

論文 SUS304 ステンレス鋼の長時間クリープ破断性質 とクリープ破壊機構領域図

新谷 紀雄*・京野 純郎*・田中 秀雄*
村田 正治*・横井 信*

Creep Rupture Properties and Creep Fracture Mechanism Maps for Type 304 Stainless Steel

Norio SHINYA, Junro KYONO, Hideo TANAKA,
Masaharu MURATA, and Shin YOKOI

Synopsis :

Specimens of Type 304 stainless steel ruptured at temperatures between 600° and 800°C and with rupture periods up to about ten years have been examined metallographically in order to deduce creep fracture mechanisms and make creep fracture mechanism maps.

The steel has showed four different creep fracture mechanisms: transgranular creep fracture, wedge-type cracking at triple point, intergranular cavitation, and cracking at sigma/austenite interface. The rupture strength in the fracture field of the cracking at sigma/austenite interface shows marked decrease with increasing time to rupture. Stress index of time to rupture and apparent activation energy for rupture in this fracture field are in the ranges of 1.4-2.0 and 160-170 kJ/mol, respectively, suggesting that the rupture life in this field is controlled mainly by means of grain boundary diffusion growth of the cracks. Metallographic observations indicate that relatively high aluminum content (about 0.05 wt%) may be responsible for early formation of the grain boundary cracks due to precipitation of AlN associated with the grain boundary sigma phase.

1. 結 言

金属材料が破壊する機構は、温度や応力などの条件によつて異なる。この破壊機構の変化を、よく知られている変形機構領域図¹⁾と同じように、温度、応力などの破壊に影響する因子を座標軸にとつて表示する破壊機構領域図^{2)~4)}が提案され、既に何種類かの材料^{4)~9)}について作成されている。

高温クリープ条件下では、クリープ破壊機構が多様に変化し、また、その変化に伴いクリープ破断挙動、破断寿命の応力や温度依存性、さらには破断寿命に影響する金属学的因子などが著しく異なる。そのため、実用的なクリープ破壊領域を含み、できるだけ精密に作成したクリープ破壊機構領域図⁴⁾⁹⁾は、高温用材料の適正な使用、また材料の性能向上を図るという観点からも極めて有用である。

クリープ破壊機構領域図は、おもに実験的に作成されているが、作成する上で問題となる点として、(1)クリープ破壊は組織敏感性であり、また微量不純物や微量の添加元素により大きな影響を受けることがある。そのため同一鋼種でも製造履歴の違いにより破壊機構やその変

化する境界の位置が異なることが考えられる。(2)実用性からは、なるべく長時間破断のデータが必要であるが、このようなデータは著しく不足している。などが指摘できる。

金材技研クリープ試験部では各種高温用金属材料の多数チャージについて、最長 100 000 h 目標のクリープ及びクリープ破断実験を行つており、一部の鋼種については、100 000 h を超す破断データが得られている。こういった多数チャージについての長時間データを用い、また破断した試験片について金属学的検討を行い、クリープ破壊機構領域図を主要な材料について作成している。本研究では、ボイラ管用 SUS 304 ステンレス鋼について、破壊様式や破壊へと導くクリープ損傷を調べ、破壊機構を明らかにし、その変化をクリープ破壊機構領域図として表すとともに、各領域内での破断寿命と金属学的因子との関係、チャージ間の破壊機構変化の違いやその原因等について検討した。

2. 供試材及び実験方法

2.1 供試材

ボイラ・熱交換器用ステンレス鋼鋼管 SUS 304 HTB

昭和 56 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 58 年 2 月 14 日受付 (Received Feb. 14, 1983)

* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku 153)

Table 1. Chemical composition of Type 304 stainless steel used (wt%).

Heat	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
A	0.07	0.48	1.59	0.020	0.012	10.7	18.6	0.47	0.17
B	0.08	0.56	1.43	0.021	0.010	9.5	19.3	0.04	0.05
	V	Co	Ti	Al	Sn	B	N	Pb	Nb+Ta
A	0.03	0.27	0.040	0.047	0.016	0.0007	0.0317	0.0004	0.01
B	0.04	0.20	0.062	0.014	0.007	0.0018	0.0262	0.0002	<0.01

Table 2. Heat treatment, grain size, and tensile properties at room temperature.

Heat	A	B
Heat treatment	1130°C W.C.	1100°C W.C.
Grain size number	5.9	5.1
Proof stress, $\sigma_{0.2}$ (kgf/mm ²)	29	27
Tensile strength, σ_b (kgf/mm ²)	62	63

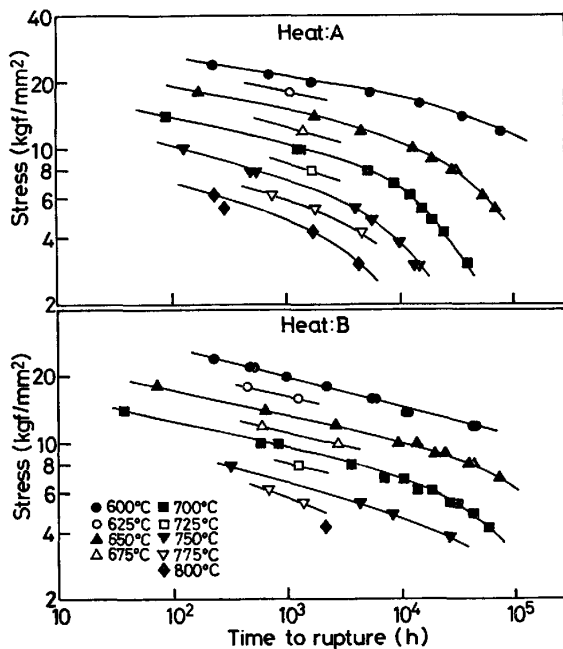


Fig. 1. Stress-rupture curves for heats A and B.

について9チャージサンプリングし、長時間クリープ及びクリープ破断試験¹⁰⁾を行つている。9チャージとも高温長時間側で破断強度は著しく低下するが、そのなかでも破断強度の低下が最も顕著なチャージAと平均的な低下を示すチャージBの2チャージについておもに調べた。この2チャージの化学成分を Table 1に、熱処理、結晶粒度及び室温における引張性質を Table 2に示す。

2.2 実験方法

クリープ及びクリープ破断試験片は、標点距離 30 mm、標点間の直径 6 mm で、ボイラ管の肉厚中心部から管の長手方向と平行に採取した。

破断後の試験片については、破断部及び破断部から 10 mm 以上離れた比較的一様な伸び部の縦割りした面を光

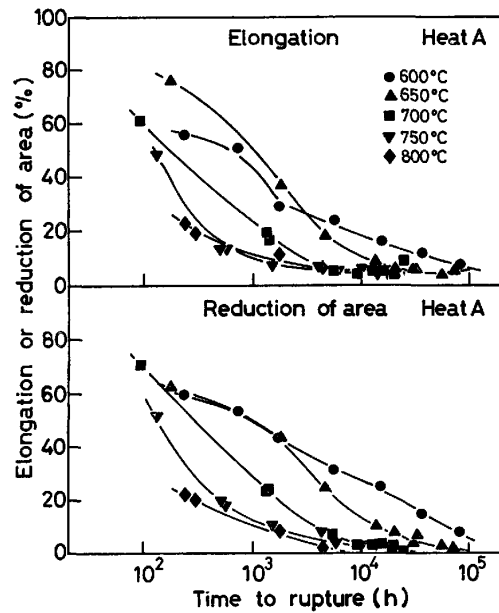


Fig. 2. Elongation and reduction of area at rupture (Heat A).

顕及び走査電顕により観察した。また一様な伸び部から採取した薄膜試料を透過電顕により観察した。

3. 実験結果

3.1 クリープ及びクリープ破断性質

供試材のチャージA及びチャージBについての応力-破断時間曲線を Fig. 1 に示す。応力-破断時間曲線は両チャージとも高温長時間側で下側に曲がり、破断強度は著しく低下する。この破断強度の低下はチャージBに比べ、チャージAにおいてはより短時間側で生じ、またより顕著である。

破断伸び-破断時間及び破断絞り-破断時間線図をチャージAについて Fig. 2 に示す。破断伸び及び絞りは、いずれの温度でも長時間側で低下するが、破断延性の著しい低下を示す時間と破断強度のそれとは対応していない。チャージBも同様の傾向を示している。

応力-最小クリープ速度曲線を Fig. 3 に示す。両チャージの曲線は高温低応力側でやや下側に曲がる傾向を示すものの、Fig. 1 の応力-破断時間曲線に比べ、比較的直線的に推移している。

3.2 クリープ破壊様式

破断した試験片の破断部及び破断部近傍の組織観察により、クリープ破壊様式は、Photo. 1 に示すように粒内クリープ破壊と粒界クリープ破壊とに大別できた。粒界クリープ破壊した試験片には破断部近傍に顕微鏡で観察できる比較的大きな粒界き裂がかなりの数みられるが、破断面から離れたところのような大きな粒界き裂はほとんどみられなくなる。しかし走査電顕観察では、破断面からかなり離れた比較的一様な伸び部においても Photo. 2 に示すような微細な粒界き裂やクリープキャビティが多数みられた。

Photo. 2.a は比較的低温短時間で破断した粒界クリープ破壊の試験片にみられる粒界三重点に生じた楔型のき裂を、Photo. 2.b はより高温長時間の試験片にみられる粒界炭化物界面に生じたクリープキャビティを、そして Photo. 2.c は最も長時間の試験片にみられるき裂、すなわち粒界に析出し、粗大化した σ 相界面に生じ、粒

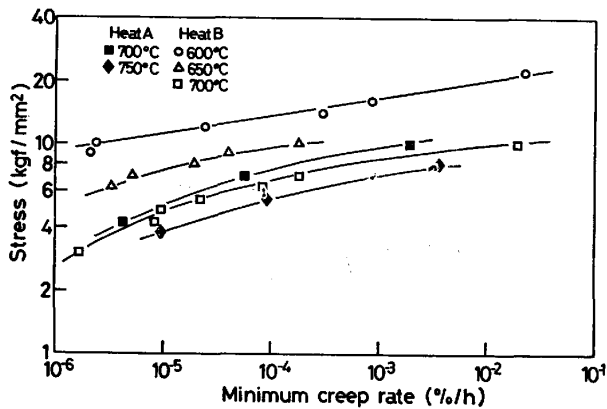
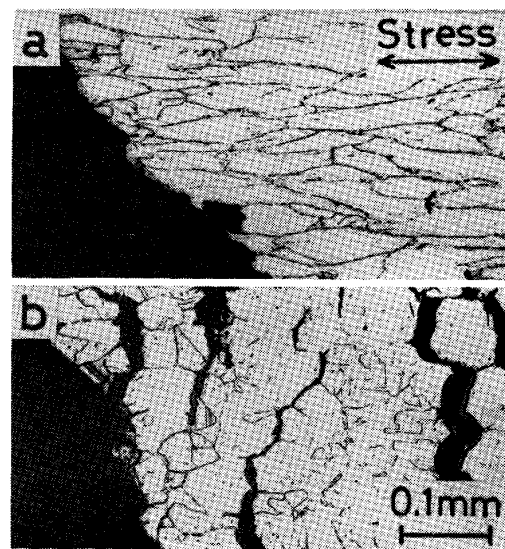


Fig. 3. Stress vs. minimum creep rate curves.

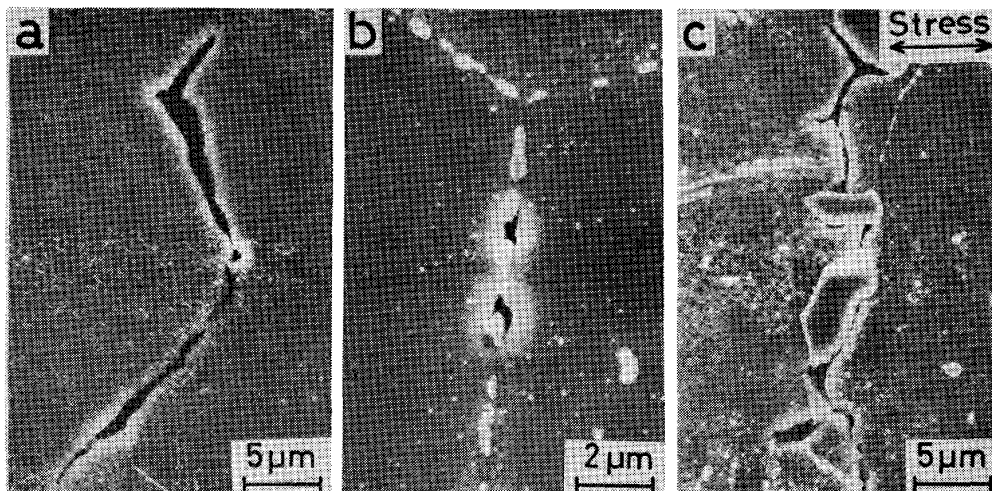
界に沿って成長したき裂を示す。このような微細なき裂やキャビティが成長、合体し、巨視的な粒界き裂を生じ、粒界クリープ破壊を招くと考えられる。従つて、粒界クリープ破壊はその成因別に楔型のき裂による破壊(以後W型の破壊と呼ぶ)、クリープキャビティによる破壊(以後C型の破壊と呼ぶ)、そして σ 相界面に生じた粒界き裂による破壊(以後 σ 型の破壊と呼ぶ)の3種に分けられた。なお、粒内クリープ破壊はT型の破壊と呼ぶことにする。

Fig. 4 に、各破壊様式の領域を応力-破断時間曲線上に記入して示す。チャージA及びBとも高応力、短時間



a) 700°C, 14 kgf/mm²
t_r = 93 h
b) 750°C, 5.4 kgf/mm²
t_r = 4170 h

Photo. 1. Optical micrographs showing ruptured zone (Heat A).



650°C, 12 kgf/mm²
t_r = 4680 h
Wedge-type cracks

700°C, 8 kgf/mm²
t_r = 5550 h
Creep cavities associated with
grain boundary carbide particles

700°C, 4.8 kgf/mm²
t_r = 19600 h
Cracks at sigma/austenite
interface

Photo. 2. Grain boundary cracks and cavities observed in ruptured specimens (Heat A).

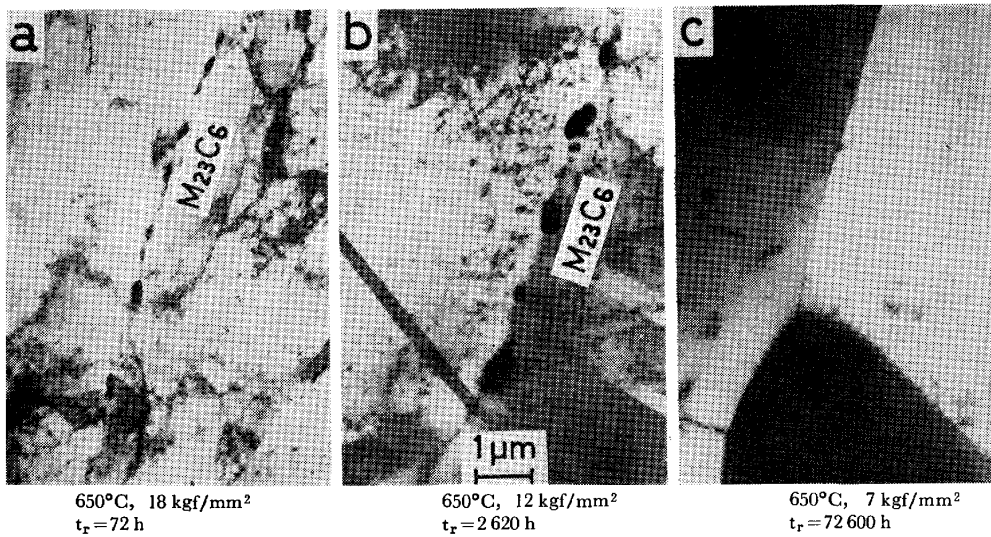


Photo. 3. Change in precipitates on grain boundary with time to rupture (Heat B).

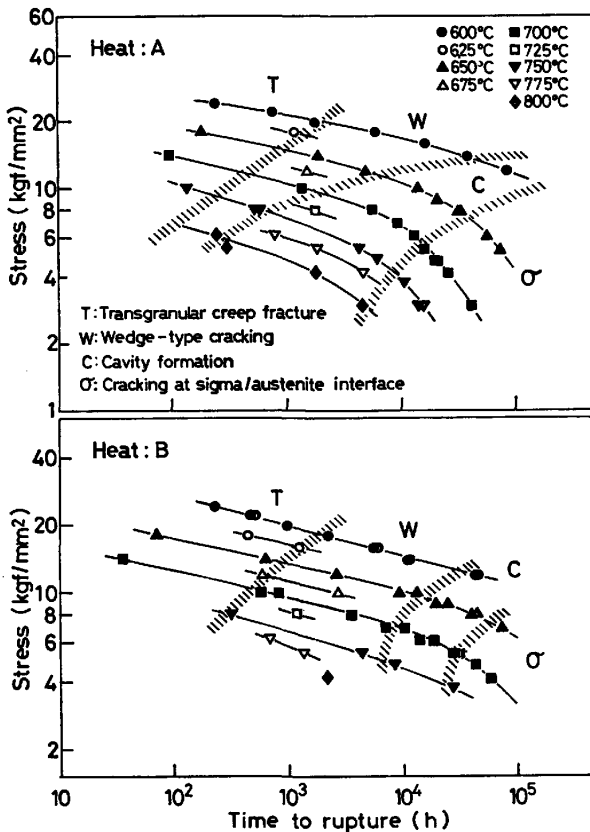


Fig. 4. Creep fracture mechanism maps shown on stress-rupture curves for heats A and B.

破断から低応力、長時間破断になるにつれ、T型、W型、C型、そして σ 型の破断へと移行していく。

破断伸びや絞り (Fig. 2) は、粒内クリープ破壊から粒界クリープ破壊へと移行するにつれ、当然のことながら低下する。

各破壊領域内での応力-破断時間曲線はT型及びW型の領域では直線的であるのに対し、C型の領域に入ると

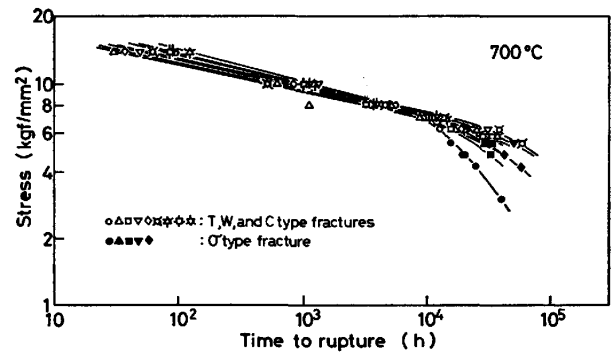


Fig. 5. Creep fracture due to cracking at sigma/austenite interface of nine heats of Type 304 stainless steel.

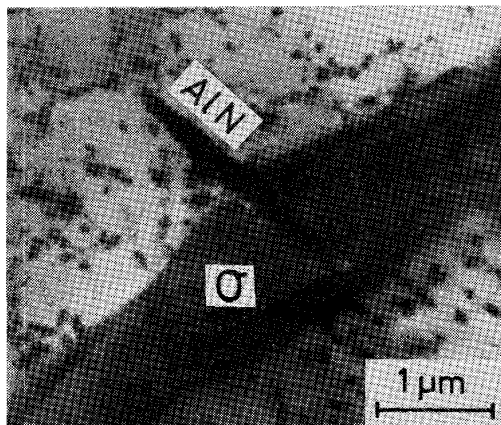
やや下側に曲がる傾向にあり、 σ 型ではさらに下側に曲がり、破断強度は著しく低下している。各破壊様式が変化する境界は、いずれもチャージAの方が高応力、短時間破断側にある。特にW型からC型破壊への高温側の境界が短時間側にある、チャージBに比べW型の破壊の領域が狭く、逆にC型の領域が広がっている。

長時間破断強度を著しく低下させ、実用上大きな問題となると考えられる σ 型の破断への移行について本供試材以外の他のチャージも含めた9チャージの304ステンレス鋼について示したのが Fig. 5 である。低応力、長時間破断では σ 型破断へと移行するに伴い、応力-破断時間曲線は下側に曲がる。チャージにより σ 型破断へ移行する時間はかなり異なり、比較的短時間で移行するチャージは長時間破断強度の低下が顕著で、移行の遅いチャージと大きな強度差を生じている。

3.3 粒界の析出物変化

2チャージとも粒内には微細な四角板状の $M_{23}C_6$ が転位上に密に析出しており、この微細な $M_{23}C_6$ がクリ

ープ変形強度を高めていると考えられた。粒内の $M_{23}C_6$ は高温、長時間加熱により成長して、やや大きくなる傾向にあるが、本研究でクリーブ破断試験を行つた温度、破断時間の範囲内ではいずれも微細にかつ密に分布しており、粒内の析出組織の変化は比較的少なかった。一方、粒界の析出状況の変化は大きい。一例として 650°C における粒界の析出変化を Photo. 3 に示す。比較的短時間のクリーブにより粒界に $M_{23}C_6$ が析出し始め、その数は増加する (Photo. 3. a)。クリーブ時間が長くなるにつれ、 $M_{23}C_6$ は粗大化、凝集し、分布密度は小さくなる (Photo. 3. b)。さらに長時間側になると σ 相が析出し、成長する (Photo. 3. c)。 σ 相が粗大化し、その析出量が増大すると、粒界の $M_{23}C_6$ は σ 相近傍から消失し始める。このような粒界における析出組織の変化過程はチャージ A 及び B とほぼ同様である。両チャージ間にみられる明確な差異は、 σ 相析出後、Al 量の多いチャージ A (Al : 0.047%) には粒界、特に粒界の σ 相に付随して AlN が析出、成長している (Photo. 4) のに対し、Al 量の少ないチャージ B (Al : 0.014%) にお



Heat A, 650°C , 6.2 kgf/mm²
 $t_r = 55\ 300\ \text{h}$

Photo. 4. AlN associated with σ phase on grain boundary.

いては AlN の析出がみられないことである。

4. 考 察

4.1 クリーブ破壊機構領域図

破壊機構領域図として、ひずみ速度と温度軸を用いるもの²⁾や S/E (ここで S は応力、 E はヤング率) と T/T_m (T は試験温度、 T_m は融点で、ともに絶対温度) 軸を用いるもの³⁾ また温度軸に T_m/T を用いるもの⁴⁾ などがあがるが、本研究では X 軸に $1/T$ 、Y 軸に S/E を用いて、クリーブ破壊機構領域図を作成した。チャージ A 及び B について作成したクリーブ破壊機構領域図を Fig. 6 に示す。

T 型及び W 型の破壊の領域では等破断時間曲線は比較的直線的であり、かつ勾配は小さく、曲線は両領域内で同様な傾向をもつ。C 型の領域に入ると等破断時間曲線は下側に曲がり、勾配が大きくなる。 σ 型の領域ではさらに大きな勾配となる。発電用火力設備の技術基準¹¹⁾ の許容引張応力を図中に破線で示したが、チャージ A では 100 000 h 破断応力が約 650°C 以上で、30 000 h 破断応力が約 750°C 以上で許容引張応力より低応力となる。チャージ B においても σ 型の領域での 100 000 h 破断曲線の勾配が大きく、100 000 h 破断応力は高温側で許容引張応力より下回る傾向を示している。

304 ステンレス鋼については FIELDS ら⁸⁾ が既に破壊機構領域図を作成しており、それによると高温クリーブ領域では粒内クリーブ破壊と粒界クリーブ破壊に分け、それぞれの領域内では一定な破断性質をもつとしている。本研究とは異なり、かなり単純化された領域図となっているが、この違いは、FIELDS らが比較的短時間破断のデータのみに基づき領域図を作成したことより生じたのであろう。

許容引張応力以下の実用的な使用条件下では Fig. 6 の領域図より、起こりうる破壊は σ 型のものであることがわかる。 σ 型の破壊の領域では、等破断時間曲線の勾

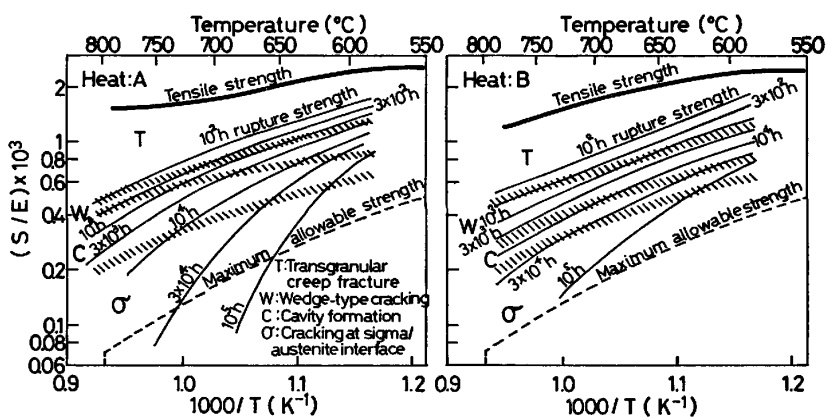


Fig. 6. Creep fracture mechanism maps for heats A and B.

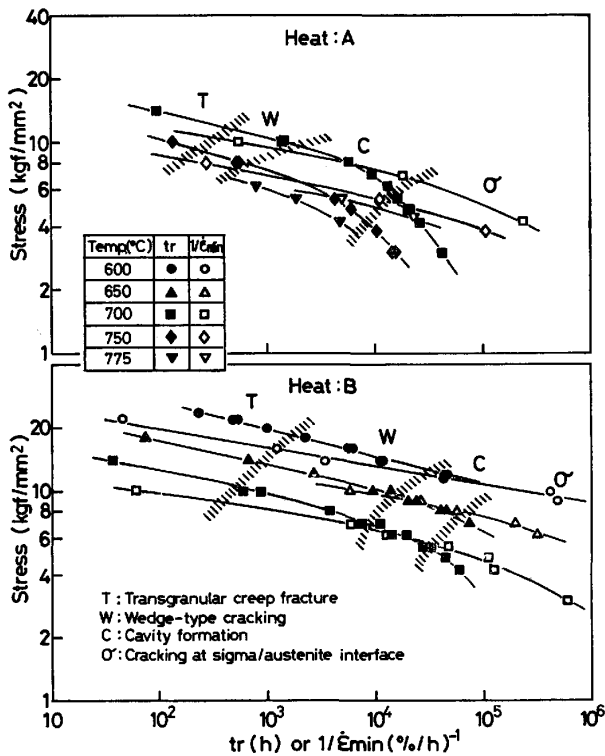


Fig. 7. Comparison of stress dependence of time to rupture with that of minimum creep rate.

配が他の領域と著しく異なるため、他の領域のデータからσ型の領域にある条件への破断時間や破断性質の外挿や推定は困難であり、このような外挿は実際よりかなり高破断強度を推定するので危険である。

4.2 T型、W型及びC型の破壊

T型及びW型の破壊機構に対して提案されているモデルの多くは、これらの領域内での破断寿命はクリープ速度に依存するとしている。例えば、ASHBY¹²⁾は、粒内クリープ破壊に対して(1)式を、WILLIAMS¹³⁾はW型の破壊に対して(2)式を導き出している。

$$t_r = \left\{ \epsilon_n + \left(\frac{1}{1.8} \cdot \frac{m}{m-1} \right) \ln \left(\frac{0.7}{f_v^{1/2}} - 1 \right) \right\} \dot{\epsilon}^{-1} \dots \dots (1)$$

(t_r : 破断時間, ϵ_n : ボイドが核生成するひずみ, $1/m$: ひずみ速度感受性, f_v : 粒内の析出物などの体積分率, $\dot{\epsilon}$: クリープ速度)

$$t_r^2 = \frac{G_{EL} 8 \pi (1-\nu) \gamma}{\mu D^2 \dot{\epsilon}^2} \dots \dots \dots (2)$$

(G_{EL} : 結晶の縁の長さ, ν : ポアソン比, γ : 有効表面エネルギー, μ : 剛性率, D : 結晶粒径)

そこで、T型及びW型の破壊の領域での本実験におけるクリープ速度と破断時間との関係を検討する。Fig. 7に破断時間とクリープ速度の応力依存性を、Fig. 8に最小クリープ速度についてのアレニウスプロットを、そしてFig. 9に破断時間についてのアレニウスプロットを

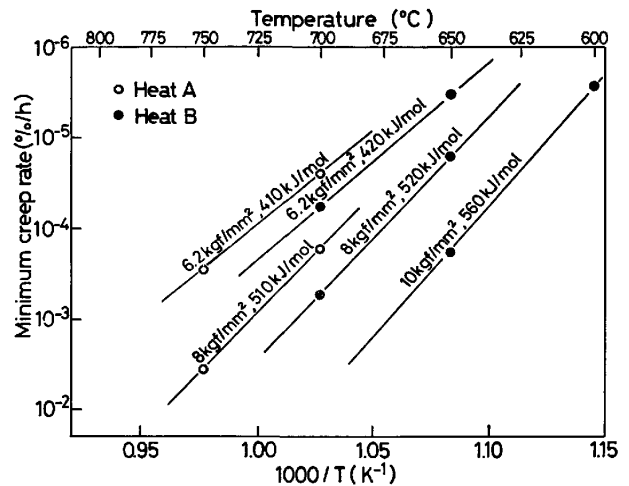


Fig. 8. Arrhenius plots of minimum creep rate for determination of apparent activation energy of creep.

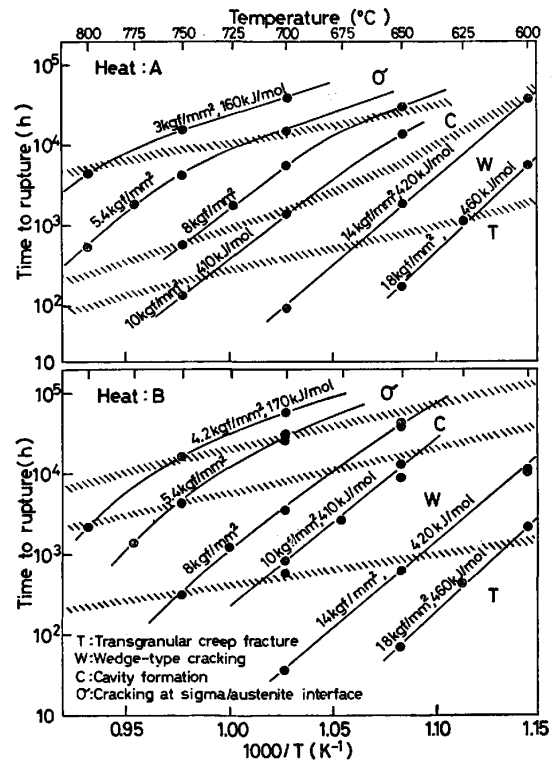


Fig. 9. Arrhenius plots of time to rupture for determination of apparent activation energy of rupture.

示す。応力依存性についてみると、C型及びσ型の破壊領域内では最小クリープ速度と破断時間との間に明らかな差異がみられるのに対し、T型及びW型の破壊領域では両者の差は小さい (Fig. 7)。また温度依存性から求まるクリープの見掛けの活性化エネルギー 410~560 kJ/mol (Fig. 8) に対し、T型及びW型の領域でのクリープ破断の見掛けの活性化エネルギーは 410~460 kJ/mol (Fig. 9) と後述のσ型の破壊領域に比べて非常に近い

値を示している。このように最小クリープ速度と破断時間の応力及び温度依存性はT型及びW型領域では一致しているとはいえないが、その差は小さい。この差を生じる原因としてクリープ中の組織変化の影響、例えば(2)式における ϵ_n や f_v の値の変化や(3)式で一定としている粒界すべりによる変形速度 ($\dot{\epsilon}_{gbs}$) とクリープ速度の比 ($\dot{\epsilon}_{gbs}/\dot{\epsilon}$) が変化することなどが考えられる。従って、この両領域における破断寿命は組織変化などの影響が小さくないとしても、主としてクリープ速度あるいはクリープ速度とほぼ同じ律速過程によつて支配されていると考えてよいであろう。

C型の破壊の領域では破断寿命の応力や温度依存性は一定の値を示さず、遷移的な段階で次の σ 型の破壊へと移行するので、どのような機構によつて律速されているのか推定するのは困難である。しかし、この領域での破断寿命はクリープ速度との関連がなくなってくることから、少なくともRAJ¹⁴⁾¹⁵⁾らが提案しているクリープキャビティの累乗則成長 (power-law growth) による破壊は当てはまらない。

T型からW型の破壊へ、及びW型からC型の破壊へと移行する境界についてチャージAとBを比較すると、特にW型とC型の境界にチャージ間に大きな差異がみられ、チャージAでは試験温度が高くなるに従い、高応力短時間側に境界があり、W型の破壊の領域が狭いのに対し、チャージBでは低応力長時間側に境界があつてW型破壊の領域が広い。この原因としてチャージBの方が結晶粒がやや大きく、粒界すべりが大きいため粒界三重点での応力あるいはひずみの集中が大きくなつてW型破壊を生じやすいこと、またチャージAの方がSn等の粒界に偏析する不純物量が多く、クリープキャビティの核生成が容易でC型破壊を生じやすいなどが考えられるが、明らかではない。

4.3 σ 型の破壊

MILLER ら⁴⁾は316ステンレス鋼について、各種破壊機構に対応する比較的単純化した破壊寿命の計算式に基づき、破壊機構領域図を作成している。それによると、最も低応力側ではクリープキャビティの粒界拡散成長による破壊だとしている。この破壊に対するモデルでは、試験開始時にクリープキャビティが核生成していると仮定し、破断寿命に対し次式^{3)16)~18)}の関係を与えている。

$$t_r \propto S^{-1} \exp(Q_{gb}/RT) \dots\dots\dots (3)$$

(Q_{gb} : 粒界拡散の活性化エネルギー, R : ガス定数)

本供試鋼の σ 型破壊の領域におけるクリープ破断の見掛けの活性化エネルギーは、チャージAでは160 kJ/mol (Fig. 9) チャージBでは170 kJ/mol (Fig. 9) まで低

下しており、304ステンレス鋼の粒界拡散の活性化エネルギー ($Q_{gb} = 195 \text{ kJ/mol}^{20)$) と近似している。また $t_r \propto S^{-n'}$ における n' は、チャージAでは約1.4、チャージBでは約2まで低下している。(3)式の応力指数1とはやや異なるが、他の破壊モデル^{12)~15)19)}の n' よりは近い値となつている。しかしこの(3)式が得られるモデル^{3)16)~18)}においては球状のクリープキャビティを仮定しているが、 σ 型破壊の領域では粒界に沿つたき裂状を呈しており、キャビティの形態は仮定と合致していない。

σ 型破壊の過程として、まず粒界に σ 相が析出・粗大化し、 σ 相界面にクリープキャビティが生成する。このキャビティが粒界に沿つて成長し、き裂状となり、さらに成長連結合体し、大きな粒界き裂となり、破壊を生じると考えられる。 σ 相界面に生成するキャビティの核生成までの時間が破断時間に対し十分短い場合、例えば σ 型の領域内で十分長時間で破断する場合などは、破断寿命はこれらキャビティの成長により支配されるであろう。またこの成長の機構は必ずしも明確ではないが、少なくとも粒界拡散によつて律速されると考えてよいであろう。

C型から σ 型破壊への移行の時期 (Fig. 4), σ 型領域での破断強度 (Fig. 5) や破断延性 (Fig. 2) はチャージによりかなり異なつている。特にチャージAは σ 型破壊への移行が早く、また σ 型の破壊領域での破断強度の低下が著しい。チャージAはBに比べるとSnなどの不純物が多いが、Fig. 5の9チャージの中ではAl量を除くと特に不純物量が多くはない。チャージAのAl含有量は、0.047%であるが、他は0.015%以下であり¹⁹⁾、チャージAのみにAINの析出が粒界にみられ、その多くはPhoto. 4に示したように粒界の σ 相に付随していた。 σ 相とAINとの界面のぬれ性はよくないであろうし、またPhoto. 4にみられる形態からして、クリープ下では σ 相とAINとの界面に応力集中が生じるであろう。そのため、このAINが σ 相界面にキャビティを早期に生じさせると考えられる。

5. 結 言

ボイラ管用304ステンレス鋼の長時間クリープ破断データ及び破断試験片を用い、クリープ破壊機構領域図を作成した。さらに各クリープ破壊機構領域内での破断特性及び微細組織との関係を検討し、次の知見を得た。

1) 304ステンレス鋼の破壊機構は高応力、短時間破断から低応力、長時間破断になるにつれ、粒内クリープ破壊、楔型き裂による粒界破壊、クリープキャビティに

よる粒界破壊, そして σ 相界面に生じるき裂による粒界破壊へと変遷する.

2) 粒内クリープ破壊及び楔型き裂による破壊の領域では, 応力-破断時間曲線は直線的であり, また破断寿命はおもに最小クリープ速度に依存している.

3) σ 相界面き裂による破壊は実用の温度, 応力条件下で起こり得る破壊機構であるが, この領域内では破断強度は著しく低下する. また破断寿命は, おもに σ 相界面に生じたキャビティの粒界拡散成長によつて支配されると考えられる.

4) σ 相界面き裂による破壊へ早期に移行させ, またこの破壊の領域における破断強度の低下を著しくさせる原因として粒界の σ 相に付随して析出している AlN が考えられた.

文 献

- 1) 及川 洪: 日本金属学会会報, 17 (1978), p.875
- 2) P. J. WRAY: J. Appl. Phys., 40 (1969), p. 4018
- 3) M. F. ASHBY and R. RAJ: The Mechanics and Physics of Fracture, Metals Society/Institute of Physics Joint Meeting, Cambridge (1975), p. 148
- 4) D. A. MILLER and T. G. LANGDON: Metall. Trans. A, 10A (1979), p. 1635
- 5) M. F. ASHBY, C. GANDHI, and D. M. R. TAPLIN: Acta Metall., 27 (1979), p. 699

- 6) C. GANDHI and M. F. ASHBY: Acta Metall., 27 (1979), p. 1565
- 7) Y. KRISHNA MOHAN RAO, V. KUTUMBA RAO, and P. RAMA RAO: Script. Met., 13 (1979), p. 851
- 8) R. J. FIELDS, T. WEERASOORIYA, and M. F. ASHBY: Metall. Trans. A., 11A (1980), p. 333
- 9) 新谷紀雄, 横井 信, 京野純郎, 九島秀昭: 学振耐熱金属材料委員会研究報告, 21 (1980), p. 263
- 10) 金属材料研クリープ試験部: NRIM Creep Data Sheet No. 4A (1978)
- 11) 通産省資源エネルギー庁: 発電用火力設備の技術基準 (1979), p.128 [火力発電技術協会]
- 12) M. F. ASHBY: Report No. CUED/C/MATS/TR. 34, Cambridge University Engineering Department, (1977)
- 13) J. A. WILLIAMS: Phil. Mag., 15 (1967), p. 1289
- 14) W. PAVINICH and R. RAJ: Metall. Trans. A, 8A (1977), p. 1917
- 15) R. RAJ: Acta Metall., 26 (1978), p. 341
- 16) D. HULL and D. E. RIMMER: Phil. Mag., 4 (1959), p. 673
- 17) R. RAJ and M. F. ASHBY: Acta Metall., 23 (1975), p. 653
- 18) R. RAJ, H. M. SHIH, and H. H. JOHNSON: Script. Met., 11 (1977), p. 839
- 19) N. G. NEEDHAM and T. GLADMAN: Met. Sci., 14 (1980), p. 64
- 20) W. ASSASSA and P. GUIRALDENG: Met. Sci., 12 (1978), p. 123