

# 制御圧延, 制御冷却による中炭素鋼の フェライト・パーライト組織微細化と 球状化促進効果の関係

金築 裕\*・勝亦 正昭\*<sup>2</sup>・井上 毅\*<sup>2</sup>

## Relation between Fine Ferrite-Pearlite Microstructure Produced by Controlled Rolling and Cooling and the Subsequent Rapid Spheroidization of Medium Carbon Steel

Yutaka KANETSUKI, Masaaki KATSUMATA and Tsuyoshi INOUE

### Synopsis :

In the process of making structural parts, spheroidization treatment of the rolled bars is applied to obtain good cold forgeability. In this study, the effect of using controlled rolling and cooling process on the subsequent spheroidization behavior of medium carbon steel was investigated using a hot deformation simulator and transmission electron microscope.

The following results were obtained.

(1) By controlling the cooling rate to 10°C/s immediately after controlled rolling, the post dynamically recrystallized fine austenite grains did not grow and transformed to a fine and globular ferrite-pearlite microstructure. This microstructure revealed an extremely high volume fraction of ferrite compared with a microstructure transformed from coarse austenite grains.

(2) By using transmission electron microscope, fine ferrite-pearlite microstructure transformed from fine dynamic-recrystallized austenite grain was observed. It was found that the extrinsic grain boundary dislocations were inherited from residual strain due to rapid cooling during the post dynamic recrystallization state. Furthermore, cementite films, which suggest an enhanced diffusion of carbon along the non-equilibrium boundary structure, were formed along each phase boundary.

The discussion is also made about the enhanced spheroidization during intercritical annealing on the basis of the behavior of grain boundary dislocations during reheating.

**Key words :** medium carbon steel ; dynamic recrystallization ; spheroidization ; grain boundary dislocation ; ferrite-pearlite ; controlled rolling ; controlled cooling.

## 1. 緒 言

現在, 制御圧延, 制御冷却などの加工熱処理的手法が鉄鋼材料の製造プロセスに適用されてきている<sup>1)</sup>. しかし, 線材, 棒鋼の分野では鋼板の分野に比べ適用されている例は少ない. その理由の一つとして, 仕上圧延段階で著しい加工速度の上昇のため急激な温度上昇を伴うためである. しかし, 最近では圧延中の冷却法の改善により線材, 棒鋼への制御圧延の適用が可能な状況になりつつある<sup>2)</sup>. また他の理由として, 条鋼製品の多くは中, 高炭素鋼が用いられており, 各種の複雑な機械構造用部品

に加工するためには軟質化焼鈍の必要があり, 制御圧延, 制御冷却だけでは加工性を付与することに十分対応できないためである. しかしながら, 従来の軟質化焼鈍は長時間, 高温の熱処理を要するため, その軟質化促進の一環として制御圧延, 制御冷却による前組織の調整が検討されてきている.

著者らは制御圧延, 制御冷却技術を中炭素鋼に適用することにより球状化焼鈍時間を短縮化することが可能であることを既に報告している<sup>3)</sup>. その中で, 制御圧延, 制御冷却によってフェライト・パーライト組織の微細化が可能であること, また, フェライト粒の形状がこれら

平成元年 3 月 17 日受付 (Received Mar. 17, 1989)

\* (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakinocho-cho, Chuo-ku Kobe 651)

\*<sup>2</sup> (株)神戸製鋼所鉄鋼技術研究所 工博 (Iron & Steel Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd.)

の条件によって大きく変化すること、および初析フェライトの体積率が大きく変化すること、これらの組織変化によってその後の二相域温度における球状化処理過程での組織変化の観察結果との関係については考察した。しかし、このような組織変化とオーステナイトの動的再結晶との関係についてはまだ不明である。フェライト変態に及ぼす加工オーステナイト粒の効果については、低炭素鋼での研究は数多くあるが<sup>4)5)</sup>、中炭素鋼に関して、特に球状化挙動との関連での報告は少ない。

したがって、本研究では圧延制御による、とくに熱間加工後の冷却速度と動的再結晶粒の成長及びその後のフェライト・パーライト変態、さらにその球状化促進効果について検討することを目的とした。

## 2. 実験方法

Table 1 は用いた中炭素鋼の化学成分を示している。熱間加工には富士電波工業製の加工フォーマスターを用いた。試験片は 34 mm  $\phi$  の熱間圧延棒鋼を 25 mm  $\phi$  に熱間鍛造し、つづいて 8 mm  $\phi$   $\times$  12 mm l の円筒状に機械加工した。Fig. 1 は用いた加工、ヒートパターンを示している。超微細フェライト・パーライト組織を得るための熱間加工条件は、950°C で 10 min のオーステナイ

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

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr
	0.45	0.21	0.71	0.020	0.013	0.12

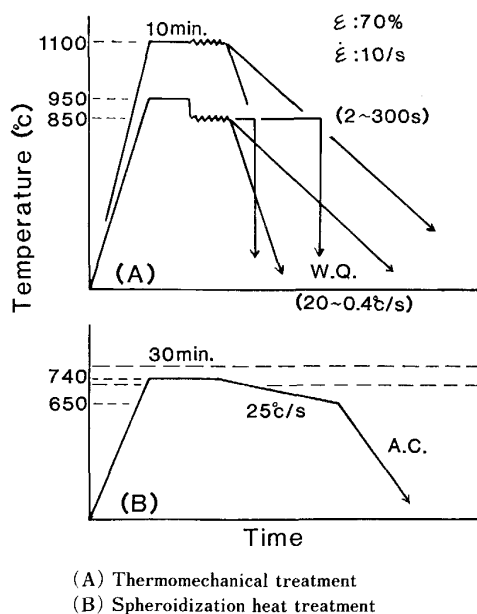


Fig. 1. Schematic illustration of experimental procedures.

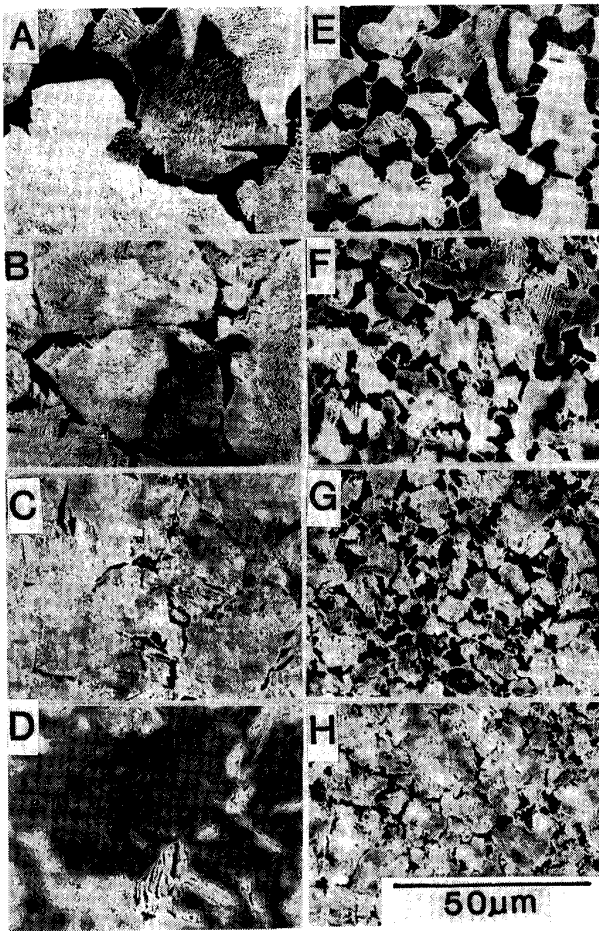
ト化後、850°C で歪み 70%、歪み速度 10/s である。応力-歪み曲線および水冷後のオーステナイト粒の観察結果より動的再結晶により超微細オーステナイト粒 (ASTM No.  $\approx$  12) が得られる条件であり、詳細は既報<sup>6)</sup> に示している。また、比較材としての通常圧延で得られる粗大フェライト・パーライト組織を得るために 1100°C、10 min のオーステナイト化後 1100°C で歪み 70%、歪み速度 10/s の加工を行った。動的再結晶後のオーステナイト粒の成長過程を観察するために、加工後、加工温度と同一温度で 2~300 s 保持した後、水冷しオーステナイト粒度を測定した。熱間加工後の連続冷却は 20~0.4°C/s の範囲で行った。組織観察は圧縮した試験片の縦断面中心部で、走査型電子顕微鏡 (SEM) および透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて行った。

球状化処理は Fig. 1 に示す簡略型のヒートパターンで行った。球状化処理には種々の方法があるが本実験で用いた球状化処理は二相域に再加熱し一部再オーステナイト化後徐冷し炭化物を球状化する方法を用いた。既に報告している実験結果<sup>3)</sup> より、二相域に加熱直後に既にセメントイトの分断等の組織変化が超微細フェライト・パーライト鋼に顕著に認められたことから、本実験では加熱中の組織変化に注目し、熱膨張試験機 (理学電機製サーモフレックス TAS 100) を用いて室温から 800°C までの熱膨張の変化を測定した。熱膨張測定用の試験片は加工フォーマスターにより 3 mm l に圧縮した試験片より 3 mm  $\phi$   $\times$  10 mm l の円筒状試験片を採取した。したがって、測定方向は圧縮軸に直角である。加熱速度は 5°C/min で熱膨張曲線を求めた。途中の 600°C より空冷した試験片の TEM 観察により加熱途中の組織変化を検討した。

## 3. 実験結果

### 3.1 動的再結晶後の連続冷却速度と組織の関係

Photo. 1 は動的再結晶後、直ちに 0.4~20°C/s の冷却速度で連続的に冷却した場合の変態後のフェライト・パーライト組織を示している。850°C 熱間加工材ではフェライト・パーライト組織は冷却速度が速くなるにつれて微細となる傾向が認められ、10°C/s で最も微細であり JIS G0551 にしめされている徐冷法に準じて測定した Gf No. で 11 番相当である。この粒度は動的再結晶直後直ちに水冷した場合に得られた Gh No. (焼入法) にはほぼ対応している。一方、1100°C 熱間加工材では Photo. 1 A, B に見られるようにフェライト・パーライト組織の微細化効果はほとんど認められない。したがって 3.2 において 850°C 熱間加工材について加工後の



A-D : Deformed at 1100°C  
 E-H : Deformed at 850°C  
 A, E : 0.4°C/s B, F : 3.3°C/s  
 C, G : 10°C/s D, H : 20°C/s

Photo. 1. SEM micrographs showing the effect of hot deformation and cooling rate on the ferrite-pearlite microstructure.

オーステナイト粒径の変化について検討した。

### 3・2 動的再結晶後のオーステナイト粒径の変化

Fig. 2 は 850°C で熱間変形後, さらに同一温度で保持した時のオーステナイト粒度と保持時間の関係を示している。オーステナイト粒径の変化は, 変形後 10s で粒成長が著しく, その後の粒成長は小さい。したがって, 熱間変形後, 直ちに連続冷却した場合の粒度は, その冷却速度に応じて変態直前のオーステナイト粒径が変化していることを示している。さらに冷却速度が速い 10°C/s 以上の場合には動的再結晶後のオーステナイト粒度はほとんど変化していないことから粒内の残留歪みは一部残存し変態に関与していると考えられる。したがって, 1100°C 熱間加工材に比べ 850°C 熱間加工材でフェライト・パーライト組織の粗さの変化が大きいのは変態直前までのオーステナイトの粒成長が 1100°C 熱

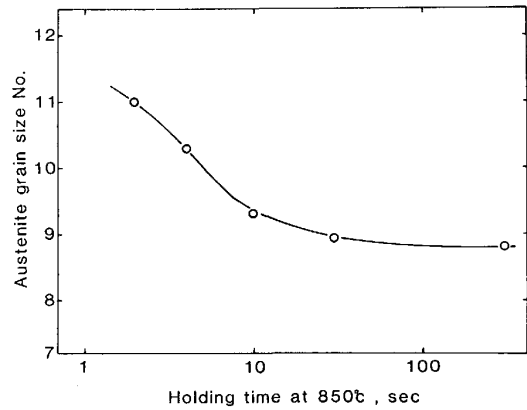


Fig. 2. Post dynamic austenite grain growth at 850°C.

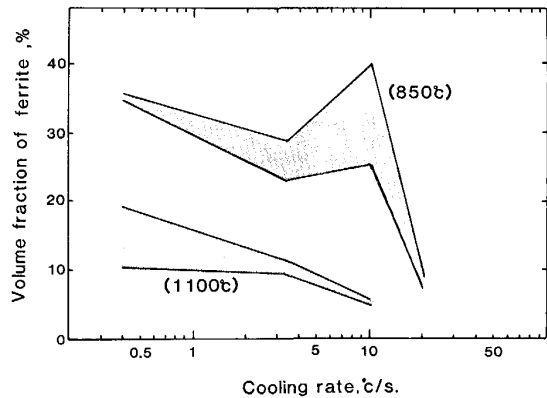


Fig. 3. Effect of hot deformation temperature and cooling rate on the ferrite volume fraction of transformed ferrite-pearlite microstructure. The deformation temperatures are indicated in parentheses.

間加工材に比べ大きく変態直前まで粒成長していることによるものと考えられる。

### 3・3 初析フェライトの体積率と制御圧延・制御冷却条件との関係

次に初析フェライトの体積率と, 熱間加工条件および冷却速度との関係を検討した結果を Fig. 3 に示す。まず, 比較材の粗粒オーステナイトよりの変態の場合, 冷却速度が遅くなるにつれてフェライト体積率は単調に増加する傾向を示すが, 微細オーステナイトから変態した場合体積率は粗粒オーステナイトの場合に比べいずれの冷却速度においても増加を示す。これはフェライト粒の形状が粗粒の場合, オーステナイト粒界に沿ってフィルム状に生成する傾向が強く粒内方向への成長が制限されているのに対して微細粒では粒内への成長速度が大きく塊状に析出するためと考えられる。また微細粒化により析出サイトが増加したことも大きく寄与している。さら

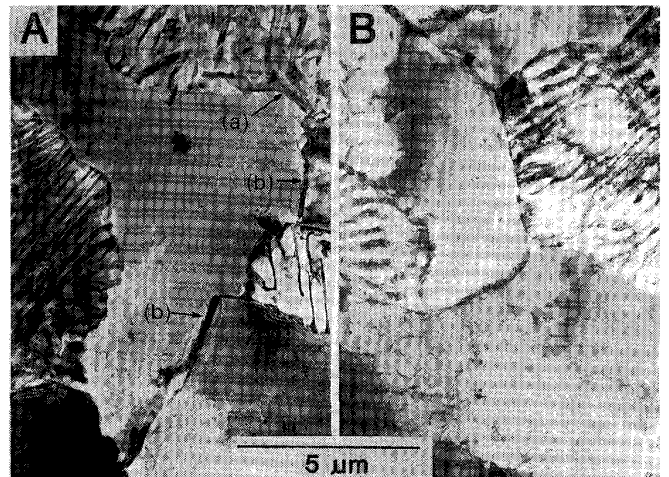


Photo. 2. SEM micrograph of the fine ferrite-pearlite microstructure showing cementite films at ferrite-ferrite boundary and small cementite precipitation in the ferrite grains. Arrows indicate cementite film at ferrite-ferrite grain boundaries.

に、 $10^{\circ}\text{C/s}$  で冷却した場合には急激なフェライトの体積率の増加が認められほぼ標準組織（徐冷によって得られる平衡状態の組織）に近い体積率のフェライトの析出が認められた。したがって、 $10^{\circ}\text{C/s}$  の冷却速度の場合、パーライト中の炭素濃度は共析組成に近く、このことは炭素の拡散が促進されていることを示していると考えられる。一方  $1100^{\circ}\text{C}$  の場合体積率は  $850^{\circ}\text{C}$  の場合の  $1/4$  でありパーライト中の炭素濃度は極めて小さい。Photo. 2 は  $850^{\circ}\text{C}$  で熱間加工後  $10^{\circ}\text{C/s}$  で冷却した場合について SEM によって拡大して観察した結果を示しているが、特徴としてフェライト・フェライト界面でのセメントイトと考えられる析出物、および粒内での孤立したセメントイトが認められた。これらについて、さらに TEM によって観察を行った。

#### 3.4 超微細フェライト・パーライト組織の TEM 観察結果

Photo. 3 は  $10^{\circ}\text{C/s}$  で冷却して得られる超微細フェライト・パーライト組織の TEM 観察結果を  $0.4^{\circ}\text{C/s}$  で冷却した場合と比較して示している。 $10^{\circ}\text{C/s}$  で冷却した場合に次に示すような特徴が認められた。(1)フェライト・パーライト界面およびフェライト・フェライト界面が階段状である。(2)界面および粒内においても析出物が認められた。これらの析出物は Photo. 2 でも認められた析出物に対応しており Photo. 3 に示すようにパーラ



A:  $10^{\circ}\text{C/s}$  B:  $0.4^{\circ}\text{C/s}$

Photo. 3. TEM micrographs of ferrite-pearlite microstructure transformed at cooling rate of  $10^{\circ}\text{C/s}$  and  $0.4^{\circ}\text{C/s}$  after hot deformation at  $850^{\circ}\text{C}$ . By rapid cooling ( $10^{\circ}\text{C/s}$ ), shape of grain boundary became irregular and cementite films were formed at each grain boundaries. (a) and (b) indicate cementite films at ferrite-pearlite grain boundary and ferrite-ferrite grain boundary respectively.



Photo. 4. TEM micrograph showing grain boundary dislocations at ferrite-pearlite boundary and ferrite-cementite boundaries of pearlite.

イト相のセメントイトと連続していることからセメントイトと考えられる。したがって以下フィルム状セメントイトと呼ぶ。

Photo. 4 はフェライト・パーライト界面をさらに高倍率で観察した結果を示している。粒界には多数の転位が認められる。また Photo. 5 はフェライト・フェライト界



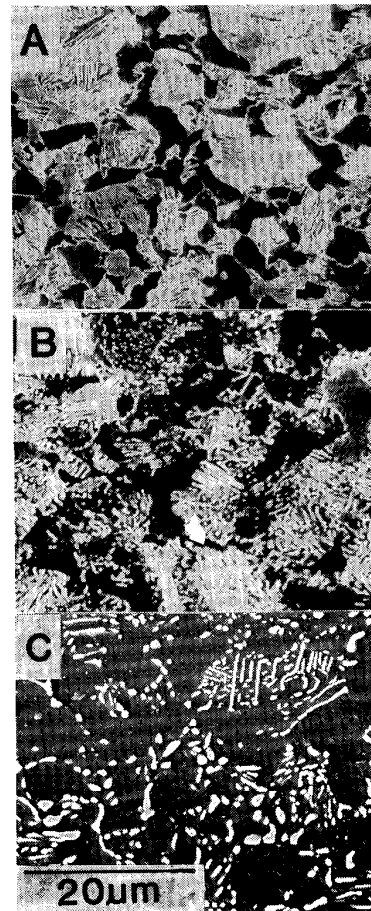
Photo. 5. TEM micrograph showing cementite film at ferrite-ferrite grain boundary. Arrows indicate cementite film at ferrite-ferrite grain boundaries.

面のフィルム状のセメンタイトを示している。また一部粒内へのパーライト的なセメンタイトの成長も認められる。フェライト界面とセメンタイトの位置は一部は近接しているが必ずしも粒界上には存在しない場合がある。このことはフィルム状のセメンタイトの析出が界面に沿ってのみ起きるものではなくオーステナイトからフェライトへの変態の過程と同時に進行しているものと考えられる。

### 3・5 超微細フェライト・パーライト組織の球状化挙動

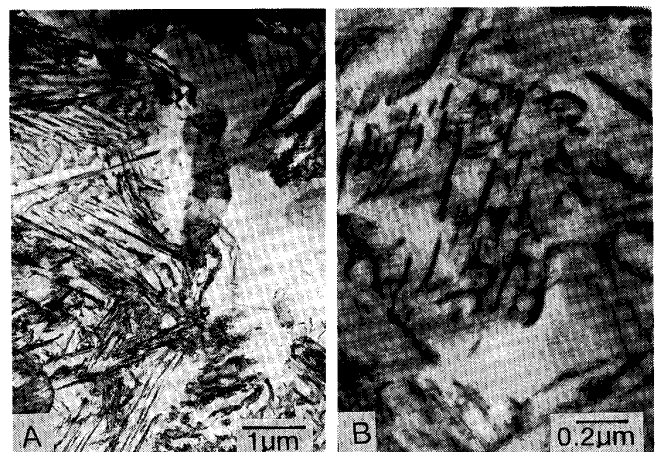
本実験で用いた球状化処理方法は材料を二相域に加熱し，この過程でパーライト中のセメンタイトの一部が分解しオーステナイト相を形成し，その後残存した微細球状セメンタイトを核にして徐冷することにより，すなわち，パーライトの再生を防止しながら球状化する方法である。この過程の詳細については粗粒の場合と比較して既に報告しているが<sup>3)</sup>，超微細粒フェライト・パーライト組織材においては Photo. 6C に示すように極めて良好な球状化組織が短時間で得られる。これは粗粒の場合に比べ再生パーライトが生成しにくいことによるもので，詳細は既報<sup>3)</sup>で述べているためここでは微細粒組織の場合について検討した結果を述べる。

Photo. 6B は 740°C に加熱直後急冷した場合 (50°C/min) の組織変化を示しているが，この段階で既にフェライト・パーライト界面は Photo. 6A の界面に比べ不明瞭になり，パーライト中のセメンタイトは分断された状態になっている。さらに Photo. 7 は 740°C に加



A : As transformed  
B : Heated up to 740°C and cooled without holding time  
C : Heated up to 740°C and held for 30 min

Photo. 6. SEM micrographs showing the sequence of spheroidization behavior of fine ferrite-pearlite microstructure.



A : Dissolution of cementite film at grain boundary  
B : Dissolution of pearlitic cementite in pearlite colony

Photo. 7. TEM micrographs showing early stage of spheroidization process of fine ferrite-pearlite microstructure. Specimen was water-quenched without holding time at 740°C.

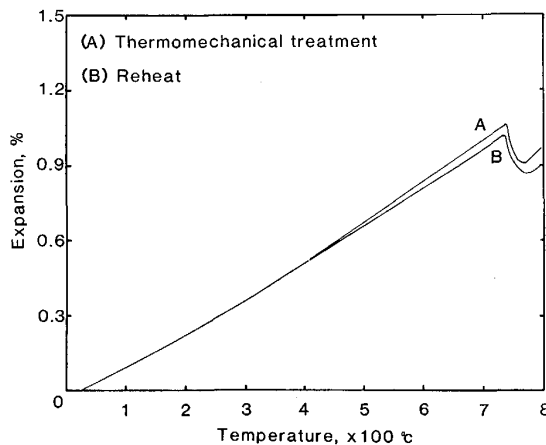


Fig. 4. Thermal expansion curves of the fine ferrite-pearlite steel produced by thermomechanical treatment.



Photo. 8. TEM micrograph of ferrite-ferrite and ferrite-pearlite boundaries which was reheated up to 600°C.

熱直後水冷した試料について TEM 観察を行った結果を示している。Photo. 7A はフィルム状セメンタイトの分解の様子を示すもので、加熱直後に既にオーステナイト化が急速に進行しており、このことが各界面の境界を不明瞭にしている。Photo. 7B はパーライト粒内のセメンタイト層の分解の様子を示しており、分断と同時に再固溶が進行している。以上の結果は加熱昇温中に組織変化が一部起こり球状化を促進している。この点が粗粒の場合のオーステナイト化の場所がパーライトコロニー境界である場合と大きく異なる点である<sup>3)</sup>。

そこで、加熱中の状態変化を検討する目的で、熱膨張曲線を測定した結果を Fig. 4 に、また組織変化を検討

するため TEM 観察した結果を Photo. 8 に示す。Fig. 4 では比較材として変形を加えない再加熱徐冷材を用いた。比較材はほとんど直線的な変化を示し、約 400°C における熱膨張係数は  $1.31 \times 10^{-5}/^{\circ}\text{C}$  である。それに対し、熱間加工後 10°C/s で冷却した場合、約 400°C までは比較材と同一の変化を示しているが、400°C 以上で徐々に偏移し、温度の上昇とともにその差は大きくなる傾向が認められた。冷却速度が 10°C/s よりも遅い場合 (0.4°C/s) にはこの傾向はほとんど認められなかった。600°C まで熱間加工材を加熱した後、急冷した場合の TEM 写真を Photo. 8 に示しているが、変態後存在していた粒界転位はほとんど消滅していることが認められた。したがって Fig. 4 の 400°C 以上での熱膨張係数の差は VARIN ら<sup>7)</sup> が示しているように、圧縮変形により導入された粒界転位が昇温とともに粒界三重点へ移動消滅し歪みを解放したことによると考えられる。

#### 4. 考 察

本研究では既に報告<sup>3)</sup> した中炭素鋼における制御圧延、制御冷却の球状化促進効果について、制御圧延、制御冷却によって得られる超微細フェライト・パーライト組織の下部組織とさらに球状化処理の加熱中に起こる変化に注目して検討を行った。その結果、変態後の組織について次のような特徴が認められた。すなわち、(1) 動的再結晶後、10°C/s で急冷した場合に超微細オーステナイト粒はその状態のままフェライト・パーライト変態し、変態後のフェライトの体積率は著しく増加することが認められた。(2) TEM 観察の結果、フェライト・パーライト界面およびフェライト・フェライト界面には粒界転位とフィルム状セメンタイトが形成されることが認められた。

初析フェライトの形状、母相との結晶学的関係については低炭素鋼で多くの研究がある<sup>4)5)7)</sup>。また制御圧延の初析フェライトの析出に対する効果についても例えば飴山らの研究がある<sup>4)</sup>。飴山らは初析フェライトの形状に注目し、フィルム状および塊状の形態変化に及ぼすオーステナイト粒度の影響を詳細な方位解析によって検討した結果、粒界で生成するフェライトのオーステナイトに対するバリエーションの選択性によることを見出し、その原因としてオーステナイトの粒界の平滑さに関係しているとしている。また、例えば KASPER ら<sup>5)</sup> は制御圧延によってフェライト変態が促進され、フェライトの体積率が増加することを報告している。飴山らの結果は粒界の構造が変態に影響を及ぼしていることを示唆しており KASPER らの結果はオーステナイトの残留歪みが形状、

体積率に大きく影響していることを示唆している。本実験結果においても初析フェライトの形状，体積率のいずれについて変形温度，冷却条件で著しく変化する傾向が認められた。とくに本実験で用いた中炭素鋼では  $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で著しいフェライトの体積率の増加が認められた。このことは冷却速度が  $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$  より遅い場合よりもパーライト相への炭素の急激な濃縮を意味しており，炭素の拡散を考慮した場合，粒界構造の拡散速度への寄与は著しく大きいものと考えられる。また，初析フェライト相の形状について例えば SMITH<sup>8)</sup> は粒界で生成する第2相の形状はそれぞれの界面のエネルギーに関係していることを示しており，粒界構造は大きな役割を果たしている。また，球状化処理のための再加熱中に粒界転位は消滅し粒界でのセメンタイトの分解が促進されることがわかった。再結晶時の粒界の挙動について VARIN<sup>9)</sup> はステンレス鋼を用い再結晶中の粒界について直接観察を行い，転位が粒界に合体し粒界転位を形成した非平衡の粒界を観察している。また，電顕内で加熱し粒界転位の消滅過程を検討した結果，粒界転位の消滅は鉄系の材料で  $0.36\sim 0.42 T_m$  で起こることを報告している<sup>10)</sup>。この温度は約  $400^{\circ}\text{C}$  であり，Fig. 4 で得られた結果とほぼ対応している。したがって，本研究で認められた粒界転位は動的再結晶直後に残存した歪みが粒界転位として変態後も継承されたもので再加熱によって歪みの解放が引き続いて起こったと考えられる。Fig. 5 は以上の結果について，フェライトの形状および炭素の急速な拡散を考慮した場合の変態の過程を模式的に示したもので，Photo. 3 の組織は次のような過程で形成されたものとして理解される。すなわち，初析フェライトの生成により排除された炭素原子が歪みの残存する非平衡の粒界に沿って拡散した後にフィルム状セメンタイトを残してい

くものと考えられる。この場合，オーステナイト界面のエネルギーは高く，そのために生成するフェライトは塊状を呈すると考えられる。また，パーライトについてはフィルム状セメンタイトを起点に成長していくことを示している。さらに球状化過程が促進される原因の一つとして変態によって各界面で凍結された残留歪みを有する非平衡な状態が  $400^{\circ}\text{C}$  以上で解放されることによるもので Photo. 6 B に示すように二相域に昇温直後ではパーライトのラメラの分断も顕著に認められ，このことが球状化を促進していると考えられる。従来，冷間加工を施した後に球状化処理を行うことにより促進されることは良く知られた事実であるが，本実験材においてパーライト中のフェライトとセメンタイトの界面にも転位が多数認められたことから (Photo. 4)，冷間加工によってセメンタイトを変形破壊させ，セメンタイトの分断凝集を容易にする効果と同様の効果が寄与したものと考えられる。また，フェライト・パーライト界面は再オーステナイト化の際の優先サイトと考えられており，界面のフィルム状セメンタイトの球状化促進効果に対する役割は大きい。最近，THOMPSON ら<sup>11)</sup> によって亜共析鋼のフェライト・パーライト界面の TEM 観察結果が報告されているように，多数の転位の存在するフェライト・パーライト界面とか，パーライトの変態機構も従来共析鋼で提案されている機構と異なることを認めている。このように現在なお亜共析鋼の変態機構についてまだ不明な点が多い。球状化促進効果における界面の役割は上記のように重要であり，変態の機構について詳細な観察が今後必要と考えられる。

## 5. 結 言

制御圧延，制御冷却した中炭素鋼の超微細フェライト・パーライト組織の下部組織の観察結果と球状化処理のための再加熱時に起こる組織変化から微細組織における球状化促進効果を検討した結果，次の結果が得られた。

(1) 制御圧延による動的再結晶状態のオーステナイトを  $10^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で急冷することにより，加工後のオーステナイト粒度とほぼ同等の等軸で微細なフェライト・パーライト組織が得られ，フェライトの体積率が著しく増加することが認められた。

(2) TEM 観察の結果，変態後の相界面は階段状であり，かつ界面には粒界転位，フィルム状セメンタイトが認められた。

(3) 再加熱により  $400^{\circ}\text{C}$  以上で熱膨張率に変化が認められ，変態後の相界面に存在していた粒界転位はほとんど消滅することが認められた。

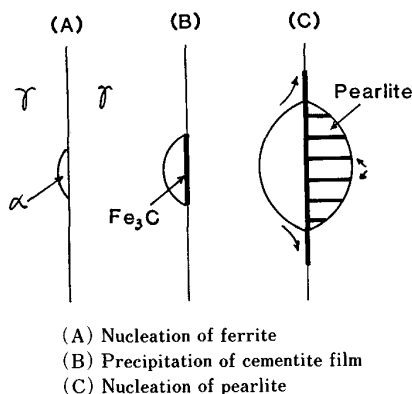


Fig. 5. Schematic illustration of the sequence of ferrite-pearlite transformation. Arrows indicate the diffusion of carbon atoms.

以上の結果はフェライト・パーライト変態による組織の形成に動的再結晶直後のオーステナイト粒界での残留歪みが関係しており、かつ再加熱した場合に残留歪みがセメンタイトの分解を促進するものと考えられる。

### 文 献

- 1) I. KOZASU: Accelerated Cooling of Steels, ed. by P. D. SOUTHWICK, The Metallurgical Society of AIME, New York (1986), p. 15
- 2) H. SAWADA, J. KOARAI, M. UEMURA and T. OHSHIRO: Accelerated Cooling of Steels, ed. by P. D. SOUTHWICK, The Metallurgical Society of AIME, New York (1986), p. 589
- 3) 金築 裕, 勝亦正昭, 澤田裕治: 鉄と鋼, **75** (1989), p. 1178
- 4) 飴山 恵, 皆川昌紀, 牧 正志, 田村今男: 鉄と鋼, **74** (1988), p. 1839
- 5) R. KASPAR, W. KAPPELLNER and O. PAWELSKI: Z. Metallkd., **78** (1987), p. 569
- 6) M. KATSUMATA, Y. KANETSUKI, M. SATO, F. LI and K. HOSOMI: Proc. Int. Conf. on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals, ed. by I. TAMURA, Iron Steel Inst. Jpn., Tokyo (1988), p. 216
- 7) R. A. VARIN and K. J. KURZYDLOWSKI: Z. Metallkd., **74** (1983), p. 177
- 8) 牧 正志, 長道常昭, 阿部直樹, 田村今男: 鉄と鋼, **71** (1985), p. 1367
- 9) C. S. SMITH: Trans. Am. Soc. Met., **45** (1953), p. 532
- 10) R. A. VARIN: Mater. Sci. Eng., **66** (1984), p. 97
- 11) R. A. VARIN: Phys. Stat. Sol. (a), **73** (1982), p. K51
- 12) S. W. THOMPSON and P. R. HOWELL: Scr. Metall., **22** (1988), p. 1775