転位モデルを用いた純アルミニウム<110>大傾角粒界構造の記述

上原, 雅人
九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻

連川, 貞弘
九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻 : 新技術事業団

中島, 英治
九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻

https://doi.org/10.15017/17391

出版情報：九州大学大学院総合理工学報告. 17 (4), pp.401-408, 1996-03-01. 九州大学大学院総合理工学研究科
バージョン：
権利関係：

九州大学大学院総合理工学研究科報告
第17巻 第4号401-408頁 平成8年3月

Engineering Sciences Reports, Kyushu University
(KYUSHU DAIGAKU SOGORIKOGAKU KENKYUKA HOKOKU)
Vol. 17, No. 4 pp. 401-408 March 1996

転位モデルを用いた純アルミニウム〈110〉大傾角粒界構造の記述

上原雅人*・連川貞弘**・中島英治***

(平成7年11月30日 受理)

Description for Microstructure of 〈110〉 High Angle Tilt Boundaries in Pure Aluminum by the Dislocation Model

Masato UEHARA*, Sadahiro TSUREKAWA** and Hideharu NAKASHIMA***

The purpose of this paper has been description for the periodic structures of high angle tilt grain boundaries in aluminum by the dislocation model that may make it possible to explain various related behaviour of grain boundaries. We have compared the dislocation arrays predicted by O-lattice theory to that observed by HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscopy). Here, the observed boundaries are $(11\bar{5})\Sigma 27$, $(11\bar{2})\Sigma 3$, $(111)\Sigma 3$, $(22\bar{1})\Sigma 9$ symmetric tilt boundaries and $(111)\Sigma 9$ asymmetric tilt boundary of aluminum.

For all boundaries observed, the periodicity of dislocation array was good agreed with prediction by O-lattice theory.

1. 緒　　言

面欠陥である「結晶粒界」は粒界破壊，粒界すべりおよび粒界移動といった多結晶体の強度と組織形成に重要な役割を果たす．したがって，新しい先端材料の設計や開発には結晶粒界の制御が必要不可欠である．それゆえ結晶粒界とそれに伴う諸現象に関する研究は古くから行われてきた．

著者らのグループはモリブデン〈110〉対称傾角粒界の粒界破壊強度と粒界エネルギーを測定し，また粒界構造を高分解能透過電子顕微鏡法(HRTEM)で観察して[1]，粒界エネルギーが低く，破壊強度の大きな粒界はそれを挟む両方の結晶格子の対応が非常に良いことを示している．

また，粒界構造は再結晶集合組織形成の素過程である粒界移動にも大きな影響を及ぼすことが知られているが，電磁鋼板として用いられるFe-3% Si合金の粒界移動の易動度[2]は，ある温度域を境に低温では対応粒界が，高温ではランダム粒界が大きいことが明らかになっている．これは低温では粒界が固溶しているSiの溶質雰囲気を引きずりながら移動し，高温ではそれを離脱して移動しているためであり，低温では溶質雰囲気の小さい対応粒界が速く，高温では溶質雰囲気を離脱するため粒界の原子対応の悪いランダム粒界が速く移動する．

このように粒界構造は結晶粒界に伴う諸現象に大きな影響を与える．そこで本研究では多結晶体に多く存在する大傾角粒界の構造を明らかにするために，Bollmannのo格子理論[3]による粒界構造の記述が可能であるか否かを検討した．本研究で用いた試料は原子結合が金属結合のみで面心立方構造の純アルミニウムであり，4種類の$[1\bar{1}0]$対称傾角粒界を作製しHRTEM観察を行って，その構造をo格子理論によって解析した

2. 粒界構造の解析法（o格子理論）

同一の結晶構造の異なる方位を有する結晶同士の境界が結晶粒界であるが，ここでは結晶の周期性が失われる．そこで何らかの構造緩和が生じる．例えば，方位差の小さな結晶粒界，すなわち小傾角粒界では刃状転位列で構造緩和が起こる．しかし，この転位モデルの限界は約30°である．また，対応格子理論[4]はある特定の方位差やそれより僅かにずれた粒界を記述することはできても，それ以外の一般の粒界は記述できない

*材料開発工学専攻博士後期課程
**材料開発工学専攻（現：新技術事業団）
***材料開発工学専攻

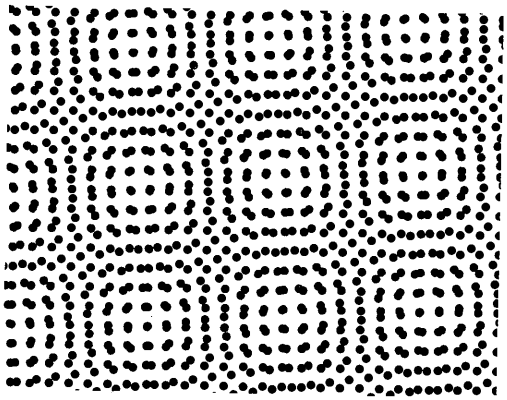

Fig. 1　The Moire'-pattern is made by rotation with 8°.

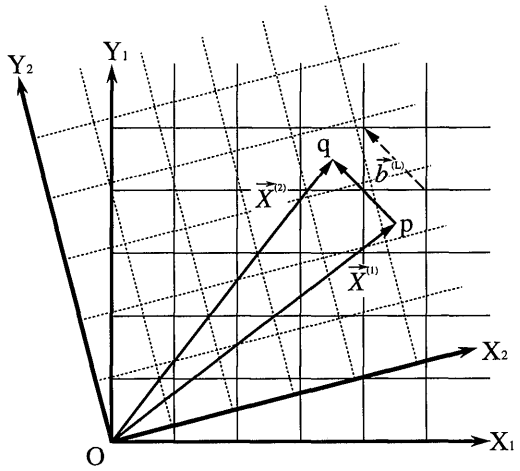

Fig. 2　The schematic explanation of how to determine an O-lattice point.

そこで，Bollmann はO格子理論を提案した．彼は，両結晶の格子を互いの結晶に延長して重ね合わせたときに両結晶での内部座標が一致する位置に注目した．この位置は最小ひずみと考えられる点であり，彼はこれをO格子点と名付けた．O格子点は周期的に存在するが，その間には必ず一致度の悪い位置が存在する．これはOセルと呼ばれ，O格子点を囲む Wigner-Seitzセルを形成する．例えば，**Fig. 1** は2次元の単純格子を8°回転させて重ね合わせたものであるが，図のような周期的な Moire'-pattern が形成される．このpatternの中心がO格子点であり，その周りがOセルである．

次に，実際にO格子を求めてみる．簡略化するために2次元の単純格子を用いると，原点Oを基準とする X_1-Y_1 直交座標系で表した結晶1（これを基準となる座標系とする）に，**Fig. 2** に示したように回転操作のようなアフィン変換**A**で作られる結晶2を重ねる．いま，結晶1の原点と任意の点Pを結ぶベクトルを $\vec{X}^{(1)}$ で表し，変換後のベクトルを X_1-Y_1 座標系で $\vec{X}^{(2)}$ と表すと

$$\vec{X}^{(2)}=\mathbf{A}\vec{X}^{(1)} \tag{1}$$

である．ここで，もし，差ベクトル $\vec{X}^{(2)}-\vec{X}^{(1)}$ が結晶1の並進対称ベクトル，すなわち

$$\vec{X}^{(2)}-\vec{X}^{(1)}=\vec{b}^{(L)} \tag{2}$$

ならば，qの内部座標は結晶1の座標系でも結晶2の座標系でも同じになる．このqがO格子点である．ここで，O格子点である $\vec{X}^{(2)}$ を $\vec{X}^{(0)}$ とすると，式(1)と(2)より，

$$(\mathbf{I}-\mathbf{A}^{-1})\vec{X}^{(0)}=\vec{b}^{(L)} \tag{3}$$

となり，これがO格子理論の基本式となる．ちなみに $\vec{X}^{(0)}$ が実際の結晶の格子点であるとき，その点は対応格子点となるが，O格子点は必ずしも結晶の格子点には対応しない．これがO格子理論が対応格子理論を拡張した理論である所以である．

式(3)で $\det(\mathbf{I}-\mathbf{A}^{-1})\neq 0$ のとき，

$$\vec{X}^{(0)}=(\mathbf{I}-\mathbf{A}^{-1})^{-1}\vec{b}^{(L)} \tag{4}$$

とすることができ，O格子は基準となる結晶の並進対称ベクトル $\vec{b}^{(L)}$ で表わすことができる．また，この $\vec{b}^{(L)}$ が対応するOセルに入る転位のバーガース・ベクトルになる．ここで注意しなければならないことは，O格子の単位胞は変換マトリックス**A**や $\vec{b}^{(L)}$ で変化してしまうことである．$\vec{b}^{(L)}$ は基準となる結晶の最も小さな並進対称ベクトルを選ぶ必要がある．また，変換マトリックス**A**は変換前後で体積変化が生じないもので，結晶同士を重ね合わせてできる Moire'-pattern とO格子が一致するようなものを選ばなければいけない．

本研究のような傾角粒界の場合，ある一つの結晶方位を軸とした回転関係であるから回転軸方位への結晶の乱れはなく，O格子は回転軸方位に平行な線，O線となるため，2次元問題として取り扱ってよいことになる．よって，本研究では $[1\bar{1}0]$ から投影した2次元問題として取り扱った．さらに，式(3)で $\det(\mathbf{I}-\mathbf{A}^{-1})=0$ ならば，O線は面に拡張されることになる．これがO面であり，後述するがこのO面が粒界面と一致するとき興味深い結果を生み出すことになる．

3. 実験方法

3.1 双結晶の作製

純度99.99%のアルミニウムのインゴットから，内径50mmのグラファイト製るつぼを用いて真空中(約2.5mPa)，るつぼ表面温度約800℃，炉の移動速度10mm/hrの縦型ブリッジマン法により単結晶を作製した．この単結晶を3軸ゴニオメーターを用いて背面反射ラウエ法で結晶方位を確認しながらワイヤーカット式放電加工機で切り出して，5×5×50mm³の角柱状種結晶を2本作製した．ここで長軸は $[1\bar{1}0]$，側面は(001)と(110)面である．

次に，双結晶作製用グラファイト製るつぼに，先の2本の種結晶の(001)面が目的の傾角 ϕ*になるように背面反射ラウエ法で確認しながらセットした．本研究で用いたるつぼは種結晶の長軸を中心に回転させることができ，自由に傾角を制御できる．この種結晶の上に純度99.99%の多結晶を挿入し，約850℃で先と同様な条件で双結晶を育成した．先の単結晶育成温度よりるつぼ表面温度が50℃高いのは，溶湯の酸化皮膜を破り，種結晶からの結晶方位の受け継ぎを容易にするためである．なお，グラファイトるつぼの内側表面にはBN粉末を塗布してアルミニウムの焼き付きを防止した．このようにして作製した粒界は $(11\bar{5})\Sigma27$，$(11\bar{2})\Sigma3$，$(111)\Sigma3$ 及び $(22\bar{1})\Sigma9$ 対称傾角粒界である．ここで，Σ値は粒界を挟む両結晶の格子点の一致度を表すパラメーターであり，粒界に関する研究において一般に粒界構造を端的に表すものとしてよく用いられている．また，Σ値の前の括弧内の指数は粒界面の面指数を表す．**Fig. 3** は Hasson と Goux[5] によるアルミニウムの〈110〉対称傾角粒界の粒界エネルギーをコンピューターシュミレーションによって求めた計算結果であり，本研究で作製した粒界を矢印で示した．このなかで $(111)\Sigma3$ の粒界エネルギーは極めて低いことが知られている．

3.2 高分解能電子顕微鏡観察

観察用試料は作製した双結晶試料から膜面が $(1\bar{1}0)$ になるように背面反射ラウエ法で確認しながら，塩酸を用いた酸鋸による無ひずみ切断で厚さ約200 μm の円盤を切り出し，これを放電工機で直径3mmに成形した．この円盤を600℃-5hrで焼鈍し，加工の際のひずみを取り除くと同時に粒界を安定状態にした．なお観察した試料にはほとんど転位はみられず，加工ひずみは十分に除去できていたものと考えられる．

この試料をツインジェット式電解研磨法により薄膜化し，観察に供した．用いた電解研磨液は過塩素酸：エチレングリコール：メチルアルコール＝1：1：6容比の混合液を用い，研磨は液を氷水で冷却しながら行った．

観察は $[1\bar{1}0]$ 晶帯軸に平行，つまり粒界が電子線に対して edge-on となる方向から行い，粒界を挟む両結晶が同時にブラッグ条件を満たす条件下で，透過波と4つの {111} と2つの {002} の回折波で結像して行った．直接観察倍率は60万倍で，これを供え付けの画像解析装置により16倍に拡大して行った．用いた透過電子顕微鏡は材料開発工学専攻の JEOL JEM-2000EX/T である．

4. 実験結果および考察

4.1 $(11\bar{5})\Sigma27$ 粒界

この粒界は **Fig. 3** に示した傾角が31.6°であり，エ

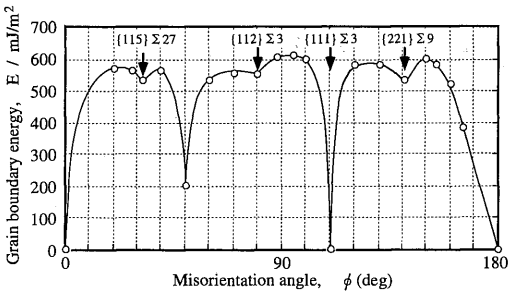

Fig. 3 The reported grain boundary energy for aluminum 〈110〉 symmetric tilt grain boundaries. After G. Hasson and C. Goux[5]

* 本研究では粒界を挟む両方の結晶の(001)面の間の角度を傾角としている。

ネルギー極小を示す粒界の中で最も0°の単結晶に近い傾角である．**Fig. 4**(**a**)は面心立方格子の $[1\bar{1}0]$ からの投影を31.6°回転して重ね合わせてできたMoire'-patternである．ここで，全ての図の尺度は同一にしてある．**Fig. 4**(**b**)にはO格子を一点鎖線で示すが，O格子を求める変換マトリックス**A**は先に述べたようにこのMoire'-patternと一致するように選ばなければならず，この傾角では回転角が31.6°の単純な回転変換で得られる．なお，$\vec{b}^{(L)}$ は **Fig. 4**(**b**)の内挿図に示したように $a/2[101]$ と $a/2[0\bar{1}1]$ を2次元に投影した $[\sqrt{2}/4,\ 1/2]$ と $[-\sqrt{2}/4,\ 1/2]$ であり，一点鎖線の交点がO線である(紙面に垂直な方向に立っている)．O線の間には転位が入るので，O線の間隔から得られる転位間隔は約0.74nmとなり，$\vec{b}=a[001]$ の刃状転位が周期的に並ぶことになる．実際の観察結果を **Fig. 4**(**c**)に示すが，矢印で示すように約0.74nmの間隔で $\vec{b}=a[001]$ の刃状転位が観察された．

ところで，小傾角粒界($\phi=0°$近傍)も同様に $\vec{b}=a[001]$ の刃状転位で構成されるが，小傾角粒界は傾角が大きくなるとそれだけ小さい転位間隔になる．つまり，この $(11\bar{5})\Sigma27$ 粒界($\phi=31.6°$)は小傾角粒界であり，傾角が大きいため転位間隔が小さくなっていると考えることができる．

4.2　(111)Σ3粒界と$(11\bar{2})\Sigma3$粒界

Fig. 5(**a**)と(**d**)は同一の$\Sigma3$で粒界面が(111)とこれに直交する$(11\bar{2})$の観察結果である．ここで，**Fig. 5**の尺度も同一にしている．

(111)$\Sigma3$粒界は面心立方構造を有する物質の粒界の中で最もエネルギーが低い，いわゆる整合双晶の方位関係にある．**Fig. 5**(**a**)のように観察結果からも粒界には転位列はみられず，非常に粒界での原子の整合性が良い．また，**Fig. 5**(**b**)と(**c**)にはO格子とMoire'-patternを示している．Moire'-patternから(111)面における結晶の一致度が非常に良いことがわかる．また，

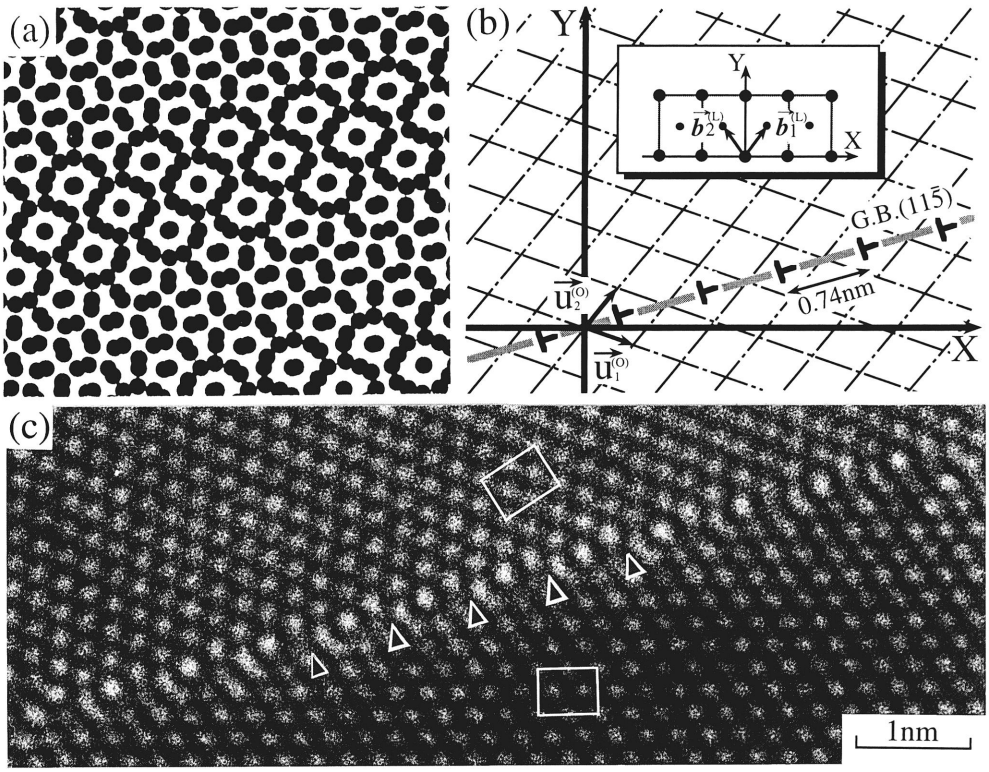

Fig. 4　(a) the Moire'-pattern, (b) the O-lattice and (c) the HRTEM image of $(11\bar{5})$ $\Sigma27$ grain boundary.

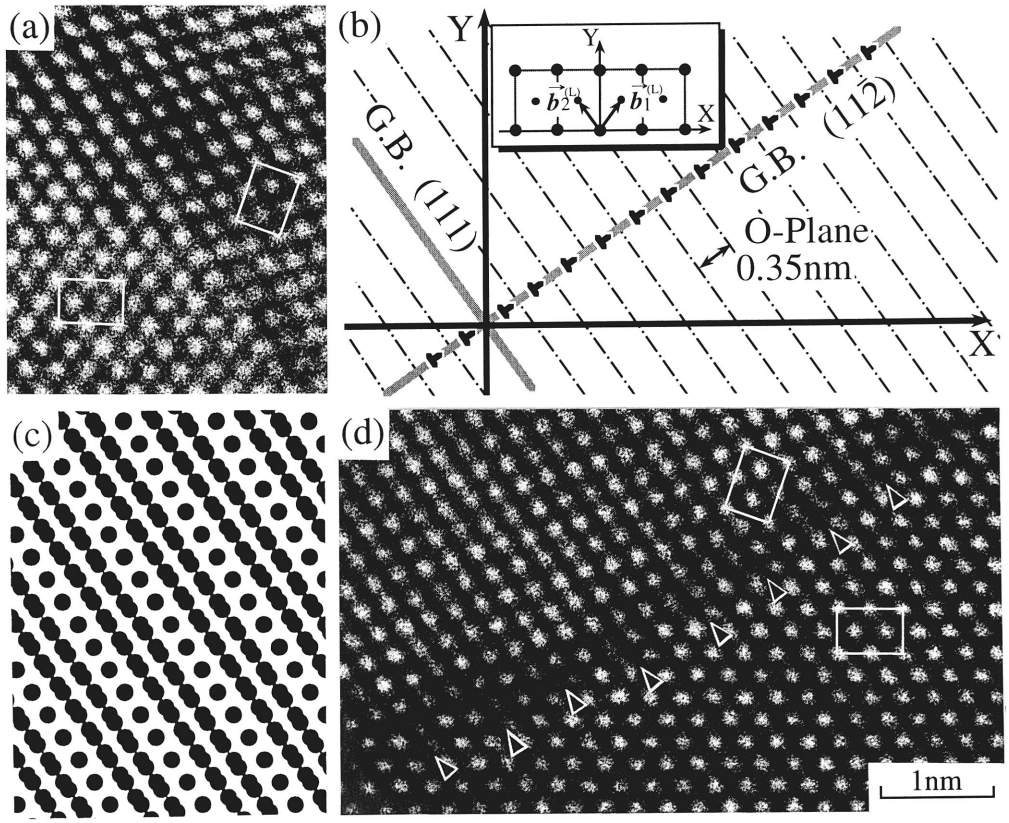

Fig. 5　(a) the HRTEM image of (111) $\Sigma 3$ grain boundary, (b) the O-lattice (the shear transration), (c) the Moire'-pattern and (d) the HRTEM image of $(11\bar{2})$ $\Sigma 3$ grain boundary.

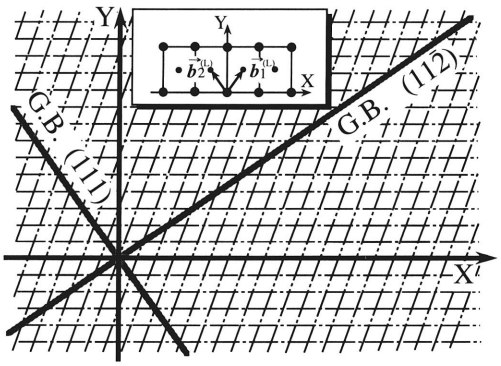

Fig. 6　The O-lattice obtained by the simple rotation with $\phi = 70.53°$.

O格子はこの方向にO面が約 0.35nm の間隔で入ることになる．O面とはその面内の全ての点で内部座標が一致し，無ひずみであると考えられる面である．したがって，この面と粒界面が一致すると低エネルギーになると考えられる．ところで，**Fig. 5**(**c**)の Moire'-pattern と一致するO格子を作り出す変換マトリックス**A**は単純な回転変換ではない．回転変換で求めたO格子を **Fig. 6** に示すが，これは **Fig 5**(**c**)の Moire'-pattern と全く一致しない．これは傾角が大きくなると，単純な回転変換では両結晶間の原子対応を表現できなくなるためである．この場合，両結晶間の関係は **Fig. 7** に示すような一種のせん断変換で表現できる．**Fig. 5** (**b**) のO格子はこの変換で求めたものであり，Moire'-pattern と一致している．

一方，$(11\bar{2})\Sigma 3$ 粒界は観察結果(**Fig. 5**(**d**))では，約 0.70nm 間隔で転位が並んでおり，対応格子

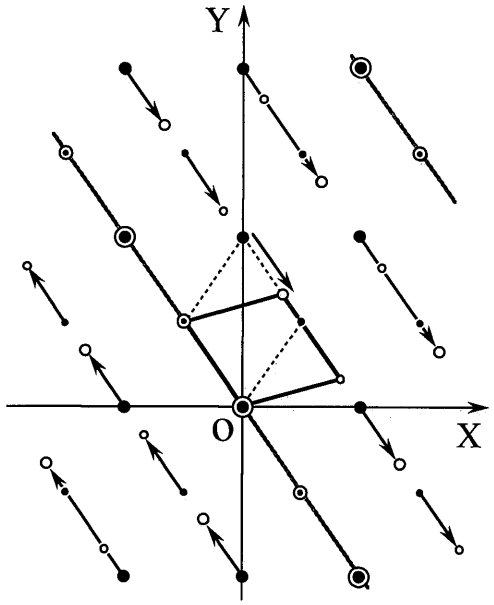

Fig. 7　The schematic explanation of the shear transration for $\Sigma 3$ grain boundary.

点**を基準にしてこの転位のバーガー・ベクトルを決定すると $\vec{b}=a/2\,[\bar{1}\bar{1}2]$ となった．この粒界は $(111)\Sigma 3$ 粒界と粒界面が垂直な関係にあるから，O格子理論によるとO面を垂直に横断することになり，2次元投影では $\vec{b}=[-\sqrt{2}/4,\ 1/2]$，つまり実際には $\vec{b}=a/2\,[0\bar{1}1]$ または $a/2\,[\bar{1}01]$ の刃状転位が約0.35nmの間隔で並ぶはずである．したがって，この間には2本の転位（$a/2\,[0\bar{1}1]$ と $a/2\,[\bar{1}01]$）が存在していると考えられ，約0.70nm間隔の転位はこの2つの転位に対応するものであろう．しかし，対応格子点間の2つの転位のバーガース・ベクトルはHRTEM像からでは決定できない．

さらにこの粒界は **Fig. 5(d)** の左部に示すようにファセット化や湾曲化が頻繁に観察された．**Fig. 8** はこれの説明図であり，両結晶の格子点を●と○で示し，重なっている点が対応格子点である．対応格子点はO格子の超格子であるから，$\Sigma 3$ 粒界ではO面内にあることになる．ファセット化した部分では $(11\bar{2})\Sigma 3$ 粒界を構成する単位がO面に沿って平行移動しているようになっていた．O面は無ひずみと考えられる面であるため，このように単位が移動し易いと考えられる．これがファセット化や湾曲化が頻繁に観察された理由であろう．

** O格子点は実際の格子点とは限らないので，HRTEM像では転位のバーガース・ベクトルを決定するときに用いる基準にすることはできない。そこで，O格子点の超格子点である対応格子点を用いた。

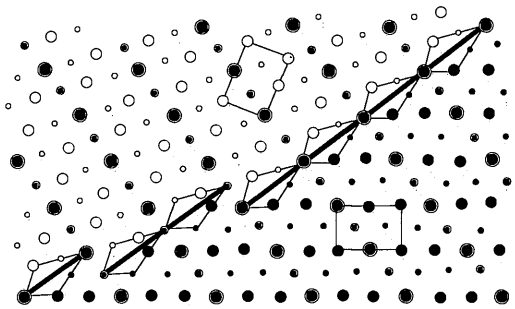

Fig. 8　The atomistic model for $(11\bar{2})$ $\Sigma 3$ grain boundary. The solid and open circles are the lattice points, and the superposed circles are coincidence site positions.

4.3　$(22\bar{1})\Sigma 9$ 対称傾角粒界と $(111)\Sigma 9$ 非対称傾角粒界

Fig. 9(a) は $(22\bar{1})\Sigma 9$ 粒界（$\phi=141.06°$）の観察結果である．この **Fig. 9** も同一尺度にしている．粒界には約0.86nm間隔で $\vec{b}=a/2\,[\bar{1}\bar{2}1]$ の転位が並んでいた．この方位関係に対するMoire'-patternとO格子をそれぞれ **Fig. 9(d)** と **(b)** に示した（この傾角も変換マトリックス**A**は単純な回転変換ではなくせん断変換を含めたものを用いた）が，O格子理論から求めたものと観察結果は良く一致する．しかし，$\vec{b}=a/2\,[\bar{1}\bar{2}1]$ は $a/2\,[0\bar{1}1]$ と $a/2\,[\bar{1}\bar{1}0]$ に分解した方が転位の自己エネルギーは低下する．事実，対応格子点間には2つの刃状転位の存在を示唆するExtra-half-planeが確認される．しかし，$(11\bar{2})\Sigma 3$ 粒界と同様に対応格子点間の2つの転位のバーガース・ベクトルはHRTEM像からは決定できない．

ところで，**Fig. 9(c)** に示すように粒界が両結晶に対して非対称な方向に入っている部分が頻繁に観察された．この粒界の方位は片方の結晶(111)面に平行になっている．また，粒界には約0.75nm間隔の $\vec{b}=a/2\,[110]$ の刃状転位列が存在していた．この結果はO格子から求めたものと一致する．**Fig. 9(e)** はこの粒界の原子モデルであるが，この非対称の粒界面は比

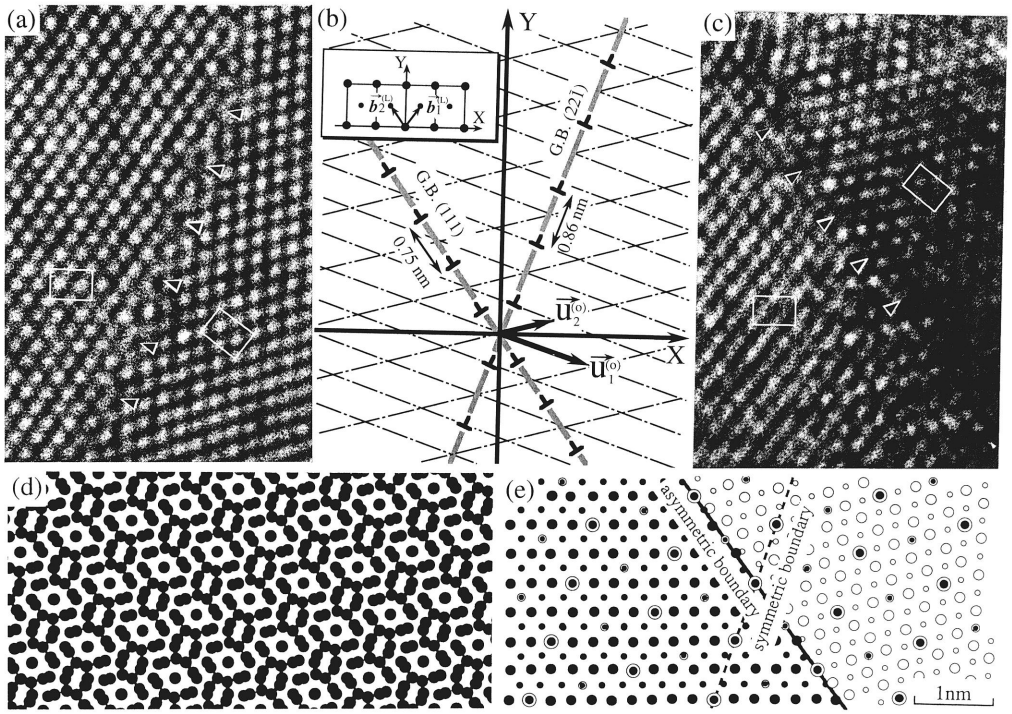

Fig. 9　(a) the HRTEM image of $(22\bar{1})$ $\Sigma 9$ symmetric boundary, (b) the O-lattice, (c) the HRTEM image of (111) $\Sigma 9$ asymmetric boundary, (d) the Moire′-pattern and (e) the atomistic model of the asymmertric boundary.

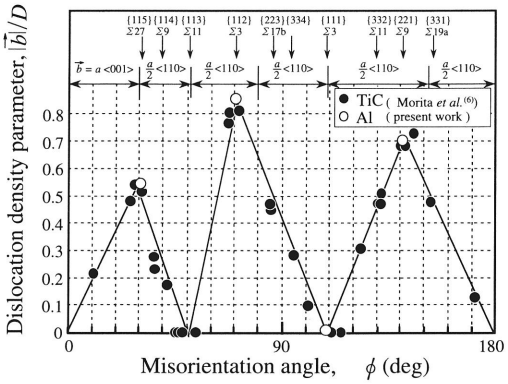

Fig. 10　The relation between misorientation angle ϕ and grain boundary dislocation density parameter $|\vec{b}|/D$.

較的対応格子点を密に含むように粒界が位置している．このように原子対応が良ければ粒界エネルギーも低いと考えられ，これが(111) $\Sigma 9$ 粒界が頻繁に観察された理由と考えられる．

以上述べてきたように，本研究で得られた粒界構造はO格子理論によって全て解析できた．したがって，O格子理論は粒界構造を記述する手法として有効であろう。ところで，粒界破壊強度や粒界移動の易動度は粒界エネルギーに依存する．Morita ら[6]は NaCl 構造の TiC の〈110〉対称傾角粒界を系統的に HRTEM 観察し，著者らと同様にO格子理論による転位モデルで粒界構造を記述している．**Fig. 10** は彼らと本研究で得られた転位間隔を粒界転位密度パラメータとして $|\vec{b}|/D$（D：転位間隔）で表し，それぞれ傾角に対してプロットしたものである。傾角が0°や180°の単結晶以外にも {111} $\Sigma 3$ や {113} $\Sigma 11$ 粒界に対応する傾角で粒界転位密度パラメータの極小点が現れ，その間では $|\vec{b}|/D$ は連続的に変化している．**Fig. 3** に示したような粒界エネルギーの計算値[5]や実測値[7]でも {111} $\Sigma 3$ や {113} $\Sigma 11$ 粒界に対応する傾角でエネルギーの極小点が現れ，類似した形になっている．O格

子理論に基づけばこれらの傾角に対応する粒界の粒界面はO面となる．すでに述べたように粒界面がO面になるとひずみが小さいと考えられるので，これらの粒界は低エネルギーになるのであろう．また，これらのような転位の存在しない粒界を基準として，つまり対応格子点を超格子とする一種の単結晶と考えると，これらから傾角がずれた粒界はそのずれを補償するように転位が導入されると考えることができる．このように考えると粒界転位密度パラメータと粒界エネルギーが類似することを説明でき，転位モデルで粒界エネルギーを評価できる可能性がある．しかし，O格子理論は界面の幾何学であるので，現段階では厳密にエネルギーの取り扱いはできない．これからはO格子理論と転位論の両方を用いた，粒界エネルギーを定量的に評価する理論の構築が必要であろう。

4. 結　　言

本研究で，方位制御した純アルミニウムの $(11\bar{5})$ $\Sigma 27$，$(111)\Sigma 3$，$(11\bar{2})\Sigma 3$ および $(22\bar{1})\Sigma 9$ 対称傾角粒界を HRTEM 観察し，O格子理論によって解析して以下の結果が得られた。

(1) $(11\bar{5})\Sigma 27$粒界は $\vec{b}=a[001]$ の刃状転位列（約 0.74nm 間隔）で構成されていた．

(2) $(111)\Sigma 3$ では転位は観察されなかった．

(3) $(11\bar{2})\Sigma 3$ 粒界は $\vec{b}=a[0\bar{1}1]$ と $a/2[\bar{1}01]$ の刃状転位列（約 0.35nm 間隔）で構成されていた．

(4) $(22\bar{1})\Sigma 9$ 粒界は $\vec{b}=a[0\bar{1}1]$ と $a/2[\bar{1}\bar{1}1]$ の刃状転位列（約 0.43nm 間隔）で構成されていた．

以上のようにいずれの粒界もO格子理論を用いた刃状転位の周期構造で記述でき，大傾角粒界の構造はO格子理論を用いた転位モデルで理解することができた．

最後に，本研究は多くの方々の御協力によって成し得たものである．特に三菱重工業㈱の吉永日出男博士には研究全般にわたり貴重な御助言を頂いた．また，本専攻博士課程の森田孝治氏には研究を支えて頂いた．京都大学の橋本敏博士には双結晶作製について貴重な御助言を頂いた．九州大学工学部材料工学科工作室の西畑義則氏にはグラファイト製るつぼを作製して頂いた．さらに，本研究は，平成6～7年度文部省科学研究費補助金一般(C)(06650782)，並びに軽金属奨学会の研究補助金によって行われたものである．これらの関係各位に深く感謝の意を表す次第である．

参 考 文 献

1) S. Tsurekawa, T. Tanaka and H. Yoshinaga: *Mater. Sci. Eng. A.*, **76** (1994) 341.
2) 中島英治，上田利行，市川活之，連川貞弘，吉永日出男：鉄と鋼，**82**(1996).
3) W. Bollmann: Crystal Defects and Crystalline Interfaces, Springer-Verlag, 1970.
4) D. G. Brandon: *Acta Met.*, **12** (1964) 813.
5) G. Hasson and C. Goux: *Scripta Met.*, **5** (1986) 889.
6) K. Morita, S. Tsurekawa, H. Nakashima and H. Yoshinaga: *Proc. of ICGG-Ⅱ*, 1995.
7) A. Otsuki and M. Mlzuno, *Proc 4th JIM Int. Symp. on Grain Boundary Structure and Related Phenomena*, Japan Inst. Metals, Suppl to Trans. JIM, 27 (1986) 789.