

MECANISMOS DE DEFORMACION POR CREEP EN IN-738LC A ALTAS TEMPERATURAS

A. C. Picasso

IFIMAT, Fac. Cs. Ex., UNCPBA, Pinto 399, (7000) Tandil

A. J. Marzocca

LPMPyMC, Dpto. de Física, FCEyN, UBA, Pabellón 1, Ciudad Universitaria,
(1428) Buenos Aires

I. Alvarez

Instituto de Física de Rosario, UNR, Rosario

Resumen

Se presenta un estudio de los mecanismos de deformación por creep en el estado estacionario en la superaleación base níquel IN-738 lc, para tres temperaturas críticas. Los resultados muestran dos regiones bien diferenciadas, una correspondiente a un mecanismo de trepado local de dislocaciones (bajas tensiones) y otra, al corte de partículas (altas tensiones), asociada al mecanismo de fallas de apilamiento intrínseca en la superred de la partícula γ^* .

Abstract

We present a study on deformation mechanisms by creep in the steady state from IN-738 lc nickel-base superalloy to three temperatures. The results show two regions well differentiated, one corresponding to a local climb mechanism of dislocations (low stress) and the other, to a cutting of particles by dislocations (high stress), associated to superlattice intrinsic stacking faults (SISF) into γ^* particle. The internal-stresses σ_0 associated with the different mechanisms was evaluated.

1. INTRODUCCIÓN

La mayor parte del formalismo utilizado para describir el comportamiento al creep de materiales metálicos ha sido obtenido de experimentos y análisis con metales puros y aleaciones de una sola fase. En dichos materiales es frecuente expresar la dependencia de la velocidad de creep del estado estacionario ($\dot{\epsilon}$) con la tensión aplicada (σ) mediante la relación de Dorn [1-3.]

$$\dot{\epsilon} = \frac{D G b}{k T} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (1)$$

donde D es el coeficiente de difusión en la red, G el módulo de corte, b el vector de Burgers, k la constante de Boltzmann, T la temperatura absoluta, A una constante de valor cercano a la unidad [4] y n un exponente que varía entre 3 y 5. Normalmente, D es expresada por medio de una ecuación del tipo de Arrhenius, $D_0 \exp(-U/kT)$, donde U es la energía de autodifusión y D_0 un factor pre-exponencial.

Aunque hay una consistencia general entre datos experimentales y cálculos teóricos para estos materiales, existen dificultades al aplicar

estos conceptos directamente en aleaciones ingenieriles complejas, tal como lo son las aleaciones multicomponentes y de varias fases.

Cuando se representa la velocidad de creep del estado estacionario en función de la tensión aplicada, utilizando la ec.(1), los valores obtenidos para los parámetros n y U son mucho mayores que aquellos predichos por varios modelos de creep [5-8].

Para el caso de aleaciones metálicas fortalecidas por la presencia de partículas de segunda fase, como son las superaleaciones, es conveniente modificar la ec.(1) por una expresión similar, donde se reemplaza la tensión aplicada por la efectiva $\sigma_e = \sigma - \sigma_0$, siendo σ_0 una tensión de fricción ó resistencia mecánica, característica de algún mecanismo de deformación particular [9,10]. De acuerdo con esto se tiene :

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{D G b}{k T} \right) \left[\frac{(\sigma - \sigma_0)}{G} \right]^n \quad (2)$$

Hay numerosas evidencias en la literatura que señalan que la velocidad de creep del estado estacionario para superaleaciones base níquel

puede expresarse por la ec.(2) con el exponente n igual a 4 [11-13].

Si se realizan ensayos de creep a una misma temperatura y diferentes niveles de tensión, es posible caracterizar los mecanismos de deformación, utilizando gráficos en donde se represente $\dot{\epsilon}_n^{1/4}$ versus σ , donde $\dot{\epsilon}_n = \dot{\epsilon}kTG^3/ADb$. De este modo, podemos obtener mediante extrapolación el valor de σ_0 [12,13].

El objetivo de este trabajo fue estudiar, mediante ensayos de creep, los mecanismos de deformación del estado estacionario en la superaleación base níquel IN-738lc para tres temperaturas de trabajo y un amplio rango de tensiones aplicadas. Observaciones posteriores de las probetas ensayadas, utilizando microscopía electrónica de transmisión (TEM), permitieron analizar la microestructura de deformación.

2. TÉCNICAS EXPERIMENTALES

Las muestras de ensayo fueron obtenidas a partir de la superaleación base níquel Inconel 738lc por colado, mediante el proceso de *investment casting* y utilizando filtros cerámicos, para evitar la contaminación con películas de óxido. La composición del material se da en la Tabla 1. Posteriormente, fueron mecanizadas probetas cilíndricas con un diámetro de 3.5 mm y una longitud útil (l_0) de 25.4 mm.

C	Si	Cu	Fe	Mn
0.09	0.03	<0,05	0.12	<0.01
S	Ni	W	Zr	Mg
0.0008	bal.	0.57	0.03	<0.01
Cr	Ti	Al	Nb	P
16.03	3.49	3.44	0.83	0.005
Co	Mo	Ta	B	
8.36	1.77	1.66	0.01	

Tabla 1
Composición de la IN-738 lc utilizada en el presente estudio (% en peso)

El tratamiento térmico realizado consistió en un solubilizado por 2 horas a 1393K con

enfriamiento al aire, más un tratamiento de precipitación de 16 horas a 1118K y enfriamiento al aire. Observaciones metalográficas mostraron una estructura con un tamaño de grano medio de 250 μm y precipitados γ' ($\text{Ni}_3[\text{Al,Ti}]$) con forma esferoidal de tamaño promedio 480 nm. Además, se observó la presencia de carburos del tipo MC y M_{23}C_6 , en borde y dentro de los granos.

Los ensayos se realizaron en aire utilizando una máquina de creep que trabaja a tensión constante y la temperatura se mantuvo constante con una variación de $\pm 1\text{K}$ sobre la probeta [14]. Las temperaturas de trabajo fueron 1023, 1073 y 1123 K.

La deformación del material fue medida anexando dos varillas de cuarzo a las mordazas superior e inferior de la probeta las que salen fuera del horno y son solidarias a sendos LVDT. Debido a que la mordaza inferior es fija, se obtiene la verdadera elongación de la muestra, eliminando cualquier influencia del tren de carga.

Las señales de los LVDT así como las de las termocuplas que sensan la temperatura de la probeta alimentan una tarjeta A/D Keithley Das8PGA que se encuentra en un slot de una PC AT. Por medio de un programa se adquieren dichas señales con un intervalo de muestreo programable por el usuario y se graban en un archivo para su posterior procesamiento.

Posteriormente, las muestras ensayadas fueron seccionadas longitudinalmente y preparadas mediante un pulido mecánico y electroquímico. Este último se efectuó utilizando la técnica del twin jet, mediante una solución constituida por un 10% de ácido perclórico, 45% de butílico y 45% de metanol, manteniendo el baño a una temperatura de -20°C , una tensión de 35 volts y una corriente entre 100 y 150 mA. Las observaciones se realizaron en un microscopio Philips EM 300 con un voltage de operación máximo de 100 kV.

3. RESULTADOS

3.1 Propiedades al creep

La figs. 1(a),(b) y (c) muestran los resultados obtenidos mediante ensayos de creep

para las tres temperaturas analizadas en la superaleación base níquel IN-738 lc. Allí, se ha graficado la velocidad de deformación del estado estacionario normalizada $\dot{\epsilon}_n$ elevada al exponente $1/4$ en función de la tensión aplicada σ .

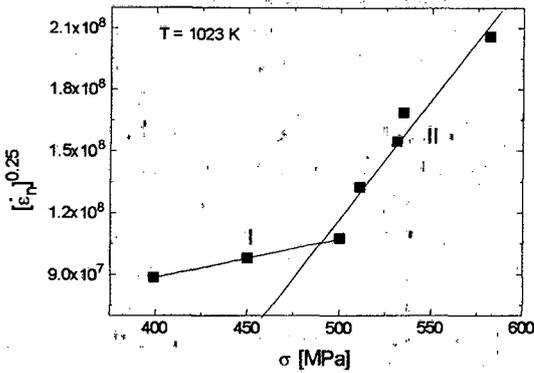


Fig. 1 (a).- Variación de $\dot{\epsilon}_n^{1/4}$ en función de la tensión aplicada para $T = 1023$ K. Se señalan las regiones I y II.

En la Tabla 2 se muestran los valores medidos de velocidad de deformación en el estado estacionario para cada temperatura y nivel de tensión aplicada analizados. Los valores de los parámetros utilizados para evaluar $\dot{\epsilon}_n$ se dan en la Tabla 3.

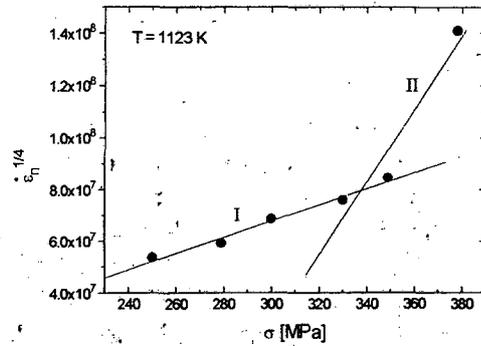


Fig. 1 (c).- Variación de $\dot{\epsilon}_n^{1/4}$ en función de la tensión aplicada para $T = 1123$ K. Se señalan las regiones I y II

Tabla 2.- Velocidad de deformación en el estado estacionario $\dot{\epsilon}$ para diferentes tensiones aplicadas σ y temperaturas, obtenidas por creep

T [°K]	σ [MPa]	$\dot{\epsilon}$ (estac.) [s ⁻¹]
1023	399	2.6×10^{-7}
	450	3.9×10^{-7}
	500	5.8×10^{-7}
	511.1	1.33×10^{-6}
	531	2.46×10^{-6}
	534.5	3.5×10^{-6}
1073	581.6	1.02×10^{-5}
	300	2.6×10^{-7}
	350	4.6×10^{-7}
	390.7	9.4×10^{-7}
	411	1.32×10^{-6}
	437.4	1.79×10^{-6}
	479.4	2.34×10^{-6}
530	1.38×10^{-5}	
1123	250	7.1×10^{-7}
	279	1.05×10^{-6}
	300	1.89×10^{-6}
	330	2.83×10^{-6}
	348.9	4.38×10^{-6}
	378.2	3.39×10^{-6}

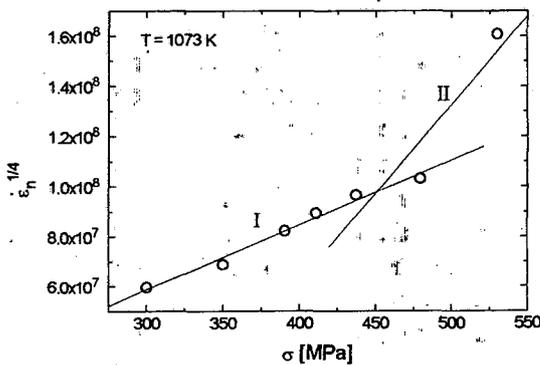


Fig. 1 (b).- Variación de $\dot{\epsilon}_n^{1/4}$ en función de la tensión aplicada para $T = 1073$ K. Se señalan las regiones I y II

-vector de Burgers	b	2.49×10^{-10} [m]
-factor pre-exponencial	D_0	1.27×10^{-4} [$m^2 s^{-1}$]
-energía de autodifusión del Ni	U	281.35 [kJ/mol]
-módulo de corte a 1023 K	G	6.07×10^{10} [Pa]
- " " a 1073 K	"	5.93×10^{10} [Pa]
- " " a 1123 K	"	5.8×10^{10} [Pa]
-radio medio de la partícula	r	240 [nm]
-fracción en volumen	f	0.40
-radio medio en cualquier plano	$r_s = (\pi/4) r$	188 [nm]
-espaciado planar medio para una red cuadrada	$L = (2\pi/3f)^{1/2} r$	549 [nm]
-esp. planar medio a lo largo de una línea recta al azar	$L_{max} = 2r_s/f$	940 [nm]
-espaciado interpartícula	$L_p = L - 2r_s$	173 [nm]
-valor medio del parámetro de energía de línea para una dislocación	M_{eg}	$\cong 3500$ [MPa]
-constante de trepado para partículas esféricas	R	0.77
-energía de borde de antifase	γ_{APB}	170 [mJ/m^2]
-parámetro de Schwarz y Labusch	CSL	$\cong 2$
-constante	w	$\cong 2$
-factor de Taylor	M	3.07
-energía de falla de apilam. en Ni	γ^m	390 [mJ/m^2] (*)
-energía de falla de apilam. intrínseca en el precipitado	γ^p	22 [mJ/m^2] (**)
(*) Ref.[26]		
(**) Ref.[27]		

Tabla 3

Constantes y parámetros utilizados en las ecs (3) y (7).

Estos gráficos indican que los puntos experimentales se ubican en dos regiones lineales bien diferenciadas, para cada una de las temperaturas analizadas y que identificaremos como zona de bajas tensiones (región I) y zona de altas tensiones (región II), respectivamente. A partir de ajustes lineales obtenidos en cada una de estas zonas se efectuó la extrapolación de la tensión de fricción ó interna σ_0 experimental, para $\dot{\epsilon} = 0$.

En la fig.2 se han graficado los valores obtenidos para la tensión de fricción en función

de la temperatura del ensayo en las regiones I y II, respectivamente.

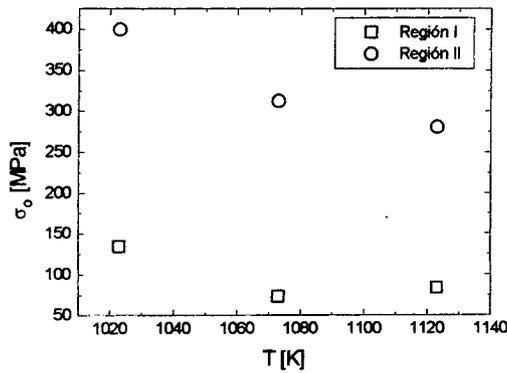


Fig. 2.- Variación de la tensión interna con la temperatura en la región de bajas (I) y altas (II) tensiones

3.2 Microestructura de deformación

En la fig. 3 se muestra la típica microestructura que se encontró para la zona de bajas tensiones (región I); se observan redes de dislocaciones rodeando a la partícula γ' , característico de un proceso de trepado de dislocaciones sobre partículas [18]. En general, se encontró una baja densidad de dislocaciones parciales en la matriz con redes en la interfase matriz-partícula y fallas de apilamiento en forma aislada, principalmente en aquellas muestras cuya tensión aplicada fue cercana a la zona de transición de una región a otra.

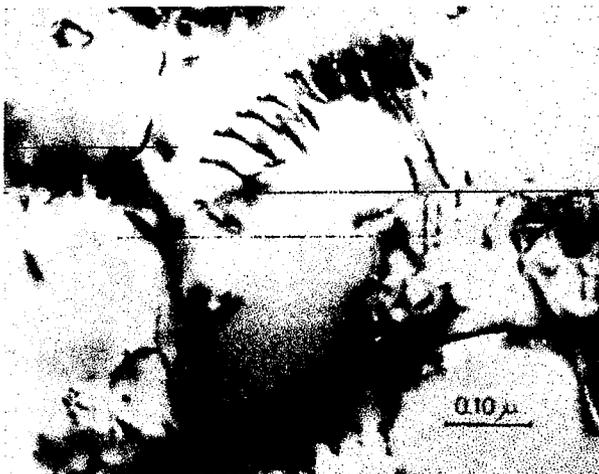


Fig. 3.- Microestructura típica observada para muestras correspondientes a la zona de bajas tensiones (región I).

Se muestra un precipitado γ' decorado con redes de dislocaciones

La fig. 4 muestra la microestructura correspondiente a la zona de altas tensiones (región II). Se encontró una alta presencia de fallas de apilamiento en las partículas γ' y otras, en forma aislada, con zonas de borde de antifase. Por lo general, se observó una alta densidad de dislocaciones en la matriz.

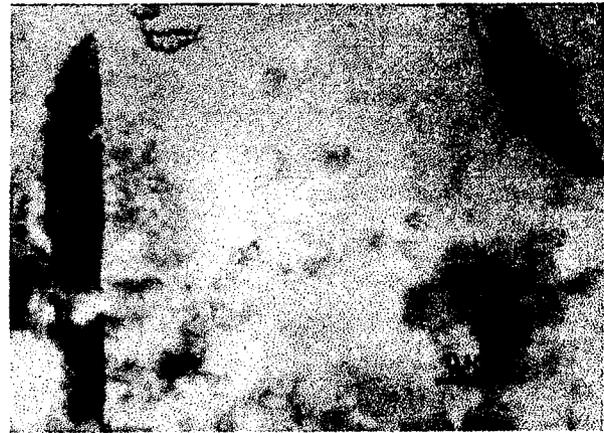


Fig. 4.- Microestructura correspondiente a la zona de altas tensiones, típico para las tres temperaturas de ensayo. Se muestran fallas en la partícula y dislocaciones parciales de a pares.

3.3 Mecanismos de Deformación

De acuerdo con las observaciones realizadas por TEM en muestras correspondientes a la región I (bajas tensiones) se calculó la tensión interna σ_0 correspondiente al mecanismo de trepado local de partículas por dislocaciones. Como se sabe, esta representa una fracción de la tensión de Orowan, dada por la siguiente expresión [19]:

$$\tau_{OR} = Y \frac{4M_{Eg} b [\ln(8r_s / R_i)]^{3/2}}{L - 2r_s [\ln(L / R_i)]^{1/2}} \quad (3)$$

con $Y=0.9$, $R_i \cong b$, donde M_{Eg} es el valor medio del parámetro de energía de línea para una dislocación, L el espaciado planar medio para

una red cuadrada y r_s el radio medio de la partícula en cualquier plano.

En nuestro caso, por tratarse de partículas γ' de tipo esferoidal, la tensión de Orowan debe multiplicarse por el coeficiente [20]:

$$\frac{R^{3/2}}{2\sqrt{2} + R^{3/2}} \quad (4)$$

Quedando expresada la tensión interna de trepado local [20] como :

$$\tau_{ll} = \tau_{OR} \frac{R^{3/2}}{2\sqrt{2} + R^{3/2}} \quad (5)$$

Utilizando las expresiones (3) y (5), juntamente con los valores que se tabulan en la Tabla 3, se pudo realizar una estimación del valor de la tensión crítica para el mecanismo de Orowan y de trepado local que corresponderían a nuestros ensayos. Los valores encontrados se presentan en la Tabla 4.

T [K]	OROWAN [MPa]	TREPADO LOCAL [MPa]	EXPERIM. [MPa]
1023	520.6	99.4	134.3
1073	520.6	99.4	73
1123	520.6	99.4	83.5

Tabla 4

Valores de σ_o (teóricos y experimentales) correspondientes a la región I para las tres temperaturas.

De la misma manera, para la región II (altas tensiones) hemos calculado las tensiones internas correspondientes a los mecanismos de corte de partículas por dislocaciones. Si la dislocación corta la partícula creando una zona de borde de antifase (APB) tendremos [20]

$$\tau_{APB} = 0.65 \left(\frac{wT_L f \gamma_{APB}}{b^2 r} \right)^{1/2} \left[1 + \frac{(C_{SL} f^{1/2})}{2} \right] \quad (6)$$

que es válida para $r \gg \frac{4}{\pi^2} \frac{wT_L}{\gamma_{APB}}$ con $T_L = \frac{Gb^2}{2}$,

siendo f la fracción en volumen de la segunda fase precipitada, C_{SL} la constante de Schwarz y Labusch, r el radio medio de la partícula y w una constante.

Por otro lado, si el corte de la partícula crea una falla de apilamiento (SF), la tensión interna asociada a este mecanismo será [20]:

$$\tau_{SF} = 0.94 \left(\frac{Kf}{\gamma_{SF}^*} \right)^{1/2} \frac{\Delta\gamma_{SF}}{br^{1/2}} (1 + 1.35f^{1/3})^{1/3} \quad (7)$$

donde

$$\gamma_{SF}^* = \frac{\gamma_{SF}^m + \gamma_{SF}^p}{2}, \quad \Delta\gamma_{SF} = |\gamma_{SF}^m - \gamma_{SF}^p|,$$

$K = 0.133 Gb^2$ siendo γ_{SF}^m la energía de falla de apilamiento de la matriz y γ_{SF}^p la del precipitado.

En la Tabla 3 se presentan los valores de los parámetros utilizados para la evaluación de las ecuaciones (6) y (7) y en la Tabla 5 se detallan los valores obtenidos teóricamente para estos dos mecanismos operativos en la región II.

T [K]	CORTE POR APB [MPa]	CORTE POR SISF [MPa]	EXPERIM. [MPa]
1023	425.8	333.2	399.6
1073	420.2	329.4	312.5
1123	415.6	325.8	280.5

Tabla 6

Valores de σ_o (teóricos y experimentales) correspondientes a la región II

En el caso de la creación de un borde de antifase (APB) la tensión interna se calculó suponiendo que el proceso es controlado por la disociación sobre planos (111) de dislocaciones de la forma $[\bar{1}01] = \frac{1}{2}[\bar{1}01] + \frac{1}{2}[\bar{1}01]$.

El otro tipo de falla planar considerado en la ec.(7) se produce sobre los planos (111) y se la conoce como falla de apilamiento intrínsecas de la superred (SISF). La disociación propuesta por SISF sobre planos (111) es $[\bar{1}01] = \frac{1}{3}[\bar{2}11] + \frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}2]$ [20].

4. DISCUSIÓN

Es un hecho conocido que en aleaciones endurecidas por precipitación, las dislocaciones de la matriz interactúan con las partículas precipitadas a través de tres mecanismos principales : i) Mecanismo de Orowan, ii) Trepado de dislocaciones sobre partículas y iii) Corte de partículas.

En el presente estudio hemos analizado el comportamiento al creep para las temperaturas críticas de 1023, 1073 y 1123 K. De acuerdo con las observaciones realizadas mediante TEM de muestras sometidas a creep, el mecanismo de deformación predominante a bajas tensiones (región I) sería el trepado local de dislocaciones sobre partículas γ' . Nuestros cálculos dan un valor medio para la tensión interna experimental de 97 MPa, el cual es bastante próximo a aquel obtenido teóricamente en esta región , para las tres temperaturas consideradas. Cabe aclarar, que el mecanismo de trepado general requiere de una tensión de fricción mucho menor que para el caso de trepado local, siendo este el motivo por el cual no ha sido tenido en cuenta.

A altas tensiones (región II) el corte de partículas ha demostrado ser el mecanismo predominante. Sin embargo, los valores de tensión interna obtenidos experimentalmente sugieren que el proceso de corte no es controlado por pares de dislocaciones de la matriz $a/2 \langle 110 \rangle$ acopladas por APB en la fase γ $[21,22]$, debido a que la tensión interna calculada, de esta manera es mayor que aquella obtenida experimentalmente lo que puede observarse en la fig.5.

Nuestros cálculos de la tensión interna indican que el mecanismo de corte más probable está asociado con fallas de apilamiento de tipo intrínsecas (SISF) en la fase γ' . En la fig.5 se muestran los resultados obtenidos evaluando este mecanismo por medio de la ec.(7). Allí, se observa que la tensión interna teórica disminuye más suavemente con la temperatura al comparar con los valores obtenidos experimentalmente.

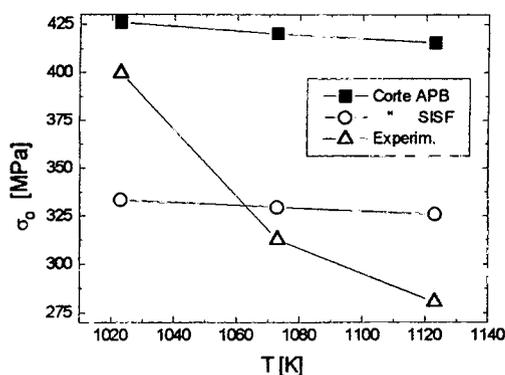


Fig.5.- Valores calculados de tensiones internas considerando corte de partículas en la región de altas tensiones (II) para distintas temperaturas. Se incluyen los valores experimentales obtenidos.

De acuerdo con la literatura [23], esta diferencia estaría asociada a la naturaleza, no planar, del núcleo de dislocaciones superparciales de tipo $1/3 \langle 112 \rangle$, el cual no es tenido en cuenta en la ec. (7). Por lo general, las partículas precipitadas muestran la presencia de aleantes en su estructura del tipo L_{12} (Ni_3Al), tal como el Ti, haciendo que la energía de falla de apilamiento de la superred (SISF) sobre planos $\{111\}$ disminuya. De esta manera, la disociación de superdislocaciones $\langle 101 \rangle$ sobre estos planos en superparciales de tipo $1/3 \langle 112 \rangle$ separadas por SISF, se ve favorecida respecto de las superparciales $1/2 \langle 110 \rangle$ separadas por APB. Puesto que, las superparciales $1/3 \langle 112 \rangle$ presentan un núcleo

altamente no planar [24,25], es de esperar que sean más difíciles de mover a bajas temperaturas, con lo que la tensión interna debería ser alta en este caso y disminuir rápidamente al aumentar la temperatura. Esto está de acuerdo con el comportamiento obtenido en los valores experimentales, sin embargo, no podemos identificar, de nuestras micrografías, si las fallas observadas son de tipo intrínsecas. Para ello, es necesario realizar un estudio más profundo mediante TEM.

5. CONCLUSIONES

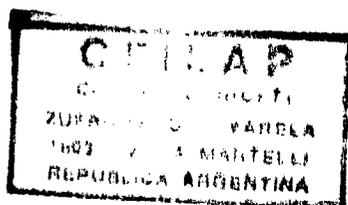
Los ensayos de creep realizados con Inconel 738 Ic para las temperaturas de 1023 K, 1073 K y 1123 K muestran que :

1. Los diagramas $\dot{\epsilon}^{1/4}$ vs σ , en superaleaciones base níquel permiten obtener la tensión interna por extrapolación en forma bastante aproximada.
2. Para las tres temperaturas consideradas, estos diagramas presentan dos zonas bien diferenciadas, correspondientes a altas y bajas tensiones.
3. A bajas tensiones, el mecanismo predominante es el trepado local de dislocaciones sobre partículas γ' , mientras que a altas tensiones el proceso de corte de partículas estaría asociado a pares de superparciales $1/3 \langle 112 \rangle$ acopladas por SISF más que por dislocaciones de tipo $1/2 \langle 101 \rangle$ separadas por APB.

Referencias

- (1) J. E. Bird, A. K. Mukherjee and J. D. Dorn. Quantitative relation between properties and microstructure. Eds. D. G. Brandon and A. Rosen, Israel, Univ. Press. Jerusalem (1969).
- (2) Z. Horita and T. G. Langdon. Scripta Met. 17, 668 (1983).

- (3) W. Blum. Materials Science and Technology, Vol. 6, Eds. R. W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer. (1993), pp. 379.
- (4) Nix W. D. and Ilshner B. (1980) (ICSM 5) pag. 1503 - 1530.
- (5) G. R. Leverant and B. H. Kear : Metall. Trans., 1970, 1, 491.
- (6) G. A. Webster and B. J. Pearcey : Met. Sci. J., 1967, 1, 97.
- (7) O. D. Sherby and P. M. Burke : Prog. Mater. Sci., 1967, 13, 325.
- (8) Y. Honorat, J. Davidson, and F. Duffaut : Mém. Sci. Rev. Métall., 1971, 68, 105.
- (9) C. Carry and J. L. Strudel : Acta Metall., 1977, 25, 767.
- (10) C. Carry and J. L. Strudel : Acta Metall., 1978, 26, 859.
- (11) O. Ajaja, T.E. Howson, J. Purushothaman and J. K. Tien. Mater. Sc. Engg., 1980, 44, 165.
- (12) B. Reppich, H. Bügler, R. Leistner and M. Schütze. Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures. Eds. B. Wilshire and D. R. J. Owen, Pineridge Press, 1984, pp. 279.
- (13) W. Blum and B. Reppich. Creep Behaviour of Crystalline Solids. Eds. B. Wilshire and R. W. Evans, Pineridge Press, Swansea, U. K., 1985, pp. 83-135.
- (14) A. J. Marzocca and A. C. Picasso : J. Mater. Sci., 29 (1994) 1724-1730.
- (15) J. Friedel, "Dislocations", Addison - Wesley, London, 1964.
- (16) M. Badia y A. Vignes, Acta Met. 17, 177 (1969).
- (17) J. A. Carey, P. M. Sargent and D. R. H. Jones. J. Mater. Sci. Letters, 9 (1990), 572-575.
- (18) D. Mukherji, F. Jiao, W. Chen and R. P. Wahi. Acta Metall. Mater., 1991, 39, 1515.
- (19) E. Nembach and G. Neite. Progress in Materials Science, (1985), vol. 29, pp. 177-



(20) B. Reppich. *Materials Science and Technology*, Vol. 6, Eds. R. W. Cahn, P. Haasen, E. J. Kramer, (1993), pp. 311-357

(21) R. A. Stevens and P. E. J. Flewitt, *Acta Metall.*, **29**, 867 (1981).

(22) P. J. Henderson and M. Mc Lean. *Acta Metall.* **31**, 11203 (1983).

(23) D. P. Pope and S. S. Ezz. *Int. Metals Rev.* **29**, 136 (1984).

(24) M. Yamaguchi, V. Paidar, D. P. Pope and V. Vitek : *Philos. Mag. A*, 1982, **45**, 867.

(25) V. Paidar, M. Yamaguchi, D. P. Pope and V. Vitek : *Philos. Mag. A*, 1982, **45**, 883.

(26) Y. Prasad, D. Sastry and K. Vasu. *Scripta Met.*, **4**, 219 (1970).

(27) P. Beauchamp, J. Douin and P. Veysière. *Phil. Mag.* **A55**, 561 (1987).