

## 국부적 용융이 $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$ 복합재의 초소성 거동에 미치는 영향 (II)

정 하 국 · 김 혜 성\*

일본 도호쿠대학교 금속재료연구소

\*밀양대학교 재료공학과

### The Effect on Partial Melting on Superplastic Flow of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$ Composites (II)

Ha-Guk Jeong and Hye-Sung Kim\*

Institute for Materials Research, Tohoku University, Katahira 2-1-1, Aoba-ku, Sendai 980-8577, Japan

\*The Dept. of Materials Engineering, Miryang National University, 1025-1, Naei-Dong, Miryang, Kyungnam, 627-702, Korea

(2001년 5월 21일 받음, 2001년 6월 21일 최종수정본 받음)

**초 록** 많은 연구결과들은 국부적 용융체의 존재가 고온인장 변형 시 발생하는 내부공극의 발달을 억제할 수 있음을 보고하고 있다. 그러나 이러한 국부적 용융체가 존재한다고 해서 반드시 고변형속도 초소성 현상이 관찰될 수 있는 것은 아니다. 금속기지와 보강재간의 계면에 국부적 용융체의 양이 너무 많이 존재하면 두상간의 결합력이 떨어져 금속기지에서 보강재가 분리되는 현상이 야기될 수 있기 때문이다. 그러므로,  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$  복합재의 초소성 유동 특성을 이해하기 위해 변형온도에 따른 미세구조 변화와 계면특성을 조사하였다. 본 연구를 통해  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$  복합재에서 Al-기지와  $\text{Si}_3\text{N}_4$  강화상간의 계면상의 국부적 용융이 시작되는 온도부근에서는 큰 초소성 특성이 얻어지지만, 국부적 용융이 시작되는 온도를 지난 인장온도범위에서는 오히려 초소성 특성이 현저하게 저하되는 현상이 관찰되었다. 위의 실험결과를  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$  복합재의 고변형속도 초소성 거동에 기여하는 최적의 액상량이 존재한다는 것을 의미한다.

**Abstract** Many experimental results have revealed that the development of cavitation during tensile deformation is limited by the presence of liquid phases. However, the presence of liquid phases does not always lead to high-strain-rate superplasticity, because too much liquid causes intergranular decohesion at grain boundaries/interfaces in metal-matrix composites. Thus, it is important to examine the nature of interfaces of superplastic composites in order to understand the origin of superplastic flow related to liquid grain boundaries during high-strain-rate superplastic deformation. This study shows that a large elongation is obtained at the temperature, that is close to the onset temperature for partial melting in the superplastic composites, but the elongation significantly decreases at slightly higher temperatures, which are close to the end temperature for partial melting. This indicates that there is an optimum amount of the liquid phase for obtaining high-strain-rate superplasticity in these materials.

**Key words** : partial melting,  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$  composite, reaction phase, high-resolution electron microscopy

### 1. 서 론

최근 고변형속도 초소성 거동을 나타내는  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Al-Mg-Si}$  복합재<sup>1~4)</sup>에서의 Al-기지/강화상간 계면이 고분해능 전자현미경 (high resolution electron microscopy, HREM) 과 에너지 분산 스펙트로스코피 (energy dispersive spectroscopy, EDS) 분석<sup>5)</sup>에 의해 조사되었다. 보고에 의하면, 반응상들이  $\text{Si}_3\text{N}_4$  보강재와 Al-기지 사이의 계면에 존재하고, 이상들은 비교적 Mg와 Si 함량이 높은 Al-고용체인 것으로 조사된 바 있다. 이들 Al-기지 복합재의 결정립계나 혹은 보강재와 Al-기지상과의 계면에서는 국부적인 용융현상이 in-situ 전자현미경과 열시차분석에 의해 실험적으로 관찰되고 있으며<sup>6)</sup>, 이때, 최대 연신율은 국부적인 용융현상이 관측되는 온도 근처에서 얻어진다고 보고되고 있다.<sup>7,8)</sup> 이런 국부적 용융체의 존재는 결정립계(3중점) 혹은 보강재와 Al-기지상과의 계면에서 고온인장변

형 때 발생하는 응력집중을 완화하여, 내부공극이 형성·발달되어 재료가 파괴되는 현상<sup>9)</sup>을 억제시킴으로서 높은 초소성 특성을 얻는데 매우 중요한 역할을 담당하고 있다고 보고하고 있다. 그러나 이러한 국부적 용융체가 존재한다고 해서 반드시 고변형속도 초소성 현상이 관찰될 수 있는 것은 아니다. 금속기지와 보강재간의 계면에 국부적 용융체의 양이 너무 많이 존재하면 두상간의 결합력이 떨어져 금속기지에서 보강재가 분리되는 현상 (decohesion) 이 야기될 수 있기 때문이다.<sup>10)</sup> 실제로, 초소성 거동에서 온도의 영향은 안정한 미세 결정구조가 지속되는 범위에서만 관찰될 수 있기 때문이다.

따라서, 본 연구에서는 제조된  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{2124 Al}$  복합재의 초소성 유동 특성을 이해하기 위해 변형온도에 따른 미세구조 변화와 DTA 특성을 연관지어 보고자 하였다. 특히, 계면에서의 반응 생성물의 존재여부 및 이들 반응생성물들이 초소성 특성에 미치는 영향을 조사하고자 하였다. 본 실험

으로부터 798K 이상에서 인장시험 한  $\text{Si}_3\text{N}_4/2124$  Al 복합재에서 급격한 초소성현상의 저하가 관찰되었으며, 인장 변형 중 발생한 급속한 결정립 성장이 금속기 복합재료의 초소성 특성을 저하시키는 하나의 원인이 될 수 있음을 확인하였다. 특히, DTA 실험결과는 복합재의 국부적 용융이 시작되는 온도부근에서 매우 큰 초소성 특성이 관찰되었으며, 국부적 용융이 시작되는 온도를 지난 인장온도범위에서는 오히려 초소성 특성이 현저하게 저하되는 현상이 관찰되었다. 이 실험결과로부터 매우 적은 양의 액상만이  $\text{Si}_3\text{N}_4/2124$  Al 복합재의 고변형속도 초소성 거동에 기여함을 확인하였다.

## 2. 실험방법

본 연구에 이용된 복합재의 제조는 2124 Al (Al-4.20wt%Cu-1.48wt%Mg-0.09wt%Fe-0.12wt%Si-0.64wt%Mn-0.12wt%Zn)와  $\text{Si}_3\text{N}_4$  분말을 진공분위기로 유지한 후 873K의 온도에서 1.2ks 동안 390Mpa의 압력으로 고온 성형함으로써 준비되었다. 최종 시료들은 733K의 온도에서 100:1의 압출비로 제조하였다. 압출절차와 시료들의 특성은 전보에 자세하게 보고하였다.<sup>11)</sup> 압출시료는 인장시험을 통하여 758~798K의 온도범위에서, 변형속도 ( $4 \times 10^{-2}/\text{sec} \sim 10^{-1}/\text{sec}$ )에 따른 초소성 거동을 조사하였다. 인장시험 후 시료들은 고온변형거동을 조사하기 위해 재빨리 수냉되었다. 시험온도에서 상온까지 시편들을 냉각시키는 데 요구되는 시간은 10초 이하이었다. 여러 온도에서 인장시험 한 시료들은 압출방향에 수직하게 얇게 절단하여 30 $\mu\text{m}$  이하의 두께로 기계적 연마한 후, 초음파 커터로 3mm $\phi$  직경의 디스크를 제작하였다. 디스크형태로 제작한 시료는 3kV 가속전압에서 이온빔 입사각 10~20°에서 이온밀링하여 TEM과 HREM 관찰을 행하였다. 이때, 미세구조 및 계면관찰에 사용한 전자 현미경은 일본 JEOL사의 가속전압 400kV의 JEM-4000EX 이었다. 계면반응 생성물을 분석하기 위하여 에너지 분산 X-ray 스펙트로스코피가 부착된 가속전압 300kV의 JEM-3000EX가 이용되었다. 이때, EDS분석을 위해 사용한 프루브의 크기는 3~5nm 이었다. 시료들의 국부적 용해온도를 조사하기 위해서 시차 열분석 장치(DTA)를 사용하였다. 사용조건은 상온에서 1000K까지의 온도범위를 분당 20K로 가열하였고, 분석 데이터는 컴퓨터로 연결하여 연속적으로 저장하도록 되어있다.

## 3. 결과 및 고찰

### 3-1. 미세구조

그림 1은  $\text{Si}_3\text{N}_4/2124$  Al 시료의 압출 후 TEM 미세구조이다. 그림에서 관찰할 수 있듯이 비교적  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 가 Al-기지에 균일하게 분포하고, 평균 결정립 크기도  $\sim 1.5\mu\text{m}$  이하로 매우 미세하다. 그림 2의 (a), (b), (c), 그리고 (d)는 그림 1의 압출시료를 각각 758, 773, 788, 798K에서 인장시험 한후의 미세구조를 보여주는 것이다. 그림에서 보는 바와 같이 788K 이하의 온도에서 인장시험한  $\text{Si}_3\text{N}_4/$

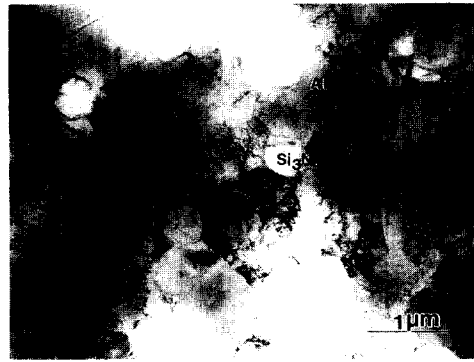


Fig. 1. TEM images of the as-extruded  $\text{Si}_3\text{N}_4/2124$  Al composite sample.

2124 Al 시료들은 시험동안 결정립의 성장이 관찰되지 않았으며, 결정립 평균 크기가 압출상태 그대로의 결정립 크기를 유지하고 있다. 위의 결과는 773~788K의 시험온도 구간에서는 압출시료가 인장변형 시에 결정립 성장에 대한 충분한 저항성을 유지하고 있음을 의미한다. 미세한 결정립 및 안정한 미세구조의 지속은 고변형속도 초소성 발현에 중요한 인자중의 하나로서, 고변형속도 초소성 거동을 위한 필수조건임은 이미 밝혀진 바 있다.<sup>7)</sup> 그림 2에서 (d)는 압출시료를 798K에서 인장시험 한 후 TEM 미세구조를 나타낸 것이다. 788K 이하에서 인장시험 한 시료들의 평균 결정립 크기보다 3배 이상 ( $\sim 4\mu\text{m}$ ) 조대화 된 것을 관찰할 수 있다. 인장온도 788K보다 10K 높은 798K에서 인장변형 한 시료의 경우 기지상에서 급격한 결정립 성장이 발생하였음을 암시한다. 그림 3의 a), b), c), d)는  $\text{Si}_3\text{N}_4/2124$  Al 복합재를 758, 773, 788, 그리고 798K에서 인장시험 한 후 시료들의 파단부위 부근의 표면을 주사전자현미경(SEM)으로 관찰한 것이다. 그림 3의 a), b), c)에서 볼 수 있듯이 결정립 미끄러짐의 증거로서, 덩풀이 크게 발달해 있음을 관찰할 수 있다. 유사한 결과가 Imai 등에 의해 798K에서 인장시험 한  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4/2124$  Al 복합재에서도 관찰되었다. 반면에, 798K에서 인장시험 한 시료의 경우(그림 3, (d) 참조)에는 주목할 만한 연성 덩풀의 흔적이 관찰되지 않고, 전형적인 취성 파괴의 표면(약간의 덩풀이 관찰되나 대부분 쪼개진 것 같은 모양)을 보여준다. 위의 결과들은 후술 할 온도에 따른 인장특성 결과와 잘 일치한다. 위의 실험결과를 정리하여 보면, 고변형속도 초소성 거동의 발현을 위해서는 고온인장변형 중 안정한 미세조직이 유지됨과 동시에 최적의 인장온도가 존재하고 있음을 시사하고 있다.

### 3-2. DTA 연구 및 계면에서의 화학조성 분석

그림 4는  $\text{Si}_3\text{N}_4/2124$  Al 복합재의  $10^{-1}/\text{sec}$ 의 일정한 변형속도에서 변형온도에 따른 연신율과 DTA 실험결과를 보여주는 그림이다. 그림의 DTA 곡선을 보면 790~813K 온도범위에서 국부적 용융의 흔적을 나타내는 흡열 피크가 관찰된다. 국부적 용융이 시작되는 온도는 대략 790K로, 그림에서 보는바와 같이 두 점선의 교차점으로 결정된다. 왼쪽 축에는 비교를 위해 온도에 따른 연신율을 나타내

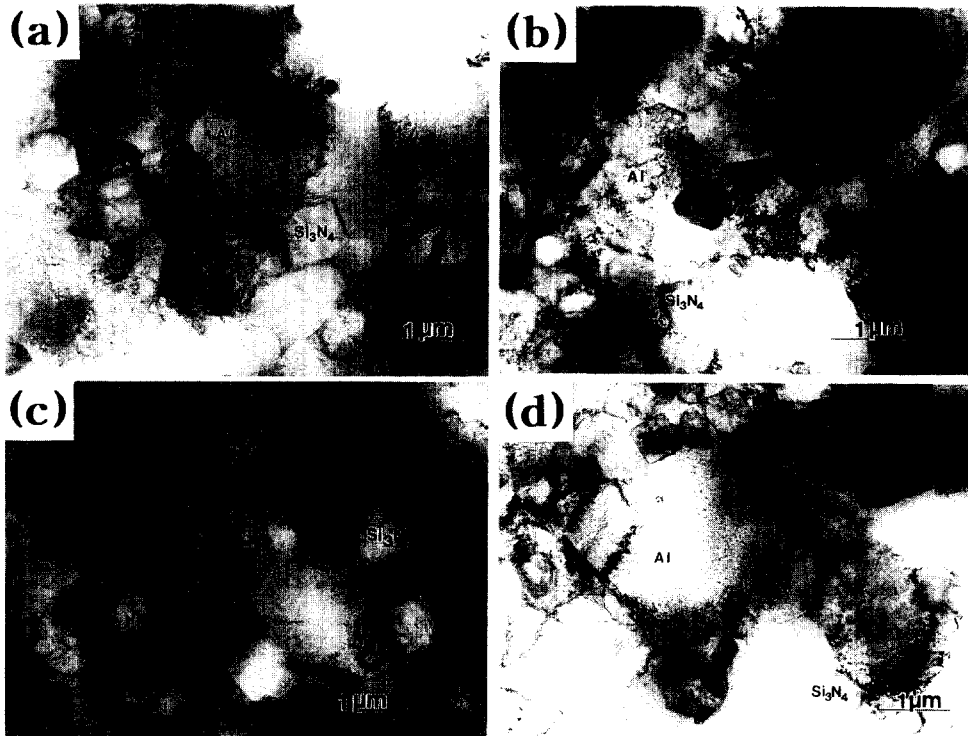


Fig. 2. TEM images of the as-tensile tested  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /2124 Al composite at (a) 758, (b) 773, (c) 788, and (d) 798K.

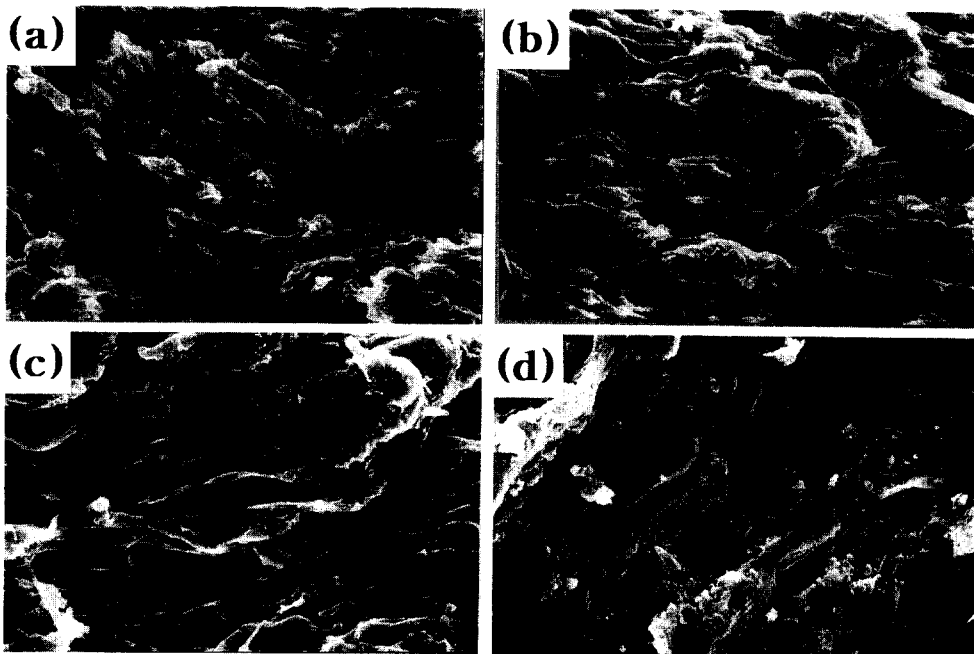


Fig. 3. SEM observation of the specimens tensile-deformed at (a) 758K, (b) 773K, (c) 788K and (d) 798K.

었는데, 최대 연신율(~800%)은 788K에서 얻어지며, 이 온도는 DTA 실험에서 복합재가 국부적 용융을 시작하는 점에 가깝게 나타났다. 반면, 온도가 증가하여 798K (DTA에서 국부적 용융 곡선의 밑부분 온도)가 되면 연신율은 급격하게 감소하여 100% 이하로 떨어진다. 위와 같은 경향은 초소성 현상을 나타내는 최적온도가 국부적 용융의 시작온도에 가깝다는 것을 보여주는 것이다. 유사한 결과가  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /Al-Mg-Si 복합재의 고변형속도 초소성에서 발견된 바 있다. 금속기복합재료에서 미끄럼 변형이 일어

나면 3중점 및 상간계면에 응력이 집중된다. 이 응력집중이 탄성변형으로 견딜 수 있는 양보다 커져서 소성변형이나 원자의 확산으로 소멸되지 못하면 재료내부의 응력이 집중된 부분으로부터 미세한 균열이 형성·발달되어 결국에는 재료가 파단된다. 따라서 미끄럼 기구가 주된 변형기구인 미세한 결정립을 갖는 초소성재료에서 연신율이 커지기 위해서는 인장변형 중 발생하는 결정립계면 및 3중점에서의 응력집중으로 인한 미세균열의 생성 및 성장을 억제해야 할 것이다. 특히, 금속기 복합재에서 비교적 높은 비율로 존재

Table 1. EDS data(at%) of the sampling points in Fig. 5.

Sample point	Domains	Al	Mg	Cu	Mn	Si	Fe	Zn
1	Al-matrix	97.7	-	0.7	-	1.2	0.3	-
2	Si <sub>3</sub> N <sub>4p</sub>	19.2*	-	-	-	80.1	-	-
3	Reactant	88.2	9.7	0.6	-	1.5	-	-
4	Reactant	81	9.2	3.6	-	6.1	-	-
5	Reactant	90.2	3.4	1.1	-	4.7	-	-

\*The Al content in Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub> results from overlapping of the Al-matrix.

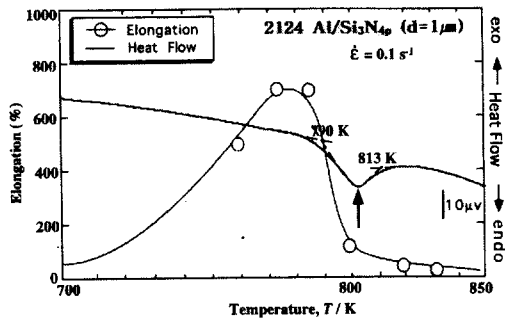


Fig. 4. Heat flow and elongation at a strain rate of  $10^{-1}$ /sec for the Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>/2124 Al composites.

하는 금속기지와 강화상간의 상간계면은 복합재의 물성에 큰 영향을 미치는 장소로 잘 알려져 있으며, 초소성변형 중 금속기지와 강화상 간의 하중전달을 담당하며 응력이 집중되는 장소이다. 따라서 금속기복합재료의 고변형속도 초소성에서 결정입계 및 이종계면에서의 응력집중을 완화시키며 결정립계 미끄러움을 용이하게 돕는 응력완화 보조기구 (accommodation helper) 라는 새로운 경로가 필요하다. 전보에서 국부적 용융에 의한 accommodation 과정은 in-situ TEM을 이용하여 결정입계와 상간계면에 형성된 용융체의 직접적인 관찰을 통해 확인한 바 있다.<sup>9)</sup> 그러나, 여기서 강조해야 할 점은 국부적 용융에 의해 액상이 존재한다고 해서 반드시 고변형속도 초소성 현상이 나타나는 것은 아니라는 것이다. 앞의 서론에서 언급한 것과 같이 금속기지와 강화상간의 계면에 너무 많은 양의 액상이 존재하면 금속기지와 강화상간의 결합력이 떨어져 금속기지에서 강화상이 분리되어지는 현상 (decohesion) 이 발생할 수 있기 때문이다.<sup>10)</sup> 이것은 빠른 변형속도에서 초소성 현상이 전개될 때 액상의 독특한 역할이 있다는 것을 암시한다. 국부적 용융반응이 시작되는 온도에서는 작은 양만의 액상이 계면에 존재하지만, 온도가 증가함에 따라 형성된 액상의 양은 증가하고, 결국 계면에서 초소성 변형을 위한 결정립 미끄러움 (GBS) 이 발달하기 전에 취성과괴 양상 (brittle-like fracture) 을 보여준다. 그러므로, 최적의 고변형속도 초소성 조건에서 accommodation 과정에 요구되는 액상의 양은 매우 작을 것으로 사료된다. 또한, 알루미늄기 복합재의 경우 고온압출공정을 포함한 열간가공공정 (thermo mechanical process) 으로 제조된 압출재 및 압출 후 인장재에서 합금원소 분포를 조사한 결과에 의하면, 결정립 계면 (기지-기지) 에서 보다는 상간계면 (기지-보강재) 에서

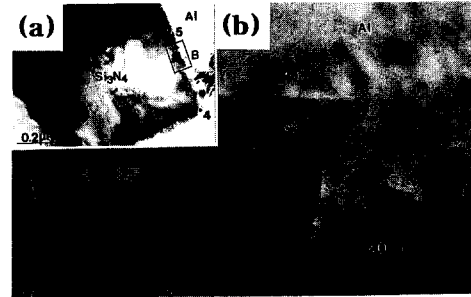


Fig. 5. (a) TEM images of a Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> particle embedded in the as-tensile tested Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>/2124 Al sample at 788K (b) HREM image of the place indicated by the rectangle in Fig. 5 (a) and sampling points in Table 1.

현저하게 높은 용질의 편석 (solute segregation) 이 확인되었다.<sup>12)</sup> 따라서, 국부적 용융은 기지와 Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub> 강화상 사이의 계면상에 의존한다고 여겨진다. 전보에서 국부적 용융이 끝나는 온도에서 액상의 부피분율은 대략 다음 식으로 계산할 수 있음을 보였다.<sup>10)</sup> 액상의 두께가 일정하다고 가정하면, particle-강화 복합재의 경우 액상의 부피분율은 아래와 같다.

$$v_{liq} = \frac{3\nu_r S_{liq}}{1-\nu_r} \cdot \frac{H}{R} \left( \frac{1}{1 - \frac{3\nu_r S_{liq}}{1-\nu_r} \cdot \frac{H}{R}} \right) \quad (1)$$

여기서,  $v_{liq}$ 는 액상의 부피분율,  $\nu_r$ 는 보강재의 부피분율,  $S_{liq}$ 는 보강재의 표면적 당 액상의 면적분율,  $H$ 는 계면상의 두께,  $R$ 은 보강재의 반경, Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>(1μm)/2124 Al 복합재의 경우 액상의 부피분율은 위의 식으로부터 0.15~0.6%이라고 계산되어진다. 여기서  $\nu_r$ ,  $S_{liq}$ 은 실험값으로 각각 20%와 20~40%이고, 계면상의 두께는 HREM의 관찰로부터 10~20nm로 추정된다.<sup>12)</sup> 그러나 본 복합재가 최대 초소성 유동 ( $E_f = \sim 800\%$ ) 을 보이는 적정온도 (788K) 에서, 액상의 부피분율은 위의 식으로 계산된 값보다 매우 작은 값을 가질 것으로 사료된다. 그 이유는 높은 연신율이 계면의 국부적 용융이 시작되는 온도 주위에서 얻어지기 때문이다. 국부적 용융이 시작되는 온도에서 액상의 부피분율은 대략 흡열량으로부터 계산될 수 있다. 용융초기온도에서 흡열량은 국부적 용융을 위한 총열량의 1/100정도 이어서 초소성 유동을 위한 최적의 액상량은 약 0.0015~0.006%인 것으로 계산된다. 그림 5는 Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>/2124 Al 시료의 Al-기지와 Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub> 강화상사이의 계면상의 HREM 이미지를 보여주는

것이다. 그림에는 EDS 분석이 행해진 지점에 각각 번호를 붙여 표시하였다. 각 지점들의 EDS 분석 데이터를 표 1에 나타내었다. Al을 포함한 Mg, Cu, Si 등과 같은 첨가원소들의 농도가 계면에서 높게 나타나고, 분석 값은 분석된 장소에 따라 약간씩 다르게 나타났다. 표 1에서 알 수 있듯이, 계면근처에 형성된 반응상은 Mg, Si, Cu등을 과포화하고 있는 Al-고용체라고 여겨진다. 이 고용체는 Al-기지상보다는 낮은 용점을 가져서 인장시험 온도에서 액상으로 변태될 수 있다고 판단된다.  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /2124 Al 복합재에서의 Al-기지와  $\text{Si}_3\text{N}_4$  강화상 사이의 계면 구조는 전보의  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /Al-Mg-Si와  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /Al-Cu-Mg 복합재에서 관찰된 계면구조와 유사하다고 하는 것을 TEM 관찰 결과로부터 확인하였다.<sup>13)</sup> 인장시험온도에서 많은 Mg, Si, Cu를 포함하고 있는 영역으로부터 국부적인 용해가 시작되며, 결과적으로 최적의 초소성 조건의 accommodation 과정에는 계면상 일부의 용융만이 고변형속도 초소성 거동에 관계할 것으로 결론지어진다.

#### 4. 결 론

$\text{Si}_3\text{N}_4$ /2124 Al 복합재에서 미세구조와 초소성 거동에 미치는 변형온도의 영향에 대한 연구를 수행하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 고변형속도 초소성 현상을 나타낸 인장시험온도 758, 773, 그리고 788K에서 인장시험한 복합재들은 변형과정 동안 결정립 성장에 대한 저항성을 보여준 반면, 인장시험 온도, 798K에서 인장시험 한 복합재에서는 급격한 연신율의 저하와 결정립 성장이 관찰되었다. 인장변형과정 동안 결정립 성장은 재료의 초소성 특성의 저하를 가져오는 중요한 원인이 될 수 있다. 따라서 고속도 초소성변형 동안 안정한 미세구조가 유지되어야 함은 구조적 초소성의 발현을 위한 필수조건임이 확인되었다.

2) 초소성 유동을 나타내는 변형시료에서의 표면에서 결정립 미끄럼기구의 증거가 관찰된 반면에, 낮은 연신율을 보이는 변형시료의 표면은 취성과파괴와 같은 표면형상이 관찰되었다.

3)  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /2124 Al 복합재에서 Al-기지와  $\text{Si}_3\text{N}_4$  강화상간의 계면상의 국부적 용해가 시작되는 온도부근에서 매우 큰 초소성 특성이 얻어졌다. 그러나 인장온도가 증가하

면 오히려 초소성 특성이 현저하게 줄어드는 결과가 초래된다. 위의 결과를 종합하여 보면 매우 적은 양의 액상만이  $\text{Si}_3\text{N}_4$ /2124 Al 복합재의 고변형속도 초소성 거동에 기여한다고 사료되어진다. 본 실험에 사용된  $\text{Si}_3\text{N}_4(1\mu\text{m})$ /2124 Al 복합재의 높은 고속도변형 초소성 유동( $E_f = \sim 800\%$ )에 필요한 액상의 최적 부피분율은 0.0015~0.006%로 계산될 수 있다.

#### 참 고 문 헌

1. M. Mabuchi and K. Higashi : Mater. Sci. Eng., **A179/A180**, 625 (1994).
2. M. Mabuchi and K. Higashi : Mater. Trans., JIM, **35**, 399 (1994).
3. K. Higashi, T. G. Nieh, M. Mabuchi and J. Wadsworth : Scripta Metall. Mater., **32**, 1079 (1995).
4. J. Koike, M. Mabuchi and K. Higashi : J. Mater. Res., **10**, 133 (1995).
5. H.-G. Jeong, K. Hiraga, M. Mabuchi and K. Higashi : Philos. Mag. Lett., **74**, 73 (1996).
6. J. Koike, M. Mabuchi and K. Higashi : Acta Metall. Mater., **43**, 199 (1995).
7. O. A. Kaibyshev : Superplasticity of Alloys, Intermetallides and Ceramics, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, (1992), p.3.
8. K. Matsuki and M. Yamada : J. Japan Inst. Met., **37**, 448 (1973).
9. M. Mabuchi, and K. Higashi : Philos. Mag. Lett., **70**, 1 (1994).
10. M. Mabuchi, H. Iwasaki, H.-G. Jeong, K. Hiraga and K. Higashi : J. Mater. Res., **12** (9), 2332 (1997).
11. M. Mabuchi, K. Higashi, and T. G. Langdon : Acta Metall. Mater., **5**, 1739 (1994).
12. H.-G. Jeong, Doctor dissertation, Tohoku University, (1998).
13. H.-G. Jeong, K. Hiraga, M. Mabuchi and K. Higashi : Acta Metall. Mater., **46**, 6009 (1998).