A286/Cu-Cr 拡散接合界面の疲労き裂伝ば特性*

鈴木 信久^{*1}, 渋谷 純市^{*2}Fatigue Crack Growth Properties of Diffusion
Bonded Interfaces Between A286 and Cu-Cr

Nobuhisa SUZUKI and Junichi SHIBUYA

Fatigue crack growth properties of diffusion bonded interfaces between A286 and Cu-Cr were investigated, in order to make the damage tolerant design possible. In this study, fatigue crack growth properties of the interfaces, which were obtained from the fatigue tests with three-layer joints, were adjusted based on not only linear fracture mechanics but also elastic-plastic fracture mechanics from the viewpoint of large plastic deformation of Cu-Cr. As a result, it was clarified that fatigue crack growth properties with linear fracture mechanics give conservative characteristics compared with that with elastic plastic fracture mechanics. Also, fatigue life margin of the interfaces was found to be increased with the increase of fatigue crack growth rates.

Key Words: Crack Propagation, Damage Tolerant Design, Stress Intensity Factor, J -integral, Interface Crack, Dissimilar Material Joints

1. 緒 言

近年, 材料の高機能化を目的として接着継手・複合材料・異材接合構造などが実用化されている^{(1)~(3)}, これらは電子デバイスなど機能材料としての位置付けが高いものから, 自動車用エンジン, ガスタービン翼など構造材料としての位置付けが高いものまでさまざまである。しかしこれらは, エポキシ, セラミックス等の脆性材料の界面力学を扱ったものが多く, 拡散接合・ろう付け・爆着等の金属材料の界面を扱ったものは比較的に少ないのが現状である^{(4)~(6)}。

本報では鉄基超合金 A 286 と析出硬化型銅合金 Cu-Cr から成る拡散接合界面の損傷許容設計を目的とし, 異材界面の疲労き裂伝ば特性に関する研究を実施した。拡散接合界面に切欠きを設けた試験片を用いて疲労き裂伝ば試験を行い, 異材接合材を均質材に置き換えて, 設計上有効な応力拡大係数を用いたき裂伝ば特性の整理を行うとともに, Cu-Cr の大規模降伏に着目した繰返し J 積分を用いた整理を行った。その結

果, 線形破壊力学に基づく応力拡大係数を用いた損傷許容設計が安全側であることを明らかにし, またき裂伝ば速度と疲労寿命に対する裕度の関係について考察を加えた。

2. 供試材および試験方法

2・1 供試材の製造方法

2・1・1 母材の製造方法 析出硬化型鉄基超合金 A 286 と, 析出硬化型銅合金 Cu-Cr の鍛造板材を供試材として用いた。前者は $430 \times 440 \times 100$ t の, 後者は $175 \times 280 \times 110$ t の板材を製作し, これらから図 1 に示す寸法の板を四組切り出した。これらの化学成分を表 1 に示す。三層板材を 4 種について製作したのは, 引張試験において Cu-Cr の板厚の違いが塑性拘束に及ぼす影響を調べるためである。

A 286, Cu-Cr ともに本来は各々溶体化処理と時効処理を行うが, ここでは拡散接合とこれによる熱履歴を考慮した時効処理を行うため⁽⁷⁾⁽⁸⁾, 母材の製作は以下に示す溶体化処理のみを行って終了した。

・A 286: $980^{\circ}\text{C} \times 8 \text{ H}$ W. C

・Cu-Cr: $1000^{\circ}\text{C} \times 0 \text{ H}$ W. C

2・1・2 接合方法 溶体化処理材の組立て後の拡散接合, およびその後の時効処理については, 母材本

* 原稿受付 1997 年 6 月 4 日。

^{*1} 正員, (株)東芝京浜事業所 (〒230-0045 横浜市鶴見区末広町 2-4)。

^{*2} (株)東芝京浜事業所。

来の強度が得られるよう考慮し、図2に示す条件(拡散接合: $800^{\circ}\text{C} \times 4\text{H}$, 98MPa , 時効処理: $700^{\circ}\text{C} \times 10\text{H}$)で実施した⁽⁸⁾⁽⁹⁾。なお、図1に示す四組の板材の拡散接合と時効処理は、すべて同じ炉で一緒に行った。

2.2 試験方法

2.2.1 引張試験方法 溶体化処理, 拡散接合(熱間等方圧加圧: 以下 HIP), および時効処理後の母材強度を調べるため, 鍛造板材から A 286, Cu-Cr 各々について平行部直径が $\phi 6$ と $\phi 10\text{mm}$ の引張試験片を切り出し, 図1に示す拡散接合用板材と一緒に熱処理を行った。試験はいずれも一条件2本ずつとし, 室温にて JIS Z 2241 に準拠して実施した。

Table 1 Chemical compositions of A286 and Cu-Cr [wt.%]

	C	Si	Mn	P	S	B	Ni	Cr	Cu	Mo	V	Ti	Al
A286	0.01	0.12	0.40	0.011	0.001	0	24.79	14.09	—	1.08	0.40	1.97	0.28
Cu-Cr	—	—	—	—	—	—	—	0.85	99.1	—	—	—	—

Thickness t (mm)			
5	10	20	40

Fig. 1 Dimensions of assembled plates for diffusion bonding

Fig. 2 Thermal history of diffusion bonding and aging heat treatment

一方, 拡散接合継手についても, 図3に示す形状の時効処理後の三層継手試験片を用いて, Cu-Cr の板厚の違いが塑性拘束に及ぼす影響を調べることを目的とした引張試験を実施した。Cu-Cr の板厚 t の板幅 T に対する比は, 0.125, 0.25, 0.5, 1.0 の4種類であり, 母材と同様, 室温にて一条件2本ずつ試験を行った。

2.2.2 疲労き裂伝ば試験方法 異材接合界面の疲労き裂伝ば試験は, 3章で述べる引張試験結果から, 相対厚さ t/T が1.0(Cu-Cr 厚 40mm)の試験片を選定して実施した。図4に示す疲労き裂伝ば試験片は上記三層継手試験片の界面に両側切欠きを設けたものである。切欠きはワイヤーカットにより, 幅約 0.2mm で深さ 5mm に設けた⁽⁴⁾。試験は荷重容量 49kN の

t	5	10	20	40
t/T	0.125	0.25	0.5	1.0
L_1	85	90	100	120
L_2	125	130	140	160
L_3	165	170	180	200

Fig. 3 Tensile specimen geometries for three-layer joints

Fig. 4 Fatigue specimen geometry for interface cracks

電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、室温にて応力比 0.05 で実施した。周波数は 5~12 Hz、制御波形は正弦波を用いた。切欠き底から発生したき裂長さの測定には、分解能 1/100 mm の読取顕微鏡を用いた。また所定の繰返し数においてレプリカフィルムを採取した。

また異材界面の疲労き裂伝ば特性との比較のため、時効処理後の A 286, Cu-Cr 母材についても、試験を行った。前者は幅 62.5 mm×高さ 60 mm×厚さ 12.5 mm の 1 CT 試験片を、また後者は強度が低いため小規模降伏条件を満足する ΔK の範囲を広くするよう、幅 125 mm×高さ 120 mm×厚さ 12.5 mm の 2 CT 試験片を用いた。試験は ASTM E-647 に準拠して、異材界面と同様、室温にて応力比 0.05 で実施した。

3. 異材接合試験片の引張特性

Cu-Cr および A 286 母材の引張試験結果をそれぞれ表 2, 3 に示す。Cu-Cr は拡散接合 (As HIP) に続く時効処理後 (700°C×10 H) においても 0.2% 耐力、引張強さともに低いが、A 286 は溶体化処理、拡散接合、時効処理と熱履歴とともに強度が上昇し、本時効処理

Table 2 Mechanical properties of Cu-Cr

	Heat treatment	0.2% Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)	Young's Modulus (GPa)
Solution H.T	1000°C×OH W.C	77	240	55.0	84.8	126.5
Aging H.T Type A	Aging H.T 480°C×1.5H A.C	305	406	22.6	59.6	139.0
Aging H.T Type B	As HIP 800°C×4H F.C	50	230	59.1	82.1	132.4
	Aging H.T 800°C×4H+700°C×10H F.C	50	230	57.6	83.3	106.9

Table 3 Mechanical properties of A286

	Heat treatment	0.2% Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)	Young's Modulus (GPa)
Solution H.T	980°C×8H W.C	262	573	61.0	78.7	192.7
Aging H.T Type A	Aging H.T 725°C×16H A.C	691	1009	23.5	32.5	210.3
Aging H.T Type B	As HIP 800°C×4H F.C	558	885	28.3	36.4	201.0
	Aging H.T 800°C×4H+700°C×10H F.C	693	1035	25.9	32.3	193.7

Fig. 5 Relation between tensile strength and relative thickness for three-layer joints

後は、正規の時効処理後 (725°C×16 H) と同等以上の強度を示す⁽⁸⁾⁽⁹⁾。また延性も正規の時効処理材と同等である。

三層継手試験片を用いて実施した引張試験結果を引張強さと相対厚さ t/T の関係として、時効処理後の母材の引張強さとともに図 5 に示す。通常、継手に軟化域が存在する場合、相対厚さ (Cu-Cr の板厚 t の板幅 T に対する比) の減少とともに引張強さが増加する塑性拘束の影響が認められる^{(10)~(12)}、本研究で対象とする相対厚さが 0.125~1.0 の範囲では、ほとんどその影響はないことがわかる。また相対厚さが 0.1 以下では、相対厚さが疲労き裂伝ば速度に及ぼす影響はほとんど認められていないことから⁽¹³⁾、異材界面の疲労き裂伝ば試験では、代表的な試験片として相対厚さが 1.0 (Cu-Cr の板厚 40 mm) のものを用いた。

4. 異材接合界面の疲労き裂伝ば特性

4.1 界面き裂の破壊力学パラメータ

4.1.1 均質材として求めた応力拡大係数 線形破壊力学に基づく界面き裂の破壊力学パラメータにはさまざまなものがあるが^{(1)~(3)}、以下では異材を均質材とみなして、有限要素解析により応力拡大係数を求める⁽⁴⁾⁽¹⁴⁾。

有限要素法による線形解析により、応力拡大係数を外挿法により求める場合に用いられる等価ヤング率 E_{eq} は Dundurs 定数と呼ばれ、以下の式で与えられる⁽⁴⁾⁽¹⁵⁾。ただし g_1, g_2 は材料 1, 2 のせん断弾性係数を、 ν_1, ν_2 はポアソン比を表す。

Fig. 6 FEM model for stress intensity factor and J -integral calculation

$$E_{eq} = \frac{4g_1g_2\{g_1(K_2+1)+g_2(K_1+1)\}}{(g_1+K_1g_2)(g_2+K_2g_1)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{一般化平面応力: } K_i = (3-\nu_i)/(1+\nu_i) \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{一般化平面ひずみ: } K_i = 3-4\nu_i \quad \dots\dots\dots (3)$$

平面応力を仮定し、表2, 3に示すA 286とCu-Crのヤング率とポアソン比を、式(1), (2)に代入することにより等価ヤング率 E_{eq} (139 GPa)が得られる。

図6に示す解析モデル(要素数5720, 節点数5682)の材料定数に上記ヤング率を用いて、直接変位法により求めた見かけの応力拡大係数 K_{Iapp} を⁽¹⁶⁾、両側き裂材の均一材に対する一般解⁽¹⁷⁾と比較して図7に示す。本解析から求めた応力拡大係数 K_{Iapp} は、両側き裂材の均一材に対する一般解と比べてわずかに小さいものの、ほぼ良好な一致を示している。また本解析解はき裂長さの増加とともに次第に一般解に近づく傾向を示すが、本解析では試験と同様にピン穴に荷重を負荷したため、き裂の短い領域では断面幅が大きく応力場が一樣ではないのに対して、き裂が長くなるに従い断面幅が狭くなり、ピン穴直下での応力は一樣になるためと考えられる。

4.1.2 異材接合材として求めた J 積分 Cu-Cr

Fig. 7 Apparent stress intensity factors calculated for interface cracks using equivalent Young's modulus

Fig. 8 True stress-logarithmic plastic strain curves of A286 and Cu-Cr, used for elastic-plastic analysis

は0.2%耐力が50 MPaと低いことから、異材界面の疲労き裂伝ばにおいても大きな塑性域を伴うものと考えられる。したがって、実際の進展挙動を明らかにするためには、弾塑性破壊力学パラメータの適用が妥当であると判断される。ここでは無酸素銅と鋼のろう付け界面に対して適用性が確認されている J 積分を取り上げ⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾、繰返し J 積分 ΔJ を用いた疲労き裂伝ば特性の整理を検討した。本報では図6に示す解析モデルを用いて、A 286, Cu-Cr それぞれに異なる材料特性を与えた弾塑性解析と、比較のための線形弾性解析を実施した。線形弾性解析ではA 286, Cu-Cr 各々に対してヤング率とポアソン比を、また弾塑性解析では上記材料定数のほかに、図8に示す真応力と対数塑性ひずみの関係を用い、仮想き裂進展法により J 積分を求めた⁽¹⁶⁾。なお図8に示すA 286とCu-Crの真応力-対数塑性ひずみ線図は、それぞれ表2, 3に示す時効処理B材(800°C×4 H+700°C×10 H F.C)の引張試験結果と対応する。

解析から得られた J 積分を図9に示す。図9から、

Fig. 9 J -integral range calculated for interface cracks

Fig. 10 Fatigue crack growth rates along the interface of the joint and the rates of A286 and Cu-Cr

弾塑性解析から得られた J 積分は線形弾性解析から得られたそれよりもはるかに大きく、き裂の進展とともにその差は大きくなることがわかる。

4.2 疲労き裂伝ば特性

4.2.1 応力拡大係数を用いて整理した特性 以下では均質材として求めた応力拡大係数を用いて、疲労き裂伝ば特性を整理する。なお、疲労き裂伝ば速度 da/dN はき裂長さ a と繰返し数 N の関係から、ASTM E-647 に従い 7 点増分多項式法により求めた⁽²⁰⁾。

疲労き裂伝ば速度 da/dN と見かけの応力拡大係数範囲 ΔK_{app} の関係を図 10 に示す。図 10 には拡散接合継手と同じ熱処理を行った母材の A 286 と Cu-Cr の疲労き裂伝ば特性も合わせて示すが、全 ΔK 領域において Cu-Cr や拡散接合界面に比べて、A 286 が最も疲労き裂伝ば速度が遅いことがわかる。また、拡散接合界面の疲労き裂伝ば速度は ΔK が約 $15 \text{ MPa} \sqrt{m}$ までは Cu-Cr のそれよりも速いが、 ΔK の増加とともに両者の差は縮まり、接合界面の疲労き裂伝ば速度は

次第に Cu-Cr のそれに近づくことがわかる。

図 11 に拡散接合継手のき裂の進展経路を示すが、き裂は初期段階では接合界面上を進展するが、き裂の進展とともに界面から 0.2~0.5 mm 程度離れた Cu-Cr 側の準界面を進展することがわかる。またき裂伝ば経路の界面からの距離は、き裂の進展とともに徐々に大きくなることがわかる。このことは田中らの純銅と純鉄の拡散接合界面のき裂伝ば試験において、純鉄側の破面に銅の付着割合が多くなるほどき裂伝ば速度が速くなる実験結果と符合するとともに⁽¹³⁾、 ΔK の増加とともに拡散接合界面の疲労き裂伝ば速度が次第に Cu-Cr のそれに近づく原因と考えられる。また両者の疲労き裂伝ば速度が近づく原因には、 ΔK の増加とともに界面での残留応力の影響が緩和されることも考えられる。

4.1.2 項で述べた弾塑性解析から得られた界面き裂先端近傍でのミーゼスの相当応力の一例を図 12 に示す。き裂先端では、A 286 よりも Cu-Cr 側へ応力が集中していることがわかる。またひずみの集中で見た場合は、両材料間の差はより一層明白であった。この傾向はき裂長さの増加とともに顕著になることから、実際にはき裂の進展に伴い、徐々に界面上から Cu-Cr 側へき裂の進展経路が変化したものと考えられる。なお、田中らはき裂が準界面を選択的に進展する理由を、接合時に不純物が銅内に拡散するためとしているが⁽¹³⁾、き裂が界面から 0.2~0.5 mm 程度離れた本試験結果を説明するには、以上に述べたマクロ的な解釈が妥当と考えられる。

4.2.2 J 積分を用いて整理した特性 ここでは、A 286, Cu-Cr それぞれに対して異なる材料特性を与えた、異材接合材としての線形弾性解析と弾塑性解析

(a) $N=2.5 \times 10^5$ cycles

(b) $N=5.1 \times 10^5$ cycles

Fig. 11 Fatigue crack propagation path in diffusion bonded region

Fig. 12 Von Mises stress distribution obtained from elastic-plastic analysis ($\sigma_{max}=41.7 \text{ MPa}$, $2a/T=0.5$)

から求めた繰返し J 積分 ΔJ を用いて、接合界面の疲労き裂伝ば特性を整理する。

図 13 に均質材として等価ヤング率 E_{eq} を用いて求めた応力拡大係数範囲 $\Delta K_{I app}$ を下式により ΔJ に換算した場合の da/dN と ΔJ の関係と、A 286, Cu-Cr それぞれに異なるヤング率とポアソン比を与えた線形弾性解析から ΔJ を求めた場合のそれを比較して示す。

$$J = (K_{I app})^2 / E_{eq} \dots \dots \dots (4)$$

全 ΔJ 領域にわたって両者はほぼ一致していることから、異材接合材として求めた J 積分が妥当であること

Fig. 13 Relation between da/dN and ΔJ along the interface, comparing the linear analysis with dissimilar materials and that with homogeneous materials

Fig. 14 Relation between da/dN and ΔJ along the interface, calculated for dissimilar materials

がわかる。

一方、異材接合材として線形弾性解析と弾塑性解析から ΔJ を求め、これを疲労き裂伝ば特性として比較したものを図 14 に示す。Cu-Cr の大きな塑性変形を伴う弾塑性解析結果を用いて整理した場合の疲労き裂伝ば速度は、線形弾性解析結果を用いて整理した場合のそれよりもかなり遅いことがわかる。したがって、線形弾性解析から得られる疲労き裂伝ば特性を用いた疲労き裂伝ば解析は、実際のき裂伝ばよりも安全側であり、損傷許容設計では図 10 に示す簡便な応力拡大係数で表したパリス則を用いることにより、裕度を含んだ安全側の寿命評価が得られることになる。

弾塑性解析から求めた ΔJ_{ep} と、線形弾性解析から求めた ΔJ_{le} との比 $\Delta J_{ep}/\Delta J_{le}$ と、疲労き裂伝ば速度 da/dN の関係を図 15 に示す。上記比 $\Delta J_{ep}/\Delta J_{le}$ は、 da/dN が約 10^{-5} mm/cycle 以下では約 3 で一定であるのに対し、 10^{-5} mm/cycle 以上では、疲労き裂伝ば速度とともに急激に増加することがわかる。このことは、疲労き裂伝ば速度が速くなるほど、線形破壊力学の範ちゅうから外れることを示している。また、線形弾性解析から求めた ΔJ の弾塑性解析から求めた ΔJ に対する裕度は 3 以上であり、パリス則の成立する範囲では、疲労き裂伝ば速度が速い領域ほど、線形弾性解析に基づく疲労き裂伝ば解析は寿命に対して裕度を含むことが明らかである。

5. 結 言

鉄基超合金 A 286 と析出硬化型銅合金 Cu-Cr から

Fig. 15 Relation between da/dN and $\Delta J_{ep}/\Delta J_{le}$ (ΔJ_{ep} : ΔJ obtained from elastic-plastic analysis, ΔJ_{le} : ΔJ obtained from linear elastic analysis)

成る拡散接合界面に着目し、損傷許容設計を行うことを目的とした、異材界面の疲労き裂伝ば特性に関する研究を実施した。拡散接合界面の疲労き裂伝ば試験を行い、異材接合材を均質材に置き換えて、設計上有効な応力拡大係数を用いたき裂伝ば特性の整理を行うとともに、Cu-Crの大規模降伏に着目した繰返し J 積分を用いた整理を行った。その結果、以下の知見が得られた。

(1) 疲労き裂伝ば特性を、応力拡大係数を用いて整理した場合は、Cu-Crや接合界面に比べてA 286の疲労き裂伝ば速度が最も遅いことがわかった。また、 ΔK が約 $15 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$ までは接合界面の疲労き裂伝ば速度が最も速いが、 ΔK の増加とともに接合界面とCu-Crの疲労き裂伝ば速度の差は縮まる。

(2) 界面き裂は初期段階では接合界面上を進展したが、き裂の進展とともに徐々に界面から離れ、 $0.2 \sim 0.5 \text{ mm}$ 程度離れたCu-Cr側の準界面を進展した。この原因としては、界面き裂先端でのCu-Cr側への応力の集中によるき裂進展経路の変化が考えられる。

(3) 線形弾性解析において、均質材として等価ヤング率を用いて求めた応力拡大係数を ΔJ に換算した場合の疲労き裂伝ば特性と、A 286とCu-Crそれぞれに対して異なるヤング率とポアソン比を与えた解析から得られた ΔJ を用いた疲労き裂伝ば特性はほぼ一致し、異材接合材として求めた J 積分が妥当であることがわかった。

(4) 異材接合材として線形弾性解析と弾塑性解析から求めた ΔJ を用いて整理した疲労き裂伝ば特性の比較から、Cu-Crの大きな塑性変形を伴う弾塑性解析結果を用いて整理した場合の疲労き裂伝ば速度は、線形弾性解析結果を用いて整理した場合の疲労き裂伝ば速度よりもかなり遅いことがわかった。以上のことから、線形破壊力学に基づく応力拡大係数で表したパリ

ス則を用いて疲労き裂伝ば解析を行うことにより、裕度を含んだ安全側の寿命評価が得られることが明らかとなった。

(5) 線形弾性解析から求めた ΔJ の弾塑性解析から求めた ΔJ に対する裕度は3以上であり、疲労き裂伝ば速度が速い領域ほど寿命に対する裕度は大きくなることが明らかとなった。

文 献

- (1) 結城良治・許金泉, 生産研究, **42**-8(1990), 508-514.
- (2) 服部敏雄・ほか3名, 機論, **54**-499, A(1988), 597-603.
- (3) 溝口孝遠・ほか2名, R & D 神戸製鋼技報, **39**-2(1989), 77-80.
- (4) Seki, M., ほか7名, *J. Nucl. Mater.*, **155**-157(1988), 392-397.
- (5) 田中道七・堀美知郎, 機論, **46**-403, A(1980), 284-291.
- (6) 平野一美・ほか3名, 日本材料学会第37期学術講演会講演論文集, (1988-5), 37-39.
- (7) Suzuki, N., Murakami, T., Shibuya, J. and Ohshima, S., *Trans. ASME, J. Manufact. Sci. Eng.*, **199**-1(1997), 68-77.
- (8) Suzuki, N., Murakami, T., Shibuya, J., Furukawa, Y., Asai, S. and Ohshima, S., *Trans. ASME, J. Manufact. Sci. Eng.*, **119**-1(1997), 78-87.
- (9) Suzuki, N., ほか7名, *PROCEEDINGS of International Conference on Power Engineering-97*, **2**(1997), 29-34, Tokyo.
- (10) 鈴木信久・ほか2名, 機論, **62**-593, A(1996), 181-186.
- (11) 佐藤邦彦・ほか2名, 溶接学会誌, **37**-11(1968), 1214-1226.
- (12) 佐藤邦彦・豊田政男, 溶接学会誌, **40**-9(1971), 885-900.
- (13) 田中道七・堀美知郎, 機論, **47**-414, A(1981), 131-138.
- (14) 山崎淳一・ほか2名, 機論, **52**-476, A(1986), 963-971.
- (15) Mak, A. F., Keer, L. M., Chen, S. H. and Lewis, J. L., *Trans. ASME, J. Appl. Mech.*, **47**-2(1980), 347-350.
- (16) 白鳥正樹・三好俊郎・松下久雄, 数値破壊力学, (1985), 61, 実教出版.
- (17) 西谷弘信, 機論, **41**-349(1975), 2518-2526.
- (18) 瀬尾健二・ほか3名, 溶接学会論文集, **10**-3(1992), 429-433.
- (19) 瀬尾健二・ほか4名, 溶接学会論文集, **12**-3(1994), 445-450.
- (20) Annual Book of ASTM Standards, "Standard Test Method for Measurement of Fatigue Crack Growth Rates", *ASTM E 647-95*, Vol. **11.03**(1995), 578-614.