

Al-Mg-Si系合金の高温短時間時効挙動に及ぼす予備時効の影響

Effect of Pre-Aging on the Behavior in the Early Stage of Aging at High Temperatures for Al-Mg-Si Alloy

日比野 旭
Akira Hibino

佐賀 誠
Makoto Saga

佐々木 行雄
Yukio Sasaki

菊池 正夫
Masao Kikuchi

概要 Al-0.64%Mg-0.81%Si合金の高温短時間時効挙動に及ぼす予備時効の影響を硬さ測定、電気抵抗測定、示差走査熱量計測定および透過電子顕微鏡観察を用いて調査した。高温短時間時効挙動は予備時効によって大きく影響される。約343 K未満の温度で予備時効すると、予備時効中にはG.P. Iゾーンが形成され、このG.P. Iゾーンは448 K時効初期にも残存する。その結果、448 K、1.8 ks高温時効後には、G.P. Iゾーンと β'' 相が共存し、 β'' 相の析出密度が低くなり、硬さ上昇量は小さくなる。一方、約343 K以上で予備時効すると、予備時効中に β'' 相の核が析出し、448 K高温時効処理によって微細かつ高密度な析出組織が形成され、大きな硬さ上昇が得られる。したがって、Al-Mg-Si系合金において大きな塗装焼付硬化性を得るためには、塗装焼付処理前のG.P. Iゾーン形成を抑制することが重要である。

Abstract: Effect of pre-aging on the behavior in the early stage of aging at high temperatures for Al-0.64%Mg-0.81%Si alloy has been studied by means of hardness measurement, electric resistivity measurement, differential scanning calorimetry and transmission electron microscopy. Pre-aging temperature influenced the subsequent aging behavior at high temperatures. G.P. I zones were formed during the pre-aging below about 343 K, which were stable and remained in the early stage of the subsequent aging at 448 K. Therefore, G.P. I zones coexist with the β'' phase in the alloy aged at 448 K for 1.8 ks after pre-aged below about 343 K, and the distribution of the β'' phase is sparse. This leads to decrease in hardness. On the other hand, nuclei of the β'' phase were directly formed during the pre-aging above 343 K. And the microstructure is fine and dense in the alloy aged at 448 K for 1.8 ks after pre-aged above 343 K, which leads to the higher hardness. In order to get higher paint bake hardenability for the Al-Mg-Si alloy, it is important to suppress the formation of G.P. I zones before the bake hardening treatment.

1. はじめに

近年、自動車の車体軽量化の目的で、Al-Mg-Si系合金がそのボディパネル用材料として適用される事例が増えつつある。これは、Al-Mg-Si系合金が、塗装焼付工程での熱処理を利用して析出強化する性質、すなわち塗装焼付硬化性を有していることから、成形加工時には形状凍結性の点での低耐力、塗装焼付処理後は耐デント性の観点での高耐力という、自動車ボディパネル用合金として必要な性能を満たし得るためである¹⁾。

しかしながら、Al-Mg-Si系合金がボディパネルとして用いられる場合、一般的にはT4処理状態で成形加工され、成形加工後に443~453 K程度の温度で塗装焼付処

理が施されるため、室温時効+塗装焼付処理(高温時効)という、いわゆる二段時効処理を受けることになる。

Al-Mg-Si系合金の二段時効挙動に関してはこれまでに多くの研究がなされており、合金成分や予備時効条件によって高温時効後の強度特性は大きく変化することが知られている^{2)~6)}。特に、自動車ボディパネル材に多く適用されている過剰Si型合金では二段時効の負の効果が現れ、塗装焼付のような短時間の処理では大きな強度上昇は得られにくいという問題がある。近年では、自動車ボディパネルへの適用という観点からの二段時効の研究も増えているが^{7)~9)}、塗装焼付硬化性において重要となる二段時効における高温での短時間時効現象の機構については不明な点も多く、良好な塗装焼付硬化性を

得るためには、高温短時間での二段時効挙動の詳細な理解が不可欠である。

そこで本研究では、ボディパネル用として主流になっている過剰Si型Al-Mg-Si系合金について、室温から373 Kまでの温度範囲で予備時効を施し、引き続き、塗装焼付処理に相当する448 Kの高温短時間の時効を行った場合の二段時効挙動について、硬さ測定、電気抵抗測定、示差走査熱量計測定および透過電子顕微鏡観察を用いて検討を行った。

2. 供試材および実験方法

表1に示す化学組成を有する過剰Si型のAl-0.64%Mg-0.81%Si合金を大気中で溶製し、大気中にて803 Kで46.8 ksの均質化処理を施した後、熱間圧延および冷間圧延により1 mm厚さの板を作製し、供試材とした。

この供試材に対して、823 Kで1.8 ksの溶体化処理を施した後、298~373 Kの各温度に直接焼入れて、引き続きその温度で300 s~86.4 ksの予備時効を行った。そして各予備時効材に対して448 Kで1.8 ksの塗装焼付に相当する高温短時間時効処理(BH処理:bake hardening)を施した。時効硬化挙動の評価には、BH処理前後でピッカース微小硬さ計による硬さ測定(荷重1 kg)を行った。また析出相の評価は、示差走査熱量計(DSC:differential scanning calorimetry)測定(昇温速度20 K/min)により行った。なお373 K予備時効の場合について、溶体化処理後に水焼入れしてから予備時効までに室温放置した場合のBH処理による硬さ変化の測定も行った。また298 Kおよび373 K予備時効材について、予備時効過程並びにBH処理過程における電気抵抗の変化を直流四端子法を用いて測定した。時効処理はオイルバス中で行い、時効処理後速やかに試験片を液体窒素中に入れて、液体窒素温度にて電気抵抗測定を行った。さらに、析出組織観察用として、298~373 Kで3.6 ksの予備時効を施した後、448 Kで最高硬さ近傍に到達する時効時間に相当する32.4 ksの時効処理を行った試料を準備し、電解研磨法により薄膜にして透過型電子顕微鏡観察を行った。

なお、以上の試料調製過程において、溶体化処理以降の各熱処理間は常に液体窒素温度にて試験片を保管し、室温放置を最小限に抑えてある。

3. 実験結果

3.1 硬化挙動

図1に、予備時効温度を298 K、323 K、343 Kおよび373 Kとした場合の448 Kで1.8 ksのBH処理前後での硬さの予備時効時間による変化を示す。

298 K予備時効の場合、BH処理前の硬さは予備時効時間とともに増加するのに対して、BH処理後の硬さは予備時効時間が長くなると減少し、18 ks以上の予備時効でBH処理による硬さ上昇はほとんど消失してしまう。323 K予備時効では、BH処理後の硬さの減少が小さくな

表1 合金の化学組成

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

Mg	Fe	Si	Cr	Zn	Ti	Al
0.64	0.01	0.81	<0.01	<0.01	0.01	balance

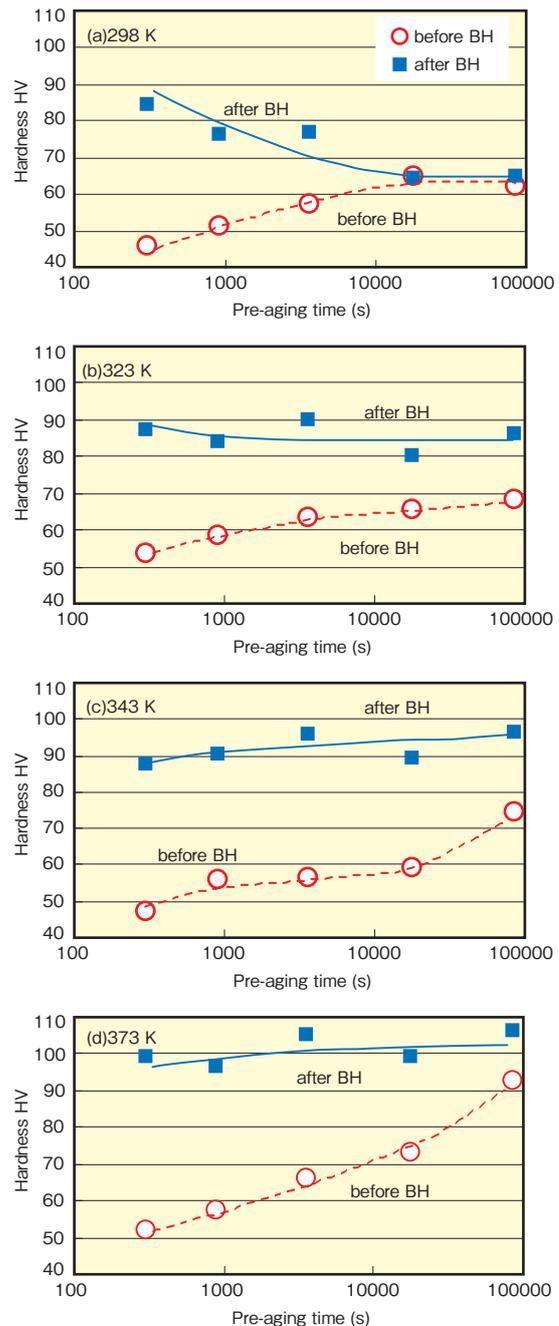


図1 (a) 298 K, (b) 323 K, (c) 343 K, (d) 373 K 各等温予備時効におけるBH処理前後の合金硬さ変化
Fig.1 Changes in the hardness with pre-aging time for the alloy pre-aged at (a) 298 K, (b) 323 K, (c) 343 K, (d) 373 K, before and after BH treatment (448 K, 1.8 ks).

る。さらに予備時効温度を343 Kと高めると、BH処理後の硬さは予備時効時間とともに上昇するようになる。373 K予備時効の場合はこの傾向がより顕著になり、BH処理後の硬さレベルも高くなる。

図2には予備時効時間が300 s、3.6 ksおよび18 ksの場合のBH処理前後での硬さの予備時効温度による変化を示す。

300 s予備時効の場合、BH処理前の硬さは予備時効温度とともに333 K近傍までは増加するが、その後硬さは一旦減少し、340 K以上で再び増加する傾向にある。一方、BH処理後の硬さは338 K程度まではゆるやかに増加し、その後大きく増加するようになる。また、3.6 ks

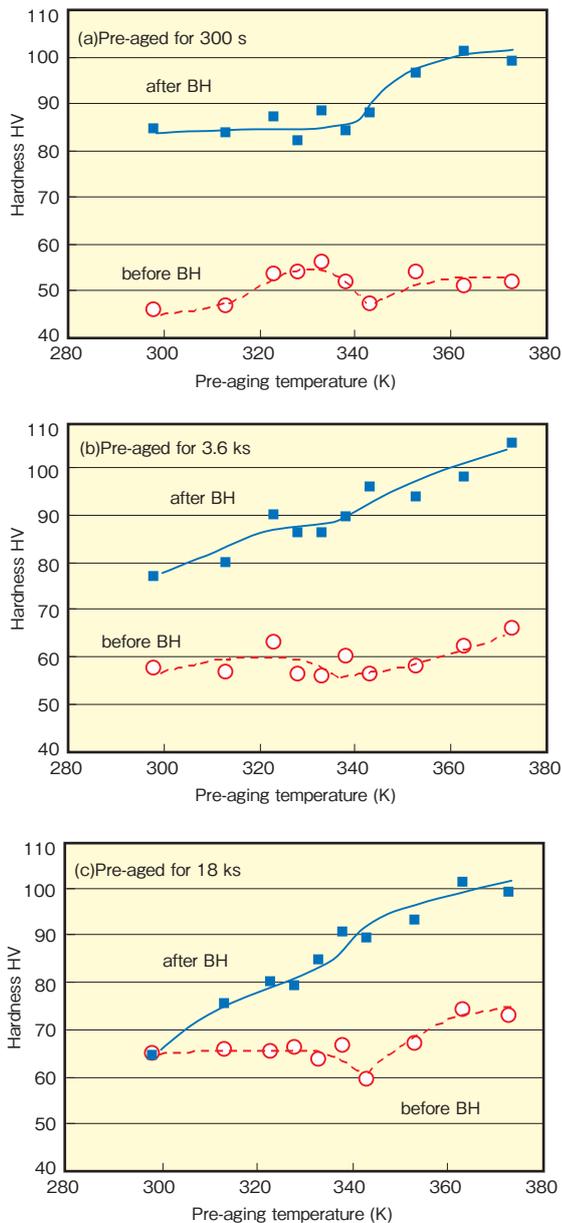


図2 (a) 300 s, (b) 3.6 ks, (c) 18 ks 各等時予備時効におけるBH処理前後の合金硬さ変化

Fig.2 Changes in the hardness with pre-aging temperature for the alloy pre-aged for (a) 300 s, (b) 3.6 ks and (c) 18 ks, before and after BH treatment (448 K, 1.8 ks).

および18 ks予備時効の場合も同様に、BH処理前後の硬さともに、343 K近傍で硬さの挙動に変化が認められる。

以上の硬さ測定の結果より、予備時効温度約343 Kを境界としてBH処理による時効挙動が異なる傾向にあることが分かった。

3.2 電気比抵抗変化

次に、このような予備時効温度による時効挙動の相違を電気比抵抗の変化で調査した。時効挙動が変化する境界温度域を挟む298 Kおよび373 Kにおいて3.6 ksまでの予備時効中、そして引き続き行う448 Kでの時効中の電気比抵抗の変化を図3に示す。電気比抵抗変化は、焼入れのままの比抵抗値 ρ_0 、 ρ_0 からの変化を $\Delta\rho$ として、 $\Delta\rho/\rho_0$ として示した。

ここで、 ρ_0 は焼入れ直後、77 K環境で測定した比抵抗であり、 $\Delta\rho$ は77 K環境で測定した ρ_0 からの比抵抗変化である。

298 K予備時効中では比抵抗変化量が急激に増加するのに対して、373 K予備時効中の変化は小さく、徐々に増加する程度である。また、引き続き行う448 K時効処理においては、BH処理時間相当の1.8 ks近傍までは298 K、373 K予備時効材ともに電気比抵抗は予備時効により変化した値のままほとんど変化せず、その後低下する傾向を示した。

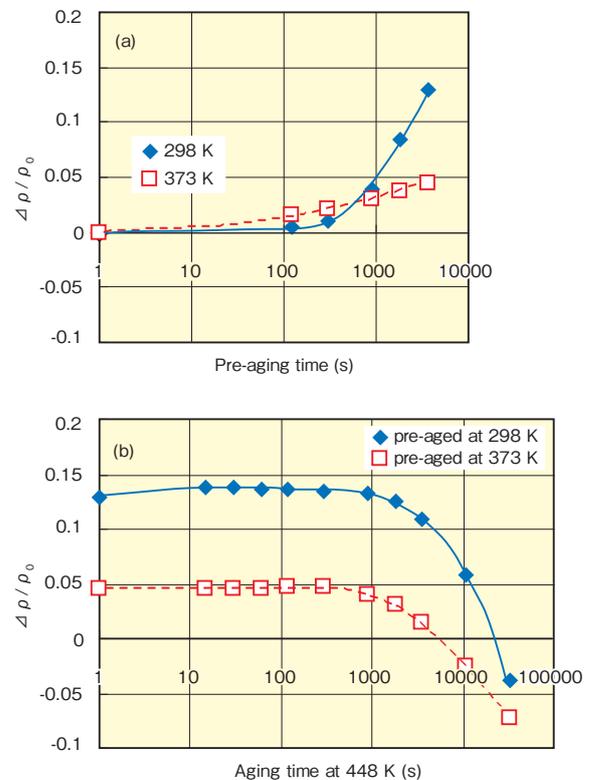


図3 (a) 298 Kと373 Kの予備時効による比抵抗の変化、(b) さらに448 Kの時効処理による比抵抗の変化

Fig.3 Changes in electric resistivity for the alloy (a) pre-aged at 298 K and 373 K, and (b) then post-aged at 448 K.

3.3 熱分析結果

図1および図2に見られるような、予備時効温度が約343 Kを境とした時効硬化挙動の相違、並びに図3における予備時効中の電気比抵抗変化の相違と予備時効中に形成される析出相との関係を明確にするためにDSC測定を行った。図4に、298 K、323 K、343 Kおよび373 Kの各温度で3.6 ks予備時効した場合の、BH処理前(予備時効のまま)およびBH処理後のDSC曲線を示す。

ここで、KはG.P. Iゾーン(あるいはクラスタ)の形成、LはG.P. Iゾーン(あるいはクラスタ)の溶解、Pは中間相 β'' (あるいは β'' 相の核と β'' 相)、中間相 β' の析出と対応しており、また490 K近傍の吸熱ピークをG.P. Iゾーンの溶解と対応すると考えた。BH処理前のDSC曲線において、298 Kおよび323 K予備時効材ではG.P. Iゾーン溶解に相当するピークLが存在するが、343 Kおよび373 K予備時効材ではピークLが認められなくなるとともに、 β'' 相析出に相当するピークPが小さくなっている。これは298 Kおよび323 K予備時効中にはG.P. Iゾーンが形成されるのに対して、343 Kおよび373 K予備時効中には β'' 相の核が析出するようになることを示している。またBH処理後のDSC曲線においては、298 Kおよび323 K予備時効材で認められたG.P. Iゾーン溶解に相当するピークLがBH処理後も認められる。このことから、予備時効中に形成されたG.P. Iゾーンは、BH処理後も残存しているものと考えられる。さらにBH処理を施した後のピークPがBH処理前に対して小さくなっていることからBH処理中に析出して硬化に寄与している析出相は β'' 相であると推定される。

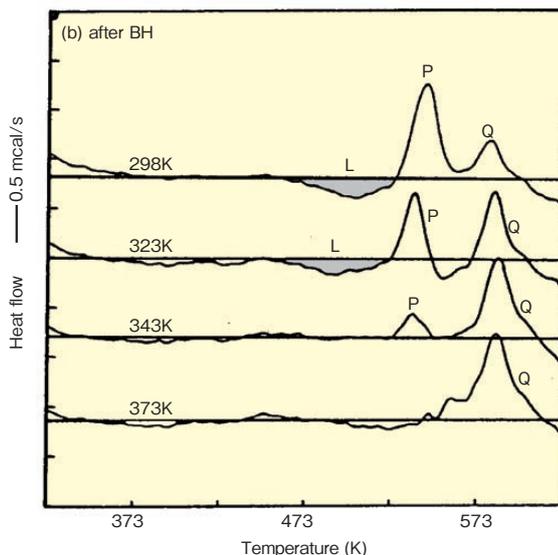
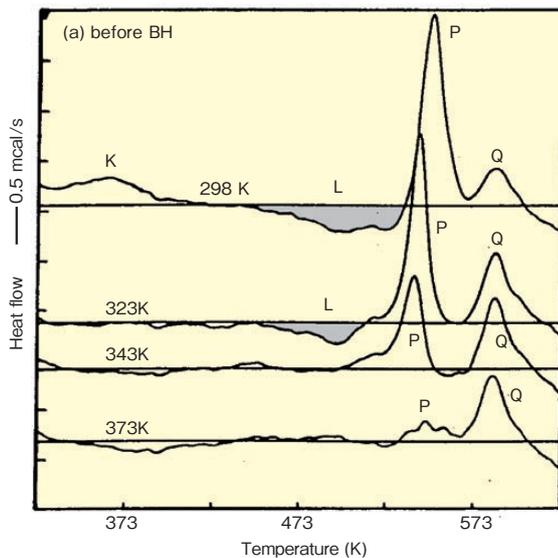


図4 298 K、323 K、343 Kと373 K、それぞれ3.6 ks予備時効した合金の(a) BH処理前と(b) BH処理後のDSC曲線(昇温速度 20 K/min)

Fig.4 DSC curves for the alloy pre-aged at 298 K, 323 K, 343 K, and 373 K respectively for 3.6 ks, (a) before and (b) after BH treatment (heat up rate 20 K/min).

Al-Mg-Si系合金の時効析出については従来より多くの研究報告^{9)~15)}がある。本研究では熱分析とTEM観察を併用した報告^{9), 13), 14), 15)}に基づいて、DSC曲線上の360 K、540 K、590 K近傍の発熱ピークはそれぞれG.P. Iゾーン(あるいはクラスタ)、中間相 β'' (あるいは β'' 相の核と β'' 相)、中間相 β' の析出と対応しており、また490 K近傍の吸熱ピークをG.P. Iゾーンの溶解と対応すると考えた。BH処理前のDSC曲線において、298 Kおよび323 K予備時効材ではG.P. Iゾーン溶解に相当するピークLが存在するが、343 Kおよび373 K予備時効材ではピークLが認められなくなるとともに、 β'' 相析出に相当するピークPが小さくなっている。これは298 Kおよび323 K予備時効中にはG.P. Iゾーンが形成されるのに対して、343 Kおよび373 K予備時効中には β'' 相の核が析出するようになることを示している。またBH処理後のDSC曲線においては、298 Kおよび323 K予備時効材で認められたG.P. Iゾーン溶解に相当するピークLがBH処理後も認められる。このことから、予備時効中に形成されたG.P. Iゾーンは、BH処理後も残存しているものと考えられる。さらにBH処理を施した後のピークPがBH処理前に対して小さくなっていることからBH処理中に析出して硬化に寄与している析出相は β'' 相であると推定される。

以上の結果より、予備時効温度約343 Kを境界としたBH処理による時効挙動の相違は予備時効中に形成される析出相の差に起因することが分かった。これは、343 K近傍に異なる2種類の析出相が存在して二段時効挙動に影響を及ぼすとする山田ら⁷⁾の報告と符合する。

3.4 析出組織観察

次に、予備時効中に形成される析出相の相違がBH処理後の析出組織に与える影響を調査するために透過電子顕微鏡観察を行った。

溶体化処理後、298 K、323 K、343 Kおよび373 Kの各温度で3.6 ksの予備時効を施したものに対して、析出組織の相違をより顕著にするために448 KでBH処理よりも長い32.4 ksの時効処理(ほぼピーク硬さに相当する条件)を行った。これらの時効材のTEM写真を図5に示す。各写真ともに α -Al母相に対して[001]方向に電子線を入射した場合の明視野像である。いずれの時効材にも、 α -Al母相の<100>方向に沿って針状の析出相が認められ、これは448 Kで32.4 ksの時効処理によって形成された β'' 相と考えられる。 β'' 相析出組織は予備時効温度が高いほどサイズも小さく、また析出密度も高い傾向が認められる。そしてこの予備時効温度による β'' 相析出組織の差異は、予備時効温度323 Kと343 Kの間で著しく変化していることが分かる。

このように予備時効温度を変えることによって、予備

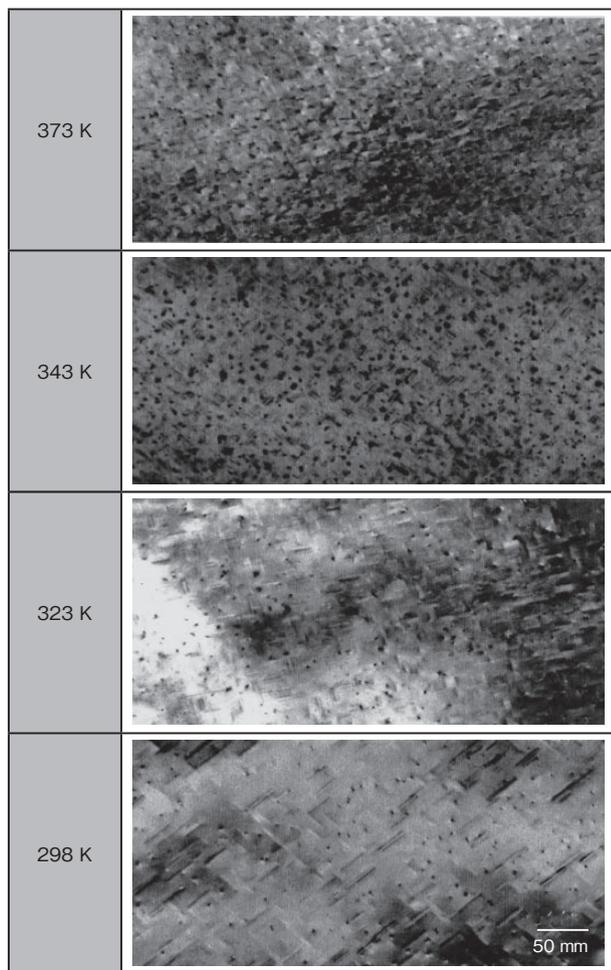


図5 298 K, 323 K, 343 K, 373 K, それぞれ3.6 ks予備時効後, さらに343K, 32.4 ks時効した合金のTEM組織
Fig.5 TEM micrograph for the alloy pre-aged at 298 K, 323 K, 343 K and 373 K for 3.6 ks and then aged at 448 K for 32.4 ks.

時効中に形成される析出相が異なるだけではなく, 引き続き行う448 K高温時効における β'' 相析出組織形成もまた変化してくることが分かった。

3.5 高温短時間時効挙動に及ぼす予備時効前室温放置の影響

これまで, 溶体化処理後予備時効温度へ直接焼入れを行った場合の高温短時間時効挙動について調べてきた。しかし実際の操業を考えた場合, 予備時効温度に直接焼入れるのは困難であり, 予備時効を行う前に室温近傍の温度で時効を受けることが想定される。そこで予備時効前の室温時効時間がBH処理による硬化挙動に及ぼす影響について調査した。

最初に溶体化処理後一旦277 Kの水槽中に水焼入れし, その後に β'' 相の核が形成される373 Kで予備時効を行った場合の二段時効挙動を調べた。図6には水焼入れ後, 直ちに373 Kで予備時効を行ったときのBH処理前後での硬さに対する予備時効時間の影響を示す。一旦水焼入れした場合でも, その直後に373 Kで予備時効を行えば硬化挙動は直接予備時効温度に焼入れた場合と

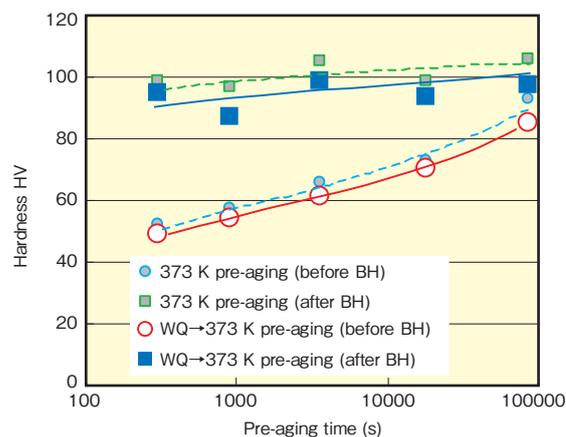


図6 直接373 K予備時効と一旦水焼入れしてすぐ373 Kの予備時効を施す場合のBH処理前後の合金硬さ比較
Fig.6 Changes in the hardness with the aging time at 373 K for the alloy directly quenched to 373 K and water-quenched at 277 K, before and after BH treatment (448 K, 1.8 ks)

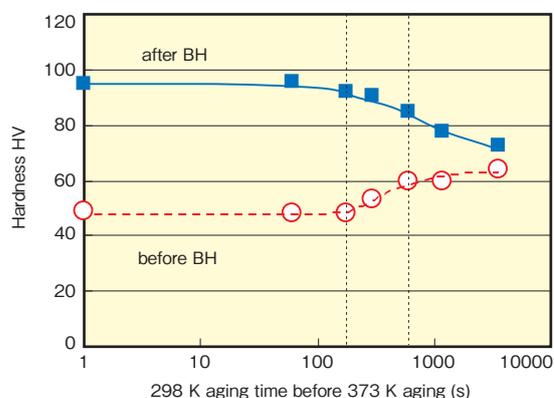


図7 373 Kで300 sの予備時効を行うまでの298 K時効時間に対するBH処理前後の硬さ変化
Fig.7 Changes in the hardness with the aging time at 373 K for the alloy directly quenched to 373 K and water-quenched at 277 K, before and after BH treatment (448 K, 1.8 ks)

ほとんど同様であることが分かった。そこで溶体化処理後, 水焼入れから予備時効までに室温298 Kにて時効した場合の二段時効挙動を調査した。図7には, 溶体化処理, 水焼入れ後, 373 Kで300 sの予備時効を行うまでの298 K時効時間に対するBH処理前後の硬さ変化を示す。373 K時効前の298 K時効が180 s以上になるとBH前の硬さは上昇し, 同時にBH処理後の硬さも低下し始める。そして298 Kで3.6 ks時効するとBH処理による硬さ上昇はほとんど失われてしまう。

図8には, 図7においてBH処理による硬さ上昇量の低下がほとんどない298 Kで180 s時効した後に373 Kで300 s予備時効した場合, そしてBH処理による硬さ上昇量が低下してくる298 Kで600 s時効した後373 Kで300 s予備時効した場合のBH処理前後でのDSC曲線を示す。

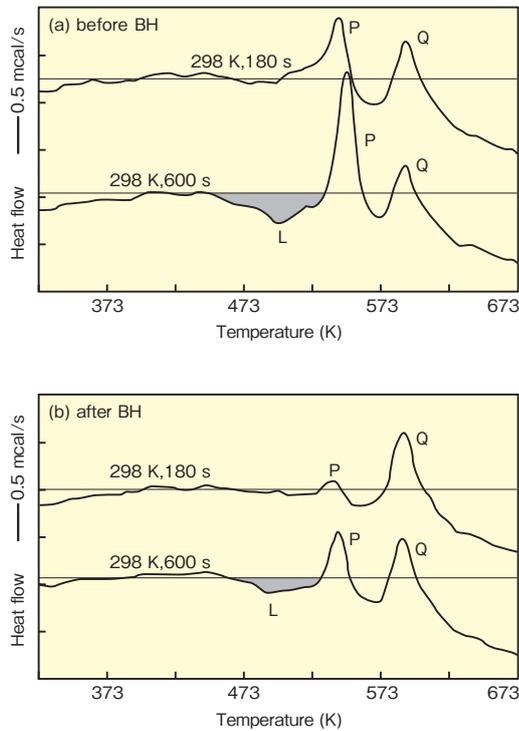


図8 298 K, 150 sと600 s時効後373 K, 300 s予備時効を行う場合のBH処理前後のDSC曲線

Fig.8 DSC curves for the alloy naturally aged at 298 K for 180 s and 600 s, then pre-aged at 373 K for 300 s and finally BH treated (448 K, 1.8 ks), (a) before and (b) after BH treatment.

ここで、LはG.P. Iゾーン(あるいはクラスタ)の溶解、Pは中間相 β'' (あるいは β'' の核と β'')の形成、そしてQは中間相 β' の形成を示す。

BH処理前において、G.P. Iゾーン溶解に相当するピークLが298 Kで180 s時効した場合ではほとんど認められなかったのに対して、298 Kで600 s時効した場合には存在するようになる。また、 β'' 析出に相当するピークPが298 Kで600 s時効した場合の方が大きくなっていることから、373 Kで300 sの予備時効中に析出する β'' 核の量が、298 Kで600 s時効中のG.P. Iゾーン形成により減少したことが分かる。次にBH処理後のDSC曲線においては、298 Kで600 s時効した場合に認められたG.P. Iゾーン溶解に相当するピークLがBH処理後も認められることから、298 Kで600 s時効中に形成されたG.P. Iゾーンは、BH処理後も残存していることが分かる。さらに、298 Kで600 s時効した場合の方が180 s時効した場合よりも β'' あるいはその核の析出に相当するピークPが大きくなる。これは373 Kで300 sの予備時効およびBH処理中に形成される β'' の核と β'' の析出量が少ないことを示しており、図7においてBH処理による硬さ上昇量が少なくなる挙動と一致する。

4. 考察

Al-0.64%Mg-0.81%Si合金における高温短時間時効挙動、すなわち塗装焼付硬化性に予備時効が与える影響を総括し、表2に示す。323 K以下の温度で予備時効すると、予備時効中にはG.P. Iゾーンが形成され、このG.P. IゾーンはBH処理中にも溶解せずに残存するため、BH処理後にはBH処理中に析出した β'' 相と共存状態となる。また448 KでBH処理よりも長い32.4 ksの時効処理後の組織観察結果から、BH処理後の β'' 相は低密度であると推定され、BH処理による硬さ上昇量も小さい。一方、343 K以上の温度で予備時効すると、BH処理温度で形成される β'' 相の析出組織が予備時効中にその核が析出するため、また、448 Kで32.4 ksの時効処理後の組織観察結果から、微細かつ高密度であると推定され、BH処理による硬さ上昇に寄与している β'' 相の存在状態が重要であり、この存在状態が予備時効中のG.P. Iゾーンあるいは β'' 相の核形成の如何によって大きく影響を受ける。

最初に予備時効温度が低くて、予備時効中にG.P. Iゾーンが形成される場合について考える。予備時効中にG.P. Iゾーンが一旦形成されると、このG.P. IゾーンはBH処理程度の熱処理に対しては安定で、処理後も残存する。そのためBH処理温度での β'' 相析出に対するMgおよびSiの過飽和度が減少する。また、 β'' 相の核生成が過飽和度の減少に影響されるだけではなく、G.P. Iゾーンの存在自体によって抑制される可能性が高い。その結果、短時間のBH処理中に析出して硬化に寄与する β'' 相の形成量が少なく、低密度な β'' 相の析出組織となり、BH処理による硬さ上昇も小さくなってしまおうと考えられる。

一方、予備時効温度が高くて予備時効中に β'' 相の核が形成される場合は、その微細な β'' 相の核がBH処理中にそのまま β'' 相へ成長し、微細で高密度な析出組織が形成され、大きな硬さ上昇が得られるようになると思え

表2 Al-0.64%Mg-0.81%Si合金の時効硬化特性と析出挙動に及ぼす予備時効の影響

Table 2 Effect of pre-aging temperature on the precipitation behavior and bake hardening property for Al-0.64%Mg-0.81%Si alloy.

Pre-aging temperature	Precipitate phases		Precipitate structure after BH	Bake hardenability
	As pre-aged	After BH	β'' phase density	
298 K	G.P. I zone	G.P. I zone + β''	Low	Small
323 K				
343 K	nucleus of $\beta'' + \beta''$	β''	High	Big

られる。

また、溶体化処理後に一旦室温で時効しても短時間であればG.P. Iゾーンが形成されないで、引き続き β 相の核が析出するような温度範囲で予備時効を行えば、BH処理により上述のように微細かつ高密度な β 相析出組織が形成され、大きな硬さ上昇が得られるようになる。

すなわち、BH処理のような高温短時間の時効処理によって大きな強度上昇を得るためには、BH処理前のG.P. Iゾーン形成を可能な限り抑制することが重要といえる。

5. おわりに

Al-0.64%Mg-0.81%Si合金に対して、298 Kから373 Kまでの温度範囲で予備時効を施し、引き続き塗装焼付処理に相当する448 Kで1.8 ksの高温短時間の時効を行った場合の二段時効挙動について検討し、以下の結果を得た。

- (1) Al-0.64%Mg-0.81%Si合金の高温短時間時効挙動は予備時効によって大きく影響される。予備時効温度によって、予備時効中に形成される析出相が異なり、この析出相の相違が引き続き行われる高温短時間時効における析出組織形成にも影響を及ぼし、その結果、析出硬化量が大きく変化する。
- (2) 約343 K未満の温度で予備時効すると、予備時効中にはG.P. Iゾーンが形成され、このG.P. Iゾーンは448 K高温時効後にも残存し、448 K高温時効中に形成される β 相析出が抑制されるため、硬さの上昇量が小さくなる。
- (3) 約343 K以上の温度で予備時効すると、予備時効中に β 相の核が析出し、448 K高温時効処理によって微細かつ高密度な β 相析出組織が形成されて、大きな硬さ上昇が得られる。
- (4) 溶体化処理後に一旦室温で時効されても、G.P. Iゾーンが形成されない短時間のうちに β 相の核が析出するような温度範囲で予備時効を行えば、448 K高温時効処理により上述のように微細かつ高密度な β 相析出組織が形成され、大きな硬さ上昇が得られる。

なお、この論文は軽金属、53(2003)、516.に若干の修正を加えたものであり、また軽金属学会第87回秋期大会にて一部発表されたものである。

参考文献

- 1) 自動車のアルミ化技術ガイド 材料編：社団法人軽金属協会、(1996).
- 2) J.Langerweger : Proc. Aluminium Technology '86, Paper No.49. (1986), 216.

- 3) 鈴木寿, 菅野幹宏, 白石泰久 : 軽金属, 29 (1979), 197.
- 4) D.W.Pashley, M.H.Jacobs and J.T.Viwtz : Phil.Mag., 13 (1967), 51.
- 5) 浅野和彦, 藤川辰一郎, 平野賢一 : 日本金属学会会報, 7 (1968), 457.
- 6) 鈴木寿, 菅野幹宏, 伊藤吾郎 : 軽金属, 30 (1980), 609.
- 7) 山田健太郎, 里達雄, 神尾彰彦 : 軽金属, 51 (2001), 215.
- 8) L.Zhen and S.B.Kang : Scripta Mater., 36 (1997), 1089.
- 9) W.F.Miao and Laughlin : Scripta Mater., 40 (1999), 873.
- 10) G.Thomas : J. Inst. Metals, 90 (1961-62), 57.
- 11) A.Kelley and R.B.Nicholson : Pro. Mater. Sci., 10 (1963), 151.
- 12) J.P.Lynch, L.M.Brown and M.H.Jacobs : Acta Metall., 30 (1982), 1389.
- 13) N.Maruyama, R.Uemori, N.Hashimoto, M.Saga and M.Kikuchi : Scripta Mater., 36 (1997), 89.
- 14) 菅野幹宏, 鈴木寿, 白石泰久 : 軽金属, 28 (1978), 553.
- 15) G.B.Burger, A.K.Guputa, P.W.Jeffrey, and D.J.Lloyd : Mater. Charact., 35 (1995), 23.



日比野 旭 (Akira Hibino)
技術研究所



佐賀 誠 (Makoto Saga)
新日本製鐵株式会社 技術開発本部 鉄鋼研究所



佐々木 行雄 (Yukio Sasaki)
株式会社 日鐵テクノリサーチ かずさ事業所



菊池 正夫 (Masao Kikuchi)
九州大学 鉄鋼リサーチセンター