純アルミニウムの疲労損傷に及ぼす結晶粒径の影響*

佐 賀 二 郎** 林 真 琴*** 西 尾 佳 純***

Effect of Grain Size on Fatigue Damage in Pure Aluminium

by

Jiro SAGA, Makoto HAYASHI and Yoshizumi NISHIO

(Faculty of Engineering Science, Osaka University, Toyonaka)

The effect of grain size on fatigue damage in pure aluminium was studied in fully reversed plane bending by using the X-ray microbeam technique and optical microscopy. The results are summarized as follows:

(1) The fatigue strength was found to be affected by the grain size in aluminium, although the substructure was well developed. This is interpreted on the basis that the crack initiation is affected by the grain size and the crack propagation takes place mostly along the grain boundary at higher stress amplitudes, but is retarded in the vicinity of the grain boundary at lower stress amplitudes. The grain size dependence of fatigue strength also seems to be associated with the purity of material.

(2) The Petch's type relation did not exist between the fatigue strength and the grain size. The fatigue strength plotted against the inverse square root of grain size did not fall on a straight line but on a downwards bent line. This appears to have resulted from the facts that the stress amplitude at the transition from intergranular to transgranular cracking is also affected by the grain size as is the fatigue strength, and that the substructure develops more in the specimens having smaller grain sizes.

(3) The subgrain size was found to be inversely proportional to the stress amplitude. But the subgrain size was also affected by the grain size and became smaller in the specimens with grains less than $50\mu\text{m}$. On the other hand, both $(D_b)_{\text{max}}$ and $(D_b)_{\text{min}}$ increased with an increase of stress amplitude and, furthermore, the former increased a little with increasing grain size.

(Received Apr. 24, 1976)

1 緒 言

金属材料の疲労変形に伴って形成される疲労損傷に影響を及ぼす因子として、結晶方位、結晶粒径、積層欠陥エネルギー、試験温度、応力振幅などがあげられる。筆者らは先に純アルミニウム単結晶を用いて結晶方位の影響を調べ、疲労損傷の形成と Schmid factor の分布の関係を論じ、2 次すべり系が重要な役割を果たしていること、および疲労¹⁾損傷の形態が方位によって異なることなどを明らかにした。

材料強度に及ぼす結晶粒径の影響については従来多くの研究者による報告がある。引張変形における降伏応力および流れ応力と結晶粒径の間には Petch の関

係式が成立するとされているが、藤田 (広)²⁾らはこれについて、Petch の関係が成立せず、結晶粒径 80μ を境に 2 本の直線に分れると報告している。また疲労強度に及ぼす結晶粒径の影響に関して、面心立方晶金属では α 黄銅が顕著な結晶粒径依存性を示すのに対して、銅、アルミニウムでは結晶粒径の影響はほとんどなく、この相違は積層欠陥エネルギーの差によるものとする報告がある。すなわち、銅、アルミニウムは積層欠陥^{3,4)}エネルギーが高いために subgrain が形成され易く、subboundary が結晶粒界と同じ作用をするため、これらの金属では疲労強度は結晶粒径の影響を受けないとしている。しかしながら、結晶粒界と subboundary とではその形態、性状が異なるので、疲労強度の結晶粒径依存性と下部組織との関連については更に詳細な検討が必要と思われる。一方、疲労き裂発生過程および伝ば過程におけるき裂近傍の下部組織についても詳細な観察が行われているが、下部組織に及ぼす結晶粒径^{5,6)}

* 本報を「面心立方晶金属の疲労挙動の結晶粒径依存性に関する研究 (第 1 報)」(Study on Grain Size Dependence of Fatigue Behavior in fcc Metals, I) とする。

原稿受理 昭和51年 4 月24日

** 正 会 員 大阪大学基礎工学部 豊中市待兼山町

*** 学生会員 大阪大学大学院 豊中市待兼山町

Table I. Conditions of heat treatment and mechanical properties.

Heat treatment	Average grain size (μ)	Yield point (0.2% flow stress) (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
250°C48 hrs+270°C48 hrs	27	3.01	6.08	24.6	99.5
250°C48 hrs+300°C1 hr	48	2.65	5.83	30.0	99.2
300°C5 hrs	72	2.10	5.57	71.0	99.0
400°C2 hrs	151	0.87	4.29	75.0	99.6
600°C2 hrs	1 000	0.66	3.26	—	100

の影響についてはほとんど研究されていない。そこで本研究では純アルミニウム多結晶体を用いて、下部組織および疲労強度に及ぼす結晶粒径の影響について細束X線法と光学顕微鏡を用いて検討した。

2 実験方法

実験に供した材料は前報と同じ、介在物の影響が少い純度 99.99 % のアルミニウムである。試験片は Fig. 1 に示す寸法形状に機械加工後完全焼なましを行った。結晶粒径は焼なまし条件を変えることにより調整した。Table I に熱処理条件とそれによって得られた結晶粒径と機械的性質を示す。試験片は熱処理後電解研磨を施して表面を仕上げた。疲労試験は Schenck 型曲げ疲労試験機により平面曲げで行った。繰返し速度は 1,800 cpm である。

Fig. 1. Dimension of specimen.

細束X線法による下部組織の観察は Table II に示すX線条件下で行った。subgrain size の解析は平・林の方法により一回露出法で行い、回折弧中の斑点の数 m 、回折弧の接線方向のひろがり S_T から次に示す計算式により subgrain size t , total misorientation β , subboundary の過剰転位密度 $(D_b)_{\max}$, $(D_b)_{\min}$ を求めた。

$$t = dm^{-2/3} (d < l), \quad t = (d^2 l)^{1/3} m^{-2/3} (l < d < D), \\ t = (D^2 l)^{1/3} m^{-2/3} (d < D)$$

$$\beta = \frac{|\cos 2\theta|}{2 \sin \theta} \frac{S_T}{R_0}$$

$$(D_b)_{\max} = \frac{\beta}{bt}$$

$$(D_b)_{\min} = \frac{\beta}{bd} (d < D), \quad (D_b)_{\min} = \frac{\beta}{bD} (d > D)$$

ここで d : 結晶粒径, l : X線侵入深さ, D : X線照射領域径, θ : Bragg 角, R_0 : フィルム試料間距離, b

Table II. X-ray conditions.

Characteristic X-ray	Cu K α
Diffraction plane	(422)
Tube voltage	45 kV
Tube current	0.6 mA
Slit	100 μ ^{ϕ} double pinhole
Irradiated area	157 μ ^{ϕ}
Distance between film and specimen	30 mm
Divergence angle	3.2 $\times 10^{-4}$ rad
Resolving power	0.74 μ
Exposure time	4 hrs

: バーガース・ベクトルである。

3 実験結果

3・1 S-N曲線

疲労試験の結果得られた S-N 曲線を Fig. 2 に示す。ただし、矢印を付したものは疲労き裂は発生したが破断にいたるまで疲労させなかったものである。積層欠陥エネルギーの高い材料では subgrain が発達するため、疲労強度に結晶粒径依存性はないとされているが、図にみられるように明らかに疲労強度は結晶粒径の影響を受け、結晶粒径の小さいものほど疲労強度は高い。Fig. 3 は 10^5 , 3×10^5 , 10^6 および 3×10^6 で破断する疲労強度 σ_f の結晶粒径依存性を $d^{-1/2}$ に対してプロットしたものである。いずれの時間強度領域においても σ_f と $d^{-1/2}$ の間に 1 本の直線関係は成立せず、

Fig. 2. S-N curves.

Fig. 3. Grain size dependence of fatigue strength.

$d=50\mu$ を境にして 2 本の直線に分れ、いわゆる Petch の関係が成立しないことがわかる。これは引張変形において流れ応力が $d=80\mu$ を境に 2 本の直線に分れることと定性的に一致している。 $d=50\mu$ 以上での直線の傾きは破断寿命が短いほど大きくて結晶粒径依存性が強い。また、この直線を $d=27\mu$ まで延長した直線と比較すればわかるように、 $d=27\mu$ の試料の疲労強度の相対的な減少は破断寿命が短いほど著しい。

このような疲労強度の結晶粒径依存性には疲労き裂の発生および伝ばの形態が関係していることが考えられる。すなわち、疲労き裂の発生および伝ば経路は高応力振幅では主に粒界、低応力振幅では粒内であり、粒界き裂から粒内き裂へ遷移する応力振幅に結晶粒径が影響を及ぼす可能性がある。Fig. 4 は結晶粒径が 48μ , 72μ , 151μ の場合について、全き裂長さの中で粒界き裂長さの占める割合を試料破断後に調べた結果である。いずれの結晶粒径においても、き裂が粒界と粒内の双方を通して伝ばする応力振幅には約 2 kg/mm^2 の幅がある。そこで粒界き裂から粒内き裂へ遷移する応力振幅として、粒界き裂長さの全き裂長さ中に占める割合が 50% となる応力振幅をとり、その範囲として $\pm 20\%$ をとって示したのが Fig. 5 である。図

Fig. 4. Relation between stress amplitude and ratio of intergranular crack length to total crack length after failure.

Fig. 5. Grain size dependence of transition stress amplitude from intergranular to transgranular cracking. Transition stress amplitude is defined by stress amplitude at which the ratio of intergranular crack length to total crack length is equal to 0.5.

より遷移応力振幅は結晶粒径が小さいほど大きく、しかも疲労強度と同様に $d=50\mu$ を境に 2 本の直線に分れていることがわかる。高応力振幅での粒界き裂と低応力振幅での粒内き裂に対応して $S-N$ 曲線に折れ曲りが生じることが報告されているが、Fig. 2 の $S-N$ 曲線にはそのような折れ曲りは認められない。これは Fig. 4 に示したようにき裂は応力振幅が低くなるとともに、粒界き裂から粒内き裂へと連続的に変化するためである。

3.2 細束X線観察

Backofen³⁾によると、疲労変形によって形成された subgrain の大きさは応力振幅に依存し、結晶粒径の影響は受けない。一方、藤田(広)²⁾らは引張変形によって形成された subgrain は結晶粒径が小さいほど小さく、高ひずみ領域では subgrain size の逆数と流れ応力とがよい直線関係にあるとしている。本実験では細束X線法により下部組織の観察を行い、下部組織諸量に及ぼす結晶粒径の影響について調べた。

Fig. 6 は疲労過程における下部組織の発達状況である。これは $d=125\mu$ の試料に $\sigma=3.0\text{ kg/mm}^2$ を

Fig. 6. Change in characteristics of substructure during fatigue process.

負荷したときの matrix における total misorientation β , subgrain size t および subboundary の過剰転位密度 $(D_b)_{\max}$, $(D_b)_{\min}$ の変化を横軸に繰返し数 N の破断繰返し数 N_f に対する比 N/N_f をとって示したものである。図より β , $(D_b)_{\max}$ および $(D_b)_{\min}$ は疲労初期に急激に増加し, その後は漸増するのに対して, subgrain は疲労初期に形成され, その大きさは繰返し数とともに小さくなることからわかる。また繰返し数比が 0.2~0.8 の疲労中期においては下部組織諸量の変化はあまりなく, 負荷した応力振幅に対してほぼ安定した組織を形成している。つぎに応力振幅に対して安定した組織に対応する量として繰返し数比 0.5 における各量と応力振幅および結晶粒径との関係を示す。Fig. 7 は subgrain size t と応力振幅との関係である。図よりいずれの結晶粒径においても応力振幅と subgrain size の逆数の間にはほぼ直線関係が成立することがわかる。これは Pratt⁹⁾ の結果と定性的には一致しているが, 結晶粒径が 50μ 以下と以上とで 2 本の直線に分れる。これを更に明らかにするために Fig. 8 に subgrain size と結晶粒径の関係を示す。図より $d \approx 50\mu$ を境にして全く別の直線にのる傾向がすべての応力振幅でみられ, 結晶粒径が小さくなると sub-

Fig. 7. Relation between stress amplitude and subgrain size at $N/N_f=0.5$.

Fig. 8. Grain size dependence of subgrain size.

Fig. 9. Grain size dependence of excess dislocation density in subboundary.

grain は急に小さくなるようである。Fig. 9 は subboundary の過剰転位密度 $(D_b)_{\max}$ および $(D_b)_{\min}$ と結晶粒径の関係である。 $(D_b)_{\min}$ は応力振幅に依存するが, 結晶粒径の影響はない。しかし, $(D_b)_{\max}$ は結晶粒径の影響を受け, 結晶粒径が大きいほど $(D_b)_{\max}$ は大きく, 応力振幅依存性も $(D_b)_{\min}$ と比べて著しい。

つぎに疲労き裂付近の下部組織を観察した結果を示す。Fig. 10 (a)は $d \approx 200\mu$ の試料に粒内き裂が生じる

(a) Optical micrograph in the vicinity of fatigue crack. A: crack-initiated grain, B C D: crack-propagated grains, E: slip bands hardly observed grain

(b) Variation of total misorientation and subgrain size with crack length

Fig. 10. Microstructure and substructure around fatigue crack. $d=200\mu$, $\sigma_a=2.0\text{ kg/mm}^2$, $N=6.94 \times 10^6$, crack length=1.5 mm.

応力振幅 $\sigma = 2 \text{ kg/mm}^2$ を加えたとき形成されたき裂付近の光学顕微鏡写真である。A は疲労き裂が発生した結晶粒，B，C，D はき裂が伝ばした結晶粒である。Fig. 10 (b) は A，B，C，D 各結晶粒の total misorientation β と subgrain size l を横軸にき裂長さをとって表したものである。き裂発生粒においては伝ば粒に比べて下部組織がよく発達している。き裂伝ば経路を観察すると，すべり帯の発達していない，すなわち，下部組織が発達していない結晶粒がき裂の進展方向に介在すると，き裂は下部組織がよく発達している結晶粒へ進展方向を変えて伝ばする。例えば Fig. 10 (a) において B から C へ伝ばしてきたき裂は始め固執すべり帯に沿って伝ばするが，このすべり帯の前方にはすべり帯がほとんどみられない結晶粒 E がある。き裂は結晶粒 C の中央付近で，それまで伝ばしてきた固執すべり帯を離れ，進展方向を変えて，紙面上でみて右上方へジグザグにすべり帯に沿わずに進展していき，下部組織がよく発達している結晶粒 D へ伝ばしている。このように疲労き裂の発生および伝ばと下部組織の間には密接な関連性がある。

高応力振幅で生じる粒界き裂に対する詳細な考察は行っていないが，この場合は下部組織との関連性よりも，むしろ隣り合う結晶粒の方位関係あるいは粒界の compatibility¹⁰⁾ が関係していると思われる。

4 考 察

アルミニウムにおける疲労強度の結晶粒径依存性³⁾¹¹⁾ に関しては，Backofen³⁾ らと黒部¹¹⁾ らが純度 99 % のアルミニウムについて実験を行っている。それによると高応力振幅では疲労強度の結晶粒径依存性はかなり強いが，低応力振幅ではほとんど認められない。高応力振幅ではき裂の発生および伝ば経路が粒界であることから疲労強度の結晶粒径依存性は理解されるが，本実験において低応力振幅でも認められた結晶粒径依存性と Backofen³⁾ らの実験結果との相違に対しては材料の純度の影響が考えられる。低応力振幅においては転位の運動は粒内の介在物によって規制されるため，純度が低くて介在物が比較的多い場合には疲労強度に結晶粒径依存性が生じないが，本実験における純度 99.99 % アルミニウムの場合には粒内介在物による影響が少いために，低応力振幅においても結晶粒径依存性が生じたものと思われる。このように Backofen³⁾ らと本実験結果との相違は純度が影響していることで説明されるが，純度が疲労強度の結晶粒径依存性に本質的に関与しているか否かは今後の研究を待たねばならない。

巨視的なき裂はいずれの結晶粒径においても破断寿

命の約 40 % で形成された。このことは疲労き裂発生および伝ばのいずれに対しても結晶粒径が影響していることを示している。銅， α 黄銅¹²⁾ および軟銅¹³⁾¹⁴⁾ においてき裂発生は結晶粒径の影響を受けるが，き裂伝ばはほとんどその影響を受けないことが報告されている。一方， γ Fe-Ni-Al 合金の underaging，aging および overaging¹⁵⁾ した材料のき裂伝ば挙動を調べた結果によると，aging 材と overaging 材ではき裂伝ばは粒界の影響を受けないのに対して，underaging 材ではき裂は粒界で一時的に停留する。したがって巨視的なき裂発生に対しては粒界はいずれの材料においても有効な障害になり得るが，き裂伝ばに対しては金属，合金の種類，材料の純度，また析出硬化型合金では熱処理状態などによってその影響は異なると考えられる。Fig. 10 に示したように，き裂が下部組織の発達していない結晶粒に出会った場合，進展方向を変えて，下部組織がよく発達している結晶粒へと伝ばするのがみられたが，これは下部組織の影響だけでなく，粒界の compatibility が悪かったためとも考えられる。また compatibility が良いと思われる粒界においても，き裂が一時的に停留するのがみられた。これはき裂が粒界を越えて伝ばするためには粒界近傍でき裂先端に相当の疲労損傷を形成しなければならないためと考えられる。したがって結晶粒径の小さい試料では粒界に出会う頻度が高いために，巨視的な伝ば速度は小さくなり，疲労寿命が長くなる。粒界でき裂がこのように一時的に停留することと，巨視的なき裂発生が結晶粒径の影響を受けることが重なって疲労強度の結晶粒径依存性が著しくなったと考えられる。

一方，このような疲労強度の結晶粒径依存性について，疲労過程中に形成される subgrain に注目して説明する試みがなされている。すなわち，山田⁴⁾ らは積層欠陥エネルギー γ が高く，subgrain が形成され易い銅やアルミニウムにおいては，ほとんどの転位は subgrain 内部を動くことになり，結晶粒界との相互干渉が非常に少くなり，疲労強度の結晶粒径依存性が小さくなるのに対して， γ の低い α 黄銅では転位は planar な配列となって subgrain は形成されず，転位の運動は結晶粒界によって規定されるために，結晶粒径依存性が明りょうに生じるとしている。Feltner¹⁶⁾ らによると銅においては高応力振幅では subgrain はよく発達するが，低応力振幅では subgrain は形成されず，主に転位ループ³⁾ からなる dislocation debris が発達する。Backofen³⁾ らの subboundary が粒界と同様の作用をするという考え方によれば，銅においては高応力振幅において結晶粒径依存性が小さく，低応力振幅において結晶粒径依存性が大きくなるはずであるが，かれらおよび山田⁴⁾ らの結果は全く逆になっている。またアル

*1 光学顕微鏡で認められるようなき裂は多数発生するが，こていう巨視き裂とは結晶粒の大ききのオータを越えて成長しはじめた状態のき裂のことである。

Fig. 11. Optical micrographs of surface structure at $N/N_f=0.5$.

ミニウムと同様に subgrain が発達する低炭素鋼においても疲労強度に結晶粒径依存性のあることが報告されている¹⁷⁾。このように疲労強度の結晶粒径依存性と subgrain の関係については粒界のき裂伝ばに及ぼす影響と関連させて更に検討する必要がある。

前報¹⁾の単結晶の疲労試験結果によると subgrain の形成には結晶方位が影響する。したがって種々の方位を有する多結晶試料を疲労させた場合には, subgrain のよく発達した結晶粒と subgrain の発達していない結晶粒が混在した状態となる。転位が粒界に集積した場合, 集積転位による引張応力は Strohm¹⁸⁾ によれば, 粒界からの距離を r とすれば $\sigma \propto r^{-1/2}$ であるから, この引張応力によって惹起される変形は粒界近傍に限定される。また粒界の compatibility が良い場合には変形が粒界を越えて伝ばすることがあるが, この場合にも変形は粒内で不均一になると考えられる。Fig. 11 (a) はそのような不均一変形の一例を示す光学顕微鏡写真である。これは結晶粒径が 151μ の場合で, 結晶粒 A, B ではすべり帯がよく発達しているが, C はあまり変形しておらず, すべり線の分布も不均一で A, B との粒界付近にだけすべり線がみられる。すべり線の方向からみて, A との粒界近傍にみられるすべり線 (矢印 A) は A の結晶粒のすべり帯の集積転位による応力によって生じ, B との粒界近傍にみられるすべり線 (矢印 B) は B と C の粒界の compatibility が良いために生じたものと思われる。いずれの場合にもすべり線の生じている領域は粒界から約 50μ である。Fig. 11 (b) は結晶粒径が 48μ の場合であるが, Fig. 12 (a) と比較して試料全体がほぼ一様に変形していることがわかる。Fig. 7 および 8 にみられたように $d=50\mu$ を境に subgrain size が全く別の直線にのったのは, 結晶粒径が 50μ 以下の場合には試料全体が一様によく変

形し, 下部組織もよく発達するためと考えられる。疲労き裂の発生および伝ばと下部組織との関連は従来より議論され, subboundary がき裂の優先経路になりうるとする Grosskreutz の説¹⁸⁾やアルミニウムにおいてき裂は下部組織がよく発達した試料中をより急速に伝ばするという辛島らの報告がある。このことから疲労き裂の発生および伝ばの微視的機構は別として, 下部組織が発達するような材料では疲労強度は低下すると考えられる。したがって結晶粒径が 50μ 以上の場合には下部組織の発達状態はほぼ同様であるので, き裂の粒界での停留現象のために, 疲労強度は $d^{-1/2}$ に対して直線的に増加するが, $d=50\mu$ 以下では subgrain size が急に小さくなったために, $d=50\mu$ 以上の範囲で成立している Petch 型の関係が成立しなくなって疲労強度が相対的に減少したと考えられる。

5 結 言

純アルミニウム多結晶体を用いて疲労損傷に及ぼす結晶粒径の影響について検討した結果, 次のようなことが明らかになった。

(1) 積層欠陥エネルギーが高く subgrain のよく発達する純アルミニウムにおいても疲労強度は結晶粒径の影響を受け, 細粒の方が疲労強度は高い。これはき裂発生が結晶粒径の影響を受けること, および高応力振幅では主として粒界き裂であること, また低応力振幅の粒内き裂ではき裂が粒界で一時的に停留することから説明される。

(2) 疲労強度と結晶粒径の間には Petch 型の直線関係は成立せず, $d=50\mu$ を境にして折れ曲った 2 本の直線に分れ, $d=50\mu$ 以下での疲労強度の増加は小さくなる。これは粒界き裂から粒内き裂への遷移応力振幅が結晶粒径の影響を受け, 粒径の小さいものほど大きく, 疲労強度と同様に $d=50\mu$ を境に 2 本の直線

に分れること, および結晶粒径の小さい試料では下部組織がよく発達することが原因と思われる。

(3) subgrain size の逆数と応力振幅は直線関係にあるが, subgrain size は結晶粒径の影響を受け, $d \approx 50\mu$ 以下では急に小さくなる. subboundary の過剰転位密度 $(D_b)_{\max}$, $(D_b)_{\min}$ は応力振幅によってほぼ決るが, $(D_b)_{\max}$ は幾分結晶粒径の影響を受け, 結晶粒径が小さいほど低い。

(昭和50年7月19日 第12回材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 佐賀二郎, 三好良夫, 林 真琴, 材料, **24**, 60 (1975).
- 2) Fujita, H., and T. Tabata, Acta Met., **21**, 355 (1973).
- 3) Thompson, A.W., and W. Backofen, Acta Met., **19**, 597 (1971).
- 4) 山田敏郎, 幡中憲治, 広瀬勇次, 材料, **22**, 25 (1973).
- 5) 平 修二, 林 建吉, 日本機械学会論文集, **33**, 1 (1967).
- 6) Karashima, S., and T. Ogura, Czech. J. Phys., **B19**, 362 (1969).
- 7) 平 修二, 林 建吉, 田中啓介, 材料, **16**, 32 (1967).
- 8) Porter, J., and J.C. Levy, J. Inst. Metals, **89**, 86 (1960).
- 9) Pratt, J.E., Acta Met., **15**, 319 (1967).
- 10) 佐賀二郎, 林 真琴, 西尾佳純, “第12回材料強度に関するシンポジウム” 前刷, p.114 (1975).
- 11) 黒部利次, 宮川 享, “第12回材料強度に関するシンポジウム” 前刷, p.126 (1975).
- 12) Hoepfner, D.W., ASTM STP **415**, 486 (1967).
- 13) Forrest, P. G., and A.E.L. Tate, J. Inst. Metals, **93**, 438 (1964-65).
- 14) Yokobori, T., M. Tanaka, H. Hayakawa, T. Yoshimura, and S. Sasahira, Rep. Res. Inst. Strength and Fracture of Materials, Tohoku Univ., **3**, 39 (1967).
- 15) Hornbogen, E., and K.Z. Gahr, Acta Met., **24**, 581 (1976).
- 16) Feltner, C. E., and C. Laird, Trans. AIME, **242**, 1253 (1968).
- 17) Klesnil, M., M. Holtzmann, P. Lukáš, and P. Rys, J. Iron and Steel Inst., **203**, 47 (1965).
- 18) Grosskreutz, J.C., J. Appl. Phys., **34**, 372 (1963).