test.⁷⁾

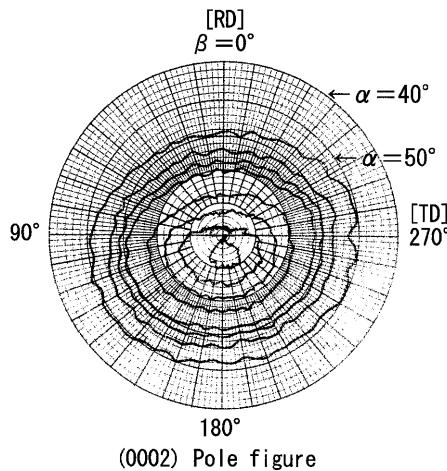


Fig. 16. (0002) pole figure corresponding to CRM material before tensile test.

分は未再結晶組織内に生じた再結晶微粒子の集合体に相当するもので^{6,7)}、(0002)面からの回折X線は皆無で、六方晶底面の圧延面に対する平行に近い配向は全く無かったことを示している。したがって、RM材は圧延面の圧延方向と幅方向において強い異方性をもっていると結論できる。

粒界拡散による粒界すべり(GBS)では、変形の進展に伴って粒界近傍、特に粒界3重点に応力集中が生じ、ひずみ速度の増大に伴いこれは大きくなる。その結果、粒界3重点では必然的にギャップが生じる。そのため、超塑性の持続にはこれに対するある何らかのオフセット機構が働く必要がある。10 s⁻¹の高ひずみ速度域で超塑性を示すアルミニウム合金では、この応力集中は液相の存在によって緩和されることが知られている¹³⁾。また、圧延されたAZ91板材でもフィラメント状の液相の存在が報告されている⁴⁾。そして、これらの液相の存在は活性化エネルギーを極端に増大させる^{4,13)}。

しかし、本実験の材料にはこのような極端な増大は全く認められない。したがって、Mabuchiら¹¹⁾と同様、RM材お

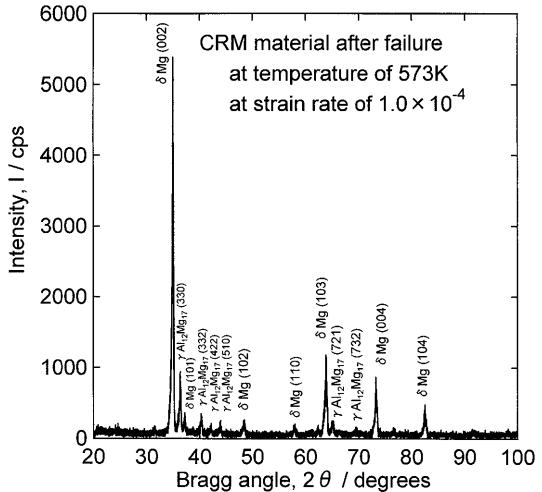


Fig. 17. A result of X-ray diffraction measurement for CRM material after failure.

よりCRM材にはこのような液相は存在しないと考えられる。そのため、RM材では上記応力集中を緩和するのに、粒界近傍における拡散や転位運動（転位クリープ）に加えて、再結晶微粒子が大きな役割を果たしたものと思われる。すなわち、再結晶微粒子の集合体による強い異方性が、圧延方向の引張りでは粒界3重点に生じることが予想されるギャップのオフセットに、幅方向の引張りでは逆にギャップの拡大に働いたと推定される。これについては、先の報告⁷⁾で述べた通りである。

これに対し、CRM材ではRM材と同じ再結晶途中材であるにもかかわらず、等高線はほぼ同心円上に単調に盛り上がった山形になっている。そして、その頂点は図中心から圧延方向、すなわちND方向からRD方向におよそ5°程度ずれてはいるが、RM材で現われたような花びら状の異方性はほとんど見られない。また、未再結晶組織内に生じた再結晶微粒子の集合体も見られない。これはFig. 7の光顕観察からも明らかである。したがって、CRM材では一方向圧延材に比し、圧延面の圧延方向と幅方向において異方性は低減していると結論できる。そして、この低い異方性のため、CRM材では粒界での応力集中の緩和には、再結晶微粒子などの助けは期待できず、転位クリープのみに頼らざるを得ない。そのため、全伸びはCRM材ではRM0材とRM90材の丁度中間あたりに位置する結果になったのであろう。なお、破断後のXPFAは試験片の幅が非常に小さいため、不可能であった。

Fig.17は破断後におけるCRM材の圧延面に対するX線ディフラクトメータの回折結果を示したものである。RM材についてはCRM材と全く同様の傾向を示したため、ここでは省くことにした。Fig.17では、Fig.14で示した引張試験前とピークの傾向は変わらず、変形中、柱面(1010)および錐面(1011)のすべり系は全く働いていないことが分かる。したがって、RM材およびCRM材の超塑性変形では、

底面(0002)のすべり系のみが上記粒界における応力集中の緩和に寄与したものと考えられる。

4. 結言

Mg-Al系鋳造合金AZ91に、恒温圧延機を用いたクロス圧延を実施し、その後再結晶を中断し、これらの再結晶された試験片を種々の温度およびひずみ速度で引張り、そのときの全伸びおよびひずみ速度感受性指数m値を求めた結果、以下の諸点を明らかにした。

- (1) 全伸びが最大となるピーク温度は一方向圧延材に比し、低温度側に大きく移動した。
- (2) m値は試験温度573~623Kにおいて、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の間および試験温度648Kにおいて、ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ から $2.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の間で約0.3以上を示した。
- (3) 引張試験前の試験片の集合組織における異方性は一方向圧延材に比し、低減した。
- (4) 光顯観察から、引張試験前の試験片には未再結晶組織内に生じる再結晶微粒子は全く観察されなかった。
- (5) 活性化エネルギーは73~76kJ·mol⁻¹と比較的小さ

かった。したがって、CRM材の変形機構は粒界拡散と粒内拡散の両方の組み合わせによるもので、どちらかというと粒界拡散が粒内拡散を上回っていたものと思われる。

文 献

- 1) M.Mabuchi, T.Asahina, H.Iwasaki and K.Higashi: *Mater. Sci. Technol.*, **13** (1997), 825.
- 2) M.Mabuchi, K.Ameyama, H.Iwasaki and K.Higashi: *Acta Metall. Mater.*, **47** (1999), 2047.
- 3) T.Mohri, M.Mabuchi, M.Nakamura, T.Asahina, H.Iwasaki and T.Higashi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A290** (2000), 139.
- 4) Y.H.Wei, Q.D.Wang, Y.P.Zhu, H.T.Zhou, W.J.Ding, Y.Chino and M.Mabuchi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A360** (2003), 107.
- 5) Y.Torisaka, S.Fudetani and M.Hirohashi: *CAMP-ISIJ*, **89** (2003), 1071.
- 6) Y.Torisaka, S.Fudetani and M.Hirohashi: *CAMP-ISIJ*, **90** (2004), 21.
- 7) Y.Torisaka, S.Fudetani, M.Horihata and M.Hirohashi: *CAMP-ISIJ*, **91** (2005), 647.
- 8) S.Fudetani, S.Mizunari, M.Horihata, Y.Torisaka and M.Hirohashi: *ISIJ Int.*, **46** (2006), 694.
- 9) Y.Chino, J.Lee, K.Sassa, A.Kamiya and M.Mabuchi: *Mater. Lett.*, **60** (2006), 173.
- 10) Y.Chino, K.Sassa, A.Kamiya and M.Mabuchi: *Mater. Trans.*, **47** (2006), 2555.
- 11) P.G.Shewmon: *J. Met.*, **8** (1956), 918.
- 12) H.Watanabe, T.Mukai, M.Kohzu, S.Tanabe and K.Higashi: *Acta Metall. Mater.*, **47** (1999), 3753.
- 13) K.Higashi, T.G.Nieh and J.Wadsworth: *Acta Metall. Mater.*, **47** (1999), 3753.