

超塑性Al–Mg–Mn合金における連続動的再結晶の初期過程

金澤 孝昭*・増田 紘士*・戸部 裕史*・寛 幸次**・佐藤 英一*

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 67, No. 4 (2017), 95–100

© 2017 The Japan Institute of Light Metals

Initial process of continuous dynamic recrystallization
in a superplastic Al–Mg–Mn alloy

Takaaki KANAZAWA*, Hiroshi MASUDA*, Hirobumi TOBE*, Koji KAKEHI** and Eiichi SATO*

Microstructural evolution during region III deformation ($T=723\text{ K}$, $\dot{\epsilon}=10^{-1}\text{ s}^{-1}$) in a superplastic Al–Mg–Mn alloy (ALNOVI-U) was investigated. Surface markers drawn by focused ion beams (FIB) and internal observation by the electron back-scattered diffraction (EBSD) method were used for surface studies and internal studies, respectively. The surface markers clarified that both grain boundary sliding and dislocation activity significantly contributed for deformation. In the EBSD studies, formation of new low-angle boundaries (LABs) was observed at core/mantle boundaries and in core regions. The new LABs were formed by dynamic recovery of dislocation walls; it is the initial process of continuous dynamic recrystallization in region III superplasticity.

(Received October 28, 2016 Accepted January 15, 2017)

Keywords: aluminum alloys; superplasticity; continuous dynamic recrystallization; grain boundary sliding; dislocation

1. 緒 言

超塑性とは、等軸微細粒材料を高温・低ひずみ速度で変形させることにより、数百パーセント以上の巨大延性が発現する現象である。この現象は拡散あるいは転位の運動が伴う粒界すべり (Grain Boundary Sliding: GBS) によって生じるとされている。超塑性を加工技術として応用した超塑性成形 (Superplastic Forming: SPF) は、複雑形状の一体成型が可能であることや、難加工性材料の加工に有効であることから、主に航空宇宙分野で利用されている。例えば航空分野では、部品の加工に SPF を利用し、部品の点数削減や軽量化を達成している¹⁾。また宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所 (ISAS/JAXA) では、人工衛星や探査機に搭載するチタン合金製の球形燃料タンクの製造に SPF を利用している²⁾。

超塑性変形中には動的な組織変化が生じることが知られており、SPF中の組織変化の予測・制御が工業的な課題の1つとして挙げられる。最も大きな延性が得られる中間ひずみ速度域 (領域II) においては、動的粒成長が生じることが報告されている^{3)~7)}。一方、本稿で焦点を当てる比較的高速側の変形 (領域III) では、連続動的再結晶 (Continuous Dynamic Recrystallization: CDRX) による結晶粒の微細化が生じることがあると報告されている^{8)~14)}。特に、工業分野で必要とされている低温・高速側の超塑性変形中の組織変化の調査は、SPFの普及に向けて重要な課題である。

CDRXは転位による亜粒界の形成と動的な大角化の過程か

らなる現象である。Alabortら¹²⁾はCDRXにGBSが寄与することを報告しており、CDRXの初期過程が(1)GBSによる転位の導入、(2)転位の動的回復による亜結晶粒化からなると予想している。しかし、個別の段階における具体的な組織変化とその機構について十分に調査されていない。

これに対しMasudaら¹⁴⁾は、GBSが二次元的に生じる酸化物分散強化型 (Oxide Dispersion Strengthened: ODS) フェライト鋼を用いた表面観察により、GBSによってマントル (Gifkinsは個々の結晶粒を、転位の活動がほとんど生じない粒中心部をコア、転位が活発に活動してGBSを緩和する粒界近傍のマントルに分けたモデルを考案している¹⁵⁾)で転位が運動し、これらの転位の動的回復によってマントルが亜結晶粒化する過程の直接観察を報告している。これを元に、三次元的な結晶粒組織を持つ超塑性材料においてCDRXの素過程を明らかにすることが求められている。

一般的に、GBSの観察には収束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) などで作製したグリッドを用いた表面観察が行われているが、三次元的にGBSが生じる材料においては、面外方向へ浮上し周囲から拘束を受けない結晶粒 (Floating grain) の存在が問題として挙げられる¹⁶⁾。Floating grainは、変形のをほとんどを担う材料内部と異なる応力場を受けているため、自由表面では材料内部と異なる現象が生じている可能性がある。そのため、微視組織変化機構を議論するためには、材料内部の観察が必要である。

以上のことから本研究では、超塑性Al–Mg–Mn合金を用

*宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所 (〒252-5210 神奈川県相模原市中央区由野台3-1-1) Institute of Space and Astronautical Science, Japan Aerospace Exploration Agency (3-1-1 Yoshinodai, Chuo-ku, Sagami-hara-shi, Kanagawa 252-5210) E-mail: kanazawa.takaaki@ac.jaxa.jp

**首都大学東京大学院理工学研究科機械工学専攻 (八王子市) Department of Mechanical Engineering, Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Metropolitan University (Hachioji-shi, Tokyo)

いて、CDRXの素過程を理解することを目的とした。本研究においても、FIBグリッドを用いてGBSを観察するが、微視組織変化機構の主要な議論は電子線後方散乱回折 (Electron Back-Scattered Diffraction: EBSD) 法を用いた材料内部の組織観察に基づいて行う。

2. 実験方法

本研究では、Table 1に示す化学組成のAl-Mg-Mn合金 (ALNOVI-U) を用いた。この合金は、A5083合金を基としているが、マンガンがJIS¹⁷⁾よりも多く添加されている。これはAl₆Mn析出物を増加させることで、結晶粒の粗大化を抑制し、超塑性特性の向上を図ったものである¹⁸⁾。

圧延方向 (Rolling Direction: RD) に平行な引張軸を有する、ゲージ幅6mm、ゲージ長さ10mm、板厚1.3mmの引張試験片をワイヤ放電加工機を用いて切り出し、組織の安定化のため773Kで1.8ksの熱処理を施し、水中に焼き入れた。

高温引張試験は、大気中で試験温度を723Kとし、試験温度にて1.8ks保持した後にクロスヘッド速度一定の下、初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \sim 3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の範囲で、試験片が破断するまで行った。破断した試験片は、高温変形中の組織を保持するために、速やかに水冷した。初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ については、真ひずみ0.25, 0.50, 0.75で途中止め試験を行った。途中止め試験片も破断した試験片と同様、速やかに水冷した。

組織観察には、電界放出型走査電子顕微鏡 (Field Emission Scanning Electron Microscope: FE-SEM) を用いた。材料内部の組織観察を行うために、ワイヤ放電加工機を用いて変形後の試験片を切断し、圧延方向に垂直な (Transverse Direction: TD) 面 (RD-ND面) を観察面とした。観察面には機械研磨と電解研磨 (70% エタノール+20% 過塩素酸+10% グリセリン, 248K, 20V, 60s) を施した。EBSD法を用いた組織観察では、局所的ネッキング部を避け、TD断面の中央部においてステップサイズ $0.1 \mu\text{m}$ で結晶方位情報を取得し、Inverse Pole Figure (IPF) マップおよび、幾何学的必要 (Geometrically Necessary: GN) 転位密度の強度分布を表すKernel Average Misorientation (KAM) マップ¹⁹⁾を作成した。KAMマップを作成する際、粒界判定方位差は 4° とした。また、切片法を用いて平均粒径を測定した。

変形機構を調査するために、初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 、真ひずみ0.50の途中止め試験片に対して、FIBグリッドを用いた表面観察を行った。試験片には、試験片ゲージ部の板厚方向 (Normal Direction: ND) 面に前述した機械研磨と電解研磨を施した後、FIBを用いて長さ $100 \mu\text{m}$ のラインマークを $5 \mu\text{m}$ 間隔で加工し、 20×20 の正方形格子を作成した。変形後のグリッドのうち、グリッド内に粒界を含まないものを選出し、それらのグリッドの変形量の平均値から粒内変形の寄与率を算出した。ただし、ここで求められる値はFloating grainを考慮していないことに注意が必要である。

Table 1 Chemical composition of the Al-Mg-Mn alloy used in this study (mass%).

Si	Fe	Mn	Mg	Al
0.03	0.01	1.53	4.94	Bal.

3. 実験結果

3.1 高温引張試験

Fig. 1に723Kにおける初期ひずみ速度と変形応力、破断伸びの関係をそれぞれ実線と破線で示す。ここで、変形応力は真ひずみ0.10における真応力とした²⁰⁾。変形応力と初期ひずみ速度の両対数グラフは、超塑性変形において典型的なS形状をしている。初期ひずみ速度に対する変形応力の傾きから求められるひずみ速度感受性指数 m 値は、低速側 (領域I) と高速側 (領域III) で $m=0.3$ 、中間領域 (領域II) で $m=0.5$ となった。領域IIでは、すべてのひずみ速度において250%以上の破断伸びが得られ、初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ において最大破断伸び320%が発現した。領域IIIに分類された初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ においても、破断伸びが230%と良好な延性が得られた。

Fig. 2に初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ と $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ での高温引張試験により得られた真応力-真ひずみ曲線を示す。初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ においては、変形初期に高温降伏とそれに続く加工硬化が生じ最大真応力が約48MPaに達した後、見かけの加工軟化が生じた。初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ にお

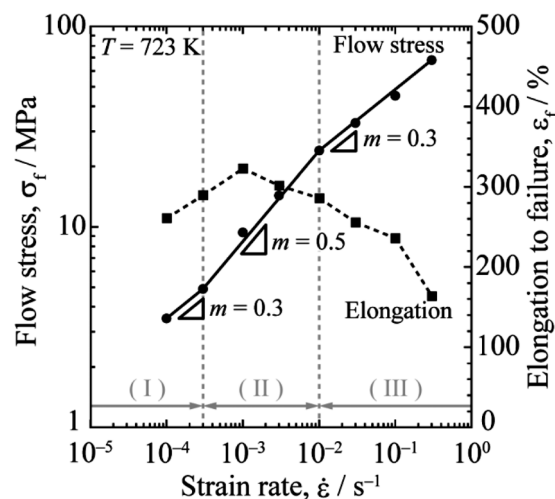


Fig. 1 Dependence of flow stress (solid line) and elongation to failure (dot line) on strain rate at 723 K.

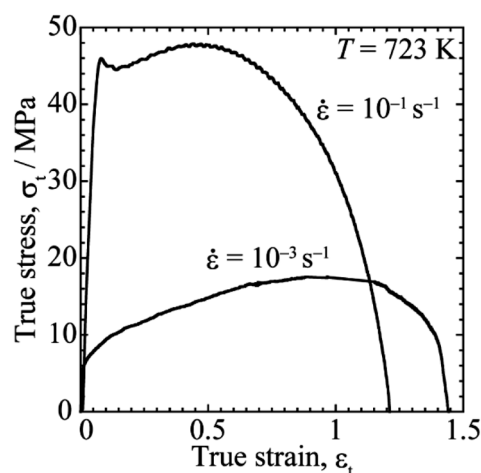


Fig. 2 True stress-true strain curves for Al-Mg-Mn alloy with initial strain rates of $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ and $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at 723 K.

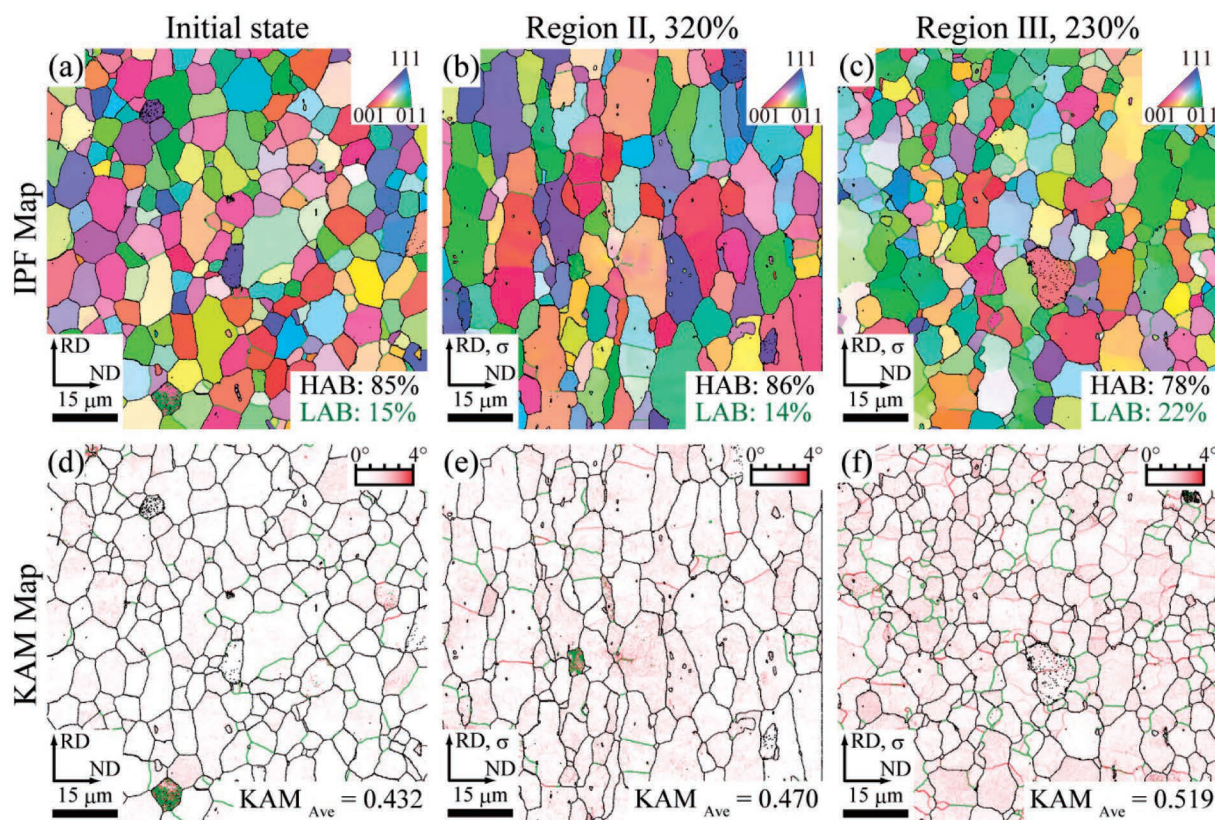


Fig. 3 IPF maps and KAM maps (a) and (d) before deformation (773 K, 1.8 ks), (b) and (e) after fracture at region II (723 K, $\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon_n=320\%$), (c) and (f) after fracture at region III (723 K, $\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, $\epsilon_n=230\%$). The black lines and green lines show HABs ($>15^\circ$) and LABs ($4^\circ\text{--}15^\circ$), respectively.

いては、変形の進行に伴い応力が増加し、最大で約17MPaに達した。初期ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 近傍では $m=0.5$ であり、低応力で320%の破断伸びが得られたことから、変形挙動は典型的な超塑性変形であると言える。

3.2 組織観察

3.2.1 内部組織観察

Fig. 3 にEBSD法によって得られたIPFマップ (a–c) とKAMマップ (d–f) を示す。ここで方位差が 15° 以上の大角粒界 (High Angle Boundary: HAB) を黒線、方位差が $4^\circ\text{--}15^\circ$ の小角粒界 (Low Angle Boundary: LAB) を緑線で示す。変形前組織 (Fig. 3(a), (d)) は、RDへの平均粒径 $d_{RD} \approx 6 \mu\text{m}$ 、NDへの平均粒径 $d_{ND} \approx 4.5 \mu\text{m}$ のほぼ等軸な結晶粒組織を有していた。領域IIでの破断後組織 (Fig. 3(b), (e)) は、変形方向に大きく伸長した結晶粒で構成されている。このことから領域IIにおいて、異方的な動的粒成長が生じたことがわかる。これは、アルミニウム合金の超塑性変形中の組織変化としてしばしば報告されている現象^{3)~7)}である。領域IIIでの破断後組織 (Fig. 3(c), (f)) においては、領域IIのような粗大伸長粒と、等軸微細粒組織が混在している。また、全粒界の長さに対するLABの長さの割合は、領域IIでは変形の前で15%から14%とほぼ変化していないのに対し、領域IIIにおいては15%から22%へ増加した。

Fig. 3(d) のKAMマップより変形前は、723 K, 1.8 ksの熱処理により圧延の際に導入された転位組織がおおむね回復した再結晶組織であることがわかる。領域IIの破断後 (Fig. 3(e)) と領域IIIの破断後 (Fig. 3(f)) を比較すると、平均KAM値は領域IIIの方が高い値となった。また、領域IIIでは

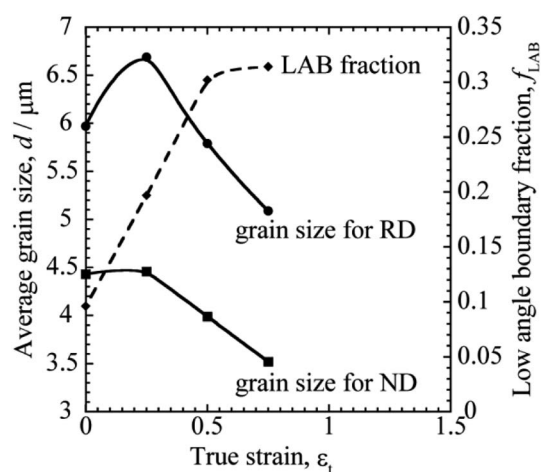


Fig. 4 Dependencies of average grain sizes for RD and ND and LAB fraction on true strain in region III (723 K, $\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$).

幅の広い帯状のKAMコントラストが数多く観察された。この結果は、領域IIIでの変形に転位の運動がより強く寄与していることを示している。

Fig. 4 にEBSD法により得られた領域IIIでの変形に伴う平均粒径の変化とLABの割合の変化を示す。NDに対する粒径は変形の進行に伴い減少し、RDに対する粒径は変形の初期に増加し、その後変形の進行に伴い減少していることがわかる。一方、LABの割合は変形初期から増加傾向にあり、変形後期では定常状態になったことがわかる。

以上の結果は、領域IIIの変形中は、常にCDRXによる

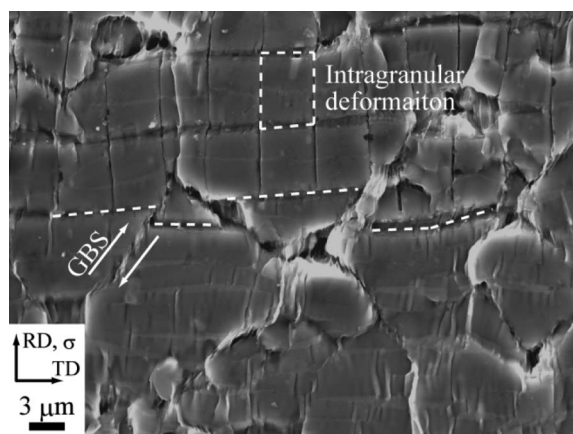


Fig. 5 Typical surface SEM image at a true strain of 0.50 (723 K, $\dot{\epsilon}=1\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$).

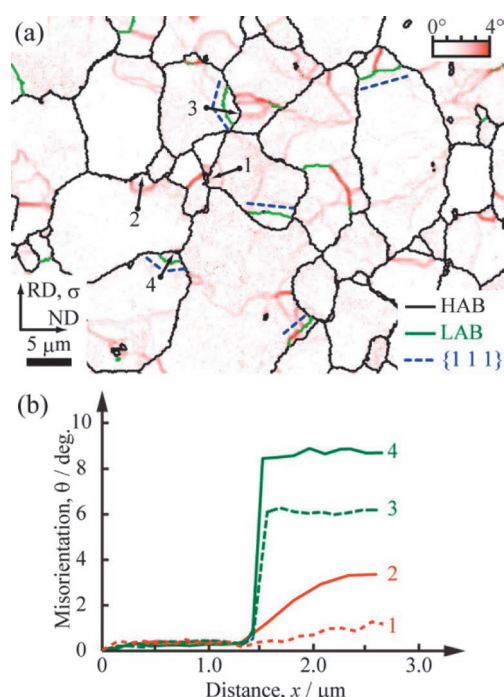


Fig. 6 (a) KAM map and (b) misorientation profiles along the arrows at a true strain of 0.25 (723 K, $\dot{\epsilon}=1\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$). The blue dotted lines in (a) indicate $\{1\ 1\ 1\}$ planes.

LABの増加と結晶粒の微細化が生じていることを示している。平均粒径の変化と併せて考えると、変形の初期段階ではCDRXよりも異方的粒成長が優勢であり、変形の中期以降はバランスが逆転し、CDRXが優勢になると考えられる。

3.2.2 表面観察

Fig. 5に領域IIIの条件で真ひずみ0.50の引張変形を与えた試験片表面のマイクログリッドの二次電子像 (Secondary Electron Image: SEI) を示す。粒内のグリッドが変形方向へ伸長していることが確認できる。これは、転位クリープによる粒内変形が生じていることを示している。また、GBSによるグリッドのずれも確認できる。以上の結果より、領域IIIの変形にはGBSと転位クリープの両方が寄与していると考えられる。

続いて、表面観察の結果に基づいて、全ひずみに対する粒

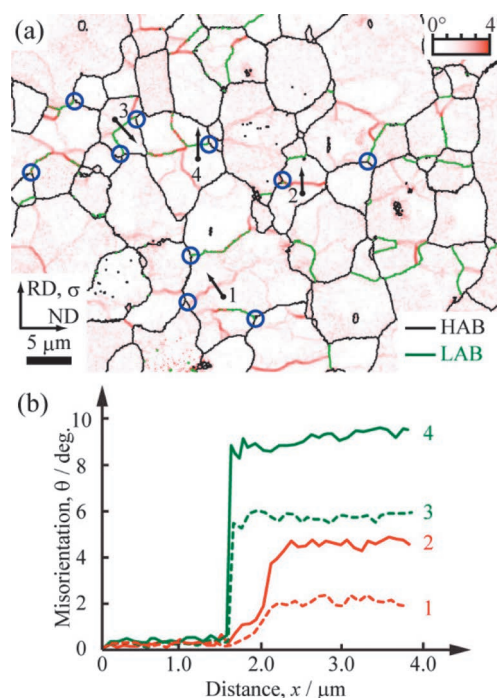


Fig. 7 (a) KAM map and (b) misorientation profiles along the arrows at a true strain of 0.50 (723 K, $\dot{\epsilon}=1\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$). The blue circles in (a) indicate protrusions of grains.

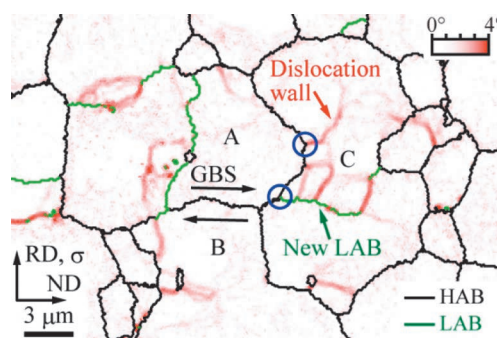


Fig. 8 Typical KAM map at a true strain of 0.50 (723 K, $\dot{\epsilon}=1\times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$). From the microstructural topology, the interaction between GBS and microstructural evolutions can be interpreted as below: GBS occurred between grain A and B, resulting in the formation of dislocation walls and a new LAB from the protrusions of grain A (indicated by the blue circles).

内変形の寄与率を算出すると、全ひずみに対する粒内変形の寄与率は約56%であった。残りの44%がGBSと結晶粒回転、および粒界近傍での変形の寄与率だと解釈すると、過去に報告されている領域IIIでの変形におけるGBSの寄与率30~50%^{21)~23)}とおおむね一致する。以上の結果はFloating grainを含んでいるため、材料内部においてもGBSが同じ割合で寄与しているとは言えないが、領域IIIでの変形に転位クリープとGBSの両方が寄与していると予想される。

3.2.3 高温引張途中止め試験と内部組織観察

Fig. 6(a)の領域IIIにおいて真ひずみ0.25まで変形させた試験片のKAMマップでは、幅の広い帯状のKAMコントラストと、結晶粒の突起部を切断するようなLABが確認できる。Fig. 6(a)中のこれらの組織に対して、矢印1-4に沿って測定した方位差のプロファイルをFig. 6(b)に示す。ここで、

横軸の原点はFig. 6(a)内の矢印の始点である。矢印3と4のLABは、方位差が4°以上で、LABを境に急激に方位変化しているのに対し、矢印1と2のKAMコントラストは、方位差が4°以下で、幅を持って緩やかに方位変化していることがわかる。この結果から、幅の広い帯状のKAMコントラストは転位壁を表していると考えられる。

これらの組織は類似した幾何学的位置に形成していることから、同様の組織変化のそれぞれの過程を代表していると考えられる。したがって以上の結果は、粒界近傍における転位の堆積と、動的回復によるLAB化により、粒界近傍のマントル領域が亜結晶粒化することを示している。また、Fig. 6(a)中の青色の破線で示す $\{111\}$ 面のトレースより、粒界近傍のLABの大部分が $\{111\}$ 面に沿って形成していることが確認された。この現象は、結晶粒の突起部や粒界の湾曲部の周辺で顕著に見られた。

Fig. 7(a)の領域IIIにおいて真ひずみ0.50まで変形させた試験片のKAMマップでは、結晶粒内に網目状に形成された転位壁とLABの多くが、青丸で示すような結晶粒の突起部を起点にしていることがわかる。Fig. 7(b)に示す方位差のプロファイルはFig. 6(b)と同様の傾向を示し、転位壁とLABは方位差4°~5°を境に変化することが示された。

以上の結果は、転位の堆積と動的回復により、結晶粒全体の亜結晶粒化が生じることを示している。また、亜粒界の形成は、結晶粒の突起を起点に生じることが示された。

4. 考 察

Fig. 5に示したFIBグリッドを用いた表面観察の結果と、Fig. 3(f), Fig. 6, Fig. 7に示したKAMマップを用いた内部組織観察の結果より、変形機構に基づいてCDRXについて考察する。

表面観察の結果(Fig. 5)より、領域IIIの変形に転位クリープとGBSの両方が寄与していることが示された。Fig. 3(f), Fig. 6, Fig. 7に示したKAMマップから、粒界の湾曲部に形成した転位壁と、結晶粒の突起部を起点として粒内に形成した転位壁が確認できる。これらの転位壁が、転位クリープによって導入された転位由来であれば、必ずしもこのような位置に転位壁を形成する必要はない。一方、GBSに起因すると仮定すると、以下のように考えることができる。

まず、Fig. 6に示す粒界近傍におけるCDRXについて、考察する。GBSが生じると、GBSの障害となる結晶粒の膨らんだ部分で応力が高くなる。このような領域では、局所的に塑性変形が生じることがMasudaら²⁴⁾により報告されている。すなわち、Gifkins¹⁵⁾が主張する粒界近傍(マントル)における転位の運動が伴うGBSが生じる。この転位はマントルをすべり運動するが、応力が低い結晶粒の中心部(コア)では運動ができないため、コア/マントル境界で堆積し、軽い動的回復によりパーガースペクトルのそろった転位壁を形成する。この転位壁がさらに動的回復することで、Fig. 6に示すような結晶粒の膨らんだ部分を切断するようなLABが形成されることが考えられる。このようなLABの多くは、本研究で扱ったAl-Mg-Mn合金においては $\{111\}$ 面上に、ODSフェライト鋼¹⁴⁾においては $\{110\}$ 面上に形成していることから、動的回復したLABは材料の最密充填面に形成することが示唆される。

続いて、Fig. 7で見られた結晶粒全体におけるCDRXについて、Fig. 8に示す組織を例に考えると、以下のように解釈することができる。結晶粒A, BでGBSが生じると仮定すると、結晶粒CはこのGBSを阻害するところに位置している。この時、結晶粒Aの突起部と結晶粒Cの接点で応力集中が生じ、結晶粒Cのコアへ向けて転位が導入される。すなわち、BallとHutchison²⁵⁾が主張する粒内における転位の運動が伴うGBSが生じる。この転位が粒内ですべり運動・堆積し、動的回復することで転位壁を形成する。この転位壁が更に動的回復することで、Fig. 7に示すような結晶粒の突起を起点とするLABの形成につながったと考えられる。

一般的に、GBSによる転位の導入源は結晶粒の三重点と考えられているが^{12), 26)}、本研究では結晶粒突起部を起点に転位が導入される様子が観察された(Fig. 7)。これは、GBSにより結晶粒が移動するため、三重点ではなく、障害となる結晶粒に食い込む突起部が優先的に応力集中部として作用したためと考えられる。

高温引張途中止め試験と、EBSD法を用いた内部組織観察により、変形に伴いCDRXが生じる領域がコア/マントル境界(Fig. 6)からコア(Fig. 7)へ移行することが確認された。Alabortら¹²⁾によるTi-6Al-4V合金を用いた研究においても、変形の進行に伴いCDRXが生じる領域が粒界近傍(文献12, Fig. 9(b))から粒内(文献12, Fig. 9(c), (d))へ移行していることが確認できる。また、Soerら²⁷⁾によるAl-Mg合金を用いた研究においても、変形の初期段階ではマントル領域でCDRXが観察されており、真ひずみ1以上において均一な亜結晶粒化、すなわちコアにおけるCDRXが観察されている。

Fig. 6(b)とFig. 7(b)に示す方位差プロファイルでは、方位差が10°近くになったLABが観察されている。このような大きな方位差は、新たに形成したLABが変形の進行に伴い大角化したものであり、これは新たに形成した亜結晶粒の回転によって生じたと考えられる。しかし今回の結果からは、更なる転位の堆積による回転²⁸⁾か、亜結晶粒の剛体的な回転¹⁴⁾によるものかは判別できない。

以上のことから領域IIIの変形中に生じたCDRXは、GBSが生じた際に、変形初期ではマントルに、変形中期以降はコアに導入された転位が運動、堆積し、動的回復することで転位壁を形成し、更なる動的回復によりLABの形成に繋がり、変形の進行に伴う新たに形成した亜結晶粒の回転により大角化することで生じたと考えられる。

5. 結 言

超塑性Al-Mg-Mn合金について、高温引張試験、FIBグリッドを用いた表面観察、EBSD法を用いた内部観察を行い、以下の知見を得た。

(1) 領域IIでの変形後組織は、応力方向への異方的粒成長を示した。領域IIIでの変形後組織は、変形中に新たなLABが形成・成長することで結晶粒が微細化するCDRXを示した。

(2) 領域IIIの変形機構は、転位クリープと、粒界近傍と粒内における転位の運動が伴うGBSであることが示された。

(3) CDRXは、GBSが生じた際に導入された転位が運動、堆積し動的回復することで形成した転位壁が、更なる動的回復によりLABを形成し、変形の進行に伴う亜結晶粒の回転に

より大角化することで生じると考えられる。

謝 辞

本研究で使用した材料は、株式会社UACJより提供いただきました。また、本研究はJST産学共創基礎基板研究プログラム「革新的構造用金属材料創製を目指したヘテロ構造制御に基づく新指導原理の構築」、JSPS科研費 (No. 16J04854)、MEXTナノテクノロジープラットフォーム事業 (12024046)、軽金属奨学会教育研究資金の助成を受けて行われました。

参 考 文 献

- 1) L. D. Hefti: J. Mater. Eng. Perform., **16** (2007), 136–141.
- 2) E. Sato, S. Sawai, K. Uesugi, T. Takami, K. Furukawa, M. Kamada and M. Kondo: Mater. Sci. Forum, **551–552** (2007), 43–48.
- 3) F. Li, H. Bae and A. K. Ghosh: Acta Mater., **45** (1997), 3887–3895.
- 4) R. Verma, P. A. Friedman, A. K. Ghosh, S. Kim and C. Kim: Metall. Mater. Trans. A, **27** (1996), 1889–1898.
- 5) D. H. Shin, Y. J. Joo, C. S. Lee and K. T. Park: Scr. Mater., **41** (1999), 269–274.
- 6) E. Sato and K. Kuribayashi: ISIJ Int., **33** (1993), 825–832.
- 7) M. A. Clark and T. H. Alden: Acta Metall., **21** (1973), 1195–1206.
- 8) R. H. Bricknell and J. W. Edington: Metall. Trans. A, **10** (1979), 1257–1263.
- 9) C. Gandhi and R. Raj: Acta Metall. Mater., **39** (1991), 679–688.
- 10) S. J. Hales and T. R. McNelly: Acta Metall. Mater., **36** (1988), 1229–1239.
- 11) E. Nes: Superplasticity, ed. by B. Baudelet and M. Surey, Center National de la Recherche Scientifique, (Paris, France, 1985), 7.1–7.14.
- 12) E. Alabort, P. Kontis, D. Barba, K. Dragnevski and R. C. Reed: Acta Mater., **105** (2016), 449–463.
- 13) E. Alabort, D. Putman and R. C. Reed: Acta Mater., **95** (2015), 428–442.
- 14) H. Masuda, H. Tobe, E. Sato, Y. Sugino and S. Ukai: Acta Mater., **120** (2016), 205–215.
- 15) R. C. Gifkins: Metall. Trans., **7A** (1976), 1225–1232.
- 16) K. Sotoudeh and P. S. Bate: Acta Mater., **58** (2010), 1909–1920.
- 17) JIS-H-4000: Aluminium and aluminium alloy sheets, strips and plates, Japanese industrial standards committee, (2014).
- 18) T. Kudo, A. Goto and K. Saito: Furukawa-Sky Review, **9** (2013), 11–17.
- 19) M. Kamaya: Ultramicroscopy, **111** (2011), 1189–1199.
- 20) JIS-H-7501: Method for evaluation of tensile properties of metallic superplastic materials, Japanese Industrial Standards Committee, (2016).
- 21) R. Z. Valiev and O. A. Kaibyshev: Acta Metall., **31** (1983), 2121–2127.
- 22) K. Matsuki, Y. Ueno and M. Yamada: J. Jpn. Inst. Metals, **38** (1974), 219–226.
- 23) N. Furushiro, M. Toyoda and S. Hori: Acta Metall., **36** (1988), 523–529.
- 24) H. Masuda, H. Tobe, E. Sato, Y. Sugino and S. Ukai: Philos. Mag. Lett., **95** (2015), 359–366.
- 25) A. Ball and M. M. Hutchison: Met. Sci. J., **3** (1969), 1–7.
- 26) T. G. Langdon: Acta Metall. Mater., **42** (1994), 2437–2443.
- 27) W. A. Soer, A. R. Chezan and J. Th. M. De Hosson: Acta Mater., **54** (2006), 3827–3833.
- 28) S. J. Hales and T. R. McNelly: Acta Metall., **36** (1988), 1229–1239.