

高窒素含有Niフリーオーステナイト系ステンレス鋼の HAZ 靱性に及ぼす窒化物析出の影響

禹 仁秀*・堀之内 力*・菊地 靖志*

Influence of Nitride Precipitation on the HAZ Toughness of High Nitrogen Containing Ni-free Austenitic Stainless Steel

Insu WOO, Tsutomu HORINOCHI and Yasushi KIKUCHI

Synopsis : This work was undertaken to examine the influence of Cr–nitride on impact property in heat affected zone of high nitrogen containing Ni-free austenitic stainless steel. Cr-nitride precipitation of HAZ was simulated to be determined using the isothermal test and the Gleeble test by varying holding time and cooling rate, respectively. Impact toughness was determined by testing Charpy V-notch type impact specimens ($55 \times 10 \times 5 \text{ mm}^3$) between room temperature and 77K. The time-temperature-precipitation (TTP) diagram for Cr_2N precipitation showed that the nose of each C curve (i.e., intergranular, cellular, and transgranular Cr_2N) was around 1173K. Cr_2N precipitation at holding temperature 1173K occurred sequentially at grain boundaries, by cellular precipitation, and, finally, by transgranular precipitation within the matrix. Amount of intergranular and cellular Cr_2N precipitation increased with increasing holding time or decreasing cooling rate. High nitrogen containing Ni-free austenitic stainless steel exhibited excellent impact toughness at room temperature. At 77K, impact toughness was decreased markedly, and ductile-to-brittle (DBT) transition behavior associated with brittle transgranular fracture was observed. Intergranular and cellular Cr_2N precipitation reduced impact property of HAZ at room temperature. In addition, embrittlement occurred due to grain boundary separation and fracture through cellular precipitation regions, initiated at Cr_2N . However, regardless of amount of intergranular and cellular Cr_2N precipitation, impact toughness values of HAZ were not observed at 77K.

Key words : high nitrogen containing Ni-free austenitic stainless steel; Cr_2N ; Charpy V-notch test; HAZ toughness; ductile-to-brittle transition.

1. 緒言

近年、欧米では人体に対する有害金属元素にアレルギーの発生しやすいニッケル (Ni) も指摘され、用途によってはステンレス鋼への Ni 添加量の規制が検討されている¹⁻³⁾。その対応策の一つとして開発された Fe–Cr–Mn–N 系の Ni フリー高窒素ステンレス鋼は、低・高温域での高強度、優れた耐食性のため、高強度構造用材料としても期待されている。このような優れた特徴をもつ Ni フリー高窒素ステンレス鋼を構造用材料として使用する場合、溶接・接合プロセスの開発と、とくに溶接部の健全性の評価とその対策を検討することが重要である。

高窒素含有ステンレス鋼の溶接部では窒素放出に起因したブローホールおよび溶接割れの発生が問題点として指摘されている⁴⁻⁶⁾。一方、高窒素ステンレス鋼の溶接では固溶限以上に添加された N のため、溶接金属中と、溶接熱影響部 (HAZ) に窒化物が析出する。しかしながら、溶接部の諸性質と窒化物の関係に対する研究報告は比較的少ない。Simmons⁷⁾ は Cr 窒化物の析出が高窒素含有ステンレス鋼の常温引張延性および常温シャルピー衝撃靱性に悪影響を及ぼすものを示した。これに関しては Chandara Holm

ら⁸⁾ および Rayaprolu ら⁹⁾ も同様な結果を報告している。高窒素含有ステンレス鋼の衝撃靱性は試験温度の変化により大きく依存する。しかしながら、これらの研究は常温靱性と Cr 窒化物の関係について示しており、試験温度の変化にともなう Cr 窒化物の影響に関しては述べていない。また、試験温度の変化にともなう破壊機構についても、未知の点が多いのが現状である。

そこで、本研究では、HAZ 部を仮定してさまざまな熱処理を行った Fe–Cr–Mn–N 系の Ni フリー高窒素ステンレス鋼について、低温から常温までのシャルピー衝撃試験および曲げ試験を実施した。これらの結果に基づき、HAZ 衝撃靱性に及ぼす窒化物の影響について考察を行った。

2. 供試材料および実験方法

2.1 供試材料

本研究で用いた供試材料は Fe–20Cr–20Mn–0.75N 系の Ni フリー高窒素ステンレス鋼である。供試材料の化学組成を Table 1 に示す。大気溶解したインゴットを均質化熱処理、熱間鍛造、熱間圧延の順に処理し、最後に 1373K、3.6ks の条件で溶体化処理を行った。

Table 1. Chemical composition of high nitrogen containing Ni-free stainless steel.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	V	Al	N	O
0.043	0.43	19.92	0.004	0.006	0.01	19.60	0.01	0.01	0.01	<0.005	0.746	0.0097

2.2 熱処理方法

供試材料から 10^l×10^w×5^t mm³に切り出した試験片を用いて窒化物の析出状況を調査した。試験片はAr雰囲気中に熱処理温度 973~1573Kで種々の時間時効処理した。HAZ部に析出した窒化物は以下に示す熱処理により再現した。まず、各供試材料より作製した 55^l×10^w×5^t mm³の試験片をグリーン試験装置によりHe雰囲気中で、保持温度 1573Kまで 100 K/sの加熱速度で急速加熱した後、その温度で約 3 sec保持し、5 K/s、50 K/sおよび 100 K/sの速度で冷却させた。

その後、各熱処理材は試験片中央部の断面について走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: 以下、SEMと記す)を用いた組織観察に供した。SEM 観察試料は以下の方法で作製した。まず、エメリー紙で機械研磨した後、10% 蔞酸水溶液を用い、常温で 10 V, 15 s の条件で電解腐食を行った。また、生成相の同定はX線回折分析装置および透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: 以下、TEMと記す)を用いた。TEM観察用の薄膜は、エメリー紙で機械研磨した後、20% 過塩素酸アルコール溶液を用いて電解ジェット研磨を温度 273Kで、電解電圧 15 V で実施した。

Cr₂Nの析出量を定量的に評価するため、Cr₂Nの粒界占有率およびセル Cr₂Nの面積率を調査した。測定に際しては、1000倍の倍率で観察した任意の 10 視野で結晶粒界の総長さ(ΣL_g)と粒界上のCr₂Nの総長さ(ΣL_{gn})、視野の総面積(ΣL_a)とセル Cr₂N総面積(ΣL_{ac})を測定して式 (1) および (2) により評価した。

$$\text{Cr}_2\text{Nの粒界占有率 (\%)} = (\Sigma L_{gn} / \Sigma L_g) \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{セル Cr}_2\text{Nの面積率 (\%)} = (\Sigma L_{ac} / \Sigma L_a) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

2.3 シャルピー衝撃試験および曲げ試験方法

母材および再現 HAZ部の靱性はシャルピー衝撃試験を用いて評価した。シャルピー衝撃試験は、JIS-Z-2202のA4号試験片のサブサイズ試験片 (Vノッチ部初期断面積 40 mm²) を母材および再現 HAZ部より切り出し、77~293Kの範囲で温度を変化させて行った。曲げ試験は母材および再現 HAZ部より 100^l×10^w×5^t mm³に切り出した試験片を用い、曲げ半径 5 mm, 曲げ角度 180°で実施した。

3. 実験結果

3.1 母材の熱処理および再現 HAZ部の組織

Niフリー高窒素ステンレス鋼について時効熱処理を行

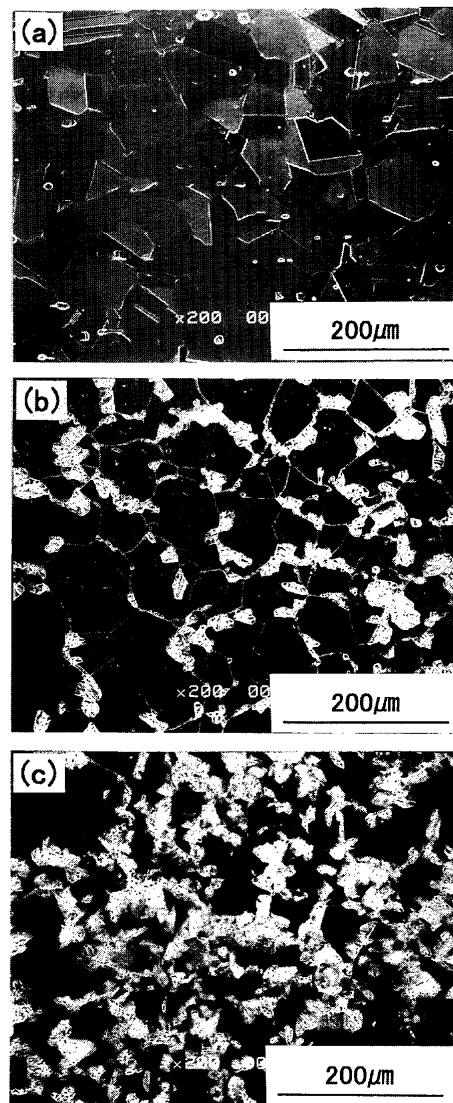


Fig. 1. SEM micrographs of base material and aged specimens: (a) Specimen before aging, (b) specimen aged for 3.6 ks at 1173K, (c) specimen aged for 10.8 ks at 1173K.

い、それぞれのSEM組織を Fig. 1 に示す。Fig. 1(a) は時効熱処理前のSEM組織を示したものである。結晶粒径は約 50 μmであり、一部の結晶粒内には積層欠陥の一種である双晶が見られる。X線回折分析の結果より、時効熱処理前の組織はγ単相で構成されていることがわかった。Fig. 1(b) および Fig. 1(c) は 1173K, 3.6 ks および 1173K, 10.8 ks の条件で時効熱処理したSEM組織を示したものである。時効熱処理前の組織に比べて 1173K, 3.6 ks の時効材では粒界および粒内に白色相が見られる。また、セル状の白色相が粒界から粒内の方に成長している様子が認められる。これらのことは Fig. 1(c) に示した 1173K, 10.8 ks の時効材で

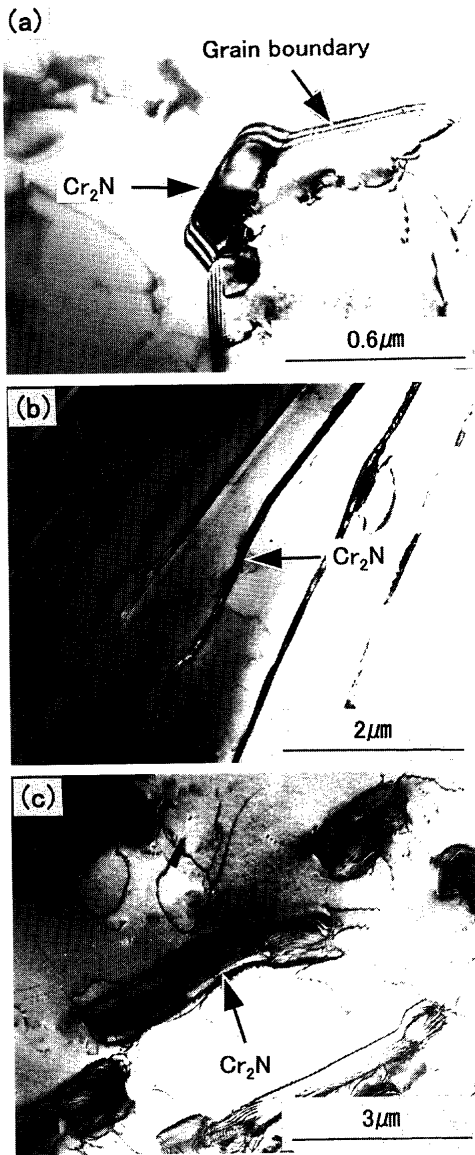


Fig. 2. TEM micrographs showing intergranular, cellular and transgranular Cr_2N observed in specimen aged for 3.6 ks at 1173K: (a) Intergranular Cr_2N , (b) cellular Cr_2N , (c) transgranular Cr_2N .

より顕著となることわかる。時効材の結晶粒径を測定した結果、1173K、3.6ksおよび1173K、10.8ksの時効材は $60\mu\text{m}$ および $80\mu\text{m}$ であり、時効熱処理前のそれが $50\mu\text{m}$ であることに対して、それぞれ $10\mu\text{m}$ および $30\mu\text{m}$ 程度大きくなること認められる。

時効材の析出相をより詳細に検討するため、TEMを用いて組織観察および相同定を行った。Fig. 2は粒界、セルおよび粒内に存在する析出相のTEM組織を示したものである。析出相の成長にともなって析出相/母相界面から発生されたものと考えられる転位が析出相近傍で多数観察される。転位は粒内の析出相近傍でとくに多く見られる。電子線回折パターンの解析結果より、いずれの析出相も六方晶構造の Cr_2N ($a=4.8113\text{Å}$, $c=4.4841\text{Å}$) であることが判明された。Fig. 3は保持時間の変化にともなう粒界およびセル Cr_2N の析出量を測定した結果である。保持時間が増加

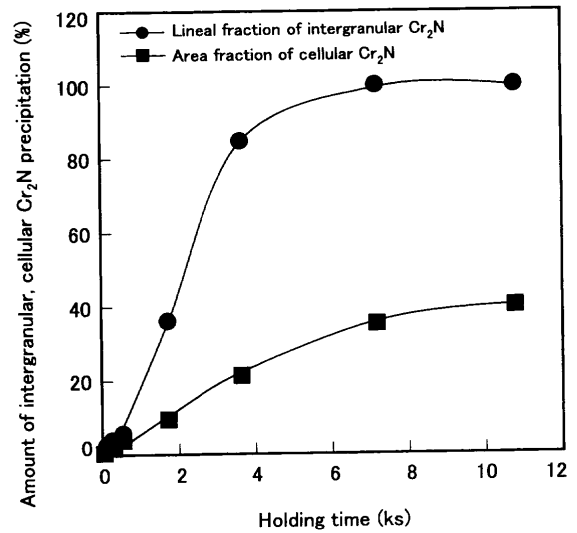


Fig. 3. Effect of holding time on amount of intergranular and cellular Cr_2N in specimens aged at 1173K.

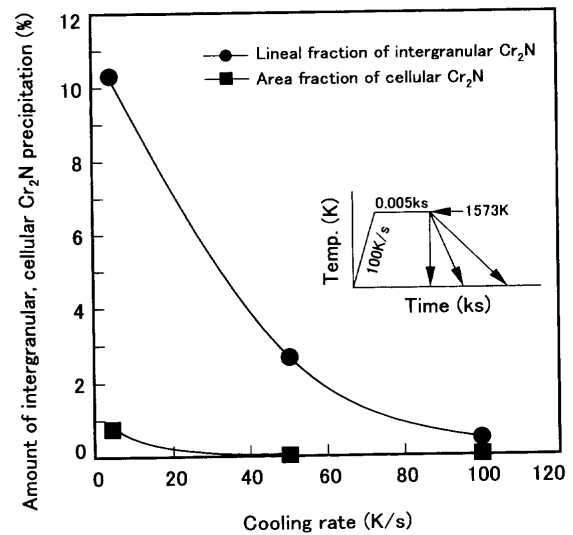


Fig. 4. Effect of cooling rate on amount of intergranular and cellular Cr_2N in HAZ.

するにしたがって Cr_2N の粒界占有率およびセル Cr_2N の面積率が大きくなっており、 Cr_2N の析出量が増加した。さらに、保持時間7.2ks以上では Cr_2N の粒界占有率が100%となることわかる。Fig. 4は再現HAZ部の Cr_2N 析出量に及ぼす冷却速度の影響を示したものである。冷却速度の増加とともに、粒界およびセル Cr_2N の析出量が低下した。粒界上の Cr_2N は本研究で採用した三つの冷却速度ですべて析出していることに対して、セル Cr_2N は冷却速度5K/sのみ析出することが認められる。また、すべての冷却速度条件で粒内の Cr_2N は見られなかった。

一方、時効熱処理試験片について、EPMAの反射電子像(Back Scattered Electron Image)を用いて析出物の位置を把握し、その後、Cr、Nの元素分析により、各保持温度での析出物の開始時間を求めた。Fig. 5は時効熱処理試験により得られた γ と Cr_2N の等温変態曲線を示す。図中で示し

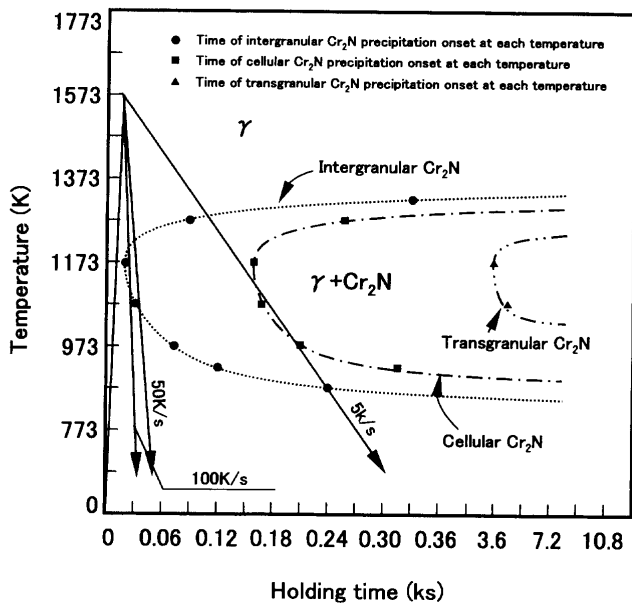


Fig. 5. Time-temperature curve for intergranular, cellular and transgranular Cr₂N precipitation in aged high nitrogen containing Ni-free stainless steel.

た●, ■, ▲は各保持温度での粒界 Cr₂N, セル Cr₂N および粒内 Cr₂N の析出開始時間を意味している。また, 図中にはHAZ部における Cr₂N析出と冷却速度との関係を検討するため, 本研究に用いた3つの熱サイクル曲線も併記してある。熱処理組織は, 保持温度 973~1323K の範囲では γ+Cr₂N, その温度範囲以外では単相 γ で構成されている。Cr₂N の析出は粒界, セルおよび粒内の順になっており, いずれの温度領域においても粒界上の Cr₂N が最も短時間で析出することが認められる。一方, γ 単相領域の温度 1573K で 50 K/s および 100 K/s の速度で冷却した場合の熱サイクル曲線は, 等温変態曲図における粒界 Cr₂N の析出領域を通過する。これに対して, 冷却速度 5K/s では冷却時, 約 1200K で粒界 Cr₂N を経由し, 温度低下とともに, 約 1120K でセル Cr₂N を析出する。したがって, 最終組織は γ, 粒界およびセル Cr₂N で構成される。これらのことは前述の Fig. 4 と密接な関連性があることが認められる。すなわち, 冷却速度 50 K/s および 100 K/s に付加された再現 HAZ 部でセル Cr₂N が観察されなかったのは, 比較的速い冷却速度のため, 熱サイクル過程が粒界 Cr₂N の析出領域のみ通過するためと考えられる。

3.2 シャルピー衝撃試験および曲げ試験結果

再現 HAZ 部の靱性を検討することに先立ち, 熱処理前の Ni フリー高窒素ステンレス鋼について, 試験温度を低温から常温まで変化させてシャルピー衝撃試験を行った。Ni フリー高窒素ステンレス鋼の衝撃靱性は Fig. 6 に見られるごとく, 試験温度に大きく依存する。すなわち, シャルピー衝撃吸収エネルギーは常温領域では比較的高い値を示すが, 試験温度の低下とともに, ある温度領域ではその値が急激に低下し, 77K の低温領域でほぼゼロとなる

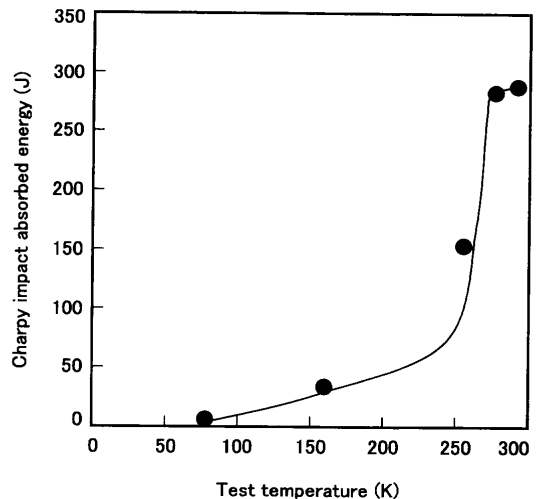


Fig. 6. Effect of test temperature on Charpy impact absorbed energy of high nitrogen containing Ni-free stainless steel.

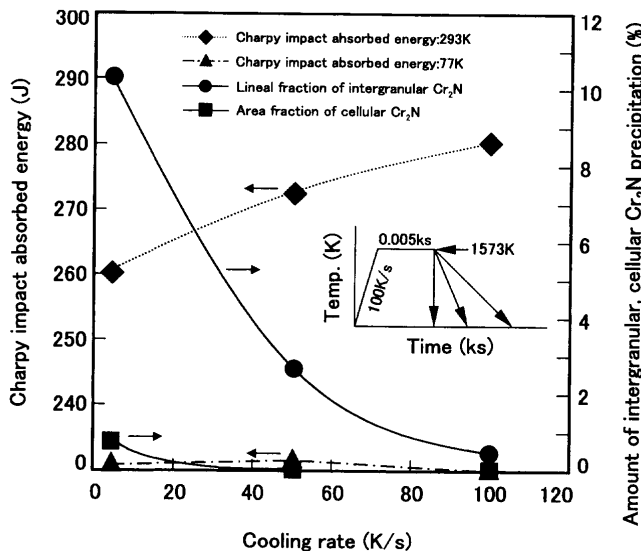


Fig. 7. Effect of cooling rate on Charpy impact absorbed energy and amount of intergranular, cellular Cr₂N precipitation.

わかった。面心立方晶は劈開による低温脆化は起こさないとされているが, 本研究で用いた Ni フリー高窒素ステンレス鋼は低温域で延性-脆性遷移 (Ductile-Brittle Transition) を示すことが認められた。

再現 HAZ 材について, 試験温度 77K および 293K でシャルピー衝撃試験を行い, 得られたシャルピー衝撃吸収エネルギーを冷却速度の関係で整理したものを Fig. 7 に示す。また, HAZ 靱性に及ぼす Cr₂N の影響を検討するため, 各冷却速度における粒界およびセル Cr₂N の析出量を図中に併記した。シャルピー試験温度 293K では, 冷却速度が遅くなるにつれ, シャルピー衝撃吸収エネルギーが低下する。このことを Cr₂N の析出量と比較すると, 両者には密接な関連性があることが認められる。すなわち, Cr₂N 析出量の増加とともに, 再現 HAZ 部の靱性が低下しており,

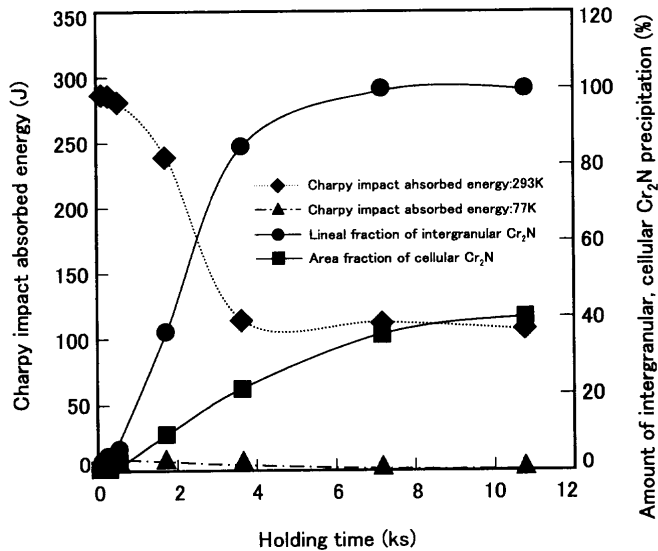


Fig. 8. Effect of holding time on Charpy impact absorbed energy and amount of intergranular, cellular Cr₂N precipitation in specimens aged at 1173K.

Cr₂NがHAZ部の靱性に悪影響を及ぼすことがわかる。これに対して、シャルピー試験温度77Kでは、Cr₂N析出量の増加にかかわらず、すべての再現HAZ部のシャルピー衝撃吸収エネルギーがほぼゼロとなった。これらのことは、保持温度1173Kで保持時間を変化させた時効材について、シャルピー試験を行った結果を示した Fig. 8 を見るとより明らかとなる。すなわち、シャルピー試験温度293Kでは、シャルピー衝撃吸収エネルギーが粒界およびセルCr₂Nの析出量と良好な相関関係を示しており、靱性に対するCr₂Nの悪影響が認められる。しかしながら、シャルピー試験温度77Kでは、Fig. 7 に示したと同様に、Cr₂N析出量の増加にかかわらず、すべての再現HAZ部のシャルピー衝撃吸収エネルギーがほぼゼロになっていることがわかる。

シャルピー衝撃試験後、Niフリー高窒素ステンレス鋼の破断面組織を Fig. 9 に示す。試験温度293Kではディンプル状の延性破面になっており、77Kでは、典型的な粒内脆性破壊の破面組織を呈している。このことより、低温領域でNiフリー高窒素ステンレス鋼の靱性がほとんど見られないのは、粒内脆性破壊に起因するものと考えられる。Fig.10 は試験温度293Kでシャルピー衝撃試験後、時効材の破断面組織を示したものである。保持時間0.03 ksの破断面はディンプル状の延性破面に構成されている。これに対して、保持時間10.8 ksの破断面は粒界破面とともに、微細なディンプル状の延性破面を呈する。一方、試験温度77Kでシャルピー衝撃試験後、時効材の破断面組織を Fig.11 に示す。保持時間0.03 ksおよび3.6 ksともに、粒内脆性破壊の破面組織を呈している。また、保持時間3.6 ksでは破面一部にセルCr₂Nが見られる。

再現HAZ部の破壊挙動に及ぼす粒界およびセルCr₂Nの

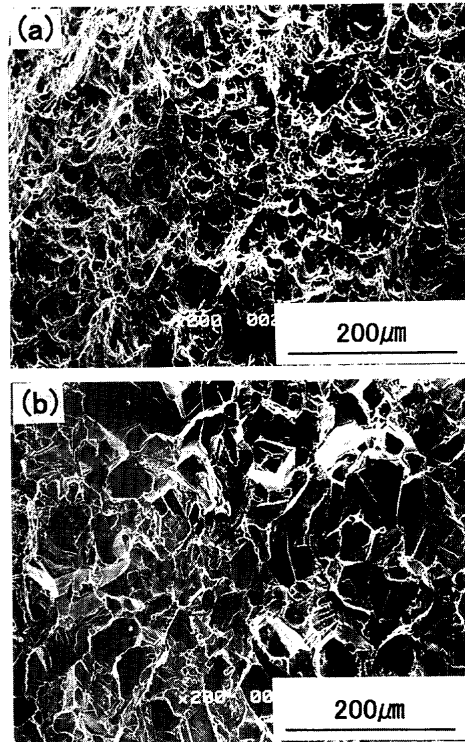


Fig. 9. SEM fractographs of Charpy specimens from high nitrogen containing Ni-free stainless steel: (a) Test temperature; 293K, (b) test temperature; 77K.

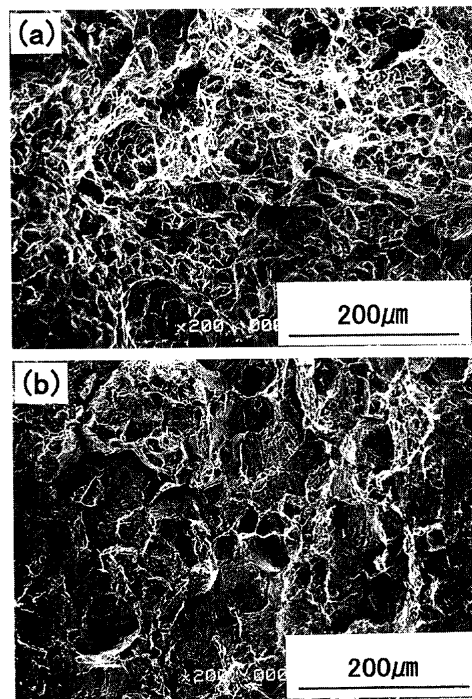


Fig. 10. SEM fractographs after Charpy impact test at 293K: (a) Specimen aged for 0.03 ks at 1173K, (b) specimen aged for 10.8 ks at 1173K.

影響を検討するため、常温で曲げ試験を行った。曲げ試験後、時効材の断面部組織を Fig.12 に示す。Fig.12(a) は1173K, 0.18 ksの条件で熱処理した時効材の断面部組織である。粒界に沿ってクラックが発生している様子が見られ

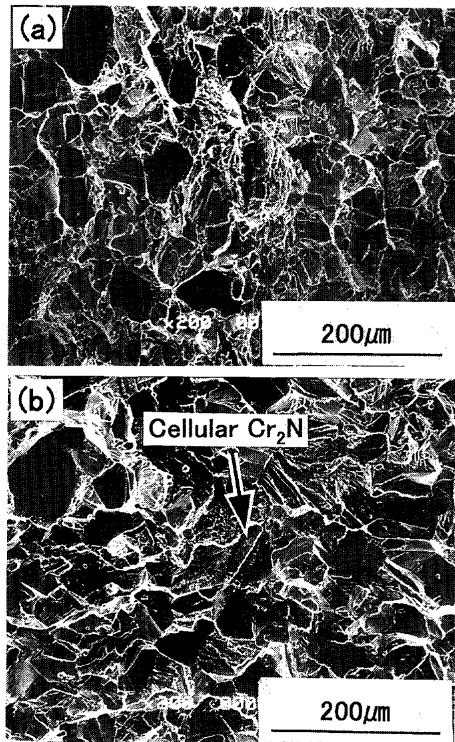


Fig. 11. SEM fractographs after Charpy impact test at 77K: (a) Specimen aged for 0.03 ks at 1173K, (b) specimen aged for 3.6 ks at 1173K.

る。前節の時効熱処理試験の結果より、1173K、0.18 ks の条件では Cr_2N が主として粒界上に析出するため、クラックは粒界 Cr_2N に起因して生じるものといえる。一方、1173K、3.6 ks の時効材では、粒界クラックとともに、Fig.12(b)に見られるごとく、セル Cr_2N 内にもクラックが観察された。クラックはセル Cr_2N の中央部に沿って伝播している様子が認められる。これらのことより、粒界およびセル Cr_2N が常温破壊の起点となることが明らかとなった。

4. 再現 HAZ 部の衝撃靱性に及ぼす Cr_2N の影響に関する考察

前節では、粒界およびセル Cr_2N が常温領域でNiフリー高窒素ステンレス鋼のHAZ靱性を低下させることを示した。しかしながら、低温領域ではHAZ衝撃靱性に対する Cr_2N の影響は認められなかった。以下では各温度領域においてHAZ靱性と Cr_2N との関連性について考察を行う。

粒界およびセル Cr_2N が常温領域のHAZ靱性を劣化させるのは、次のように考えられる。 Cr_2N は粒界において隣接する結晶粒と $\{0\cdot01\}_{\text{Cr}_2\text{N}}//\{111\}_\gamma$, $\langle 11\cdot0 \rangle_{\text{Cr}_2\text{N}}//\langle 110 \rangle_\gamma$ なる方位関係を有した多層薄片状に析出しており、整合性がよいことが報告されている¹⁰⁻¹²⁾。たとえば、Fig. 2(a)に示した粒界 Cr_2N のTEM組織で、左上側の結晶粒が Cr_2N と整合性がよいものと考えられる。これに対して、方位関係を満足

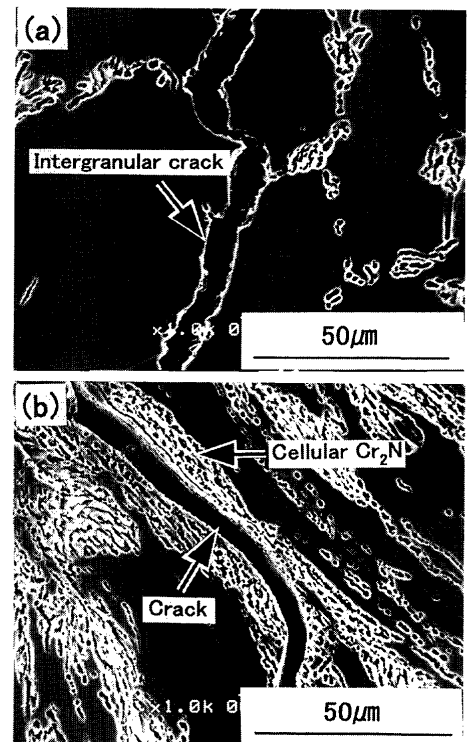


Fig. 12. SEM micrographs after bending test at 293K: (a) Intergranular crack of specimen aged for 0.18 ks at 1173K, (b) microcrack in cellular of specimen aged for 3.6 ks at 1173K.

していないもう一方の結晶粒、すなわち Fig. 2(a)で右下側の結晶粒とは不整合なので、このような境界やその近傍が破壊の発生点となる。したがって、保持時間の増加および冷却速度の減少とともに、粒界破壊が増加するのは、粒界 Cr_2N と不整合な結晶粒の増加に起因するものと推察される。

一方、炭素鋼におけるパーライト内の破壊挙動は以下のように提案されている¹³⁻¹⁵⁾。引張方向に対して 45° の方向に生じたせん断応力により、パーライト内のセメンタイトでクラックが発生する。クラック発生部に形成されたキャビティは、せん断応力の発達とともにフェライトの方に成長し、結果的に破断するモデルである。したがって、破断面は微細なディンプルの組織となる。前節の Fig.10(b)に見られた微細なディンプルの組織はセル Cr_2N の破壊挙動が炭素鋼でのパーライト組織のそれと類似している。すなわち、せん断応力によりセル Cr_2N 内の Cr_2N が破壊され、これによって形成されたキャビティは隣接した γ マトリックスの方に成長するため、破断面が微細なディンプルの組織となるものと推察される。

一方、前述のごとく、粒界およびセル Cr_2N は低温のHAZ靱性に対して、その影響が認められなかった。これは粒界およびセル Cr_2N を含まない γ マトリックスが低温領域で脆性破壊を生じるためと考えられる。

最近、オーステナイト系ステンレス鋼の低温粒内脆性に関するモデルがMullnerら¹⁶⁾によって報告されている。変

形双晶の交差点で応力集中によりクラックが発生する機構である。このモデルによると積層欠陥エネルギー (SFE) が下がると変形双晶の発生が促進され可動転位密度が減少するため、粒内脆性破壊が発生されることになる。合金元素に関しては、Niは積層欠陥エネルギーを増加させること、MnおよびNはそれを低下させることが知られている¹⁷⁻¹⁹⁾。本研究で用いた供試材料はNiを含まない高Mn、高N系のため、通常のオーステナイト系ステンレス鋼に比べて積層欠陥エネルギーが小さく、これに起因して低温粒内脆性が生じるものと推察される。

5. 結言

Niフリー高窒素ステンレス鋼のHAZ衝撃韌性に及ぼすCr₂Nの影響を検討するため、低温から常温までのシャルピー衝撃試験および曲げ試験を実施した。これらの結果に基づき、HAZ部のシャルピー衝撃韌性に及ぼすCr₂Nの影響について考察を行った。得られた結果を以下に要約する

(1) Cr₂Nの析出は粒界、セルラーおよび粒内の順になっており、いずれの温度領域においても粒界上のCr₂Nが最も短時間で析出した。また、保持時間の増加および冷却速度の低下とともに、粒界およびセルCr₂Nの析出量が増加することがわかった。

(2) Niフリー高窒素ステンレス鋼の韌性は低温粒内脆性による延性—脆性遷移を示すことがわかった。

(3) 試験温度293Kでのシャルピー衝撃試験を行った結果、Cr₂N析出量の増加とともに、再現HAZ部の衝撃韌性が低下しており、Cr₂NがHAZ部の韌性に悪影響を及ぼすことがわかった。これに対して、シャルピー試験温度77Kでは、Cr₂N析出量の増加にかかわらず、すべての再現HAZ部のシャルピー衝撃吸収エネルギーがほぼゼロになっており、Cr₂Nの影響は認められなかった。

(4) 保持時間の増加および冷却速度の減少とともに、粒界破壊が増加するのは、Cr₂Nと不整合な粒界の増加に起因するものと考えられた。また、セルCr₂Nの破壊挙動はせん断応力によりCr₂Nで割れが発生し、せん断応力の発達とともに隣接したγマトリックスの方に成長することによって破断するものと推察された。

(5) Niフリー高窒素ステンレス鋼が低温で粒内脆性破壊するのは、MnおよびNによる積層欠陥エネルギー (SFE) の低下が主たる原因となることが推察された。

文 献

- 1) J.Menzel, W.Kirschner and G.Stein: *ISIJ Int.*, **36** (1996), 893.
- 2) P.J.Uggowitzer, R.Magdowski and M.O.Speidel: *ISIJ Int.*, **36** (1996), 901.
- 3) P.J.Uggowitzer, W.F.Bahre, H.Wohlfromm and M.O.Speidel: *Mater. Sci. Forum*, **318-320** (1999), 663.
- 4) Y.Kikuchi, O.Kamiya and H.Kobayashi: *Mater. Sci. Forum*, **318-320** (1999), 621.
- 5) I.Woo, T.Horinouchi and Y.Kikuchi: *Tetsu to Hagané*, **87** (2001), 486.
- 6) T.Ogawa, K.Susuki and T.Zaizen: *Welding J.*, **63** (1984), 213.
- 7) J.W.Simmons: *Metall. Trans. A*, **26A** (1995), 2085.
- 8) H.C.Holm, P.J.Uggowitzer and M.O.Speidel: *Scr. Metall.*, **21** (1987), 513.
- 9) D.B.Rayaprolu and A.Hendry: *Mater. Sci. Technol.*, **4** (1988), 136.
- 10) T.Tanaka, M.Kikuchi and R.Tanaka: *J. Jpn. Inst. Met.*, **41** (1977), 1145.
- 11) M.Kikuchi, M.Kajihara and S.K.Choi: *Mater. Sci. Eng.*, **A146** (1991), 131.
- 12) D.B.Rayaprolu and A.Hendry: *Mater. Sci. Technol.*, **5** (1989), 328.
- 13) A.R.Rosenfield, G.T.Hahn and J.D.Embury: *Metall. Trans.*, **3** (1972), 1972.
- 14) U.Lindborg: *Trans. Am. Soc. Met.*, **61** (1968), 500.
- 15) L.E.Miller and G.C.Smith: *J. Iron Steel Inst.*, **11** (1970), 998.
- 16) P.Mullner, C.Solenthaker, P.J.Uggowitzer and M.O.Speidel: *Acta Metall. Mater.*, **42** (1994), 2211.
- 17) P.M.Adler, G.B.Olson and W.S.Owen: *Metall. Trans. A*, **17A** (1986), 1725.
- 18) V.G.Gavriljuk, A.L.Sozinov, Ju.N.Petrov and Yu.A.Polushkin: *Acta Metall. Mater.*, **46** (1998), 1157.
- 19) J.Ishizaka, K.Orita and K.Terao: *Testu to Hagané*, **78** (1992), 1846.