

高 Cr フェライト系耐熱鋼の加熱脆化因子

 論 文
 ////////////////
 ////////////////
朝倉健太郎*・河淵 靖*²・藤田 利夫*³

Embrittlement Factors in High-Cr Ferritic Heat Resisting Steels

Kentaro ASAKURA, Yasushi KOBUCHI and Toshio FUJITA

Synopsis :

Heating brittleness of dual phase δ -ferrite/martensite steel and single phase martensite steel was investigated. In order to clarify the heating embrittlement factor for these steels, Charpy impact testes, transmission electron microscopy and determination of precipitates were carried out using specimens tempered at 700°C and 800°C and reheated at 550 and 650°C for $10^2 \sim 10^4$ h.

In the case of dual phase steel, the embrittlement of the materials and the rise of the ductile-brittle transition temperature were caused by the precipitation of Fe_2Mo , while the embrittlement of the single phase martensite steel was due to the increase in the number of $M_{23}C_6$ precipitates. In both steels, the increase in the transition temperature was found to be correlated to the total amount of the precipitates. When the precipitates were small enough, the toughness of the materials of heating embrittlement could be recovered by means of heating at 800°C. On the other hand, when the precipitates grew over 200nm, the toughness could not be recovered.

Key words : ferritic steel ; heat resisting steel ; Charpy impact test ; Charpy absorbed energy ; toughness ; embrittlement factors ; DBTT ; precipitates ; carbide ; Laves phase (Fe_2Mo).

1. 緒 言

フェライト系鋼は耐スエリング性、耐 He 脆性などにすぐれた特性を示すため、原子炉材料および核融合第一炉壁候補材として注目されている¹⁾。これまで中性子照射下での材料開発では、主として機械的性質とスエリングについて議論されてきたが、照射下における延性-脆性遷移温度 (DBTT) の上昇も大きな問題となっており、高温強度とともに、その大幅な改善が重要な課題となっている。

このため非照射下における脆化の原因を現象的ないしは構造的にきちんと把握し、中性子照射による脆化との関係を明確にしておく必要に迫られている。一方、高 Cr フェライト系鋼の機械的性質と組織に着目した報告^{2)~4)}、および低合金鋼の脱脆化挙動と合金元素について調べられた報告はあるものの^{5)~7)}、高 Cr 系鋼における脆化因子はいまだ明らかにされていない。

そこで本研究は、以上の観点から高 Cr フェライト/マルテンサイト二相鋼およびマルテンサイト単相鋼を用

いて衝撃靱性と組織変化の関連を明確にし、加熱脆化に関与する因子を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

2.1 供試鋼および熱処理条件

供試鋼の化学成分を Table 1 に示す。FM 鋼はフェライト/マルテンサイト二相組織にするため C 量を 0.042 mass% とし、MA 鋼は δ フェライト相の生成を抑制し、マルテンサイト単相組織にするため、FM 鋼に比べて C を約 3 倍に増量し、わずかに Cr, Mo を減量した。両鋼とも 1050°C, 0.5 h 焼ならし、700°C および 800°C, 1 h の焼もどしを行った。

Table 1. Chemical compositions of steels used (mass%).

| | C | Si | Mn | P | S | Cr | Mo | V | Nb |
|----|-------|------|------|-------|-------|------|------|------|------|
| FM | 0.042 | 0.28 | 0.60 | 0.003 | 0.006 | 8.70 | 1.88 | 0.15 | 0.06 |
| MA | 0.113 | 0.25 | 0.85 | 0.010 | 0.007 | 8.52 | 1.55 | 0.17 | 0.05 |

昭和 63 年 8 月 29 日受付 (Received Aug. 29, 1988)

* 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku, Tokyo 113)

*² 東京大学大学院 (現: (株)日立製作所) (Graduate School, The University of Tokyo, Now Hitachi, Ltd.)*³ 東京大学名誉教授 工博 (Professor Emeritus, The University of Tokyo)

2.2 機械的性質

供試鋼を所定の熱処理条件で加熱後、JIS 4号試験片に加工した後、シャルピー衝撃試験を行い、エネルギー遷移温度と 20°C におけるシャルピー吸収エネルギー(以下、吸収エネルギーと略称)を求めた。

2.3 析出物の同定と組織観察

主としてシャルピー衝撃試験後の試験片の変形しなかつた部分を用いて TEM 観察を行った。熱処理による析出相の挙動を評価するため、供試鋼を 3% 塩酸メタノール液中(電流密度: 30 mA/cm²)で 20~24 h 電気分解し、析出相を抽出残さとして分離した。その残さを X線ディフラクトメーターによつて同定するとともに、重量変化を精密天秤を用いて測定した。また残さ中における合金元素濃度の変化を蛍光 X線分析装置を用いて評価した。

3. 実験結果と考察

3.1 FM 鋼 (フェライト/マルテンサイト二相鋼) の脆化因子

FM 鋼の下部組織は 30% フェライト相と、70% 焼もどしマルテンサイトの二相混合組織であり、平均粒径は約 10 μm である。脆化因子を調べるには、まず脆化温度域を明らかにしなければならない。このため 800°C 焼もどし材を、450~650°C の温度域で 300 h 加熱した後のエネルギー遷移温度の変化を調べた。その結果を Fig. 1 に示す。遷移温度は 550°C 以上の加熱により上昇し始め、600°C および 650°C の熱処理によつて 60°C 以上高温側に移行するとともに、吸収エネルギーが低下する。これから本鋼の脆化温度域は 600~650°C 付近であると推定できる。各加熱材の析出相を Table 2 に示す。450~550°C では M₂₃C₆ が主な析出相であるが、

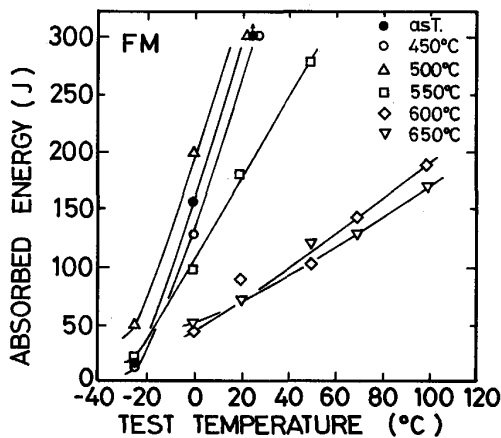


Fig. 1. Charpy transition temperature of steel FM after heated at 450~650°C for 300 h (Tempered at 800°C).

600°C および 650°C では Fe₂Mo (Laves 相と総称) も検出された。

つぎに各熱処理によつて析出した合金元素量を、蛍光 X線によつて分析した結果を Fig. 2 に示す。Cr, V, Nb は加熱温度による析出量の変化が比較的少ない。これに対して Fe, Mo は 500°C までは緩慢に増加するが、550°C 以上の加熱温度で急激に増加し、析出相中の Fe, Mo の比率が増える。これらの結果から Laves 相の析出が FM 鋼の脆化の一因になっていることが推定できる。

Fig. 3 は 700°C および 800°C 焼もどし後、450~

Table 2. Precipitates of steel FM at various heating temperatures.

| Heating temperature (°C)-300h | 450 | 500 | 550 | 600 | 650 |
|-------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|--|--|
| Precipitates | M ₂₃ C ₆ | M ₂₃ C ₆ | M ₂₃ C ₆ | M ₂₃ C ₆ Fe ₂ Mo | M ₂₃ C ₆ Fe ₂ Mo |

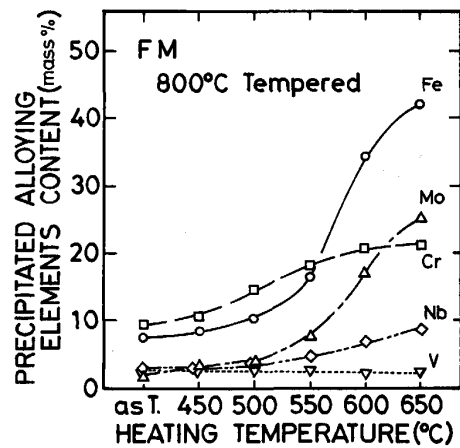


Fig. 2. Alloying elements content in precipitates of steel FM heated at 450~650°C for 300 h analyzed by the fluorescent X-rays.

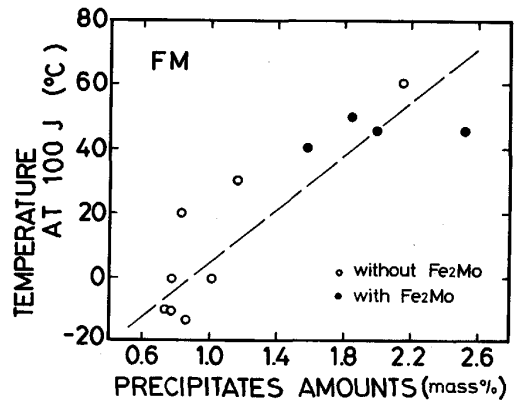


Fig. 3. Relationship between temperature at the absorbed energy of 100J and precipitates amounts of steel FM.

650°C, 300 h 脆化処理した FM 鋼を用いてシャルピー衝撃試験を行った結果である。各加熱材において吸収エネルギーが 100 J となる温度と、析出量（抽出残さ重量を総称）との関係を示したものである。析出量が多くなるにしたがって脆化が進むことがわかる。600~650°C による脆化は Laves 相の析出ないしは粗大化によつて説明できるが、450~550°C では $M_{23}C_6$ のみが析出するため、この温度域での脆化因子は特定できない。このことから Laves 相ばかりでなく、一定量の析出相が生成し、かつ下部組織の回復があまり進まないという条件が揃うことによつて、遷移温度が上昇する傾向があることを後述する微視組織の観察結果から見出した。

Fig. 4 は FM 鋼に脆化処理 (800°C, 1 h + 650°C, 300 h : 以下 E 処理と略記) および脱脆化処理 (650°C,

† UE 処理材は E 処理材と熱的効果と同じにするため、1050°C, 0.5 h 焼ならし後に直接 650°C, 300 h の加熱を行っており、800°C, 1 h の焼もどしは施していない。

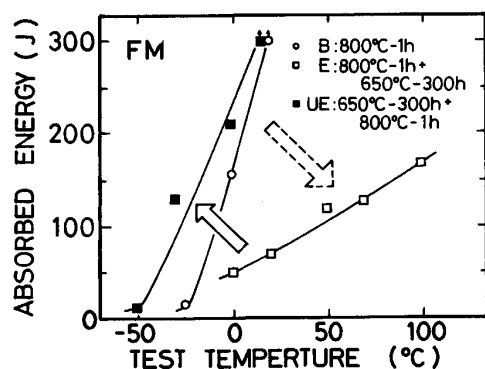


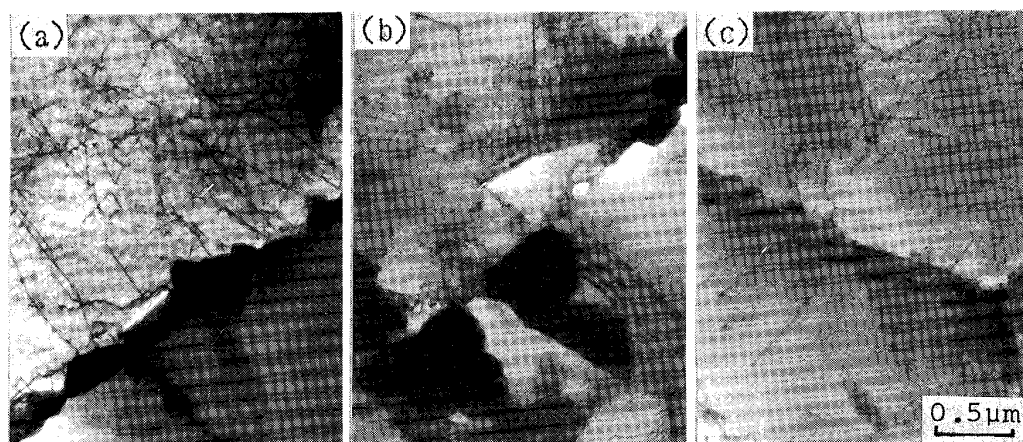
Fig. 4. Charpy absorbed energy for steel FM with embrittlement and de-embrittlement treatments.

300 h + 800°C, 1 h : 以下 UE 処理と略記†) を施したときの吸収エネルギーの変化を示す。遷移温度は 800°C 焼もどしの状態が 0°C 付近であるのに対して、E 処理を施すと約 50°C 上昇する。また E 処理を施すと $M_{23}C_6$ 以外に Laves 相が析出しており、鋼中に占める析出量も約 2.5 mass% まで増加する。朝倉らは (9~10) Cr-2 Mo-0.1 V-0.05 Nb 鋼中に占める析出量が 2 mass% を超えると、析出相の種類を問わず吸収エネルギーの著しい低下、もしくは遷移温度の著しい上昇を示すことを指摘したが⁸⁾、本鋼においても同じような傾向を認めた。Photo. 1 は 800°C 焼もどし材と、E 処理および UE 処理の微視組織である。Photo. 1(b)および(c)に示すように、E 処理と UE 処理の下部組織の回復はほぼ等しいが、析出量は E 処理の方が多いうえ、析出相の粗大化も 1 μm 程度まで進んでいる。

UE 処理を施すと、Photo. 1(c)に示すように粗大析出相が消失し、それに伴つて靱性も回復する。以上の結果から、高 Cr フェライト/マルテンサイト二相鋼においては再加熱により粗大析出相を再固溶させると、靱性は焼もどし直後の状態（遷移温度 0~-20°C）まで回復することが明らかになった。このように脆化温度以上の温度で再加熱すると、もとの靱性状態に回復し、可逆性を示すことは、焼もどし脆化現象の大きな特徴のひとつとされている⁹⁾。

3.2 MA 鋼 (マルテンサイト単相鋼) の脆化因子

1050°C 焼ならし後の組織はマルテンサイト単相組織で粒径は約 10 μm である。また MA 鋼は $M_{23}C_6$ が主な析出相であり、600~650°C の加熱を行つても Laves 相は析出しない。Fig. 5(a)は 700°C 焼もどし材を用いて、



(a) As tempered at 800°C (b) E-treatment (800°C-1 h + 650°C-300 h) (c) UE-treatment (650°C-300 h + 800°C-1 h)
Photo. 1. Transmission electron micrographs of as tempered at 800°C and embrittled and de-embrittled specimens.

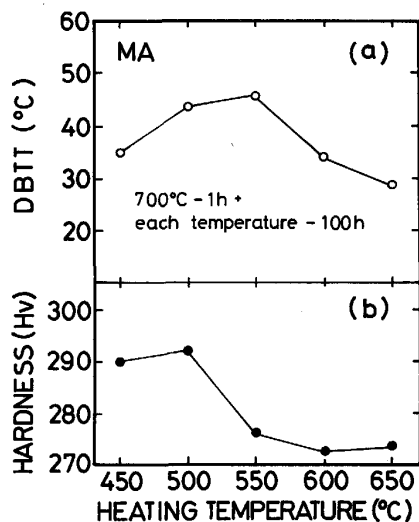


Fig. 5. Charpy transition temperature and hardness of steel MA after heated at various for 100h.

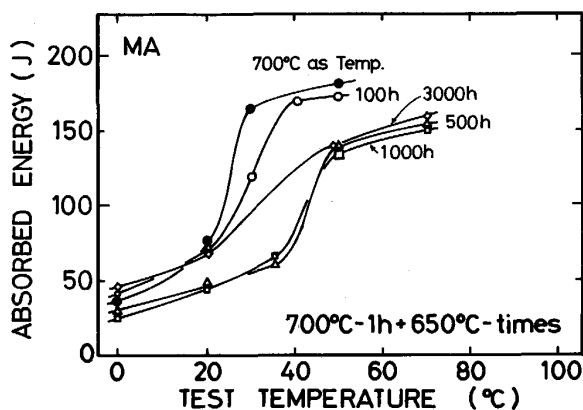


Fig. 6. Charpy absorbed energy of steel MA heated at 650°C for 100-3000h.

450~650°C の温度域で 100 h 加熱したときの MA 鋼の遷移温度 (DBTT) を示す。破面を SEM 観察した結果、この温度域ではすべて擬へき開破面であり、500~550°C の温度域で遷移温度が上昇する傾向がみられた。FM 鋼 (二相) の脆化温度が 600~650°C 付近であったのに対し、MA 鋼 (单相) の脆化温度は 500~550°C 付近である。この現象は TME (Tempered Martensite Embrittlement) であると考えられるが、この原因に関しては現在あまり明らかにされていない。

そこで MA 鋼の脆化の原因について以下の検討を行った。遷移温度と硬さの関係を Fig. 5(b) に示す。一般に下部組織の回復 (内部応力の緩和) と靱性の向上は比例関係にあるが、本鋼は 550°C 加熱で軟化しているにもかかわらず、遷移温度はむしろ高温側に上昇しており、硬さ変化から 550°C 脆化を説明することはできない。

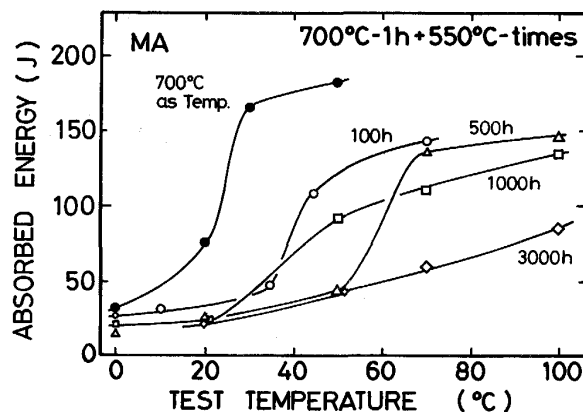


Fig. 7. Charpy absorbed energy of steel MA heated at 550°C for 100-3000h.

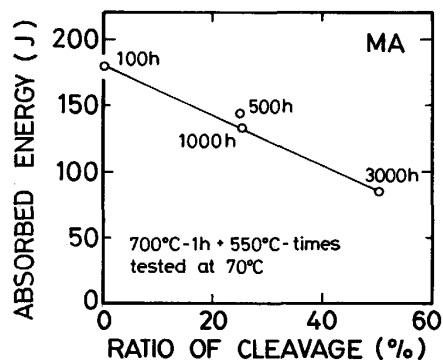


Fig. 8. Relationship between embrittled fracture surface ratio and Charpy absorbed energy of steel MA tested at 70°C.

700°C 焼もどし後、650°C および 550°C で 100~3000 h 加熱した後の遷移温度の変化を Fig. 6 および Fig. 7 に示す。650°C、500~1000 h の加熱で遷移温度は 43°C 付近まで上昇し、650°C、3000 h 加熱でわずかに回復する傾向を示す。550°C、3000 h 加熱では遷移温度が 80°C 以上になり、遷移曲線の立ち上がりも明確でなく、曲線の傾斜もゆるやかになる。550°C の加熱によって、遷移曲線の傾斜がゆるやかになる原因を調べるため 100, 500, 1000, 3000 h 加熱材のシャルピー衝撃試験を 70°C で行つた試料の破面を比較すると、Fig. 8 に示すように長時間加熱材ほど脆性破面率が増している。

これらの結果から 550°C 加熱による脆化は下部組織の考察を行う必要があると考えられる。それらの脆化因子をミクロ的にみると、

- 組織中の回復に差が生じる
- 析出相が生成する
- 偏析が起こる

などが考えられる。偏析による脆化は単に遷移曲線が高

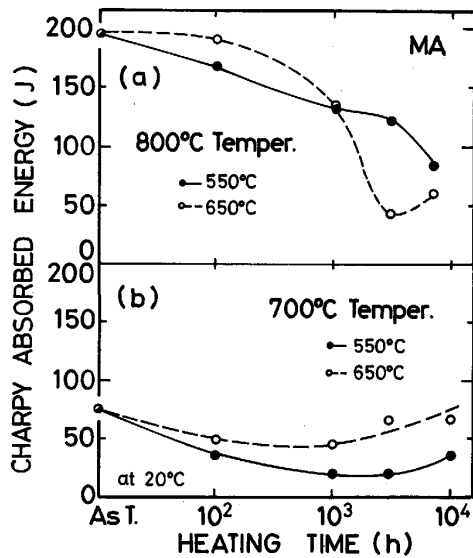


Fig. 9. Charpy absorbed energy tested at 20°C of steel MA heated at 550 and 650°C for 10^2 - 10^4 h.

温側に移動するだけという場合が多く¹⁰⁾、本鋼の脆化因子としては a) および b) が考えられる。

焼もどし温度の影響について評価するため、800°C および 700°C 焼もどし後、550°C、650°C で 10^4 h まで加熱し、20°C における吸収エネルギーを求めた結果を Fig. 9 に示す。MA 鋼の吸収エネルギーは加熱時間が進行するにつれて低下し、極小値に達してから回復する傾向にある。吸収エネルギーの極小値は焼もどし温度にかかわらず、加熱温度の高い方が短時間で吸収エネルギーの極小値をとり、また加熱温度の低い方が極小値はより低くなる。これは 9Cr-2Mo 二相鋼における行俊ら¹¹⁾の結果とよく似ており、マルテンサイト単相鋼でも同じような脆化/回復機構を示すものと考えられる。

800°C 焼もどし + 550°C 加熱材は Fig. 9(a) に示すように 7000 h でもまだ吸収エネルギーの極小値はとらない。これに対して 650°C 加熱材は 3000 h で極小値をとり、 10^4 h で回復する。700°C 焼もどし + 550°C 加熱材は Fig. 9(b) に示すように、1000~3000 h で吸収エネルギーは約 20 J、650°C 加熱材で 300~1000 h で約 50 J に低下し、再び回復する傾向を示す。この吸収エネルギーの低下と回復の現象を検討するため、電解分離によって抽出した析出量の変化を Fig. 10 に示す。焼もどし状態の析出量は 800°C 焼もどし材の方が、700°C 焼もどし材よりも少ないが、550°C および 650°C、 10^4 h 加熱後はほぼ同じ重量になる。この析出量の変化と Fig. 9 を重ね合わせると、析出量が飽和し始める加熱時間と、吸収エネルギーが極小値をとる時間とがほとんど一致する。あるいは析出の飽和がおこる直前において吸収エネ

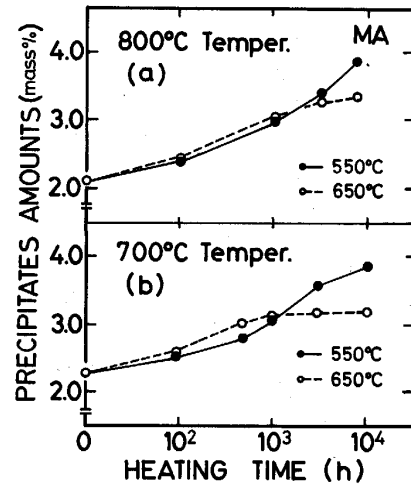


Fig. 10. Precipitates amount of steel MA heated at 550 and 650°C for 10^2 - 10^4 h.

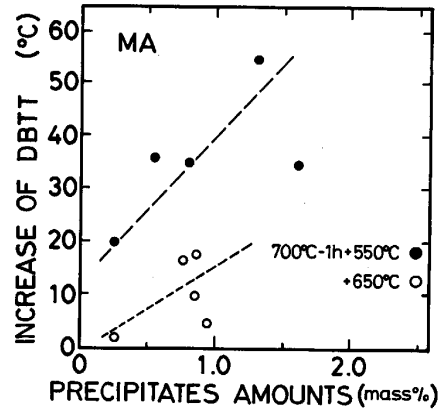
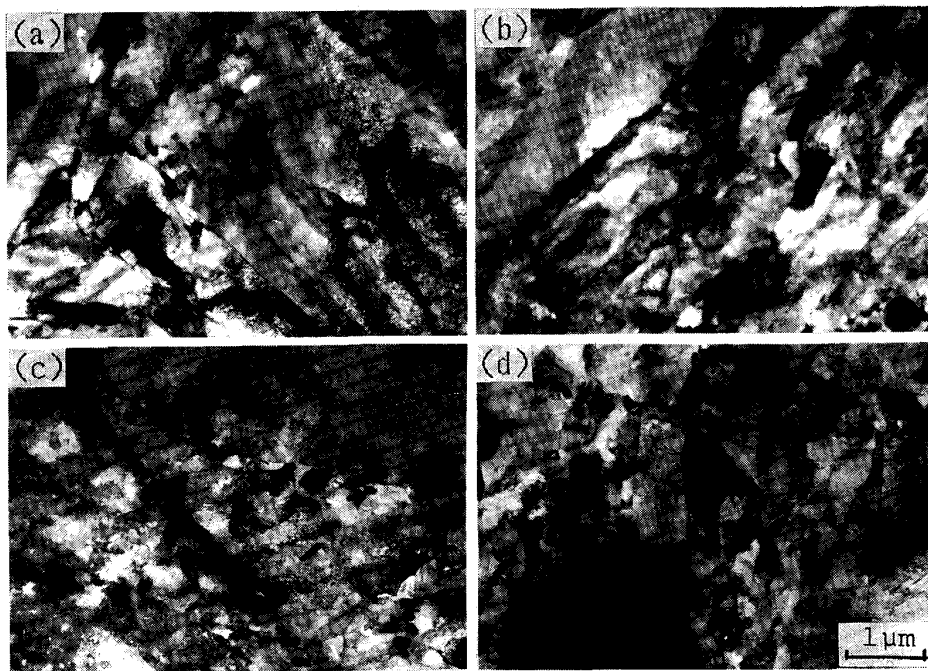


Fig. 11. Relationship between precipitates amount and increase of Charpy transition temperature of steel MA.

ルギーが極小値をとる。このことから、フェライト系鋼の脆化は析出相の生成と密接な相関にあると考えられる。

つぎに析出相の影響について考慮するため、700°C 焼もどし後、500°C および 650°C で 100~3000 h まで加熱した試料について、析出量と遷移温度上昇の相関性を Fig. 11 に示す。横軸に析出量、縦軸に遷移温度の上昇分 (焼もどしまま状態を基準) をとると、鋼中に占める析出量が増加すれば脆化が促進することを示している。550°C 加熱では、20~50°C の遷移温度の上昇がみられるのに対して、650°C 加熱ではその上昇分は 20°C 以下である。

700°C 焼もどし後における各加熱材の微視組織を Photo. 2 に示す。700°C 焼もどし直後の状態では Photo. 2(a) に示すように、析出相の平均粒径は 50~80 nm と細かい。550°C、1000 h 加熱では Photo. 2(b) に



(a) As tempered at 700°C (b) 550°C, 1 000 h heating
(c) 550°C, 3 000 h heating (d) 650°C, 1 000 h heating

Photo. 2. Transmission electron micrographs of steel MA heated at 550 and 650°C for 10^3 - 10^4 h after tempered at 700°C.

示すようにマルテンサイト・ラスは鮮明であり、析出相の平均粒径は 80~100 nm 程度である。一方、550°C, 3 000 h 加熱では Photo. 2(c)に示すようにマルテンサイト・ラスは崩れ、下部組織の回復が進むとともに、析出相の平均粒径も 200 nm になり、主として旧オーステナイト粒界に塊状の析出相が観察できる。このような塊状析出相は延性を劣化させ、とくに粒界に沿って析出した場合に著しく脆化を促進するとの報告がある¹²⁾¹³⁾。650°C, 1 000 h 加熱では Photo. 2(d)に示すように、マルテンサイト・ラスの回復が進み、粒内の析出相は 1 μm 程度に粗大化する。反面、旧オーステナイト粒界には粗大な析出相がほとんど観察できない。したがって靱性を大きく改善するには、旧オーステナイト粒界にできるだけ析出させないことがひとつの対策であると考えられる。また Photo. 2 の結果から、550°C 加熱によつて遷移曲線の傾斜がゆるやかになる理由は、下部組織の回復が不均一になつたためと考えられる。

800°C 焼もどしまま状態の遷移曲線から、吸収エネルギー（上部棚と下部棚エネルギーのほぼ 1/2 になる吸収エネルギー）を求めると約 100 J になる。800°C 焼もどし後、550°C で 100~7 000 h 加熱後の析出量と靱性の関係を考察するために、100 J の遷移温度を縦軸にとり、析出量を横軸にとると Fig. 12(a)に示すように、

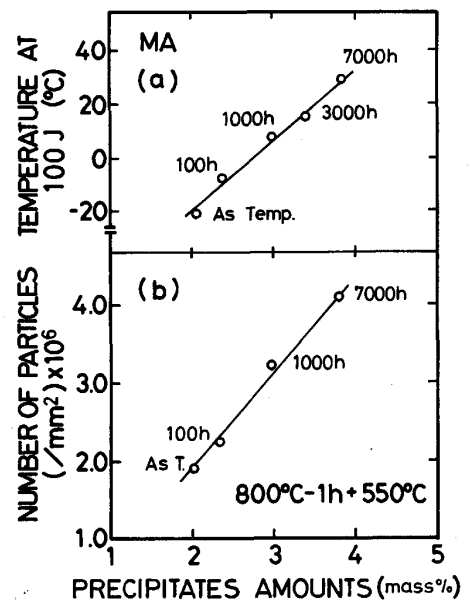
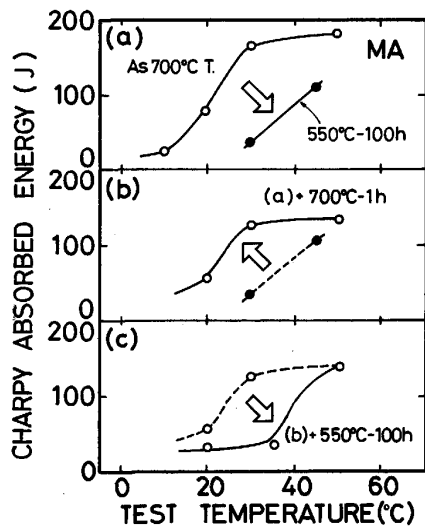


Fig. 12. Relationship between precipitates amount and temperature at 100J and number of particles.

両者には相関性があり、析出量が増加するにしたがつて遷移温度も上昇する傾向にあることがわかる。また、析出相の数を定量するためカーボン抽出レプリカを作製し、TEMによつて計測した。この結果、析出数は Fig. 12(b)に示すように、析出量と比例関係にあることが明



(a) Embrittling (b) Recovering (c) Re-embrittling treatments
Fig. 13. Embrittling and recovering behavior of steel MA tempered at 700°C.

らかになった。つまり 800°C 焼もどし、550°C 加熱の場合、長時間加熱によっても析出相は粗大化(約 100 nm)せず、析出数が増加することで脆化するものと考えられる。

800°C 焼もどし材の微視組織を観察すると、800°C 焼もどし直後の状態では 700°C 焼もどし材と異なつて、マルテンサイト・ラス幅も広く、回復が進んでおり、析出相の平均粒径は 50~100 nm でわずかに大きい。550°C、100 h 加熱では旧オーステナイト粒界に沿った析出相が観察できる。650°C、100 h 加熱では析出相の粗大化がはじまつており、その平均粒径も約 150 nm になる。また 650°C、3000 h 加熱材と、7000 h 加熱材では両者の析出量にあまり変化はなかつたが、3000 h 加熱材の方が析出相の最大粒径は大きかつた。したがつて 650°C、3000 h 以上の加熱によつて下部組織の回復と共に、 $M_{23}C_6$ 型析出相の再固溶あるいは組成比の変化(Fe, Mo の増加, Cr の減少)が進行するものと考えられる。

つぎに MA 鋼の脆化、回復について検討した。Fig. 13 は MA 鋼の脆化および脱脆化挙動を示す。Fig. 13(a) は脆化処理、Fig. 13(b) は脱脆化処理、Fig. 13(c) は再脆化処理を行つたときの遷移曲線の変化である。700°C、1 h 焼もどした MA 鋼を 550°C、100 h 加熱すると Fig. 13(a) のように脆化する。Fig. 13(a) で脆化した MA 鋼を、さらに 700°C、1 h 加熱すると Fig. 13(b) のように靱性が回復する。靱性が回復した MA 鋼を再び 550°C、100 h 加熱すると脆化し、可逆性のあることがわかる。

800°C 焼もどし後、550°C および 650°C、1000 h 加熱した MA 鋼を用いて、同じように脱脆化を試みた。

脆化後、700°C、1 h の脱脆化処理を加えた結果、550°C、1000 h 加熱材では析出量が 2.99→2.42 mass% へと約 20% 減少し、吸収エネルギーも改善された。一方、650°C、1000 h 加熱材の析出量は 3.03→2.75 mass% へと 9% 減少しただけで、吸収エネルギーは改善されなかつた。なお、650°C、1000 h 加熱材の析出相は 200 nm 以上に粗大化していた。以上の結果、つぎのことが推測できる。

a) 100 nm 程度の析出相でも、主として旧オーステナイト粒界に析出すると脆化する。

b) 200 nm 程度までの析出相であれば、遷移温度はその析出量と下部組織の回復によつてきまる。

c) 析出相が 200 nm 以上に粗大化すると析出量、下部組織の回復度が同じでも、遷移温度は上昇する。また遷移温度の上昇と、析出相の粗大化(あるいは析出量)には相関がある。

d) 析出相が粗大化する前の段階では、加熱温度よりも高温の熱処理を加えて析出相を再固溶させることによつて、靱性は回復する。しかし、析出相が粗大化してしまふと再固溶しないため、靱性は回復しない。

4. 結 言

高 Cr フェライト/マルテンサイト二相鋼およびマルテンサイト単相鋼の常温靱性について調べ、脆化因子の検討を行つた。微視組織および析出相について詳しく調べるとともに、両鋼の脆化温度、時間と脱脆化挙動についても検討を行い、以下の知見を得た。

1) 遷移温度の上昇と、析出量の間にはきわめて高い相関性が認められる。

2) 析出相の最大径が 200 nm 以上に粗大化すると、析出量が同じであってもその粗大化の程度に応じて脆化する。

3) 供試鋼の硬さ(下部組織の回復)、析出量および分布が同じであるならば熱履歴が異なつても、遷移温度はほとんど変わらない。

4) 析出相が粗大化する前の段階では、析出相を再固溶させることによつて、靱性は回復する。しかし析出相が粗大化してしまふ再固溶しない場合は、靱性は回復しない。

5) 二相鋼において脆化処理材(Laves 相を析出させた鋼)と、脱脆化処理材(Laves 相を再固溶させた鋼)を比較した結果、脆化処理材は Laves 相の析出によつて顕著な遷移温度の上昇を示すが、脱脆化処理材は焼もどし直後の靱性を示す。また $M_{23}C_6$ が Laves 相と同じような容積率(析出数)をとることによつても、遷移温度は上昇する。

6) マルテンサイト単相鋼の 20°C における吸収エネルギーは、加熱時間が進行するにつれて低下し、やがて極小値をとる。この極小値は析出が飽和し始める時間とほぼ対応しており、加熱温度が高いほど短時間にあらわれるが、800°C 焼もどし材では遷移温度が低いため極小値に到達する時間が遅れる。吸収エネルギーは長時間側で再び上昇する傾向にある。

本研究の一部は文部省科学研究費一般研究 (昭和 61 年度) によつたことを付記する。

文 献

- 1) R. E. GOLD, E. E. BLOOM, F. W. CLINARD, D. L. SMITH, R. D. STEVENSON and W. G. WOLFER: *Nuclear Technology/FUSION*, 1 (1981), p. 169
- 2) 細井祐三, 和田 昇, 爪田龍実, 谷野 満, 小松 肇: 学振 123 委研究報告, 26 (1985), p. 33
- 3) 太田定雄, 藤原優行, 内田博幸: 学振 123 委研究報告, 26 (1985), p. 41
- 4) 伊勢田敦朗, 寺西洋志, 吉川州彦: 学振 123 委研究報告, 26 (1985), p. 121
- 5) 沢田 進, 徳田 昭: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 331
- 6) 沢田 進, 大橋建夫: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 644
- 7) 沢田 進, 大橋建夫: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 1126
- 8) 朝倉健太郎, 藤田利夫, 三宅英徳: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 2037
- 9) 三村 宏: 鉄と鋼, 57 (1971), p. 2273
- 10) G. GUNZ, F. PELLICANI, J. HOUS and B. DUGUAIRE: *Ferritic Steel for Fast Reactor Steam Generators* (1978), p. 164 [British Nuclear Energy Society, London]
- 11) 行俊照夫, 吉川州彦, 時政勝行, 志田義明, 稲葉洋次: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 876
- 12) G. J. SPAEDER: *Metall. Trans.*, 1 (1970), p. 2011
- 13) 矢田 浩, 安楽純利: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 876