Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金の高サイクル疲労特性と内部亀裂発生

小野 嘉 則 由 利 哲 美 住 吉 英 志 松 岡 三 郎 緒 形 俊 夫

物質・材料研究機構材料基盤情報ステーション

J. Japan Inst. Metals, Vol. 67, No. 8 (2003), pp. 391-397
© 2003 The Japan Institute of Metals

High-Cycle Fatigue Properties and Sub-Surface Crack Initiation in Ti-5%Al-2.5%Sn ELI Alloy

Yoshinori Ono, Tetsumi Yuri, Hideshi Sumiyoshi, Saburo Matsuoka and Toshio Ogata

Materials Information Technology Station, National Institute for Materials Science, Tsukuba 305-0047

High-cycle fatigue properties and crack initiation behavior were investigated in Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy with a mean alpha grain size of 80 μm , which had been prepared using the same manufacturing process as the material employed for the liquid hydrogen turbo-pump of H-II launch vehicle No. 8. The 0.2% proof stress and the ultimate tensile strength of this alloy increased with decreasing temperature. Fatigue strength in the longer-life region did not increase in response to increments in tensile strength at cryogenic temperatures. This is attributable to the temperature dependence of crack initiation behavior, and indicates that fatigue cracks tend to initiate earlier at lower temperatures. Fatigue cracks initiated in the specimen interior independently of the test temperatures of 4 K, 77 K and 293 K and formed large crack initiation sites consisting of several crystallographic facet-like structures at cryogenic temperatures. Each facet-like structure was formed through transgranular initiation and growth of micro cracks along slip bands. These sub-surface micro cracks initiated separately in the thinner part of the hourglass-type test piece, and propagated to adjacent grains or combined with each other to form a fatigue crack initiation site. On the other hand, there were no facets that could be clearly identified as the crack initiation sites at 293 K.

(Received March 20, 2003; Accepted June 11, 2003)

Keywords: *alpha-type titanium alloy, high-cycle fatigue properties, sub-surface fatigue crack initiation, microstructure, cryogenic temperature*

1. 緒 言

現在、国産ロケットの信頼性向上を目的として、実機に使用されている構造材料の特性を把握するための研究が進められている^{1,2)}。Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金は、H-II A ロケットの燃料ターボポンプのインデューサーに用いられており、液体水素温度 (20 K) 付近に曝されることから、極低温域での強度特性データの蓄積を図る必要がある。H-II ロケット 8 号機の打ち上げ失敗の原因が、同合金製のインデューサーの疲労破壊であったことから³⁻⁵⁾、極低温における疲労特性に注目が集まっている^{1,6)}。

過去の研究では、Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金の液体ヘリウム温度 (4 K) における高サイクル疲労試験において、試験片内部から疲労破壊が起こること⁷⁾、および内部亀裂の発生が介在物等の欠陥ではなく、不均一な微視組織と関連していること⁸⁾が報告されている。高サイクル疲労における内部破壊については、高強度鋼においても介在物や不均一組織を起点として起こる⁹⁻¹⁸⁾ことが報告されており、長寿命側での疲労強度の低下をもたらすことが知られている⁹⁻²⁴⁾。したがって、Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金の疲労特性を向上させるためには、まず内部亀裂発生メカニズムを明らかにし、それ

を抑制するような組織設計を行わなければならない。

本研究では、H-II ロケット 8 号機の液体水素ターボポンプに用いられたものと同等の Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金について、高サイクル疲労試験および破面観察を行い、疲労特性と疲労破壊起点部との関連性について検討した。また、内部破壊が生じた試験片について破面近傍の組織観察を行い、内部亀裂発生から起点部形成までの過程を把握することを試みた。

2. 実 験 方 法

本研究で用いた Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金は、 $\phi 480$ mm の円柱状に鋳造後、まず β 単相域である 1473 K に加熱して熱間鍛造し、その後 ($\alpha + \beta$) 二相域である 1243 K に再加熱してさらに鍛造した。最終的には、1073 K で 7.2 ks 焼鈍した後に空冷し、 $\phi 180$ mm $\times$ 113 mm に加工した。このようにして得られた供試材の化学成分を Table 1 に示す。

組織は光学顕微鏡 (以下、光顕と略す) を用いて観察した。光顕組織はクロール液 (2% HF-8% HNO₃-90% H₂O) による化学腐食を施して観察した。なお、 α 粒径については、10 枚の光顕写真をもとに ASTM E112 に規定されている比較法に従って測定した。

Table 1 Chemical composition of Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy used (mass%).

Al	Sn	Fe	O	H	N	Ti
4.82	2.40	0.210	0.060	0.0082	0.004	bal.

引張試験および高サイクル疲労試験は、4 K, 77 K および 293 K で行った。引張試験は直径 6.25 mm, 平行部長さ 35 mm の試験片を用い、歪速度 $2.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行った。高サイクル疲労試験には最小径部の直径が 4.5 mm あるいは 6 mm の砂時計型試験片を用いた。なお、疲労試験片表面は SiC ペーパーを用いて軸方向に研磨を行い、最終的に 600 番で仕上げた。採取場所と採取方向による特性の違いを検証するため、引張試験片はピレットの内側と外側からそれぞれ軸方向と径方向に採取した¹⁾。一方、疲労試験片はその全長 (130 mm) が大きいので、ピレットの内側から径方向にのみ採取した¹⁾。疲労試験は荷重制御、応力比 $R=0.01$, 正弦波形のもとで行った。試験周波数については、試験片の温度上昇をできるだけ抑えるために、4 K では 4 Hz, 77 K および 293 K では 10 Hz を採用した。

疲労試験後の破面観察は、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope (以下, SEM と略す)) を用いて行った。破面近傍の組織は、破断した試験片を破面の起点部を通る径方向に平行に切断し、断面が起点部に至るまで研磨した後、樹脂に埋め込んで光顕観察する場合と同様の腐食を施して観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 組織および引張特性

Fig. 1 は供試材の光顕組織である。供試材の微視組織は α 相と残留 β 相で構成されており、平均 α 粒径は約 $80 \mu\text{m}$ である。残留 β は粒界あるいは α 粒内に存在している。Electron Probe Microanalysis (EPMA) の結果、 β 相中には Fe が濃化していることが確認された。なお、本供試材においては、粒径および組成ともにほぼ均一な状態が得られていた。

Table 2 に各試験温度における供試材の 0.2% 耐力と引張強度を示す。引張試験片は採取場所と採取方向を変えて作製したが、0.2% 耐力と引張強度に大きな違いがみられなかった¹⁾ ため、平均値と標準偏差を示している。なお、4 K では 16 本、77 K および 293 K では各 8 本の試験片を用いている。0.2% 耐力と引張強度は、試験温度が低いほど高い値を示しており、どちらの強度も 4 K では 293 K の約 1.8 倍、77 K では約 1.6 倍になっている。Table 2 中には比較のために Nagai ら⁷⁾ の試験結果も併記している。0.2% 耐力と引張強度は本供試材よりも少し高いが、試験温度が低いほど高い値を示しており、本供試材とはほぼ同様の温度依存性を示している。

3.2 高サイクル疲労特性

Fig. 2 は Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金の各試験温度における S-N 線図であり、本研究の結果とともに Nagai らの結果⁷⁾ も示している。一般に試験温度の低下に伴う引張強度の

Fig. 1 Optical micrograph of Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy used: Air-cooled after annealing at 1073 K for 7.2 ks.

Fig. 2 S-N diagrams at 4 K, 77 K and 293 K for Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy used and those for Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy examined by Nagai *et al.* (4 K and 77 K).

Table 2 Tensile properties of Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloys.

Strength (MPa)		4 K	77 K	293 K
0.2% proof stress	This study	1262 ± 22	1139 ± 14	693 ± 19
	Nagai <i>et al.</i> ⁷⁾	1405	1209	705
Ultimate tensile strength	This study	1390 ± 11	1206 ± 8	740 ± 10
	Nagai <i>et al.</i> ⁷⁾	1483	1277	772

上昇に対応して疲労強度も上昇する^{25,26)}。本供試材においても同様に、試験温度が低くなるに従って高応力側にシフトする傾向にある。しかしながら、本研究で用いた供試材の疲労強度は、Nagai らの比較材よりも低い。特に、 10^6 サイクル以上の疲労強度が試験温度によらず 300 MPa 程度になっていることは注目すべき点である。すなわち、この結果は本供試材の極低温における長寿命側での疲労強度が、0.2% 耐力あるいは引張強度の上昇に見合うように向上しないことを示している。一方、Nagai らの結果は、引張試験における強度特性と同様に本供試材よりも高い疲労強度を示している。Nagai らの供試材の平均 α 粒径は、約 $30 \mu\text{m}$ ⁷⁾ であり、本供

Fig. 3 SEM micrographs of fracture surface and fatigue crack initiation site for Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy: 4 K, $\sigma_a = 350$ MPa, $N_f = 651,170$. Photographs (b) and (c) are magnified images of square areas in photograph (a).

Fig. 4 SEM micrographs of fracture surface and fatigue crack initiation site for Ti-5%Al-2.5%Sn ELI alloy: 293 K, $\sigma_a = 275$ MPa, $N_f = 7,186,900$. Photographs (b) and (c) are magnified images of square areas in photograph (a).

試材(約 80 μm)よりも小さい。したがって、彼らの供試材の 0.2%耐力、引張強度ならびに高サイクル疲労特性が本供試材より高い値を示す一因は、 α 粒径の違いと考えられる。

3.3 疲労破壊破面

Figs. 3, 4 は、4 K および 293 K において試験した試料の

破面観察例を示す．なお，各 Fig. には低倍で観察した写真 (a) と，(a) 中に白枠で囲んだ起点部付近の拡大写真 (b) および亀裂伝播領域 (c) を示している．本研究で用いた供試材は試験温度および試験応力に関係なく，疲労亀裂は全て試験片内部から発生していた (Fig. 3(a), Fig. 4(a))．4 K では，破壊の起点部にはファセット状の様相 (以下，単にファセット

という) が確認され，個々のファセットは応力軸に対してある程度の角度をもって形成されていた (Fig. 3(b))．また，77 K においても同様な破面様相が確認された (Fig. 5(a) 参照)．一方，293 K では，破壊の起点部付近に低温で確認されたようなはっきりとしたファセットは観察されなかった (Fig. 4(b))．亀裂伝播領域 (起点部から約 1~1.5 mm 程度

Fig. 5 SEM images of sub-surface fatigue crack initiation site (a) and the specimen sectioned parallel to stress axis and through the sub-surface crack initiation site (b). Optical micrograph (c) showing the microstructure under the sub-surface crack initiation site: Specimen was subjected to fatigue test at 77 K, $\sigma_a = 400$ MPa, $N_f = 43,960$.

離れた位置)では試験温度に関係なく延性ストライエーションが確認された(Fig. 3(c), Fig. 4(c)). この観察結果は、低温では起点部に脆性的なファセットが観察されたが、材料自体が脆化したわけではないことを示している。

3.4 疲労破壊起点部の近傍組織

本節では、内部疲労破壊の起点部の形成過程を把握することを目的として、低温で試験した試料の起点部近傍の組織観察を行った。Fig. 5 は、77 K で試験した試料の起点部の SEM 写真(a)と矢印で示した起点部断面を SEM(b)と光顕(c)を用いて観察した結果である。これらの写真より、内部破壊の起点部は、多数(この写真の場合 7 個)の α 粒にわたって形成されていることがわかる。また Fig. 5(c)中に矢印で示すように、試験片最小径部近傍には起点部(主亀裂)以外の部分に内部亀裂(Fig. 5(c)中で sub-crack と記述)が存在していた。Fig. 6 はそれらを拡大した写真である。これらの写真から本供試材の高サイクル疲労において、疲労亀裂が試験片内部で発生していることを確認できる。また、内部亀裂は α 粒内で発生しており、結晶面に沿ったように直線的な形状をしている。この観察結果より、破面上に見られたファセットは亀裂が α 粒内に発生することによってできることが判明した。また、内部亀裂の延長線上に trace1, trace3, 主亀裂と平行に traces2 で示すような疲労亀裂が発生する前の固執すべり帯がそれぞれ観察された。このような様相は、試験片表面で疲労亀裂が発生する場合の様相²⁷⁾と似ている。その場合には、試験片表面近傍の結晶粒内にすべり変形が起こり、それが突き出し(Extrusion)と入り込み(Intrusion)を伴う固執すべり帯に発達し^{27,28)}、最終的に疲労亀裂が形成される²⁹⁾。したがって Fig. 6 の観察結果は、内部亀裂についても表面亀裂と同様、すべり変形が関与して形成されていることを示唆している。一方、亀裂には α 粒を貫通しているもの(facet④)と、 α 粒内で亀裂の向きが変わっているもの(facet⑤, ⑥)がある。後者については、Fig. 6(b)中に示した内部亀裂(3)あるいは内部亀裂(4)と(5)のように異なる結

晶面で発生した亀裂が合体してできたものと考えられる。このように試験片最小径部付近で形成された複数の内部亀裂は、ある時に合体して主亀裂となり、その後ストライエーションが形成される伝播過程へ移行すると考えられる。亀裂発生が試験片の表面ではなく、内部で起こるようになる理由については現段階で不明であるが、考慮すべき 2 つの実験結果がある。一つは、Yamamoto らが Cu-2 at% Al 合金の単結晶について、疲労に伴う組織変化を TEM で観察した結果である³⁰⁾。彼らは疲労に伴い、wall-like structure の形成が試験片表面よりも内部で先行することを報告している。本供試材のような多結晶材料においても同様な組織変化をすると仮定すると、亀裂が試験片内部で生じることが説明できる。もう一つの要因としては、試験片表面の加工層の影響が挙げられる。後藤ら³¹⁾は、高強度鋼 SUJ2 (引張強度: 2316 MPa) の長寿命域疲労特性に及ぼす表面仕上げ状態(研削仕上げと電解研磨仕上げ)の影響を調査し、試験片表面に研削加工に伴って圧縮残留応力が導入されて強度が上昇することにより、亀裂が介在物を起点として試験片内部で発生することになることを報告している。一方、本供試材のように 600 番 SiC ペーパーで最終研磨をしている場合にも、研削仕上げほどではないが、試験片表面に加工層が形成され、それが表面でのすべり変形を抑えることにつながり、内部破壊が起こりやすくなると考えられる。

3.5 疲労特性と内部破壊との関係

Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金の亀裂伝播特性については、温度によって変わらないことが報告されている³²⁾。同様なことは、Fig. 3(c)および Fig. 4(c)に示した亀裂伝播領域における延性ストライエーションの観察結果においても示唆される。したがって本供試材の疲労特性の温度依存性は、主として内部亀裂の発生のしやすさと密接に関係していると考えられる。一方、3.4 での起点部断面の組織観察によって、内部亀裂の形成にはすべり変形が大きく関与していることが示唆された。以上のことを考慮して S-N 曲線を修正したのが

Fig. 6 Optical micrographs showing the microstructure under the sub-surface crack initiation site. Photographs (a) and (b) are the magnified images of the square areas in Fig. 5 (c).

Fig. 7 Relationship between ratio of peak cyclic stress ($\sigma_{max} = 2\sigma_a/(1-R)$) to 0.2% proof stress ($\sigma_{0.2}$) and number of cycles to failure.

Fig. 7 である。疲労試験における最大繰返し応力 ($\sigma_{max} = 2\sigma_a/(1-R)$: 本研究の場合, $R=0.01$ なので $\sigma_{max} \cong 2\sigma_a$) の 0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$) に対する割合と破断までの繰返し数の関係を示している。この場合、縦軸の $\sigma_{max}/\sigma_{0.2}$ は疲労過程で起こる結晶粒内の局所すべりの起こりやすさを表す指標になる。また、同じ $\sigma_{max}/\sigma_{0.2}$ の値を考えた場合、横軸は各温度での疲労亀裂発生のおこりやすさを表す目安となると考えられ、293 K に比べて 4 K および 77 K では内部疲労亀裂が発生しやすいことがわかる。

Umezawa らは極低温で疲労試験した Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金について、TEM による組織観察を行い、すべり変形が特定面に集中することを報告している⁸⁾。同様な結果は、Fig. 6 から確認できる。一方、293 K では低温に比べて 0.2% 耐力も低いので複数のすべり系が活動しやすいと考えられる。このことは、293 K で試験した試料の内部破壊起点部 (Fig. 4 (b)) において、ファセットが明瞭に観察されないことから示唆される。したがって、本供試材において低温で疲労亀裂が発生しやすくなるのは、すべり変形が特定面に局在化することと関連していると推察される。

Fig. 7 において、Nagai らの試料 (α 粒径: 約 30 μm) の結果は、本供試材の結果 (α 粒径: 約 80 μm) よりも高強度側となっている。これは、結晶粒径を小さくすることにより、(1) すべり帯形成に伴う粒界での応力集中が低減され³³⁾、(2) 単位体積中に含まれる結晶粒の数が増えるために、マクロな歪に関して個々の結晶粒に蓄積される歪が少なくなる (細粒化による変形歪の均一化効果)^{33,34)} ことによって亀裂発生が遅延されること、および (3) 発生した亀裂が合体して形成される疲労亀裂起点部の寸法が小さくなることに起因していると推測され、これらの効果により疲労寿命 (疲労強度) が改善されたと考えられる。

4. 結 論

本研究では、H-II ロケット 8 号機に用いられていたもの

と同等の Ti-5%Al-2.5%Sn ELI 合金について、4 K, 77 K および 293 K での引張試験および高サイクル疲労試験を行った。そして、疲労試験後の試料について破面観察および破面近傍の組織観察を行い、以下の結論を得た。

(1) 0.2% 耐力および引張強度は低温ほど上昇する。しかしながら、低温での疲労特性は、引張特性の上昇に見合った向上は得られない。

(2) 疲労亀裂は、試験温度によらず試験片内部から発生する。低温では、破面起点部に複数のファセットが形成される。これらのファセットは、疲労亀裂が α 粒内ですべり線に沿って発生することによって形成される。一方 293 K では、起点部において低温で見られるようなファセットは明瞭に観察されなかった。

(3) 内部亀裂は、疲労試験時に試験片最小径部付近で複数力所で発生する。その後、 α 粒を貫通し、隣接した α 粒への伝播あるいは他の亀裂との合体を繰り返して起点部を形成し、伝播過程に移行する。

(4) 低温において、長寿命側の疲労特性が引張特性の上昇に見合う向上を示さないのは、低温ほどすべり変形が特定面に集中し、疲労亀裂の発生が起こりやすくなることに起因している。

文 献

- 1) T. Ogata, T. Yuri, Y. Ono, H. Sumiyoshi, S. Matsuoka, K. Okita and K. Murakami: *Proc. 23rd Int. Sympo. on Space Technology and Science*, (Japan Society for Aeronautical and Space Sciences and Organizing Committee of the 23rd ISTS, 2002) pp. 658-662.
- 2) Y. Tachi, K. Imagawa, K. Okita, T. Ogata, N. Nagashima, M. Sakamoto and K. Murakami: *Collected Abstracts of the 2002 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals* (2002) p. 132.
- 3) *Failure Analysis Reports of the LE-7 Engine for H-II Launch Vehicle No. 8* (Reports of Fracture Surface Analysis), NRIM Coordination Committee on Strength Properties of Materials for Japanese-built Launch Vehicle.
- 4) S. Matsuoka, K. Yamaguchi and K. Imagawa: *Collected Abstracts of the 2002 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals* (2002) p. 130.
- 5) H. Sumiyoshi, S. Matsuoka and K. Imagawa: *Collected Abstracts of the 2002 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals* (2002) p. 130.
- 6) T. Yuri, Y. Ono and T. Ogata: *J. Japan Inst. Metals* **66** (2002) 1287-1292.
- 7) K. Nagai, T. Ogata, T. Yuri, K. Ishikawa, T. Nishimura, T. Mizoguchi and Y. Ito: *Trans. ISIJ* **27** (1987) 376-382.
- 8) O. Umezawa, K. Nagai and K. Ishikawa: *Mater. Sci. Eng. A129* (1990) 217-221.
- 9) Y. Murakami, M. Takada and T. Toriyama: *Int. J. Fatigue*, **16-9** (1998) 661-667.
- 10) Y. Murakami, T. Nomoto and T. Ueda: *Fatigue Fract. Eng. Mat. Struct.* **22** (1999) 581-590.
- 11) S. Nishijima and K. Kanazawa: *Fatigue Fract. Eng. Mat. Struct.* **22** (1999) 601-607.
- 12) T. Abe, Y. Furuya and S. Matsuoka: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.* **A67** (2001) 1988-1995.
- 13) Y. Furuya, S. Matsuoka, T. Abe and K. Yamaguchi: *Scr. Mater.* **46** (2002) 157-162.
- 14) K. Shiozawa, L. Lu and S. Ishihara: *Fatigue Fract. Eng. Mat. Struct.* **24** (2002) 781-790.
- 15) Y. Murakami: *Metal fatigue, effects of small defects and nonmetallic inclusions*, (Oxford: Elsevier Science Ltd., 2002).
- 16) NRIM Fatigue Data Sheet Nos. 59, 60, 63, 69, 73, Tokyo: National Research Institute for Metals.
- 17) S. Nishijima, A. Ishii, K. Kanazawa, S. Matsuoka and C. Masuda: *Mater. Strength Data Sheet Technical Document No. 5*, Tokyo: National Research Institute for Metals (1989).

- 18) K. Kanazawa, T. Abe and S. Nishijima: Mater. Strength Data Sheet Technical Document No. 9, Tokyo: National Research Institute for Metals (1995).
- 19) A. Atrens, W. Hoffelner, T. W. Duerig and J. E. Allison: Scr. Metall. **17** (1983) 601–606.
- 20) D. F. Neal and P. A. Blenkinsop: Acta Metall. **24** (1976) 59–63.
- 21) J. Rupppen, P. Bhowal, D. Eylon and A. J. McEvily: *Fatigue Mechanisms*, ASTM special technical publication 675, ed. J. T. Fong, (Philadelphia, PA: ASTM, 1978) pp. 47–68.
- 22) S. Adachi, L. Wagner and G. Ljering: *Titanium science and technology*, Ed. G. Ljering, U. Zwicker and W. Bunk, (Oberurel, DGM, 1985) 4, pp. 2139–2146.
- 23) O. Umezawa and K. Ishikawa: Mater. Sci. Eng. **A176** (1994) 397–403.
- 24) O. Umezawa and K. Nagai: ISIJ Int. **37** (1997) 1170–1179.
- 25) F. R. Schwartzberg, T. F. Kiefer and R. D. Keys. Adv. Cryog. Eng. **10** (1965) 1–13.
- 26) K. Nagai, O. Umezawa and K. Ishikawa: Bull. Japan Ins. Metals **30** (1991) 669–676.
- 27) W. A. Wood: *Fracture*, ed. B. L. Averbach, D. K. Felbeck, G. T. Hahn and D. A. Thomas, (John Wiley and Sons, Inc., New York, 1959) pp. 412–434.
- 28) P. Neumann: Acta Metall. **17** (1969) 1219–1225.
- 29) M. R. Hempel: *Fracture*, ed. B. L. Averbach, D. K. Felbeck, G. T. Hahn and D. A. Thomas, (John Wiley and Sons, Inc., New York, 1959) pp. 376–411.
- 30) A. Yamamoto and T. Imura: *Dislocation Modelling of Physical Systems*, Ed. M. F. Ashby, R. Bullough, C. S. Hartley and J. P. Hirth, (Pergamon Press, 1980) pp. 74–79.
- 31) M. Goto, T. Yamamoto, H. Nisitani, T. Sakai and N. Kawagoishi: J. Soc. Mat. Sci., Japan **49-7** (2000) 786–792.
- 32) R. L. Tobler and R. P. Reed: Advances in Cryogenic Engineering **24** (1978) 82–90.
- 33) S. Takaki: Bulletin of the Japan Institute of Metals **30** (1997) 675–679.
- 34) S. Takaki and S. Nakamura: Current Advances in Materials and Processes, Report of the ISIJ Meeting **12** (1999) pp. 361–364.