

展 望

Cr-Ni ステンレス鋼中の σ 相の物理冶金*

The Physical Metallurgy of Sigma Phase in Cr-Ni-Fe Stainless Steels.

David W. McDowell**

(翻訳) 河部 義邦***

1. σ 相とは?

σ 相は単位格子当たり 30 原子の複雑な正方晶の結晶構造で、硬く、脆い、非磁性の相である。

この相は Fe-Cr, Fe-V, Cr-Co, Cr-V, Ni-V の 2 元系合金に見い出されている。また、この相はこれらの 2 元系を含むある種の 3 元合金にも生成する。(例えば Fe-Cr-Ni 系) σ 相はフェライト組織、フェライトとオーステナイトの混在組織、フェライトの生成する境界に近い成分のオーステナイト組織から析出しやすい¹⁾。このような合金を 566~927°C (1050~1700°F) の温度範囲で長時間時効すると σ 相が析出する。

σ 相を生ずると合金の常温硬さと強度は増加し、韌性は低下する。とくに、 σ 相は衝撃値を著しく下げる。衝撃試験は材料試験でこの相の存在を確認するため非常に敏感な検出法である。高温では σ 相による脆化現象はそれほど著しいものでなく、この σ 相による脆化現象はおもに常温での性質に対して問題になる。

2. 脆化現象

ある使用条件下では、ステンレス鋼中に脆い σ 相が生成することは大きな問題となる。この複雑な正方晶の結晶構造を有する相は高 Cr フェライト組織より最も速く形成される。それゆえ、高 Cr 鋼は σ 相に対する感受性が最も大きい。しかし、その程度は小さいが、オーステナイト系 Cr-Ni ステンレス鋼でも 566~927°C (1050~1700°F) で長時間時効すると σ 相は生成する。この反応は Cr と Fe 原子の拡散によるものであるから、この反応が完了するには数千時間を必要とする場合がある。加えて、ある臨界温度範囲で加熱する前に冷間加工するとこの反応は加速される。

σ 相の析出による最も大きな影響は常温衝撃強度の著しい低下である。オーステナイト系ステンレス鋼ではシ

ヤルピー値(キイ・ホール・ノッチ)を 2.07 kg-m (15 ft-lb) 以下まで脆化するには約 5% の σ 相が必要である。それに対して、フェライトまたはマルテンサイト系ステンレス鋼ではより少量の σ 相で脆化する。

高温性質におよぼす σ 相の影響は十分には解明されていない。常温で著るしいこの脆化現象は約 760°C (1400°F) の温度まで同じ傾向を示す。そして、その程度は σ 相の量と分布に依存する。一般には、 σ 相の生成は長時間高温ラップチャー寿命をそれほど悪くしない。

オーステナイト系ステンレス鋼での σ 相の生成条件はおもに成分に依存する。Fe-Cr-Ni 3 元系で σ 相の生成する領域は、その境界は各研究者間で正確には一致していないが、かなり十分に調べられている。その種々の熱処理状態での状態図を図 1, 2, 3, 4 に示す。

この状態図から明らかのように、 σ 相は一般に Cr 20% 以下、Ni 35% 以上の合金では生成しない。25Cr-20Ni と 25Cr-12Ni 鋼は成分バランスにより σ 相が生成したり、生成しなかつたりする境界近くの組成である。18Cr-8Ni 鋼の組成は σ 相生成領域外である。しかし、例えば、溶接とか鋳造の際の偏析により σ 相の生成する組成になることがある。この現象は一般に鋼塊を鋳造後鍛造することで減らすことができる。それゆえ、鍛造した 304 鋼では σ 相が生成する可能性はほとんど無い。

σ 相は顕微鏡組織の観察と X 線回折により同定しうるが、常温での衝撃強さの減少を測定することによつても確認しうる。

3. 成分と冷間加工の影響

σ 相は拡散により形成されるので、その形成は温度と時間に支配される。それゆえ、種々の実験データーを比

* 昭和39年12月17日受付

** Hydrocarbon Research, INC.

*** 金属材料技術研究所

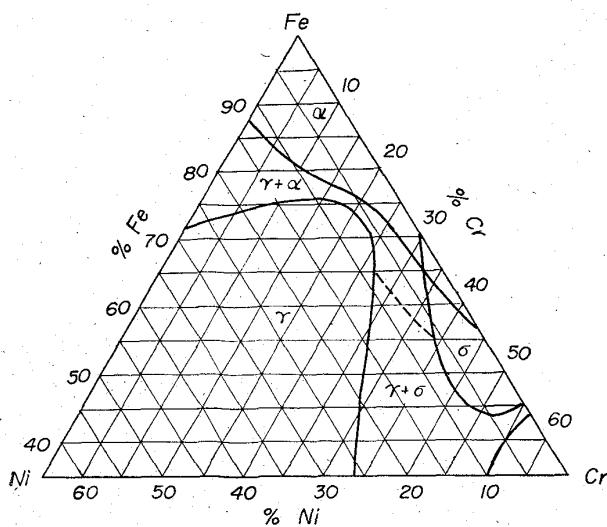


図1. 875°C (1607°F) から徐冷した
Fe-Cr-Ni 3元状態図
(BAIN and GRIFFITHS²⁾)

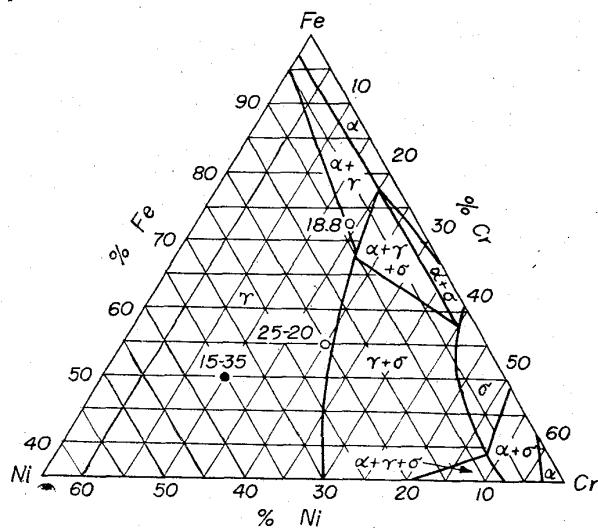


図3. 650°C (1202°F) での Fe-Cr-Ni
3元状態図
(SCHAFMEISTER and ERGANG⁵⁾)

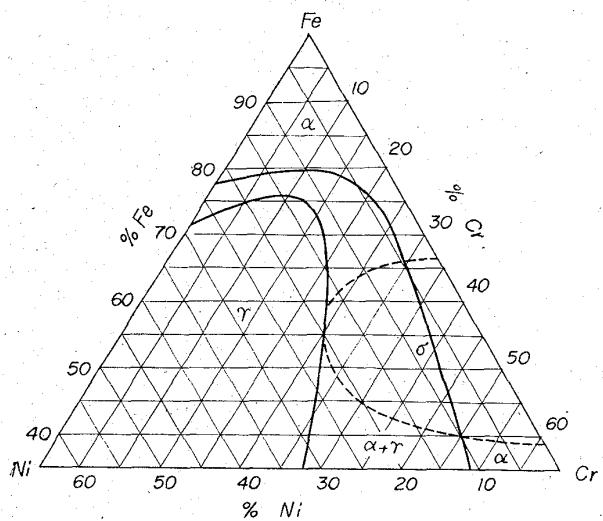


図2. Fe-Cr-Ni 3元状態図
(WEVER and JELLINGHAUS^{3,4)})

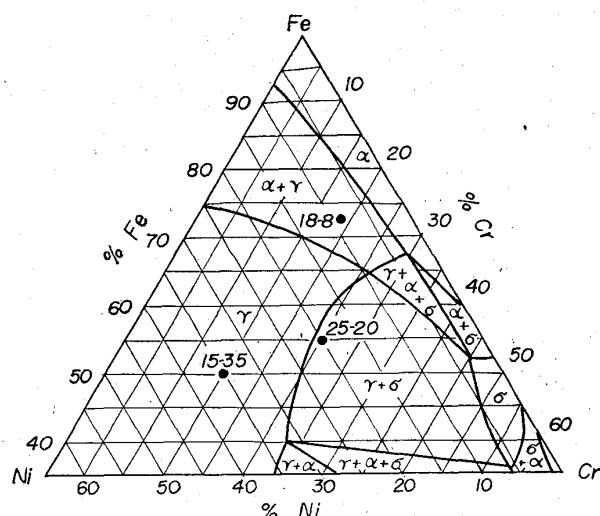


図4. 900°C (1652°F) から 10~20°C/hr
で冷却した Fe-Cr-Ni 3元状態図
(BRADLEY and GOLDSCHMIDT⁶⁾)

較するにはこの2つの要因を考慮に入れねばならない。
図1, 2, 3, 4の状態図が正確には一致しない原因の一つは各実験者が違った時間で求めているからであろう。
実際、これらの状態図は平衡状態を示しているかどうか疑わしい。

3.1 Cr, Ni の影響

図3, 4の状態図はσ相の析出がおこらない最大許容Cr量がNi量の増加とともに増加することを示しており、この現象は市販鋼での実験でも確認されている。焼鈍と冷間加工した状態の鋼を各温度で3000時間時効し、σ相の析出がおこらない最大許容Cr量はNi量に応じて変化することを表1に示してある。

σ相が生成する温度範囲で100および3000時間時効

表1. Fe-Cr-Ni合金を3000時間時効後、σ相が析出しない最大許容Cr量 (FOLEY and KRIVIBOK⁷⁾)

Ni量 (%)	時効温度(°C)					
	649		789		899	
	焼鈍材	冷間加工材	焼鈍材	冷間加工材	焼鈍材	冷間加工材
20	22	21	20	20	21	22
25	25	20	20	20	21	23
30	28	21	22	22	25	25
35	>30	30	26	26	27	26

冷間加工率 23%

他の合金元素 0.05%C, 1.09%Mn, 0.7%Si

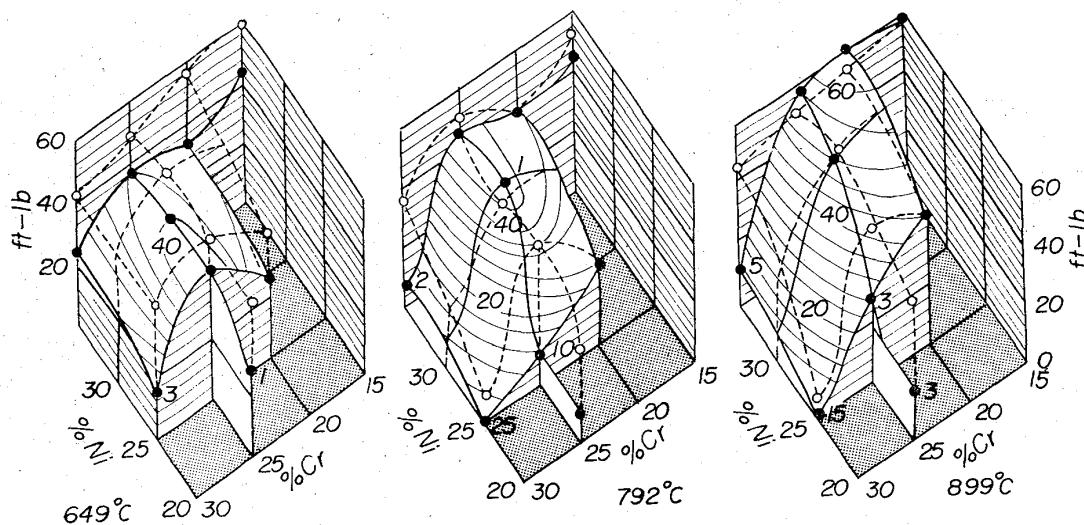


図 5. 各温度で長時間時効した焼鈍 Fe-Cr-Ni 合金のシャルピー値
点線 100時間時効, 実線 3000時間時効, (数字は 3000時間時効した後の σ 相の量)
(FOLEY and KRIVIBOK⁷⁾)

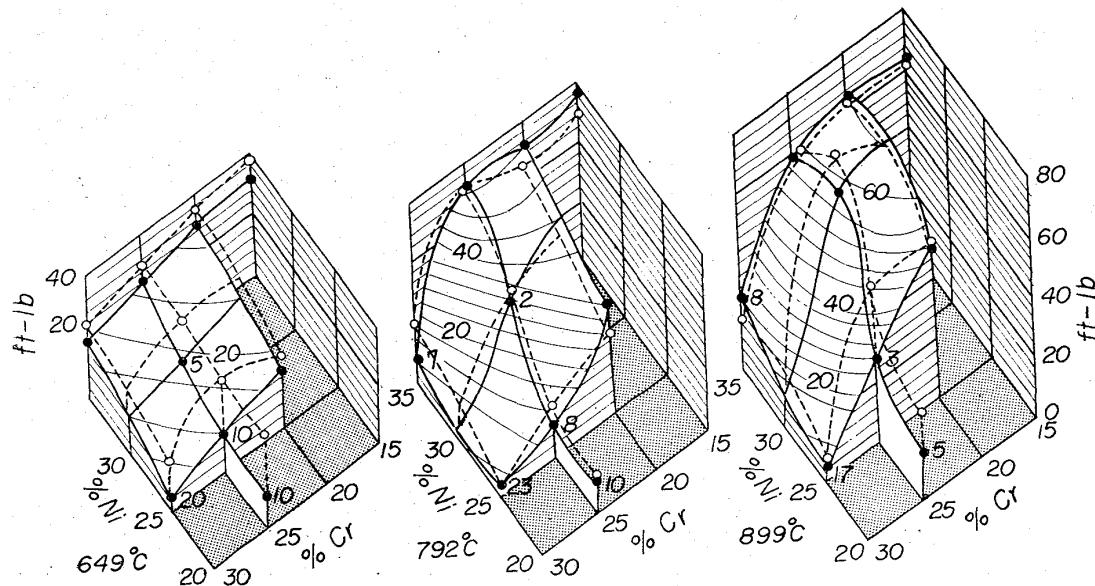


図 6. 各温度で時効する前に 23% の冷間加工を与えた Fe-Cr-Ni 合金のシャルピー値
点線 100時間時効, 実線 3000時間時効
(FOLEY and KRIVIBOK⁷⁾)

した Fe-Cr-Ni 合金の成分と衝撃性質との関係を焼鈍材については図 5 に、23% 冷間加工材については図 6 に示す。この図はまた冷間加工の影響を良く示している。

649°C (1200°F) で時効する前の焼鈍材のシャルピー値は 8.99~10.92 kg-m (65~79 ft-lb) である。Ni 量が低く、Cr 量の多い合金ではたしかに 649°C (1200°F) で時効すると相当量の σ 相が析出する。さらに 3000 時間時効するとシャルピー値は 2.35~5.95 kg-m (17~43 ft-lb) の範囲まで減少している。しかし、顕微鏡観察で σ 相が認められない試料でも 100 時間の時効処理で衝撃値は著しく減少し、3000時間ではさらに減少する。こ

のことは、衝撃値の減少は σ 相生成以外のほかの脆化現象、多分、炭化物の析出にもとづくものであることを示している。

冷間加工すると焼鈍材の 8.99~10.92 kg-m (65~79 ft-lb) の衝撃値は 5.42~6.64 kg-m (32~48 ft-lb) の範囲まで低下する。649°C (1200°F) で冷間加工材を時効すると衝撃値は 100 時間で 2.21~5.25 kg-m (16~38 ft-lb)、3000時間で 0.69~4.29 kg-m (5~31 ft-lb) まで減少する。図 5、6 を含めてのほかの状態図と図 6 の 649°C (1200°F) での横断面状態図を比較すると明らかのように、この温度で脆化現象は最も著しい。ゆえに、

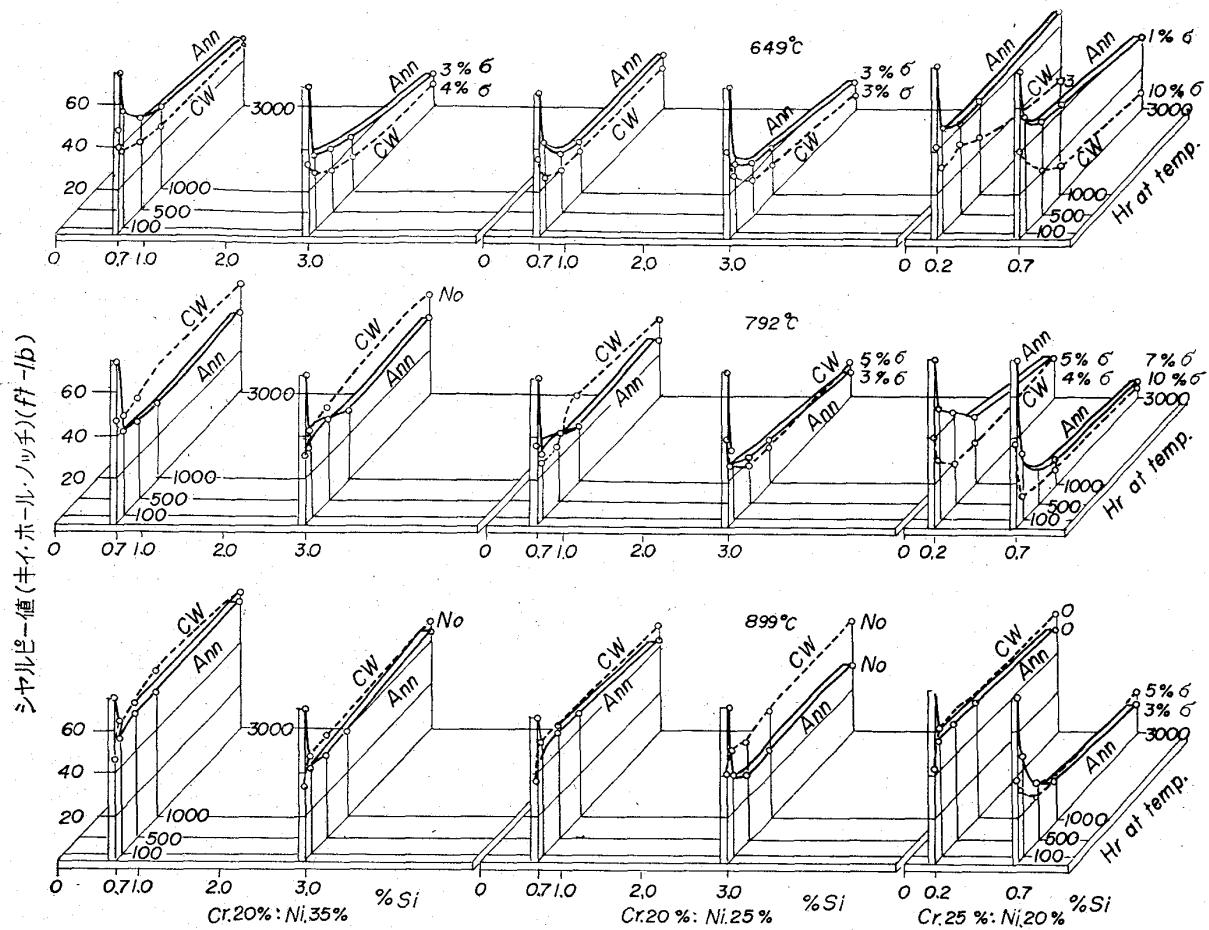


図7. σ 相生成温度範囲で長時間時効した後の衝撃値における市販Fe-Cr-Ni合金でのSiの影響 (FOLEY and KRIVIBOK⁷⁾)

冷間加工による残留応力は衝撃値の低下の原因となつてゐることが明らかである。しかし、この脆化現象は残留応力はそのものによるものではなく、残留応力により σ 相の生成が加速された結果によるものと思われる。

焼鍔材の衝撃値は792°C (1475°F) または899°C (1650°F)で100または3000時間時効した時、最も低下する。また、脆化の著しい試料は多量の σ 相を含んでいる。

冷間加工した25Cr-20Ni, 25Cr-25Ni, 25Cr-30Ni鋼の899°C (1650°F)で時効した場合の異常な挙動を調べることは意味がある。これらの3鋼種の衝撃値は792°C (1475°F)よりも899°C (1650°F)で3000時間時効したほうが低くなる。

3.2 Siの影響

Si量も σ 相の生成傾向に影響する。Siは σ 相の生成を加速する。図7に σ 相の生成する温度範囲で時効した数種のオーステナイト系ステンレス鋼の衝撃値におけるSi量の影響を示す。また、3000時間時効した後の σ 相の量をも併記した。

0.2% Siの冷間加工された25Cr-20Ni鋼(310型鋼)では649°C (1200°F)で3000時間時効した時3%, 792°C (1475°F)では4~5%の σ 相が析出し、899°C (1650°F)では σ 相は析出しない。Si量を0.7%に増加すると上記すべての温度で σ 相の量は増大する。

3.3 ほかの合金元素の影響

σ 相形成におけるほかの合金元素の影響を示す定量的なデータはほとんどない。しかし、一般的には、Moのようにフェライト生成元素は σ 相の生成速度を加速するようである。Cの影響ははつきり解ってない。

3.4 冷間加工の影響

σ 相を含まない試料では、792°C (1475°F)と899°C (1650°F)で時効した冷間加工材の衝撃値は同じ時効をした焼鍔材の衝撃値より高い。この現象は、冷間加工により粒界より粒内に均一に炭化物が析出することによるものであろう。

この現象と関連してもう一つの現象がある。すなわち焼鍔材を100時間時効すると、常に衝撃値は著しく低下するのに対し、冷間加工材を792°C (1475°F)と899°C

$^{\circ}\text{C}$ (1650°F) で同じ時間時効すると、 σ 相の生成しない状態で、衝撃値は逆に増加する。このことは、冷間加工は 649°C (1200°F) 付近での σ 相の生成を加速するが、一方、より高い温度では σ 相の γ または α 相への変態をも助長するためと思われる。

Ni 量が増加すると、 σ 相の生成する温度は下がり σ 相の安定な温度範囲はせまくなる。図 7 に示すように、冷間加工した高 Si 20Cr-35Ni 鋼では 649°C (1200°F)、20Cr-25Ni 鋼では 649°C と 792°C (1475°F)、25Cr-20Ni 鋼では 649°C 、 792°C および 899°C (1650°F) で時効した時 σ 相が析出する。

4. 常温の機械的性質におよぼす σ 相の影響

機械的性質に影響を与えるには、10%以上の σ 相が必要であるといわれている。このため、鍛造したオーステナイト系 Cr-Ni ステンレス鋼では 309, 310 型鋼を除き、 σ 相生成温度範囲で長時間時効しても常温の機械的性質はほとんど影響を受けない。表 2 に 310 型鋼の常温引張り性質 (WILDER, et al.¹⁰)

表 2. 時効した 310 型ステンレス鋼の常温引張り性質 (WILDER, et al.¹⁰)

時効処理	引張り強さ (kg/mm ²)	降伏点 (0.2% 伸び) (kg/mm ²)	伸び (1 in.) (%)	絞り (%)
時効なし	62.6	28.1	51	70
482°C , 10,000hr	63.3	26.7	54	68
566°C , 10,000hr	66.1	30.9	46	53
649°C , 10,000hr	82.9	42.9	4	3

表 3. 表 4 に実験結果を示す材料の化学成分と処理状態 (WILDER, et al.¹⁰, STICHA¹¹)

鋼種	形狀	処理状態	粒度番号	成 分 (%)							
				C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	その他	
304	鍛造品	焼 鉻	3~4	0.05	0.53	0.61	10.72	18.53	0.07	—	
304L	板	〃	2~4	0.02	1.10	0.32	10.56	18.55	0.12	—	
309	板	〃	2~4	0.10	1.50	0.36	14.06	22.00	0.08	—	
310	板	〃	3~4	0.10	1.72	0.83	20.35	25.76	0.06	—	
316	鍛造品	〃	2~4	0.07	1.32	0.32	10.57	18.27	2.16	—	
316	22mm 棒	〃	4~8	0.06	1.77	0.61	13.07	18.80	2.18	—	
316	36mm 棒	〃	4~7	0.07	1.39	0.47	13.50	16.88	2.11	—	
316	28mm 棒	〃	5~7	0.07	1.57	0.60	13.20	17.51	2.27	—	
316	35mm 棒	熱間圧延	6~8	0.06	1.88	0.48	11.19	17.44	2.30	—	
316	19mm 棒	〃	8~10	0.052	1.75	0.35	10.83	17.38	2.30	—	
316	30mm 棒	〃	8~11	0.068	1.78	0.40	12.40	17.66	2.38	—	
316	32mm 棒	〃	8~9	0.048	1.90	0.36	10.91	17.38	2.30	—	
316F	14mm 棒	冷間線引	7~8	0.07	1.55	0.54	12.53	17.50	2.28	Se 0.17	
316L	鍛造した板	焼 鉻	0~6	0.029	1.60	0.35	11.09	16.88	2.00	—	
317	鍛造した板	〃	1~6	0.06	1.66	0.34	13.45	18.34	3.16	—	
318	100mm 棒	〃	0~8	0.062	1.77	0.50	13.70	18.55	2.45	Co 0.88	
321	鍛造した板	〃	5~9	0.07	1.73	0.54	10.20	17.90	—	Ti 0.60	
321	鍛造品	〃	5~6	0.07	0.52	0.39	10.40	17.97	0.07	Ti 0.58	
347	鍛造品	〃	7~8	0.06	1.43	0.44	11.16	17.80	0.08	Co 0.77	

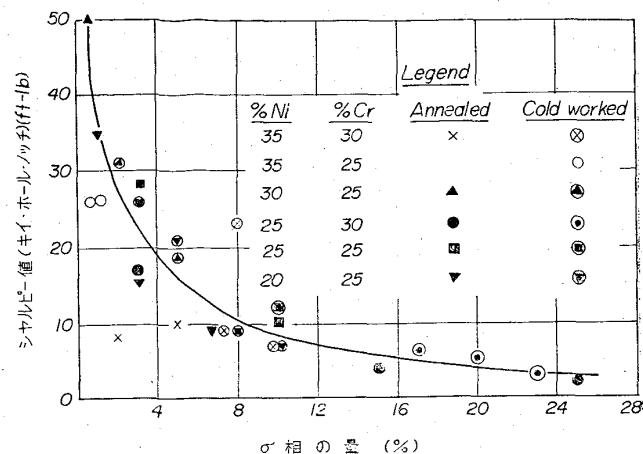


図 8. Fe-Cr-Ni 合金の衝撃値におよぼす σ 相の影響 (FOLEY and KRIVIBOK⁷)

機械的性質におよぼす時効処理の影響を示す。

また、 σ 相の量と衝撃値との関係を図 8 に示す。この図から明らかのように、もし“脆化”をキイ・ホール・シャルピー値が 2.07 kg-m (15ft-lb) 以下になつた時と定義すれば、この鋼を“脆く”するには 5% の σ 相が必要である。またこの図は、1%以下の σ 相ではわずかに衝撃値を下げるのみで、実用上の影響はほとんどないと示している。

表 3 の鋼種について種々の温度で時効し、衝撃試験を行なつた。その中には脆化におよぼす成分の影響を検討するため、成分のいくらか違つた 316 型鋼が含まれている。その常温での衝撃値を表 4 に示す。

さらに、表 5 に示す 3 鋼種の衝撃試験結果を表 6 に示す。

表4. 常温の衝撃強さにおよぼす高温で10,000時間時効の影響 (482, 566 & 649°C
-WILDER, KETTER, COLLYER and BOUGHNER¹⁰, 他の温度-STICHA¹¹)

鋼種	シャルピー値(キイ・ホール・ノッチ) ft-lb							
	時効なし	482°C	566°C	621°C	649°C	677°C	732°C	788°C
304	91	79	62	—	47	—	—	—
304L	89	85	71	—	63	—	—	—
309	95	120	51	—	44	—	—	—
310	75	62	29	—	2	—	—	—
316	80	87	49	—	32	—	—	—
316	82	—	—	26	—	25	6	—
316	84	—	—	32	—	—	—	—
316	72	—	—	—	—	—	6	—
316	105	—	—	19	—	—	10	—
316	52	—	—	13	—	—	—	10
316	100	—	—	—	—	11	9	—
316	98	—	—	36	—	14	—	—
316F	31	—	—	17	—	8	7	11
316L	78	—	—	40	—	35	31	19
317	57	—	—	27	—	12	8	2
318	34	—	—	—	—	6	—	—
321	61	—	—	28	—	18	16	33
321	107	88	72	—	62	—	—	—
347	56	63	51	—	32	—	—	—

表5. 表6, 7に実験結果を示す材料の化学成分

鋼種	成 分 (%)						
	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	その他
304	0.057	0.58	0.21	10.41	18.64	0.27	—
316	0.041	1.66	0.45	13.54	16.33	2.11	—
321	0.036	1.69	0.43	12.20	17.67	0.19	Ti 0.47

表6. 常温の衝撃強さにおよぼす高温時効の影響

鋼種	時効時間(hr)	シャルピー値(キイ・ホール・ノッチ) ft-lb (時効温度)		
		時効なし	677°C	732°C
304	—	115	—	—
	1000	—	45	43
	5000	—	50	45
	10000	—	45	43
316	—	50	—	—
	1000	—	40	40
	5000	—	40	35
	10000	—	30	28
321	—	120	—	—
	1000	—	60	55
	5000	—	55	50
	10000	—	45	40

5. 高温性質におよぼす σ 相の影響

5.1 短時間性質

オーステナイト系ステンレス鋼の高温引張り性質におよぼす σ 相の影響は常温引張り性質におよぼす影響と同

様である。すなわち、降伏点と引張り強さは増加し、韌性は低下する。

約 760°C (1400°F)までは、衝撃値は常温の場合と同様に減少する。この温度以上ではこの効果は逆になる。それゆえ、 σ 相の析出による脆化は 760°C (1400°F)以上ではほとんど問題にならない。

表5に示す鋼種の高温での衝撲試験結果を表7に示す。また、3種類の铸造ステンレス鋼の同様なデーターを表8に示す。

5.2 長時間性質

クリープ・ラブチャーおよびクリープ性質におよぼす

表7. 10000時間まで時効した後の高温衝撲強さ
(HOKKE, EBERLE & WYLIE¹²)

鋼種	時効時間(hr)	シャルピー値(キイ・ホール・ノッチ) ft-lb (時効および試験温度)		
		677°C	732°C	788°C
304	時効なし	75	63	70
	1000	37	35	40
	5000	50	40	35
	10000	45	35	—
316	時効なし	67	45	40
	1000	35	30	30
	5000	37	30	37
	10000	35	27	—
321	時効なし	80	60	60
	1000	70	62	60
	5000	75	70	60
	10000	65	60	—

表 8. 各温度で 500時間時効する前と後の铸造
ステンレス鋼の衝撃強さ
(MALCMB AND Dow¹⁶⁾)

鋼種	シャルピー値(キイ・ホール・ノッチ) ft-lb							
	各温度で時効後 21°C で試験				各温度で時効後, その温度で試験			
	21 °C	649 °C	732 °C	815 °C	649 °C	732 °C	815 °C	
CF8	78	47	22	10	27	26	21	
CF8M	75	35	14	7	31	30	26	
CF8C	28	28	23	15	32	32	28	

鋼種	成 分 (%)						
	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	Cb
CF8	0.07	1.09	1.19	10.55	18.68	—	—
CF8M	0.07	1.51	1.18	11.50	18.16	2.70	—
CF8C	0.07	1.28	0.89	11.59	18.06	—	0.75

σ 相の影響を求めるることは非常に困難である。一般には、析出は粒界変形とクラックの生成を助長するので、耐用年数を減少させるといわれている。それゆえ、 σ 相の析出も耐用年数を減少させると思われる。実験データーは非常に少ないが、耐用年数の減少率は5%以下であろうと思われる。¹⁰⁾¹⁴⁾¹⁵⁾

表 9. 表 10, 11 に実験結果を示す溶接金属の化学成分

鋼種	成 分 (%)								
	C	Mn	Si	Ni	Cr	P	S	Mo	Cb
304	0.10	1.55	0.22	10.04	19.78	0.039	0.011	—	—
316	0.10	1.99	0.22	11.91	18.13	0.037	0.010	2.00	—
347	0.10	1.92	0.17	9.58	19.85	0.042	0.010	0.13	0.78

表 10. 高温時効後の常温での溶着金属の衝撃強さ

鋼種	時効時間 (hr)	シャルピー値(キイ・ホール・ノッチ) ft-lb (時効温度)		
		時効ナシ	677°C	732°C
304	—	30	—	—
	1000	—	22	18
	5000	—	14	14
	10000	—	12	11
	20000	—	—	10
316	—	33	—	—
	1000	—	18	12
	5000	—	6	6
	10000	—	4	4
	20000	—	—	4
347	—	28	—	—
	1000	—	7	4
	5000	—	4	3
	10000	—	3	4
	20000	—	—	2

表 11. 高温での溶着金属の衝撃強さ

鋼種	時効時間 (hr)	シャルピー値(キイ・ホール・ノッチ) ft-lb (時効および試験温度)		
		677°C	732°C	788°C
304	時効ナシ	25	23	27
	1000	22	19	25
	5000	19	18	22
	10000	15	17	—
	20000	—	15	—
316	時効ナシ	25	25	26
	1000	22	17	23
	5000	15	12	20
	10000	13	11	—
	20000	—	11	—
347	時効ナシ	22	19	23
	1000	15	20	15
	5000	8	8	10
	10000	8	9	—
	20000	—	7	—

は減少する。また、低溶融成分を含まない完全オーステナイト組織の溶着金属では高温クラックも発生しないことが確かめられている⁹⁾。

表9に示す3種類のオーステナイト系ステンレス鋼の溶着金属を高温で時効した後の常温衝撃強さを表10に示す。また、時効温度での衝撃値を表11に示す。このデータがよく示すよう、時効により常温の衝撃値は著しく劣化するが、高温の衝撃値はほとんど劣化しない。

7. 結 言

ステンレス鋼中の σ 相についての問題点を述べ、次の結論を得た。

- 1) Cr-Niステンレス鋼の σ 相生成に対する感受性は成分に支配される。
- 2) 566~927°C (1050~1700°F) に加熱した時、 σ 相はフェライト系ステンレス鋼から最も早く析出する。
- 3) 上記の温度で長時間時効した際の σ 相の析出はオーステナイト系ステンレス鋼では非常に遅い。
- 4) 高温時効前に冷間加工すると σ 相の生成は加速される。
- 5) σ 相の析出により常温ではたしかに脆くなる。しかし、オーステナイト系ステンレス鋼では高温での使用が問題になるほどまでには脆化しない。
- 6) σ 相が析出する温度での脆化現象はそう大きなものではない。
- 7) σ 相の析出により高温での耐用年数は5%程度減少する。
- 8) σ 相の生成を加速する元素がフェライト中に濃縮され、およびフェライトの体心立方格子が σ 相の格子と似ているという2つの理由からして、小量の δ フェライトを含む溶着金属は σ 相生成への感受性が非常に大きい。

文 献

- 1) F. B. FOLEY: Bull. Research Inst. Temple Univ., November 14 (1947), p. 7
- 2) E. C. BAIN, W. E. GRIFFITHS: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 75 (1927), p. 166
- 3) F. WEVER, W. JELLINGHAUS: Mitt. Kaiser Wilhelm Inst. Eisenforsch., 13 (1931), p. 93
- 4) F. WEVER, W. JELLINGHAUS: Mitt. Kaiser Wilhelm Inst. Eisenforsch., 13 (1931), p. 143
- 5) P. SCHAFMEISTER, R. ERGANG: Arch. Eisenhüttenw., 12 (1939), p. 459
- 6) A. J. BRADLEY, H. J. GOLDSCHMIDT: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 144 (1941), p. 375
- 7) F. B. FOLEY, V. N. KRIVIBOK: Metal Progress, 71 (1957) May, p. 81
- 8) H. S. AVERY, C. R. WILKS: Trans. Amer. Soc. Metals, 40 (1948), p. 529
- 9) B. I. MEDOVAR, Y. V. LATASH: Automat Svarka, 10 (1957), p. 32
- 10) A. A. WILDER, E. F. KETTERER, D. B. COLLYER, D. T. BOUGHNER: ASME Paper No. 60-PET-22, Sept. (1960)
- 11) E. A. STICHA: Amer. Power Conference, March 31 (1960)
- 12) J. F. ECKEL: Bull. No. 139, Engineering Experiment Station, Virginia Polytechnic Inst. June (1960)
- 13) J. HOKE, F. EBERLE, R. D. WYLIE: Proc. Amer. Soc. Test. Materials, 57 (1957), p. 821
- 14) G. J. GUARNIERI, J. MILLER, F. J. VAWTER: Trans. Amer. Soc. Metals, 42 (1950), p. 981
- 15) G. V. SMITH, E. J. DULIUS: Amer. Soc. Test. Mat., Spe. Tech. Pub. 128 (1952)
- 16) V. T. MALCOLM, S. LOW: Amer. Soc. Test. Mat., Spe. Tech. Pub. 110 (1950)