

ボルトの遅れ破壊

中里 福和*

Delayed Fracture of Bolts

Fukukazu NAKASATO

Synopsis : This review article on delayed fracture of bolts covers the following topics: general features of delayed fracture, case histories of in-service failures of high-strength bolts, existing demands for higher-strength bolts and their background, increasing needs for standardization of delayed fracture susceptibility evaluation method, and approaches so-far taken to prevent delayed fracture. The author emphasizes that, thanks to the recent intensive R&D activities, overcoming delayed fracture is now very close to the reality.

Key words: delayed fracture; high-strength bolts; hydrogen degradation; applied stress; environmentally assisted cracking; delayed fracture susceptibility; evaluation method.

1. はじめに

約10年前の1991年4月1日、突然NHKニュース21でF11Tボルト^{†1}の遅れ破壊が特別報道された。

「単重約500gの鉄製ボルトが突然、大音響とともに体育館の屋根から落下、こうしたF11Tボルトの突然破壊は過去15年間で8件起こり、約150本が破断している。これは遅れ破壊という現象で、水素が関与している。詳細なメカニズムは未解明、対策としてはボルトの総取替え、定期点検、保護網設置などである」

きわめて簡潔に事象が説明されているが、一般の人々には、ボルト使用時の危険性のみが喧伝された嫌いがある。また上記の対策は、後手の対策である。しかしこの5年間で遅れ破壊に関する研究開発は飛躍的に進歩し¹⁻³⁾、「遅れ破壊の克服」も充分視野内に入ってきた感がある。

本報では遅れ破壊の一般論から最近の研究開発動向までを概説する。

2. 遅れ破壊とは

遅れ破壊とは、静的応力下の部品がある時間経過後、突然、脆性的に破壊する現象である。遅れ破壊は材料—環境—応力の相互作用によって生じる一種の環境脆化であり、水素による材質劣化の一形態と考えられている (Fig. 1)。米国において電気めっきした航空機部品の破壊に端を発した遅れ破壊は、微量な水素に起因すると結論され、防止策として脱水素処理の実施や水素が入らないめっきが

導入された。いっぽう部品の製造工程で水素が入らない場合でも、部品が使用されている間に水素が入り、遅れ破壊する場合があることも明らかになった。米国におけるロケットチェンバーの耐水圧試験中の低応力破壊、わが国におけるPC鋼棒や高力ボルトの使用中断断がその例である。遅れ破壊は機械構造用部品の高強度化を阻害する要因であり、ねじ部品、PC鋼棒、ばね、歯車、チェーンといった部品を高強度化するとき、つねに留意しなければならない現象である。

遅れ破壊の一般的特徴としては下記の5項目が挙げられる。

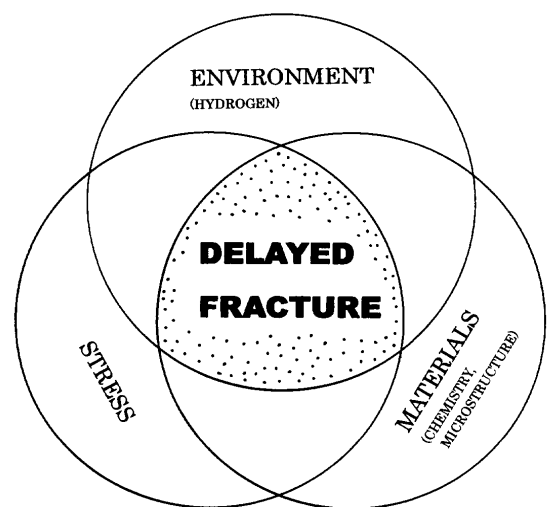


Fig. 1. Three major factors affecting delayed fracture susceptibility.

平成14年3月4日受付 平成14年6月27日受理 (Received on Mar. 4, 2002; Accepted on June 27, 2002)

* (株)住友金属小倉カスタマーサービス部 (Customer Service Dept., Sumitomo Metals (Kokura), Ltd., Sumitomo Building 4-5-33 Kitahama Chuo-ku Osaka 541-0041)

† F11TとはJIS-B1186 (1995)「摩擦接合用高力六角ボルト・六角ナット・平座金セット」に規定されているボルトの機械的性質による等級のひとつ。Fは摩擦接合用であることを示す。11Tは引張強さの下限値が1100 N/mm²であることを示す。

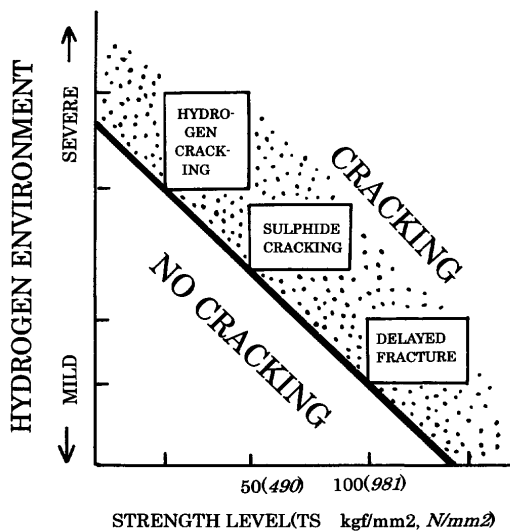


Fig. 2. Commonly-used fracture-related terms in relation to materials strength and hydrogen environment.

- 1) 強度レベルが高いものほど、著しくその感受性が増大する。ボルトの場合引張強さが 125 kgf/mm^2 (1226 N/mm^2) を越えるものは、自然大気中においても潜在的に遅れ破壊の危険性を秘めている。
- 2) 常温近傍で発生する。しかも 100°C (373K) 近傍までは温度が高いほど感受性は増大する。(低温脆性破壊との相違点)
- 3) マクロ的には、大きな塑性変形を伴わないで破壊する。(クリープ破壊との相違点)
- 4) 静荷重 (歪速度ゼロ) のもとで起こる。(疲労破壊との相違点)
- 5) 降伏強さよりもかなり低い負荷応力でも起こる。

遅れ破壊関連の用語については次のような点に留意すべきである。鉄鋼材料における水素による材質劣化の形態は多種多様であり、対象強度レベル、水素を含む環境の種類などによってその呼び方も統一されていない。おおまかには

高強度材 ($\text{TS} \geq 100 \text{ kgf/mm}^2$) に対しては

遅れ破壊、

中強度材 ($100 > \text{TS} \geq 50 \text{ kgf/mm}^2$) に対しては

硫化物割れ、硫化物応力腐食割れ

低強度材 ($50 \text{ kgf/mm}^2 > \text{TS}$) に対しては

水素割れ、水素誘起割れ、ブリスター

($100 \text{ kg/mm}^2 = 981 \text{ N/mm}^2$, $50 \text{ kgf/mm}^2 = 490 \text{ N/mm}^2$) といっ

た用語が用いられている。

材料強度-水素環境-用語の関係を模式的に Fig. 2. に示す。

3. ボルトの高強度化と遅れ破壊の事例

ボルトは一般にナットと組んで用いられるおねじ部品の総称であるが、機械要素のひとつとして各産業分野で使用されている。ボルトの強度は千差万別であり、ボルトに導入される軸力、使用環境、表面処理の有無などにより、使用されるボルトの強度が決まる。最近ボルトの高強度化が市場のニーズとして高まりつつあるが、主たる目的は

- 1) 地球環境問題 低燃費 軽量化
- 2) コンパクト設計 空間の有効活用
- 3) 施工の簡略化
- 4) 施工期間の短縮

などである。また市場のグローバル化という観点からは「世界調達可能」も重要であるが、海外製品に対する国内製品(素材、部品)の差別化といった観点からも、ボルトの高強度化実現は日本にとって重要課題である。

次に各産業分野におけるボルトの遅れ破壊事例と高強度化動向について述べる。

(1) 自動車分野

エンジン系 実体強度 (TS) 135 kgf/mm^2 (1324 N/mm^2) が最高強度である⁴⁾。2輪車の一部で $\text{TS } 155 \text{ kgf/mm}^2$ (1520 N/mm^2) が使用されている⁵⁾。エンジンボルトは表面処理されずに使われることが多い。

足回り系 11Tクラスまでが使用されている。表面処理としては電気亜鉛めっきや亜鉛粉末の焼付け塗装がされる。表面処理の最近の動向としては環境保全の観点からCrフリー化が要求されている⁶⁾

なお自動車用ボルトの遅れ破壊としては、1981年米国の某自動車会社が640万台の乗用車・小型トラックをリコールした事例が有名である⁷⁾。ISOクラス12.8ボルト¹²⁾(ローアコントロールアームボルト)の遅れ破壊が3年半で実車で27件(折損ボルト数は100本未満)発生し、22件の人身事故につながったと報じられている⁷⁾。発生原因は腐食によって生じたピットが表面脱炭層を突進んで内部(HRC44近傍)にまで達したためであり、その結果遅れ破壊が発生したと報告されている。使用ボルト材料は低炭素ボロン鋼である。ボルト形状は冷間成形によるボルト-ワッシャー一体型であった。リコールによってクラス12.8ボルトをクラス10.9ボルトに差し替え、かつボルト-ワッシャーは分離タイプとした⁸⁾。

本事例においても

「量産前に自社試験場で行われた腐食促進試験において実車折損が予測できなかった」という事実が、遅れ破壊評

+2 12.8とは当時のISOねじ規格で規定されていたおねじの機械的性質による強度区分のひとつ。12は引張強さ下限値が 1220 N/mm^2 であることを示す。また.8は耐力の下限値(976 N/mm^2)と引張強さの下限値(1220 N/mm^2)との比(降伏比)が0.8であることを示す。なお現在は強度区分12.8は消滅し、強度区分12.9が規定されている。ISO規格との整合性を組入れたJIS-B1051(1991)「鋼製のボルト・小ねじの機械的性質」では強度区分12.9が最高強度であり、耐力および引張強さの規格下限値はそれぞれ1100, 1220(両者の比は0.9)となっている。

価法確立の難しさを示している。

(2) 土木・建築分野

土木（主として橋梁）・建築分野ではJIS-B1186 (1995) 摩擦接合用高力六角ボルト相当のF10Tが多量に使われている。F11Tに関しては悪条件が重なったとき遅れ破壊することがわかり（前述）、JISでは括弧付となり「なるべく使用しない」と付記されている。かつてはJIS-B1186 (1964)でF13Tまで規格化されていたが、使用中に遅れ破壊が多発したため現在ではF13Tは抹消されている。溶融亜鉛めっきボルトとしては一般的にはF8Tまでが使われており、F10Tは限られた用途でのみ使われている。いっぽう最近実体強度 (TS) が145 kg/mm² (1422 N/mm²) の摩擦接合用高力ボルトが実用化されはじめ注目を集めている^{9,10)}。

建築分野でも送電鉄塔では溶融亜鉛めっき処理した強度区分10.9ボルトが最高強度である。一般的には95キロ級あるいは9.8ボルトが多用されている。いっぽうでさらなる高強度化志向は強く鋼構造用として強度区分12.9ボルトの溶融亜鉛めっきボルトがKloos等により検討されているが「実用化された」という記述はない¹¹⁾。Kloos等はSCR440, SCM440, SNCM431 類似鋼を用いてM16, M30ボルトを試作し溶融亜鉛めっきあり、なしでボルトの性能を比較している。「遅れ破壊に関しても有意差なし」と結論付けている。しかし彼等の試験は大気中で5°傾斜くさび挿入締付締結体（0.2%耐力の70%負荷、繰り返し数N=10、くさび挿入により塑性域まで変形している）を3日間放置したときの破断有無での評価である。実使用環境をシミュレートしているかどうか疑問であり実用性可否を判断するにはさらに系統的な試験が不可欠である。送電鉄塔用ボルトが曝される実環境の苛酷さを定量化しさらにそれを実験的にシミュレートする手法の研究が本郷らにより報告されている^{12,13)}。建築分野で立体トラス構造に10.9ボルトまでの高強度のボルトが使用されている。表面処理は亜鉛粉末の焼付け塗装が一般的である。当該ボルトは最大径M80までを対象としており、とくに高強度化志向はない。

土木分野でシールド工法に用いるセグメントボルトは、10.9ボルトが主体であり一部12.9ボルトも使用された実績がある。表面処理はテフロン塗装あるいは亜鉛粉末の焼付け塗装が用いられている。高強度化の要望はあるが、具体的な動きはない。

(3) 産業機械分野

産業機械分野ではJIS-B1176(1988)六角穴付きボルトが使用されている。12.9ボルトまでが使われているが、表面処理は電気亜鉛めっきあるいは粉末亜鉛の焼付け塗装が多い。その際「鋼ボルトに電気めっきを施した場合は、もろさ除去の処理を行う。ただし、強度区分8.8および10.9のものは、必要に応じて行う」とJIS-B1176 (1988)に規定されている。

(4) 建設機械分野

建設機械分野ではシューボルトに最高で実体強度150 kg/mm² (1471 N/mm²) の高力ボルトが使用されている。表面処理されることはないが一部長期間保管の補修用ボルトで亜鉛めっきされることがある。さらなる高強度化志向もある。

(5) 鉄道分野

鉄道分野では台車用には8.8, 9.8ボルトが主体で一部10.9ボルトも使われている。表面処理されることは少ないが電気亜鉛めっきあるいは亜鉛粉末の焼付け塗装が施されるボルトもある。高強度化は要望されているも具体的な動きはない。鉄道分野の軌道用には最高11Tボルトが使用されている。低強度の4Tボルトでは溶融亜鉛めっきあるいは亜鉛粉末の焼付け塗装がなされる。高強度化の動きはない。

(6) 航空機分野

航空機分野では、実体強度 (TS) 165 kg/mm² (1618 N/mm²) のボルトが広く使われている。表面処理も電気Cd(-Ti)めっき、Al(-Ti)スプレイコーティング、Al-IVDなど多様である。ボルト製造中のボルト内部水素量管理には細心の注意が払われている。

4. 遅れ破壊評価法

遅れ破壊評価法の基準化は機械構造用部品の高強度化を図るときにきわめて重要な課題である。これまで遅れ破壊特性の評価は産学官それぞれがそれぞれの方法で実施しており、いまだに基準化されていない。しかし特定部品に関してはすでに基準化されている例もある。例えばPC鋼棒にはFIP法¹⁴⁾が標準化されている。また金属・合金一般の耐力腐食割れ試験法として3.5% NaCl溶液間歇浸漬法¹⁵⁾がASTMに基準化されている。国内においてもJIS化を目指してJIS原案法が検討されたが制定には至っていない¹⁶⁾。基準化する場合には、その汎用性が重要であり、あまり複雑な試験条件の設定では限定されたものしか実施できないので不相当である。JIS原案はそのようなことまで考慮して検討されたが、試験環境の設定など残課題がある。米国の他の自動車会社は自動車用ファスナーの水素脆化評価の社内基準としてProcess Standard 9500を一部公表しており、脱水素処理条件や締付遅れ破壊テスト条件が開示されている¹⁷⁾。このような自社試験基準が「ボルトの実使用環境の苛酷さをシミュレートしているかどうか」の検証がきわめて重要であり、現在の最先端の開発研究課題となっている。

耐遅れ破壊性の評価法に関しては、現在世界標準の原案作成を視野に入れて、物質・材料研究機構/材料研究所で、産学民の英知を結集して研究開発が行われている。「実環境での遅れ破壊発生有無を判定できる試験法の基準化に目

処を得た」と報じられている¹⁸⁾。高木らは部品のサイズ、形状あるいは負荷応力の効果を統一的に評価できる応力パラメーターとして「ワイブル応力」が有効であるとし、負荷応力をワイブル応力に変換し、異なる試験片によるデータを統一的に比較・対比する提案をしている。さらに「限界水素量とワイブル応力との関係」を耐遅れ破壊性の評価基準としている¹⁹⁾。遅れ破壊評価法に関する最近の進歩には Fig. 1. で「環境」と表示されている影響因子を水素量として定量化できるようになったことが寄与している²⁰⁾。とくに「常温近傍で鋼中を拡散し、遅れ破壊を引き起こす水素」といわれている「拡散性水素」を定量化できるようになったことである。最近では分析精度 0.01 ppm という高精度分析が可能となっている^{21,22)}。まず鋼中の拡散性水素に注目した先駆的な研究が宮川、鈴木らによって発表された^{23,24)}。遅れ破壊発生臨界拡散性水素量を定量化し、鋼材の耐遅れ破壊性を評価するものである。その後この手法に対し山崎らによって鋼中水素分布の均一化、脱離防止の工夫がなされた²⁵⁾。いっぽう橿田らは鋼材が曝される環境の苛酷さを水素透過係数により記述することを提案した²⁶⁾。さらに橿田らはボルトの使用状態により近い状態つまり実環境をシミュレートできる水素透過係数を設定し、応力を負荷しながら水素を添加する方法で 1300 N/mm² 級高強度鋼の耐遅れ破壊性を評価している²⁷⁾。いずれの手法も鋼材の有する耐遅れ破壊性と実環境の苛酷さとを比較して遅れ破壊発生有無を推定しようとする流れの一環であり、その多くは拡散性水素量という指標により定量的な議論を行おうとしている。実環境から鋼材に侵入する水素量の定量化は遅れ破壊発生の可能性有無を判断する際きわめて重要なデータベースであり、現在も全国規模のデータ収集活動が行われている²⁸⁾。また本郷らは高精度水素分析機器を駆使して、開発しようとする高強度ボルト用鋼の遅れ破壊発生臨界拡散性水素量 C_{th} 、および、使用中のボルトに内在する拡散性水素量 C_o を測定し、その比を計算して、それを遅れ破壊安全係数 $DF-SF (=C_{th}/C_o, DELAYED FRACTURE SAFETY FACTOR)$ と定義して、工業的な指標で遅れ破壊発生可能性有無を予測し実用化可否判断基準とすることも提案している²⁹⁾。

5. 遅れ破壊克服へのアプローチ

遅れ破壊は「材料-環境-応力」の3因子が関与するから、遅れ破壊克服へのアプローチもそれぞれの単独3因子からあるいは2因子以上の合わせ技を用いて試みられている。ボルト用材料に関しては、耐遅れ破壊性に優れた成分、ミクロ組織、そのミクロ組織を実現するためのプロセス開発など多面的な開発が行われているが^{27,30-48)}、ここでは材料面以外のアプローチについて述べる。

(1) 応力面

ボルトの遅れ破壊はねじ部や首下部の応力集中部から発生する。したがってそれらの部位の応力集中を緩和する方法がとられている。とくに最近、FEM解析が普及し弾塑性解析が行われている。ボルトに関してはねじ形状の工夫により応力集中係数の低下や有効断面積の増大が図られるようになっている^{9,10)}。ねじ部を模した切欠部にショットピーニングをして圧縮残留応力を付与すれば高強度鋼の耐遅れ破壊性は著しく向上することが知られている⁴⁹⁾。この効果は水素侵入量を低減させる、あるいは、3軸応力場への水素の拡散時間が延びるためと解釈されている^{49,50)}。実ボルトに適用された例は報告されていないが、有効な手段と考えられる。ボルトねじ部の冷間転造加工を焼入れ焼戻し後に行うことによりボルトの疲労強度を向上させることは、広く行われている。この方法は疲労のみならず遅れ破壊に対しても有効である。いっぽう焼入れ焼戻し後に冷間転造の代わりに「温間転造+急冷」を行い、転造ダイスの寿命を向上させ、ボルトの疲労強度、耐遅れ破壊性も冷間鍛造並に向上することが示されている⁵¹⁾。本法は自動車用特殊ボルトですでに実用化されている。

(2) 環境面

ボルトを外部環境から遮断するため、一部のボルトでは表面処理が行われているが、とくに電気めっきをする場合にはめっきに付随する工程で侵入する水素を最小限にする、あるいは脱水素処理を完全に行わなければならない。この分野でも既出の高精度微量水素分析法が活躍している。いっぽう塩化ビニール製防錆キャップを取付け橋梁接合部の防食性、美観向上を図ることも実橋で行われている⁵²⁾。本来は防錆効果を狙ったものであるが、高強度ボルトの遅れ破壊防止の観点からもその有効性が期待される。

(3) 冷間鍛造潤滑剤—浸リン防止潤滑剤

ボルトの成形は現在では冷間鍛造が主流となってきており、冷間鍛造前のワイヤ潤滑処理が冷間鍛造性確保のため必須工程となる。この潤滑処理はリン酸亜鉛処理⇒反応型石鹼処理の連続工程で行われることが多い。リン酸亜鉛処理を行った場合リン酸亜鉛中のリン (P) が冷間鍛造後の熱処理 (焼入れ焼戻) 中にボルト表層に入込むことが知られている (浸リン現象)。こうして浸入したリンは遅れ破壊を促進するので表層の浸リン層は有害とされている。したがって JIS-B1051 (1991) 「鋼製のボルト・小ねじの機械的性質」においても、「強度区分 12.9 のおねじ部品には、引張応力が働く表面に光学顕微鏡で確認できる白色のリン濃化層があってはならない」と明記されている。したがって、リンの浸入を防止できる冷鍛潤滑剤の実用化は工業的にきわめて重要であり、すでにくいつかの浸リン防止潤滑剤が開発実用化されている。一例として石灰石鹼下地処理⇒テフロン添加潤滑剤の使用による浸リン防止効果を Fig. 3 に示す⁵³⁾。EPMA線分析による Fe とリン (P) のプロファイル

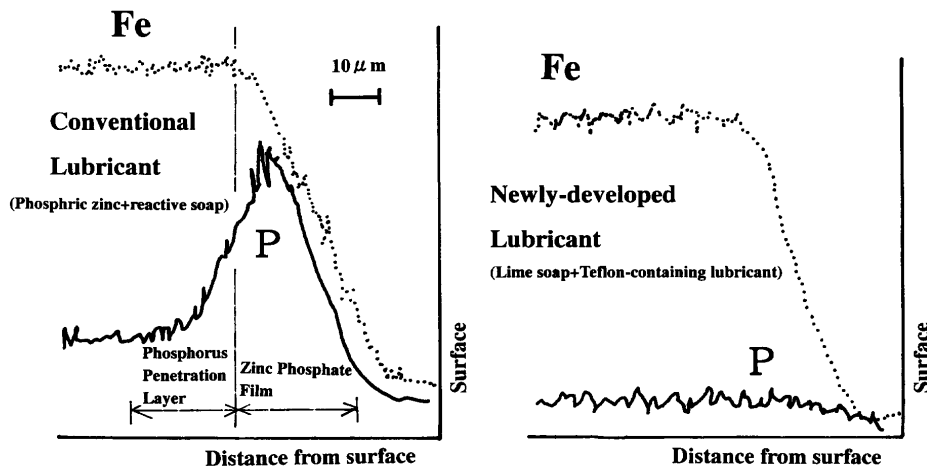


Fig. 3. Comparison of post-heat treatment phosphorus penetration profiles between conventional and newly-developed lubricants.⁵³⁾

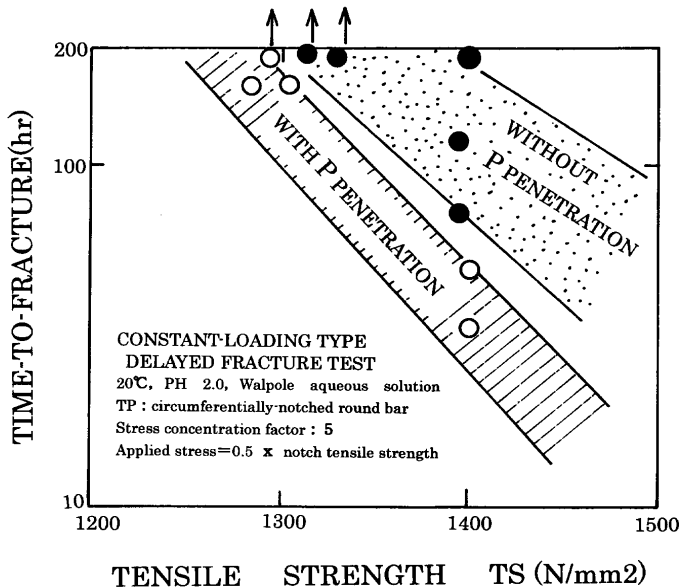


Fig. 4. Adverse effect of phosphorus penetration on delayed fracture resistance.⁵⁴⁾

を示した。リン酸亜鉛系潤滑剤を使用すると、表層部にリンの濃化層が認められる。いっぽう石灰石鹼下地処理⇒テフロン添加潤滑剤を使用したときには表層のリン濃化層は認められず、浸リン防止効果が認められる。このような浸リン防止潤滑剤の採用による遅れ破壊特性劣化防止の実証データを Fig. 4. に示す⁵⁴⁾。遅れ破壊試験片の切欠部に浸リンがある場合とない場合の遅れ破壊時間を比較したものである。浸リン防止によって遅れ破壊の破断時間が長時間側に移行していることがわかる。

6. 終わりに

ボルトの遅れ破壊は、古くてかつ新しい話題である。筆者が社会人になった1970年当時から、遅れ破壊は各種機械構造用部品の製造現場でその絶滅が最重要課題であっ

た。しかし30年以上経った現在においても完全な解決には至っていない。遅れ破壊に関しては現在でも産学官の関心は、まだまだ大きい。最近の周辺技術の進歩とあいまって、課題解決に著実に近づいてきたといえる。本報では「ボルトの遅れ破壊」を概論したが、筆者の独断的かつ一知半解な部分も多々あると思うが、読者のご参考になれば幸いである。

文 献

- 1) T.Kushida, H.Matsumoto and F.Nakasato: *Sumitomo Met.*, **50** (1998), 25.
- 2) M.Nagumo: *Senzai-to-Sonoseihin*, **37** (1999), 10.
- 3) 構造材料の環境脆化における水素の機能に関する研究, (社)日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会, (2000).
- 4) S.Kano, T.Takahata, A.Yamamoto and Y.Yamada: *Hino Tech. Rep.*, No. 43 (1991), 2.
- 5) Y.Hagiwara, A.Murakami and T.Kinoshita: *HONDA R&D Tech. Rev.*, **14** (1992), 98.
- 6) *Fasten. Rep.*, **30** (2001) No. 23, 29.
- 7) *Detroit Free Press*, **149** (1981) No. 296 (1981.2.24. Tues.).
- 8) H.J.Hugel: *SAE Tech. Pap. Ser. #820122*, (1982).
- 9) K.Wakiyama: *JSSC*, No. 40 (2001), 47.
- 10) N.Uno: *J. Jpn. Res. Inst. Screw Threads Fasten.*, **28** (1997), 139.
- 11) V.K.H.Kloos and W.Schneider: *Z. Verein Deutscher Ingenieure*, **125** (1983), 101.
- 12) E.Hongoh, T.Satoh, Y.Sugiyama, M.Nakamura, F.Nakasato and H.Matsumoto: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1238.
- 13) E.Hongoh, T.Izawa, Y.Sugiyama, F.Nakasato, M.Hirose and H.Matsumoto: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 1383.
- 14) Federation Internationale de la Precontrainte: *Rep. Prestressing Steel*, **5** (1980) Sept., 1.
- 15) ASTM Standards, Designation: G44-88, (1988), 193.
- 16) S.Matsuyama: *Delayed Fracture*, Nikkan-Kogyo Press, Tokyo, (1989), 159.
- 17) Eric D.McCarty et al.: *SAE Tech. Pap. Ser. #960312*, (1996).
- 18) T.Kishi and A.Satoh: *Tekko-kai*, (2001) July & Aug. Joint Issue, 12.
- 19) S.Takagi, T.Inoue, T.Hara, M.Hayakawa, K.Tsuzaki and T.Takahashi: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 689.
- 20) T.Kushida: *CAMP-ISIJ*, **10** (1997), 558.
- 21) H.Matsumoto et al.: *Sumitomo Met.*, **48** (1996), 128.
- 22) T.Kushida, H.Matsumoto and F.Nakasato: *Sumitomo Met.*, **50** (1998), 25.
- 23) T.Miyagawa and N.Suzuki: *Tetsu-to-Hagané*, **72** (1986), 1518.
- 24) N.Suzuki, N.Ishii, T.Miyagawa and H.Harada: *Tetsu-to-Hagané*, **79**

- (1993), 227.
- 25) S.Yamasaki and T.Takahashi: *Tetsu-to-Hagané*, **83** (1997), 454.
- 26) T.Kushida and T.Kudo: *Zairyo-to-Kankyo*, **40** (1991), 595.
- 27) T.Kushida, H.Matsumoto, N.Kuratomi, T.Tsumura, F.Nakasato and T.Kudo: *Tetsu-to-Hagané*, **82** (1996), 297.
- 28) 櫛田隆弘: 科学技術振興調整費総合研究課題「構造材料の環境脆化における水素の機能に関する研究」第1期(平成10-12年度)成果報告書(研究代表者 南雲道彦), (2001), 24.
- 29) E.Hongoh, T.Izawa, Y.Sugiyama, F.Nakasato, H.Matsumoto and H.Ogawa: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 602.
- 30) K.Tsuzaki: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 605.
- 31) S.Yusa, T.Hara, K.Tsuzaki and T.Takahashi: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 606.
- 32) S.Sakashita, S.Yusa, M.Hayakawa and K.Tsuzaki: *CAMP-ISIJ*, **13** (2000), 1385.
- 33) S.Yamasaki, T.Tarui and Y.Noguchi: *CAMP-ISIJ*, **11** (1998), 1242.
- 34) T.Tsumura, F.Nakasato, T.Ueda and N.Murai: *Sumitomo Met.*, **40** (1988), 19.
- 35) F.Nakasato and F.Terasaki: *Tetsu-to-Hagané*, **61** (1975), 856.
- 36) T.Shiraga, N.Ishikawa, M.Ishiguro, E.Yamashita and S.Mizoguchi: *CAMP-ISIJ*, **7** (1994), 1646.
- 37) J.Watanabe, K.Takai and M.Nagumo: *Tetsu-to-Hagané*, **82** (1996), 947.
- 38) H.Ohtani and F.Nakasato: *Tetsu-to-Hagané*, **67** (1981), 1288.
- 39) Y.Kimura, T.Hara and K.Tsuzaki: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 1307.
- 40) T.Kimura and S.Nakamura: *Denki Seiko*, **65** (1994), 31.
- 41) W.Urushihara, T.Nakayama, Y.Namimura and N.Ibaraki: *CAMP-ISIJ*, **14** (2001), 1308.
- 42) T.Hasegawa, T.Nakahara, Y.Yamada and M.Nakamura: *Wire J.*, **25** (1992), 49.
- 43) Y.Namimura: *Spec. Steel*, **51** (2002), 48.
- 44) T.Kimura and K.Namiki: *CAMP-ISIJ*, **2** (1989), 774.
- 45) T.Shiraga, N.Ishikawa, M.Ishiguro, E.Yamashita and S.Mizoguchi: *Materia Jpn.*, **36** (1997), 499.
- 46) T.Shiraga, N.Ishikawa, M.Ishiguro, E.Yamashita and S.Mizoguchi: *Tetsu-to-Hagané*, **82** (1996), 777.
- 47) K.Takai, J.Seki, E.Sakita and K.Takayama: *Tetsu-to-Hagané*, **79** (1993), 685.
- 48) N.Suzuki, H.Harada and N.Ishii: *CAMP-ISIJ*, **1** (1988), 1889.
- 49) Y.Watanabe, N.Hasegawa and M.Inoue: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **41** (1992), 933.
- 50) B.E.Wilde and I.Chattoraj: *Scr. Metall.*, **26** (1992), 627.
- 51) M.Saitoh and T.Takaya: *Denki Seiko*, **43** (1972), 21.
- 52) Y.Hirai, T.Takagaki, M.Sugizaki and K.Hashimoto: *IHI Tech. Rep.*, **31** (1991), 97.
- 53) T.Hasegawa and H.Hagita: *Sumitomo Met.*, **48** (1996), 210.
- 54) F.Nakasato, T.Tsukamoto, A.Kido, S.Fukushima, H.Matsumoto and R.Koyama: Proc. ASEAN Wire Conf.-cum-Exhibition, SEAISI, Malaysia, (1995), 36.