

© 1987 ISIJ

鉄ぐるみ法によるタンゲステン線強化コバルト基耐熱合金の製造とクリープ破断特性

論文

新井 隆*・小林 敏治*・板垣 孟彦*
小池喜三郎*・佐久間信夫*

Production of Tungsten Wire Reinforced Cobalt Base Superalloys by Vacuum Casting and Their Creep Rupture Properties

Takashi ARAI, Toshiharu KOBAYASHI, Takehiko ITAGAKI,
Kisaburo KOIKE and Nobuo SAKUMA

Synopsis :

For improving endurance temperature of superalloys, an investigation was carried out into mould conditions of vacuum casting procedure and into fabrication conditions of tungsten fibre reinforced cobalt-base superalloys.

Creep testing was performed for the test-pieces, which were prepared by the method found to be the optimum in the above experiment. The tungsten wire was 1 mm in diameter and the matrix alloy was X-45 or its modification with respect to tungsten content. The fibre content was 50%. The strength of the composites was considerably lower than that expected from the combination of the wire and the matrix when the tungsten content in the matrix was low. This was due to the partial dissolution of the wire into the molten alloy during casting.

The effect of the thermal degradation of the wire during fabrication on the strength of the composite decreased with the increase in testing period, because the rate of decrease in the wire strength was smaller for the wire which had once experienced a high temperature as compared with the wire which had not. Although nickel-induced recrystallization was not observed, growth of reaction zones as well as formation and growth of voids proceeded during creep testing. Their effect on the strength of the composite was possible.

Key words: composite material; tungsten wire; superalloy; creep strength; nickel-induced recrystallization; lost-wax investment casting.

1. 緒 言

航空機用ジェットエンジンなどの高温構造部材としての耐熱合金の耐用温度を上昇させるために、従来いろいろの手段が研究されてきたが、タンゲステン繊維強化耐熱合金の開発研究もその一つで、欧米を中心に以前から行われてきた。その研究目標は、繊維とマトリックスとの両立性を考慮した上で、それぞれの改良あるいは開発に向けられてきたといえる。

複合化の方法としては、固相接合法（熱間圧延、粉末冶金^{1,2)}）および液相接合法（溶浸³⁾、真空鋳造⁴⁾）が検討されてきた。このうち真空鋳造法⁴⁾は小型かつ複雑な形状たとえばタービンブレードなどを製造する最も経済的な方法⁵⁾であるが、成形温度が高くなるためW繊維の強度劣化、およびW繊維の溶融マトリックス合金中への

溶けこみによる脆性反応層の生成などによる劣化が大きいのが欠点とされている。

しかるに溶けこみによるW繊維の複合材中の体積率の減少あるいはマトリックス組織の変化などが複合材のクリープ破断強度におよぼす影響について、定量的に取り扱われた例は少ない。

そこで本報では真空鋳造法（著者らは本方法の内容をより正確に示すものとして鉄ぐるみ法と呼ぶ）に対する再評価として本方法の欠点とされている上記の現象に焦点を当てた検討を行つたものである。

2. 実験方法

2.1 構成要素（強化材およびマトリックス）

強化材には市販の白熱灯用ドープW線（北海タンゲステン工業（株）製）で、直径 1 mm の線引加工線を用いた。

昭和 60 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 61 年 9 月 19 日受付 (Received Sep. 19, 1986)

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

Table 1にその不純物の組成を示す。

マトリックスとしてはCo基超耐熱合金のX-45のW含有量(7%)を前後に各2とおりづつ増減させた計5種類の組成(Table 2)を用いた。

2・2 複合材(クリープ破断試験片)の成形

ロストワックス鋳型(Photo. 1)の中心にW線束がくるようにセットし(束の両端部に設けたガイドによる),真空高周波溶解炉中でこの鋳型を予熱しマトリックス合金溶湯を鋳込むことにより試験片を作製(同時に6本)する。凝固後炉冷して得た鋳造ツリーもPhoto. 1に示した。鋳ぐるみ成形条件の最適化は、実際のクリープ破断試験片を成形することにより行つた。

2・3 クリープ破断試験

複合材とマトリックス合金素材とは1000°Cの大気中で試験した。試験片(平行部:径6mm,長さ36mm)の縦断面および平行部の横断面をPhoto. 2に示す。W線部の体積率(以下 V_f と略す)はとくに断らない限り

Table 1. Chemical composition of trace components in tungsten wire (ppm).

K	Al	Si	Fe	Mo	Cu	Ni	Cr	Ca	Mg	Na
40	10	20	30	25	2	2	2	10	1	5

Table 2. Chemical composition of matrix alloys (wt%).

	C	Cr	Co	W	Ni	B	Si	Mn
X45-O	0.25	25.5	bal.	—	10.5	0.01	1	0.5
X45-U	"	"	"	3	"	"	"	"
X45-std	"	"	"	7	"	"	"	"
X45-Y	"	"	"	15.5	"	"	"	"
X45-Z	"	"	"	20.5	"	"	"	"

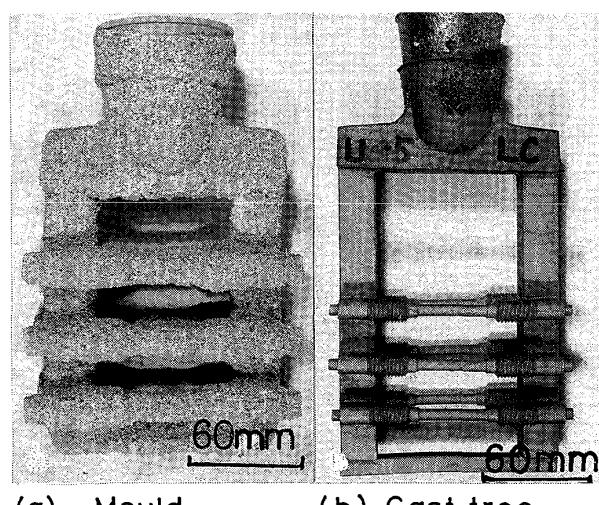


Photo. 1. A lost wax mould and a cast tree.

0.51とした(Fig. 2に0.36の場合を示した)。

W素線試験片の平行部(径0.5mm,長さ5mm)は苛性ソーダ水溶液による電解研磨法で調整し(Photo. 3),真空槽内の直荷重方式により1000°Cで試験した。

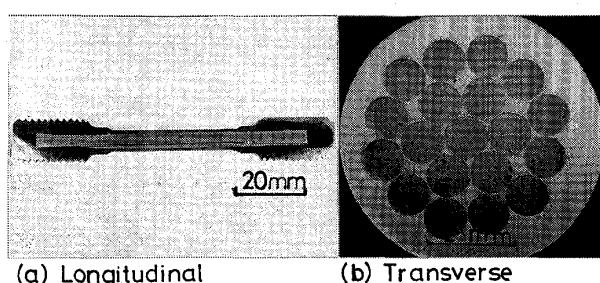
3. 実験結果と考察

3・1 成形条件の最適化

本方法による成形性の良否は溶湯の流動性,溶湯とW線との濡れ性あるいは鋳型の形状・寸法などに依存する。

流動性には溶湯の脱酸の効果が大きい⁶⁾。そこで脱酸剤(SiおよびMn)の量を変えた铸造性実験をPhoto. 1の鋳型を用いて行い,良好な流動性が得られた最低量からTable 2に示す量を決めた。濡れ性については従来の研究⁴⁾などによつても問題とされていないので本報告でもとくに検討はしなかつた。鋳型の形状および寸法については押湯と湯道の量,堰の大きさと取付け位置などの変更を繰り返して最良の結果を得た。また湯道と試験片が平行になる縦型の鋳型⁴⁾では,肉厚の湯道部が試験片部より遅れて凝固する時,試験片が湾曲するため横型にした。

X-45合金(以下X45-stdと略す)をマトリックスとし横型鋳型を用い,鋳込温度(以下 T_p と略す)と鋳型



(a) Longitudinal

(b) Transverse

Photo. 2. Longitudinal and transverse section of the composite test pieces for creep rupture tests.

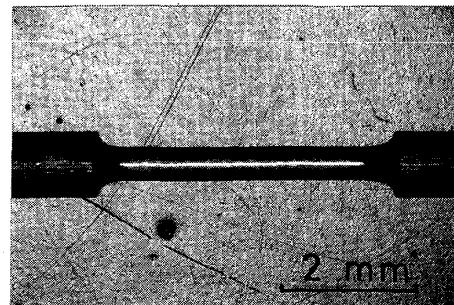


Photo. 3. Tungsten single wire creep rupture test piece.

予熱温度（以下 T_m と略す）の組合せを変えクリープ破断試験片を作製し、成形性の良否を外観および顕微鏡により判定した (Fig. 1)。組成の異なるマトリックス合金では、流動性に多少差が生ずる可能性があるので中間の組成を持つ X45-std を用いて他のマトリックスの場合を類推することにした。

良好な接合の得られる組合せを○印（その範囲に斜線を施した）、接合不十分を△印、そして温度条件が高すぎてW線の溶けこみが多かつた場合を□印で示した。

加工したW線は、焼鈍することによりその強度が低下する。実際の成形条件に若干のばらつきがあつた場合も考慮し、良好範囲内から T_p/T_m が $1600^{\circ}\text{C}/1200^{\circ}\text{C}$ と $1550^{\circ}\text{C}/1250^{\circ}\text{C}$ の 2 とおりの組合せ（●印）をクリープ破断試験片用の成形条件と決めた。

3・2 クリープ破断寿命

$1600^{\circ}\text{C}/1200^{\circ}\text{C}$ （白抜きマーク）と $1550^{\circ}\text{C}/1250^{\circ}\text{C}$ （黒くぬりつぶしたマーク）の組合せで成形した複合材とマトリックス合金および受入れW線の 1000°C での応力-破断時間（以下 $\sigma-t_r$ と略す）曲線を Fig. 2 に示す。 T_p/T_m の違いはマトリックス合金および複合材の寿命に影響を与えていない。一方、マトリックス合金はW濃度が増加すると寿命は増加し、複合材の寿命も増加する。しかしあつともW濃度の高いマトリックス、X45-Z の長時間寿命と、その複合材の寿命は低下している。

3・2・1 成形時のW線の劣化

複合材の $\sigma-t_r$ 曲線の傾斜は、受入れW線のものよりもくらか小さい。複合材の強さはW線の強さに大きく依存するとの考えからすれば、成形中にW線の特性が変化したと考えられる。第一に考えられるのが成形時の高温によるW線の強度の劣化である。これを知るには複合材中のW線の強さを実測するのが理想的であるが、技術的

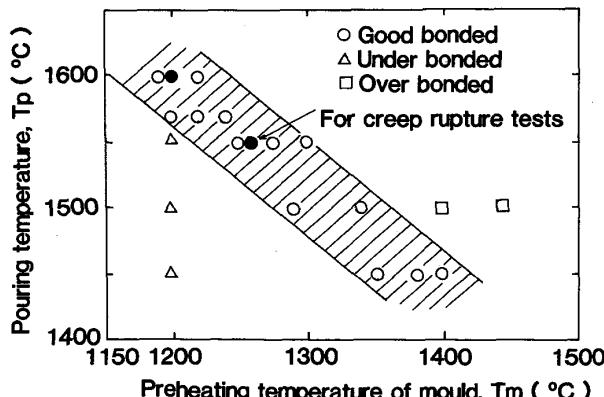


Fig. 1. Determination of the combination of pouring temperature/pre-heating temperature of the mould for good fabrication.

に困難である。そこで成形時の鋳型表面温度を測定し、これに相当する加熱を与えたW素線の強さを測定する方法をとつた。

鋳込み直後に温度は上昇してほぼ 1 min で最高値を示し、 T_m まで冷却するのに約 5 min 要する。この最高温度は 2 とおりの成形条件の平均でほぼ 1270°C ($1600^{\circ}\text{C}/1200^{\circ}\text{C}$ の方が若干高い) であつた。鋳型材の熱伝導度が小さいことを考慮すれば真の温度はこれより高いだろう。成形中の温度履歴に相当する加熱条件として、 $1300^{\circ}\text{C}, 5 \text{ min}$ 保持と仮定した。

Fig. 3 に受入れ状態および 1200°C から 1500°C までの温度で各 5 min 烧鈍したW線の 1000°C でのクリープ破断寿命を示す。 1200°C の焼鈍によつても強度の低下は明らかで、さらに焼鈍温度が上昇するとともに低下は著しくなる。しかし 100 h 以上の長時間側ではその差は縮まる傾向がある。前述 (Fig. 2) した複合材の $\sigma-t_r$ 曲線の傾斜が小さいのは焼鈍W線いいかえれば複合材中のW線のクリープ破断強度が反映したものだろう (後述)。

Fig. 2 中に X45-Y マトリックスを用いた複合材（以下 X45-Y/W のように略す）を $1500^{\circ}\text{C}/1400^{\circ}\text{C}$ の組合せで成形した場合（★印）について示しているが、W線の強度がより劣化したことがわかる。しかしこの試料は W 線の溶けこみがかなりみられたのもので (Fig. 1), V_f の減少による劣化も加わっている (Fig. 2 中には X45-Y/W で $V_f = 0.36$ と少なくした場合の強度がかなり低下することを×印のデータで示している)。

3・2・2 クリープ破断試験中の複合材の劣化

複合材の $\sigma-t_r$ の曲線には長時間側でとくに不連続の

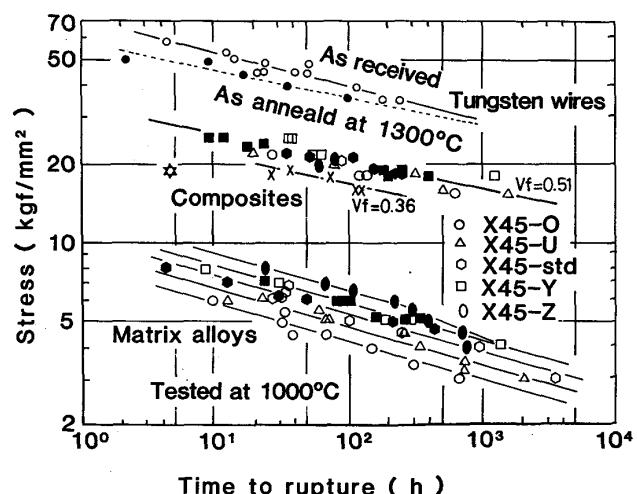


Fig. 2. Stress vs. time-to-rupture of the matrix alloys, tungsten wires and the composites on creep-ing at 1000°C .

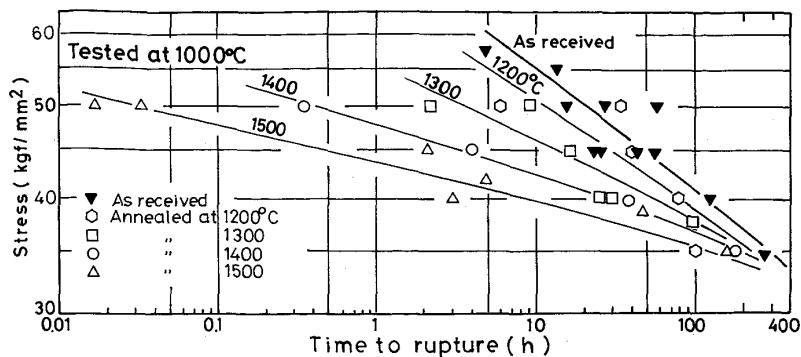
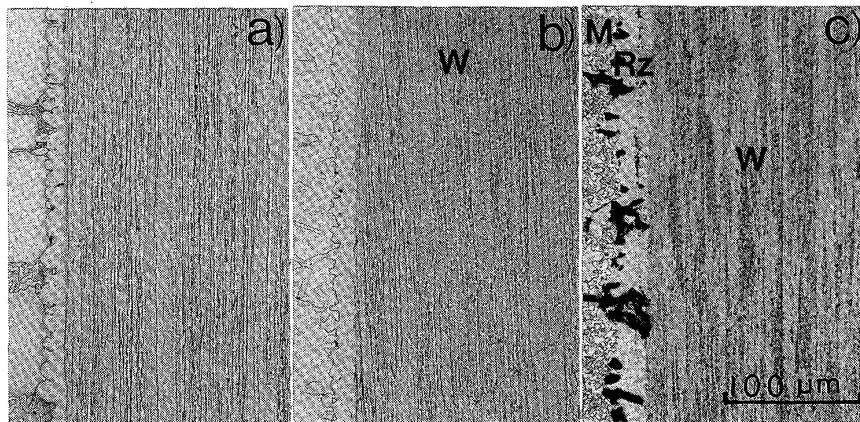


Fig. 3. Stress vs. time-to-rupture of the tungsten wires received and annealed from 1200°C to 1500°C at 1000°C.



変化は認められず (Fig. 2), 今回の試験の範囲では急激な劣化は起こらなかつたことがわかる。

(1) Ni 誘起再結晶現象^{7,8)}による劣化

W繊維強化耐熱合金で使用中に起こる劣化のうち最も問題とされるのがW線のNi誘起再結晶による劣化であり, Ni基合金マトリックスを用いた場合についてPETRASEKら⁹⁾が報告している。X45-Y/Wのクリープ破断後(1299 hまで)の平行部縦断面のW線部(Photo. 4)には組織変化, とくにNi誘起再結晶が起つた微候はみられない。著者らはいくつかのW合金線のNi誘起再結晶について研究を行つており, 本報で使用しているドープW線の表面にNiめつきを施し, 1000°Cで1000 h加熱するとW/Niの界面からW線の内部への等軸再結晶粒の生成が認められ, その部分の容積率は15%にも達している(Photo. 5のRx部)。

今回の実験では, Ni誘起再結晶は破断強度あるいは顕微鏡組織のいずれによる検討からも認められなかつた。これはマトリックス合金の組成がいずれもNi量としては10%と少ないCo基合金であつたためと考えられる。同様の結果は, AHMADら⁴⁾の改良したマトリックス合金, Mar-M322Eを用いた複合材においても認められている。

(2) 複合材の組織の変化

X45-Y/Wの破断近傍の横断面の組織(Photo. 6)に

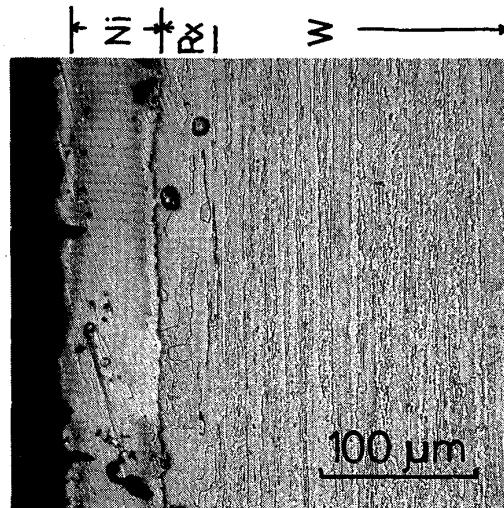
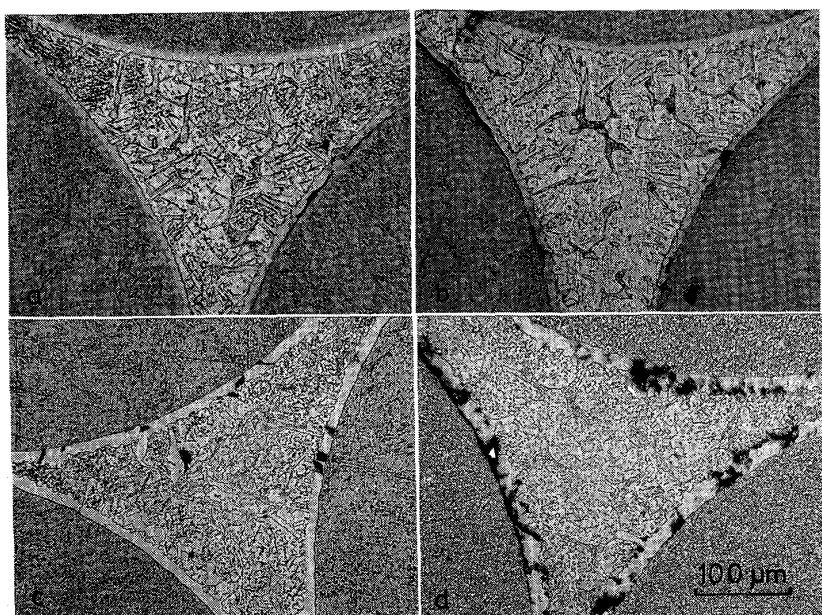


Photo. 5. Microstructure of equi-axed recrystallized layer (Rx) formed at the interface of nickel plated tungsten wire heated for 1000 h at 1000°C.

よれば, W線表面に生成した反応層(Photo. 4 a)は試験中に成長し, 1299 h後には2倍の厚さ(20 μm)になつてある。このような脆性反応層は微細クラックを生じ複合材の強度を減少させるが¹⁰⁾, 厚さの影響が大きくなる程度の厚さまではむしろ強度を増加させるともいわれている¹¹⁾。AHMADら⁴⁾はNi誘起再結晶がみられなかつたので複合材強度の劣化は脆性反応層の微細クラック



a : For 15 h b : For 74 h
c : For 395 h d : For 1 299 h

Photo. 6. Microstructures of the X45-Y/W composites ruptured after holding for 15, 74, 395 and 1 299 h at 1 000°C.

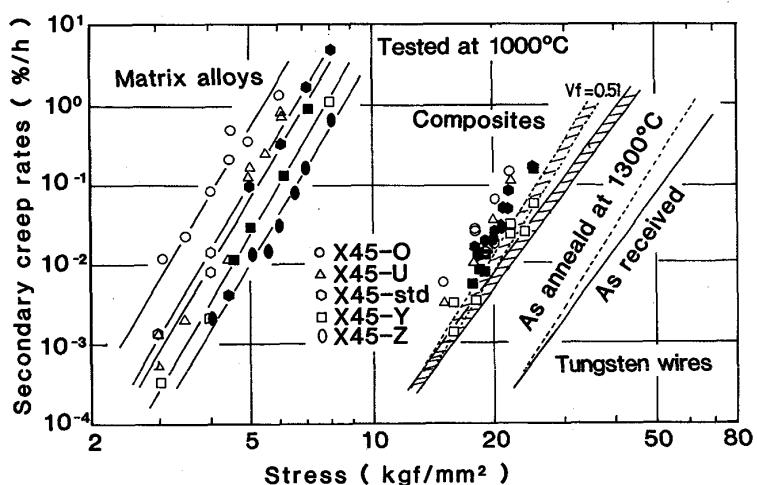


Fig. 4. Stress vs. secondary creep rates of the matrix alloys, tungsten wires and the composites, and their predicted values (hatched bands).

によるとしている。

またマトリックス中には粗大あるいは微細析出物がみられその形態は時間とともに粒状化する傾向が認められ、長時間寿命には好ましいであろう。AHMAD ら⁴⁾はマトリックス組成の改良の一つのポイントは、既存合金(Mar-M322)のC量(1%)を0.3%に減少することによりセル状炭化物を粒状に変えたことにあると述べている。

長時間試験後破断した複合材(Photo. 4c))の反応層(Rz)/マトリックス(M)界面にカーケンダール機構によるボイドが生成しているのが認められる。このボイドと連続してマトリックスあるいは反応層中にクラックが発生しているのがわかる。また反応層を2層に区別するように微細なボイドの列が並んで生成している。

以上観察したようにクリープ過程中には、反応層の成

長、マトリックス組織の形態上の変化および界面でのボイドの生成などがみられ、それぞれ複合材の強度に影響を与えていた可能性を示した。

3・3 応力と2次クリープ速度

Fig. 4にマトリックス合金および複合材について、応力-2次クリープ速度(以下 $\sigma - \dot{\epsilon}_{II}$ と略す)の実測値(1 600°C/1 200°Cの場合を白抜きカーブ、1 550°C/1 250°Cの場合を黒くつぶしたマーク)を示した。成形条件は、破断寿命の場合と同様にマトリックスの強さには影響していないが、複合材に対しては認められる(X45-std/WとX45-Y/Wの場合のみ)。またマトリックス合金の強さに対応した複合材の強さの変化がより明確に認められるようになった。

3・3・1 実測値と複合則による計算値との比較

D. L. McDANEL ら¹²⁾は連続繊維複合材の定常クリー

複合材における応力を示す式をつぎのように提案した。複合材がクリープ変形するとき、マトリックスと繊維が同じひずみ速度で変形するとすれば、両者の応力分担はそのひずみ速度に対応するそれぞれの応力に依存すると考えられる。一方、各要素のクリープ過程は $\dot{\epsilon} = K \cdot \sigma^n$ で表されることから引張りの複合則を拡張してクリープ変形時における応力はひずみ速度の関数として(1)式のように表現できる。

$$\sigma_c = k_1 \cdot V_f \cdot \dot{\epsilon}_c^{1/p} + k_2 (1 - V_f) \cdot \dot{\epsilon}_c^{1/q} \dots \dots \dots \quad (1)$$

この複合則を用い複合材の計算強度を求め、Fig. 4 にプロットした実測値と比較する。しかし著者らの行つたW素線のクリープ破断試験は伸びの測定ができないので、W線の $\dot{\epsilon}_{II}$ が得られない。そこで B. HARRIS ら¹³⁾ が 1000°C 近傍で求めた $\sigma-t_r$ と $\sigma-\dot{\epsilon}_{II}$ の関係を用いて推定した。

Fig. 4 に受入れW線(実線)と前述した仮定による 1300°C, 5 min 烧鈍したW線(点線)の $\sigma-\dot{\epsilon}_{II}$ をそれぞれ追記した。この受入れおよび焼鈍W線の $\sigma-\dot{\epsilon}_{II}$ と、5種類のマトリックス合金の $\sigma-\dot{\epsilon}_{II}$ とから(1)式により求めた複合材の計算強さをそれぞれ2本の実線と点線からなるバンドとして斜線を施して示した。複合材の実測値は、この実線のバンドよりかなり下まわっている。一方、点線のバンドと比較すると 1600°C/1200°C で成形した X45-Y/W のみがほぼ匹敵する強度を示している。

この点線のバンドで示した値は複合材中のW線の強さ(近似)とマトリックス合金の強さとにより求めた理論上の強さであり、これに実測値が一致するということは成形時の複合材の劣化は成形温度によるW線の劣化のみによるということである。しかし今回の実験では、複合材中のW線の t_r および $\dot{\epsilon}_{II}$ の値には前述したように多少の誤差が考えられるので、実測値と計算値との絶対的比較はあまり意味がない。したがつてW線の強度劣化以外の界面あるいはマトリックスの組織に起因する劣化についての定量的な取扱いはできない。

著者らが、かなり良い近似として仮定した成形時の最高到達温度の 1300°C に相当する温度として AHMAD ら⁴⁾ は W 線の温度を直接測定することにより 1220°C であったと述べている。これは彼等の V_f が 0.42 であり著者らの 0.51 より小さいため、成形条件を低めに設定(1490°C/1050°C) できたからであろう。

成形温度が低くできれば、W線の劣化は少なくなる。Fig. 4 の実線バンドと点線バンドの傾斜を比較すると、高応力(短時間)側では成形温度による劣化があるが低応力(長時間)側では劣化の影響はなくなつていることがわかる。この時の応力は 15 kgf/mm² で、破断時間に

すると数千時間(Fig. 2)程度である。すなわち成形時の温度による劣化は長時間側では問題とならないといえる。

ここで Fig. 2 に 1300°C, 5 min で焼鈍したW線の $\sigma-t_r$ 曲線を追記すると、複合材の傾斜に一致していることがわかる。

3・3・2 マトリックス合金組成の影響

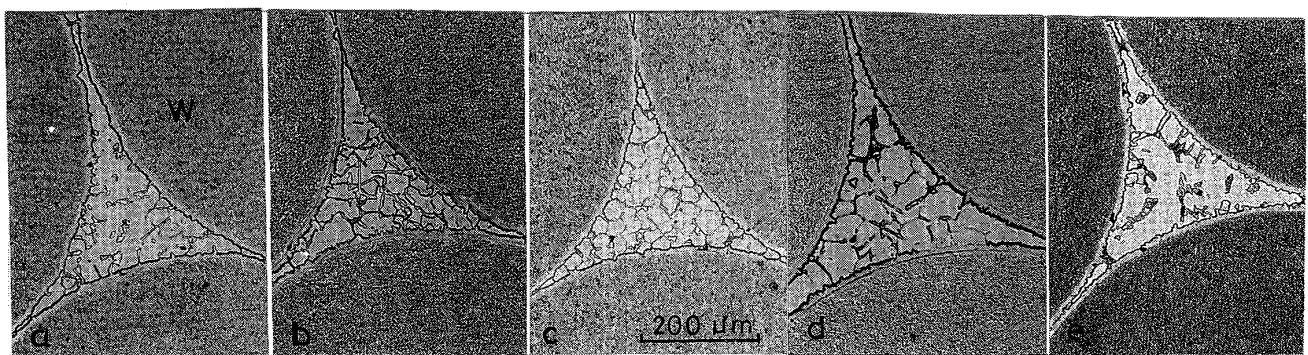
マトリックスの異なる複合材の $\dot{\epsilon}_{II}$ は、それぞれのマトリックスの $\dot{\epsilon}_{II}$ の変化にかなり明確に対応している(Fig. 4)。そして複合材の実測値は最も弱い X45-O/W から最強の X45-Y/W までかなり大きな幅で異なる。前述したように実測値と計算値の絶対比較は不可能だとしても、実測値の幅は少なくとも計算値のバンドの幅と一致しなければならぬ。とくに X45-O/W の強度劣化が大きく、また最強であるはずの X45-Z/W の強度が弱い。これらの結果は複合則から考えれば矛盾しており、複合材に何か特異な現象が起つたと考えられる。

以下その理由について検討する。5種類の複合材の成形状態(Photo. 7)およびほぼ 60 h 前後の破断時間を示した試料(Photo. 8)について、W線束の中心部を観察すると、すべてに共通して 10 μm 程度の反応層が W 線表面に形成され(Photo. 7)，またマトリックス内部には析出物がみられる。そして使用したマトリックス合金の W 濃度の差に関係なく極めてよく似ている組織である。

X45-U/W (Photo. 7 b) の W 線/マトリックス界面を EPMA で走査分析したところ (Fig. 5)，反応層と析出物とは W 濃度が高い点で似ているが、X線回折の結果と総合すると反応層は金属間化合物の μ 相 (Co_7W_6 を主体とし Ni と Cr が固溶している)，析出物は M_6C 型の炭化物であつた。また他の複合材も全く同じであつた。マトリックス合金にもともと W を含まない X45-O/W 中のマトリックスも同じ組織であることから、W線の溶けこみがかなりあつたことを示している。しかし W 線束の外周のマトリックスには、そのごく周辺(約 70 μm) 以外にはこのような多量の溶けこみは認められない。

ここで W 線束の内部のマトリックス部分の平均 W 濃度を、各組織(μ , M_6C および γ)の W 濃度 (EPMA の走査チャートから分析して求めた) とその顕微鏡視野での面積率とから求めるとほぼ 27% に達する。すなわち X45-O/W ではこの 27% の全部が W 線から溶けこみ、以下 W 濃度の多いマトリックス合金ほど溶けこみ量が少くなり X45-Z/W では 6% に過ぎないことになる。

W 線が溶けこむことにより V_f は減少する。27% の溶



a: X45-O/W b: X45-U/W c: X45-std/W d: X45-Y/W e: X45-Z/W
Photo. 7. Microstructures of all kinds of the composites fabricated at 1600°C/1200°C.

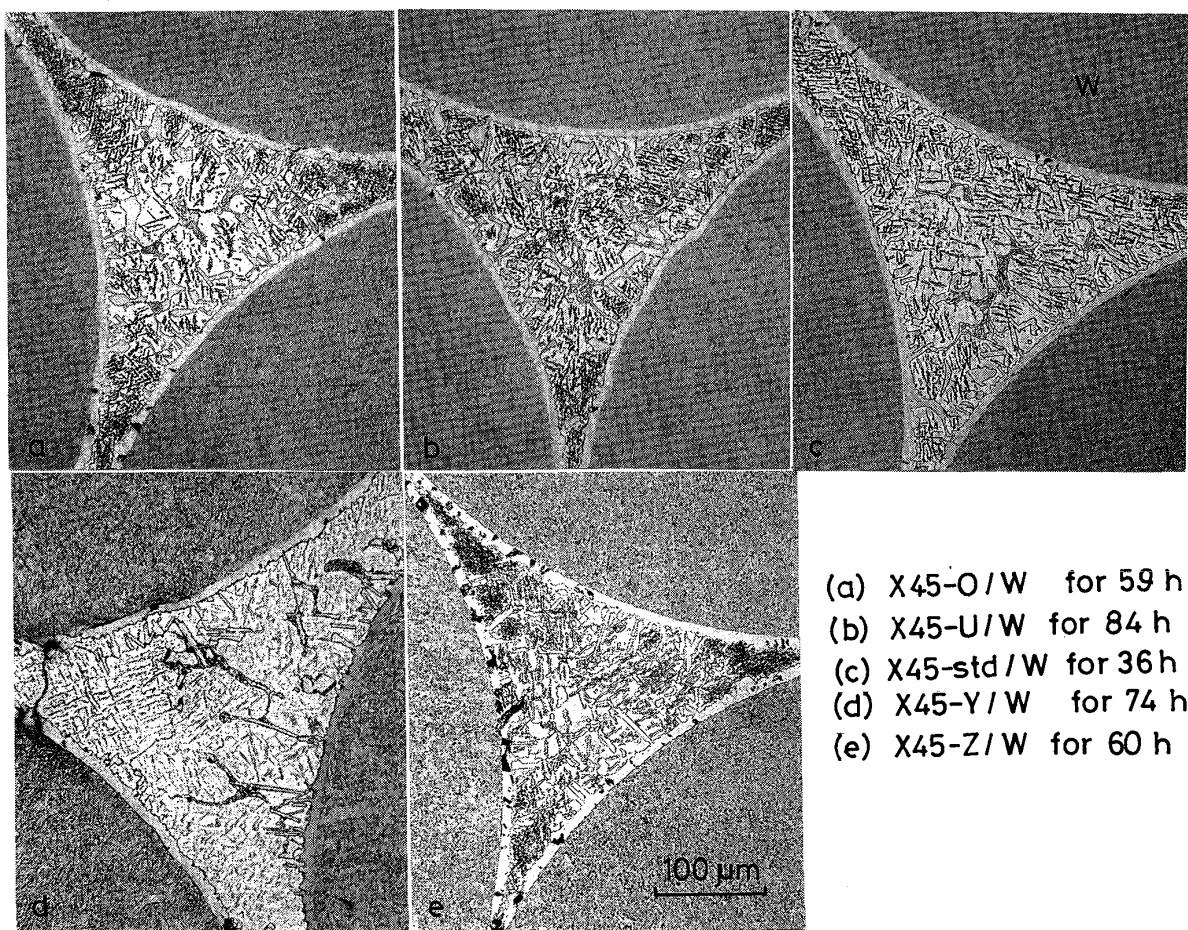


Photo. 8. Microstructures of all kinds of the composites ($V_f = 0.51$) ruptured at 1000°C after holding for around 60 h.

けこみは V_f の減少に換算すると約 5.4% となり、これに相当する強度の低下が生ずる可能性がある (Fig. 2). しかしこの複合材の極端な劣化は V_f 減少の効果のみでは説明できないほど大きいが、理由は不明である (X45-O/W の成形性が若干劣るような定性的観察も得られている). また X45-Z/W では、 V_f の減少が一番少

ないにもかかわらず X45-Y/W より弱くなつた理由についても判然としないが、破断試料の反応層部分にクラックの発生が非常に多いので (Photo. 8 e), 他の複合材の反応層とは脆性に差があるのかもしれない. また X45-Z の強度は最高であるが、5 kgf/mm², 400 h を越える試験では急に劣化する (Fig. 2 および Fig. 4). この

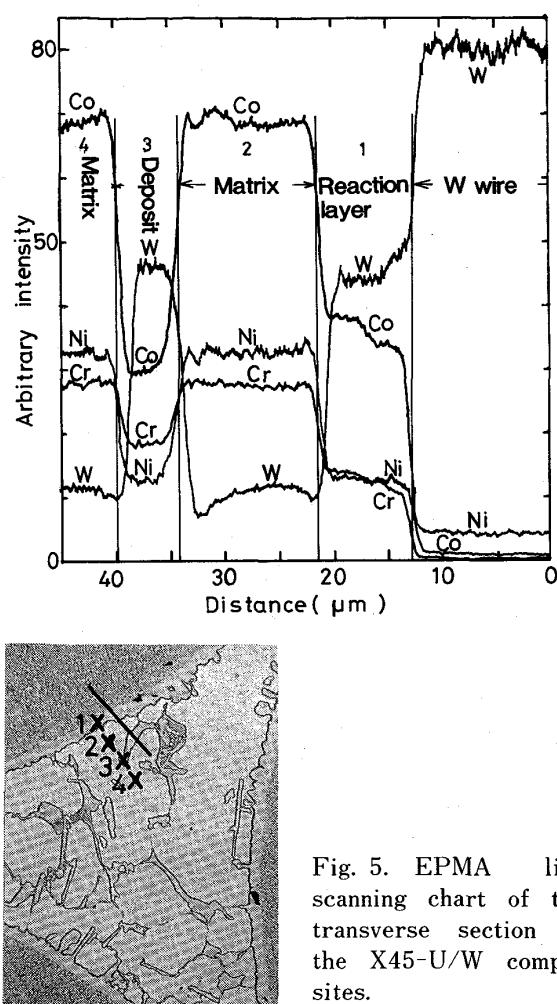


Fig. 5. EPMA line scanning chart of the transverse section of the X45-U/W composites.

理由は多量のWを含有するため耐酸化性が悪くなつたためと考えられる(定量的な検討は加えていないが破断試料の外観から定性的には結論できる)。しかしX45-Z/Wはより短時間試験でも弱いのでこれが劣化の原因とはならない。

今回用いたX-45合金のW量を変えた組成としては15.5%WのX45-Y合金が最高であった。

4. 結 言

タンゲステン織維強化耐熱合金を鋳ぐるみ法により作製し、そのクリープ破断特性についてつぎの結論を得た。

1) 横型のロストワックス鋳型により、直径1mmのW線($V_f=0.5$)とCo基のX-45合金およびその改良組成とからクリープ破断試験片を作製する場合の成形条

件の最適化を行い、鋳込み温度/鋳型予熱温度=1600°C/1200°Cおよび1550°C/1250°Cを選定した。

2) マトリックス合金のW組成を増加させるとそのクリープ破断強さは増加し、これに対応して複合材の強さも向上する。しかしその程度は複合則より予測されるよりはるかに大きく、その理由として成形時のW線の溶けこみ量が異なることによる V_f 減少量の差が影響することがわかつた。またとくにW濃度の低いX45-O合金と、とくに高いX45-Z合金を用いた場合には特異な現象が認められたが、成形性あるいは反応層の脆性の程度にそれぞれよるものと推測した。

3) 成形温度によりW線のクリープ破断特性は低下する。このため複合材の強度も劣化するが、長時間の試験ではその影響が少なくなる。

4) クリープ過程中には反応層の成長、マトリックス組織の形態上の変化および界面でのボイドの生成とその成長などがみられ、複合材の強度に影響する可能性を示した。しかしNi誘起再結晶現象は今回の実験範囲では認められなかつた。

5) 今回のマトリックス組成ではW濃度が15.5%のX45-Y合金が最もよい結果を示した。

文 献

- 1) D. W. PETRASEK, R. A. SIGNORELLI and J. W. WEETON: NASA-TND-4787 (1968)
- 2) D. W. PETRASEK and R. A. SIGNORELLI: NASA-TND-7773, (1974) Oct.
- 3) A. V. DEAN: J. Inst. Met., 95 (1967), p. 79
- 4) I. AHMAD and J. M. BARRANCO: Proc. Symposium Met. Soc. AIME and ASM (1967) Feb., p. 183
- 5) R. C. HELMINK and T. S. PIWONKA: Adv. Fibers Compos. Elevated TEMP. (1980), p. 205
- 6) 桜山正孝: 鋳造技術講座1 (1967), p. 214 [日刊工業新聞社]
- 7) R. NELSON: Sylvania Technol. 78 (1957), p. 78
- 8) D. W. PETRASEK and J. W. WEETON: Trans. TMS-AIME, 230 (1964), p. 977
- 9) D. W. PETRASEK and R. A. SIGNORELLI: NASA-TND-5575 (1970)
- 10) L. M. USTINOV: Fizika i Chimia Obrabotkij Materialov, 6 (1971), p. 75
- 11) E. FRIERICH, W. POMPE and I. M. KOPJOV: J. Mater. Sci., 9 (1974), p. 1911
- 12) D. L. McDANELS, R. A. SIGNORELLI and J. M. WEETON: NASA-TND-1473 (1967) Sep.
- 13) B. HARRIS and E. G. ELLISON: Trans. Am. Soc. Met., (1966), p. 744