

スモールパンチ試験片によるCrMoV鋳鋼製経年主要弁の 靱性およびクリープ特性の評価

杉本 隆之*・土岐 和紀*²・駒崎 慎一*³・三澤 俊平*⁴

Evaluation of Toughness and Creep Properties of Aged Main Valve CrMoV Casting Steel
by Using Small Punch Specimens

Takayuki SUGIMOTO, Kazunori DOKI, Shin-ichi KOMAZAKI and Toshihei MISAWA

Synopsis : It has been required to evaluate material deterioration of plant components with high accuracy, because more than seventy percent of power plants in Japan have been operated for 100,000 h or more. The small punch (SP) test method can directly determine mechanical properties of components with high accuracy because of a destructive test. Compared with the standard test method using large specimens, it can minimize the damage caused by removing samples from a component because of use of a small specimen. In this study, both the ductile–brittle transition temperature (DBTT) and the creep properties of CrMoV casting steel, which had been used as a main valve in a power plant for 100,000 h, were estimated by using SP specimens. The conventional SP test results revealed that the SP-DBTT of the aged steel was higher than that of the virgin steel. The actual DBTT determined by Charpy impact tests with V-notched specimens was in relatively good agreement with the calculated one by the SP-DBTT. The results of SP creep test showed that the creep rupture strength of the aged steel was inferior to that of the virgin steel. This degradation of creep properties seemed to be attributed to the microstructural changes and the formation of cavities or micro cracks with the long-term operation. Good correlation was observed between the results of the SP creep test and the standard uniaxial creep test. Consequently, the SP testing method is expected to be an appropriate tool for evaluating material deterioration of plant components in-service.

Key words : power plant; CrMoV casting steel; material deterioration; small punch testing; ductile–brittle transition temperature; creep property.

1. 緒言

稼動時間が10万時間を上回る経年プラントの数は、我が国の火力発電プラント総数の7割以上に達している¹⁾。しかし、昨今の規制緩和と電力自由化の流れの中で、単に経年設備を廃却し新規設備へ更新するのではなく、信頼性と経済性との適正バランスを保ちながら設備の一層の延命化を図ることが要求されており、そのため、高精度な余寿命評価技術の開発が強く求められている。機器材料の余寿命を精度良く推定するためには、評価対象部より採取された試験片を用いて直接的に材料特性を確認出来る破壊的手法が有効であるが、試験片採取の際、実機に損傷を与えることが問題となる。その点、微小試験片を用いた試験法は、破壊的手法として評価精度の優位性を有すると共に、試験片体積が小さいために試験片採取時に実機に及ぼす影響を必要最小限に低減させる事が可能であり、実機評価手法としてその適用が期待される。

スモールパンチ(SP)試験法は、微小試験片試験法の一つ

である。小型単純な薄板方形または円形状のSP試験片を用いて破壊靱性、延性脆性遷移温度などの材料特性評価が可能であり²⁻⁴⁾、また近年はクリープ強度の評価にも適用が試みられている^{5,6)}。一般に、稼動プラントの実機では、採取できる供試材体積に制限を伴う場合が多いが、小型単純形状のSP試験片では、限られた供試材体積において試験片採取の歩留まり向上に寄与することが可能であり、また1種類の試験片により多くの材料特性を評価出来るため、限られた供試材を有効活用する上でも実用的である。しかし、これまでのSP試験法に関する研究の多くは、靱性やクリープなど特定1種類の材料特性について評価したものであり、複数の材料特性を一度に調べ、材料劣化特性を評価した例は少ない。この試験法を実機評価技術として展開させていくためにも、材料特性を全体的に評価した研究実例の蓄積を進め、その検証を行うことが必要であろう。

本研究では、このSP試験片を用いて、実動プラントでの供用後に廃却された鋳鋼製主要弁の経年劣化状態を靱性とクリープ特性の両面から評価した。また、その評価結果

平成16年11月1日受付 平成17年1月7日受理 (Received on Nov 1, 2004; Accepted on Jan. 7, 2005)

* 日鋼検査サービス(株) (Nikko Inspection Service. Co., Ltd., 4-1 Chatsu-machi Muroran 051-8505)

*² 室蘭工業大学工学部学生 (現: (株) 日本製鋼所室蘭製作所) (Undergraduate student, now The Japan Steel Works, Ltd., Muroran Plant)

*³ 室蘭工業大学工学部 (Muroran Institute of Technology)

*⁴ 室蘭工業大学工学部 (故人) (Muroran Institute of Technology)

について検証するため、標準的な破壊試験法から得られた結果との比較を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は、火力発電所にて実際に供用されたCrMoV 鋼製主要弁ケーシング材およびその同等鋼種未使用材の計2種類を用いた。以下これらを経年材および未使用材と称する。両供試材の化学成分をTable 1に示す。経年材は、温度839K、圧力17MPaの稼働条件で設計されたものである。供用期間は約10万時間であり、起動停止回数は約2000回である。未使用材は、1308Kで10hの焼ならし処理後、993Kで12hの焼戻し処理が施されたものである。経年材における試験片採取位置の模式図をFig. 1に示す。経年材の試験片は、弁ケーシングの内面側コーナー部より採取した。

2.2 SP試験片

SP試験片は、両面鏡面研磨仕上げを施し10mm×10mm×0.50mm形状に調整したものを用いた。一般的に、鋼材内部には製造時に起因する微小欠陥を含むことが多い。試験片に欠陥が含まれる場合、微小試験片では試験片全体積に占める欠陥体積の割合が相対的に大きくなるため、試験結果に影響を及ぼすことが危惧される。そこで、鏡面研磨後の試験片表面に対し、非破壊検査手法である浸透探傷試験を実施して表面欠陥の有無を確認した。欠陥の存在を示すきず指示模様が検出された試験片については、指示模様のおおきさおよび形状に関わらず試験対象より除外した。

2.3 靱性評価試験

靱性評価のためのSP試験は、インストロン万能試験機を用いた。SP試験用治具の模式図をFig. 2に示す。試験片は、上部および下部治具の間にはさみ、0.5N・mの一定トルクで締め付けられた4本のねじによって固定した。荷重はφ2.4mmの鋼球を介して試験片中央に負荷し、変形速度は0.2mm/min、試験温度は、77~373Kとした。クロスヘッドの移動量を荷重線上の試験片変形変位と見なし、荷重はロードセルにより測定した。変形中の荷重-変位曲線において、最大荷重までの曲線下面積よりSP破壊エネルギーを求め、延性脆性遷移温度(Ductile Brittle Transition Temperature: DBTT)の評価を行った。試験後の試験片破断面は、走査型電子顕微鏡(SEM)によって観察した。また、SP破壊エネルギーより評価されたDBTTの妥当性を検証するため、同一経年材より採取されたJIS標準サイズの2mmVノッチシャルピー衝撃試験片(10mm×10mm×55mm)を用いて衝撃試験を行い、DBTTを調べた。

2.4 クリープ特性評価試験

クリープ特性評価のためのSPクリープ(SP-C)試験は、

Table 1. Chemical compositions of the steels tested (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
Aged	0.13	0.44	0.86	0.014	0.015	1.32	1.20	0.22
Virgin	0.12	0.46	0.74	0.006	0.012	1.33	0.94	0.19

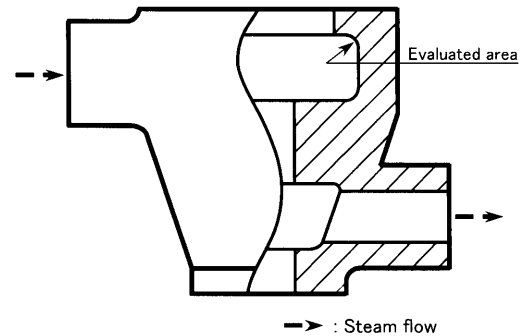


Fig. 1. Schematic illustration of main valve's appearance and the evaluated portion. Specimens were taken from "evaluated area" shown in this figure.

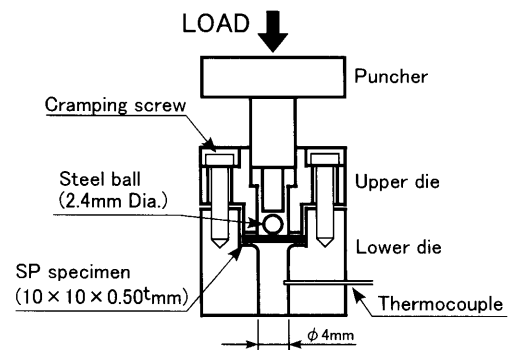


Fig. 2. Schematic illustration of specimen holder for SP test.

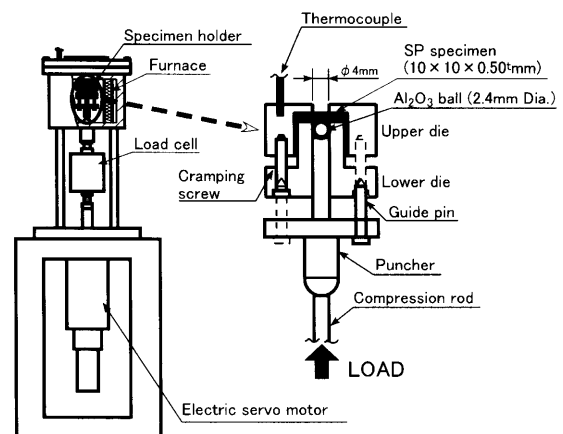


Fig. 3. Schematic illustration of test device and specimen holder for the SP creep test.

著者らによって開発された高温SP-C試験装置を用いて行われた。本装置は、荷重制御機構として重錘ではなくサーボモーターを採用しており、装置設置面積が非常に小さく、また細かな荷重制御が可能である。装置模式図をFig. 3に

示す。上部および下部治具の間に固定された試験片に対し、 $\phi 2.4$ mmの Al_2O_3 球を介して荷重を負荷した。試験温度は848および873K、試験荷重を274~549 Nとした。荷重はロードセルにより、また荷重線上の試験片変形変位は圧縮ロッドの移動量から計測した。試験片の高温酸化を防ぐため、試験はArガス雰囲気中にて行った。一方、SP-C試験より評価されたクリープ特性の妥当性を検証するため、経年材より採取されたJIS標準サイズ（平行部 $\phi 6$ mm）試験片を用いて、単軸クリープ試験を行った。

3. 結果および考察

3.1 供試材のミクロ組織観察

経年材と未使用材の光学顕微鏡によるミクロ組織観察結果をFig. 4に示す。両供試材ともにフェライトとベイナイトの混合組織であるが、経年材では未使用材に比べ、粒内におけるラス状組織の消失が認められた。また、走査型電子顕微鏡による観察の結果、経年材では、粒界において粗大炭化物の析出、クリープポイドおよび微視き裂の存在が確認された。両供試材の結晶粒度は共に平均粒径で20~40 μm 程度であった。ビッカース硬さ測定の結果、経年材ではHV160、一方で未使用材はHV200の値を示した。この経年材における硬さの低下は、析出炭化物の凝集・粗大化に伴う強度の低下、および転位密度減少などのマトリックスの回復によるものと推察される⁷⁾。

3.2 SP試験による延性脆性遷移温度の評価

3.2.1 SP DBTTの評価

経年材および未使用材の77K、103K、123Kの3温度におけるSP試験から得られた荷重-変位曲線の比較結果をFig. 5に示す。両供試材ともに試験温度の低下に伴い、荷重および変位の値が小さくなっている。また経年材の最大荷重および破断伸びの値は、各温度ともに未使用材に比べ小さい。ここで、最大荷重までの変位曲線下の面積をSP破壊エネルギー(E_{sp})と定義し、それを試験温度に対しプロットした延性脆性遷移曲線を作成した。その結果をFig. 6で示す。経年材および未使用材のSP破壊エネルギーは、それぞれ123Kおよび153Kにて最大値を示している。その最大値温度より高温側の上部棚曲線域では、SP破壊エネルギーは、緩やかに低下しているのに対し、低温側の遷移曲線域では急激に低下している。また、未使用材に比べ経年材の遷移域が高温側へシフトするとともに上部棚エネルギーが減少していることがわかる。

遷移域曲線と上部棚曲線との交点のSP破壊エネルギー値に対し、その半分のエネルギー値を示す温度をSP試験から得られる延性脆性遷移温度(SP DBTT)と定義⁸⁾して算出を行った。この結果、未使用材と経年材のSP DBTTの値は、それぞれ98Kおよび129Kと見積られた。経年材のSP DBTTは未使用材のそれに比べ高温側にシフトしてお

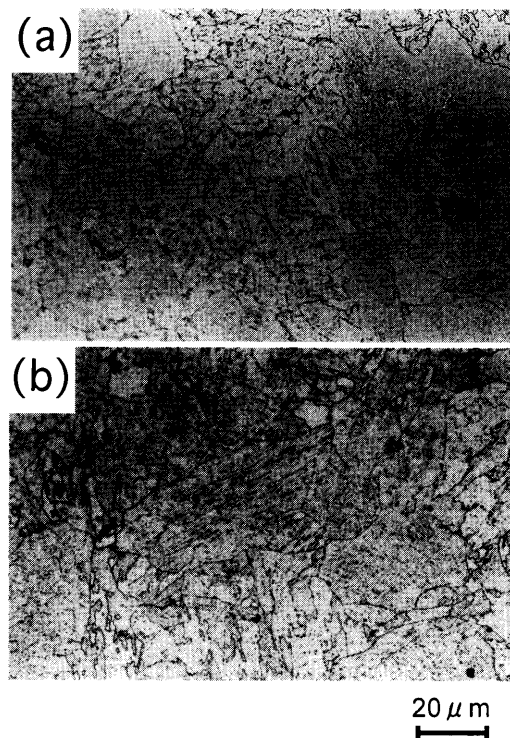


Fig. 4. Microstructure observation of (a) aged and (b) virgin sample by optical microscopy.

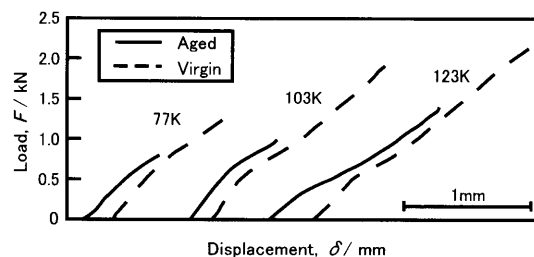


Fig. 5. Load versus displacement curves obtained from SP tests of the aged and the virgin steels.

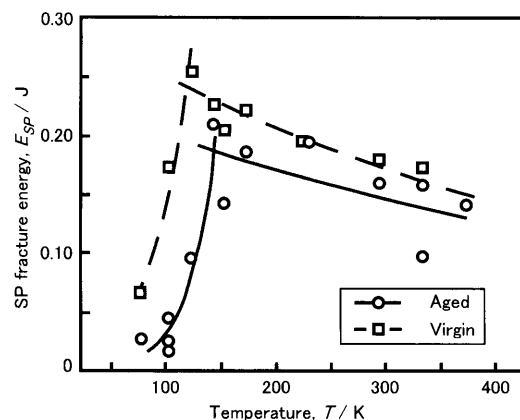


Fig. 6. Changes in SP fracture energy of virgin and aged steels plotted as a function of testing temperature.

り、長期間供用により脆化したことがわかる。なお、経年材の破断面では粒界破面が観察されなかったことから、この脆化は不純物元素の粒界偏析等による焼戻し脆化に起因したものではなく、主に粒界に析出した炭化物の粗大化に

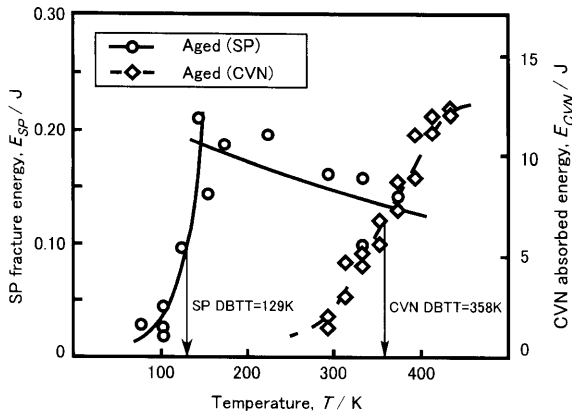


Fig. 7. Comparison of ductile-brittle transition curves obtained from SP and CVN tests of aged steel.

Table 2. Comparison of DBTTs evaluated from SP test and Charpy impact test.

	SP DBTT (K)	CVN DBTT (K)	
		Calculated value by using SP DBTT	Measured value by Charpy impact test
Aged	129	369	358
Virgin	98	280	-

よって引き起こされた炭化物誘起脆化であると推察される^{9,10)}。

3・2・2 SP試験によるCVN DBTTの推定

Fig. 7は、経年材のシャルピー衝撃試験で得られた吸収エネルギーを同じく経年材のSP破壊エネルギーと共に試験温度に対してプロットしたものである。両エネルギーとも明瞭な遷移挙動を示しているが、SP破壊エネルギーの遷移域はシャルピー吸収エネルギーのそれに比べ、かなり低温側に位置しており、その立ち上がり方も急である。シャルピー衝撃試験から得られた延性脆性遷移温度(CVN DBTT)は、358Kであった。これまでの研究により、SP DBTTとCVN DBTTとの間には、鋼種および劣化の程度を問わずして一定の相関関係が得られており、次式の直線的関係が成立するといわれている¹¹⁾。

$$SP \text{ DBTT } [K] = \alpha \times CVN \text{ DBTT } [K] \quad (\alpha = 0.35) \cdots \cdots (1)$$

ここで、 α は係数である。式(1)に前節で求められたSP DBTTの値を代入して算出したCVN DBTT_{calculated}と、衝撃試験から実測されたCVN DBTT_{measured}を比較した。その結果をTable 2に示す。経年材におけるCVN DBTT_{calculated}は369Kであるのに対し、CVN DBTT_{measured}は358Kであり、その差は11Kであった。一般に試験片形状が小さくなるに伴い、試験片材質の違いに起因して生ずるDBTTの差は小さくなり¹²⁾、またデータのばらつきが生じやすくなることを考慮すると、この両者は良い一致傾向を示していると考えられる。このことから、主要弁ケーシングの炭化物誘起

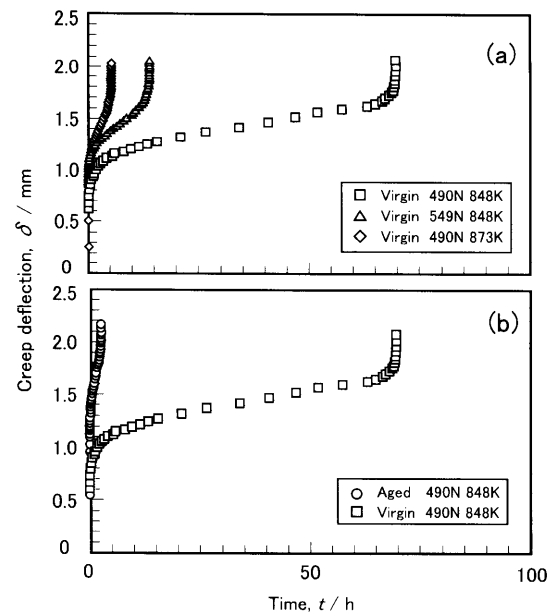


Fig. 8. Typical SP creep curves. (a) Effects of test conditions on SP creep curves of the virgin steels. (b) Comparison of SP creep curves between the aged and virgin steels.

脆化に起因したDBTTの変化を一般的な衝撃試験と同等にSP試験から評価可能であると思われる。

3・3 SP-C試験によるクリープ特性評価

3・3・1 SP-C特性の評価

経年材および未使用材のSP-C試験より得られたクリープ曲線の比較結果をFig. 8に示す。Fig. 8(a)は、未使用材のクリープ曲線に及ぼす試験条件の影響を比較しており、Fig. 8(b)は、同一試験条件における経年材と未使用材の結果から、クリープ曲線に及ぼす長期供用の影響について比較している。Fig. 8(a)では、試験条件によってクリープ曲線が大きく異なり、試験温度および試験荷重が大きくなるに伴って破断時間が短くなっている。Fig. 8(b)では、未使用材に比べ経年材の破断時間が大幅に減少していることがわかる。

Fig. 8から明らかなように、各々のSP-C曲線は、単軸クリープ試験から得られるクリープ曲線と同等の形態を呈している。荷重負荷直後において瞬間的に大きく変形を生じた後、一時的にクリープ速度は低下するが、再び加速を生じ、最終的に破断に至っていることがわかる。9%Crフェライト鋼やオーステナイトステンレス鋼を用いたSP-C試験においても同様であることが報告されていることから^{5,13)}、SP-C試験と単軸クリープ試験におけるクリープ曲線の類似性は、鋼種に依らないものと考えられる。

Fig. 9は、変形(クリープ)速度を時間に対しプロットした結果である。Fig. 8と同様に、Fig. 9(a)では、クリープ速度曲線に及ぼす試験条件の影響を、またFig. 9(b)では、長期供用の影響を示している。Fig. 9(a)の各曲線では、試験条件の違いによる初期(遷移域)のクリープ速度の変化

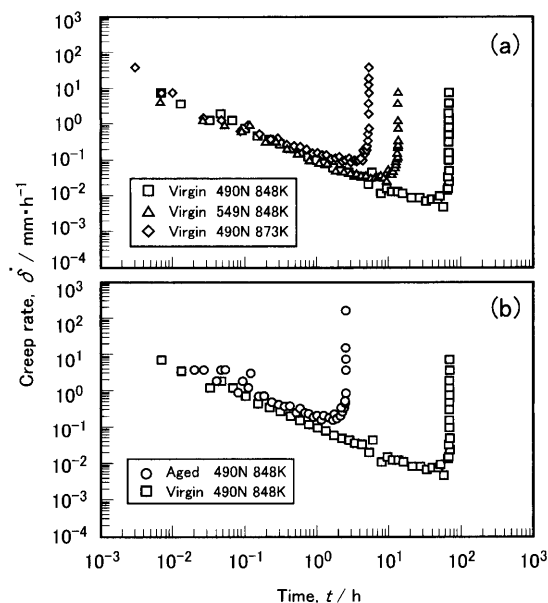


Fig. 9. Typical SP creep rate curves. (a) Effects of test conditions on SP creep curves of the virgin steels. (b) Comparison of SP creep curves between the aged and virgin steels.

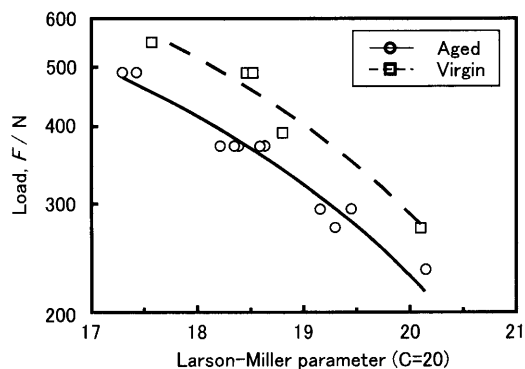


Fig. 10. Results of SP creep test in the aged and virgin steels.

はほとんど認められないが、試験荷重および試験温度が増大するにつれて最小クリープ速度が大きくなり、破断が短時間側にシフトしている。Fig. 9(b)では、経年材の最小クリープ速度が、未使用材のそれに比べ大きな値を示していることがわかる。

SP-C破断データを Larson-Miller パラメータで整理した結果を Fig.10 に示す。なお、Larson-Miller パラメータは次式に基づき算出した。

$$P = T(\log t + C) \quad (2)$$

ここで、 P ：Larson-Miller パラメータ、 T ：試験温度 (K)、 t ：破断時間 (h)、 C ：定数 ($C=20$) とした。同図から経年材は未使用材に比べてクリープ破断強度が低下していることがわかる。経年材におけるこのクリープ破断強度の低下は、硬さ測定やマイクロ組織観察の結果から、マトリックス

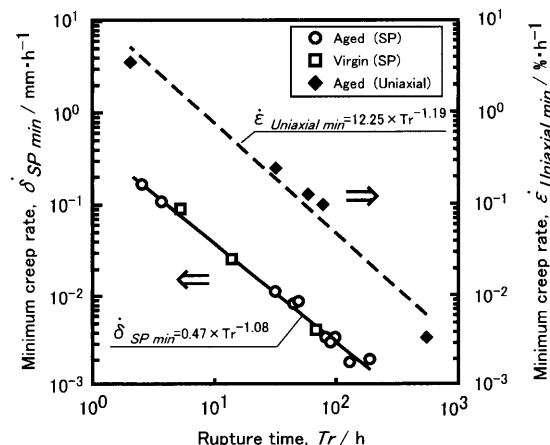


Fig. 11. Relationship between minimum creep rate and rupture time.

の回復に伴う母材の軟化、またボイドおよび微視き裂などのクリープ損傷に起因したものと推察される。

3.3.2 SP-C 試験と単軸クリープ試験との相関

SP-C および単軸クリープ試験における最小クリープ速度を、破断時間に対してプロットした結果を Fig.11 に示す。同図では、SP-C および単軸クリープ共に最小クリープ速度と破断時間の間には逆比例の直線関係、すなわち Monkman-Grant 則の成立が認められる。また、SP-C 試験における経年材と未使用材のプロット点は、同一直線上に位置していることから、単軸クリープ試験と同様に、この直線関係から SP-C 寿命を見積ることが可能であると考えられる。

ところで、単軸クリープ試験はクリープ強度を応力で評価するのに対し、SP-C 試験は荷重で評価している。そのため、SP-C 試験結果を単軸クリープ試験のそれに対応づけるためには、SP-C における荷重と単軸クリープでの応力との相関関係を明らかにする必要がある。ここでは、経年材における SP-C および単軸クリープの Larson-Miller パラメータ曲線を比較し、それらが一致するような荷重と応力との関係を求めた。その結果、次式の関係が得られた。

$$F/\sigma = \beta \quad (\beta = 2.4) \quad (3)$$

ここで、 F ：SP-C 試験荷重 (N)、 σ ：単軸クリープ試験応力 (MPa)、 β ：係数である。この SP-C 荷重と単軸クリープ応力との関係については、それを明らかにすべく幾つかの研究が行われているが、薄板の塑性変形理論より式 (4) が成立することが報告¹⁴⁾されている。

$$F_0/\sigma = K[\pi \cdot H_0 \cdot d \cdot (D/d - \chi)] \quad (4)$$

ここで、 F_0 ：SP-C 荷重、 σ ：単軸クリープ応力、 K ：ブロック係数、 χ ：摩擦係数、 H_0 ：試験片厚さ、 d ：パンチャー (球) の径、 D ：試験片ホルダーの下部穴の径である。この式 (4) に本研究で用いられた値を代入したところ、

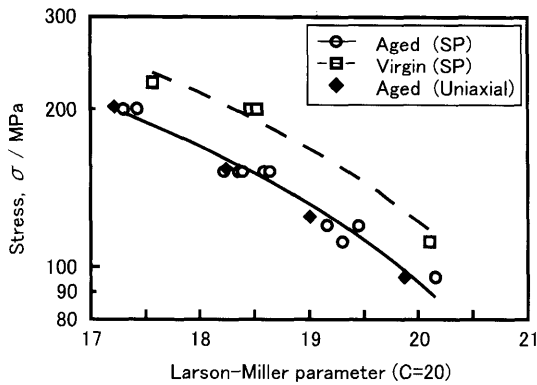


Fig. 12. Relationship between Larson-Miller parameter and stress. SP creep load was converted to stress based on the following formula; σ (Stress/MPa) = $2.4 \times F$ (SP-C Load/N).

$F_0/\sigma=2\sim3$ の値が得られた。一方、Zhai¹⁵⁾らは有限要素法による応力解析の結果として、 $F_0/\sigma=1.9$ となることを報告している。これらの報告値は、式(3)で示した $\beta=2.4$ の値と同程度なものであり、この値の妥当性を示すものであると考えられる。

Fig.12に縦軸を応力、横軸を Larson-Miller パラメータにとり経年材と未使用材の SP-C 試験結果および経年材における単軸クリープ試験結果を比較して示す。なお、なお SP-C 荷重は式(3)に基づいて応力に換算した。SP-C 荷重を応力に換算することにより単軸クリープ試験結果と直接比較することが可能であり、Fig. 10の SP-C 試験同士での比較の場合と同様、経年材のクリープ破断強度低下が確認できる。このことから、主要弁ケーシング材の経年劣化にともなうクリープ強度の低下を SP-C 試験によって評価することができ、また単軸クリープデータとの相互比較も可能であると考えられる。

3・4 SP 試験片による経年劣化評価

前述のとおり、SP 試験片を用いることにより、経年劣化状態を靱性およびクリープ特性の両面より評価することができ、式(1)および式(3)の相関式を用いることで、標準試験片による評価結果と比較できることが示された。このことは、従来、大型試験片を用いた標準的破壊試験法によって蓄積されてきた、材料劣化・損傷のマスターデータとの対比も可能であることを意味し、SP 試験片による評価手法の汎用性を高めることにつながると考える。

いずれにせよ、SP および SP-C 試験結果と標準的破壊試験法のそれとの相関性が、この評価手法の汎用性・実用性を向上させる重要なポイントである。そのため、現在は主に経験則的に求められているこの関係を、解析的手法も適用しながら理論的に解明していくとともに、この関係式の適用可能範囲(鋼種・材料劣化状態・試験環境による違い等)を明確にする必要があろう。

一方、本試験法を実機材料の評価手法として展開させていくためには、SP 試験片の採取方法も重要な課題となる

う。微小試験片の長所を生かすためにも、微小体積の供試材を採取する装置・方法の確立が求められる。最近では、機械的切削¹⁶⁾および放電加工等を利用し、実機材料からの試験片採取が試行されており、その進展・実用化が期待される。

SP 試験片による試験法は、実機材の評価以外に、ガスタービン翼や小径配管材など、標準試験片が採取できない薄肉部材の材料試験方法としても有望である。現状では改善すべき課題点も少なくはないが、将来的には、実機余寿命評価への適用を含め、汎用性を備えた実用的評価手法として展開されることが期待される。

4. 結言

約10万時間供用された CrMoV 鋳鋼製主要弁に対し、SP 試験片を用いて、靱性とクリープ特性の両者を調査すると共に、標準的破壊試験法から得られた試験結果との比較検証を行った結果、以下の知見が得られた。

(1) SP 試験より算出された主要弁ケーシング材の CVN DBTT は 369K であった。未使用材の 280K に比べ値が高温側へシフトしている。長期供用による炭化物誘起脆化が生じていると推察される。

(2) シャルピー衝撃試験による DBTT 実測値 358K と SP 試験から見積られた算出 DBTT 値 369K との間には、良い近似傾向が認められた。

(3) SP-C 試験結果より、主要弁ケーシングのクリープ破断強度は未使用材に比べ低下しており、長期供用におけるクリープ強度の低下が認められた。

(4) SP-C と単軸クリープ結果から得られた Larson-Miller パラメータ曲線の比較から、次式の関係が認められた。

$$F(\text{SP-C Load [N]})/\sigma(\text{Uniaxial Stress [MPa]}) = 2.4$$

この相関関係を用いて、SP-C より単軸クリープ試験結果を推定することが可能である。

(5) SP 試験片を用いた試験法によって、経年材の劣化状態を靱性とクリープ特性の両面から評価できた。SP 試験法は、実機余寿命評価における有効な評価手法として実用展開されることが期待される。

本研究の一部は、科学研究費補助金若手研究(A)(研究代表者 駒崎慎一、課題番号 15686005)によって実施されたものである。

文 献

- 1) 火力原子力発電協会編：発電設備の予防保全と余寿命診断I. 概論I. 発電設備の予防保全, *Therm. Nucl. Power*, **51** (2000), 492.
- 2) T.Misawa, S.Nagata, N.Aoki, J.Ishizuka and Y.Hamaguchi: *J. Nucl. Mater.*, **169** (1989), 225.

- 3) T. Misawa: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **31** (1992), 1008.
- 4) Y.H.Joo, K.Shimomura, T.Hashida and H.Takahashi: *Tetsu-to-Hagane*, **78** (1992), 485.
- 5) S.Komazaki, T.Hashida, T.Shoji and K.Suzuki: *J. Test. Eval.*, **28** (2000), 249.
- 6) J.D.Parker and J.D.James: Developments in a Progressing Technology, PVP-Vol. 279, ASME, (1994), 167.
- 7) Y.Iwabuchi, N.Chiba and T.Hatano: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **35** (1986), 280.
- 8) 高橋秀明, 庄子哲雄, 毛星原, 濱口由和, 三沢俊平, 斉藤雅弘, 奥達雄, 古平恒夫, 深谷清, 西宏, 鈴木雅秀: 小型パンチ (SP) 標準試験方法 (案), *JAERI-memo*, **62** (1987).
- 9) N.S.Chervu: *Metall. Trans. A*, **20A** (1989), 87.
- 10) 庄子哲雄: 火力・原子力および化学プラント機器・構造部材の経年劣化と寿命予測, リアライズ社, 東京, (1994), 97.
- 11) T.Matsushita, Maribel L, Saucedo, M.Yotsutsuji, T.Shoji and H.Takahashi: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A*, **55A** (1989), 1619.
- 12) I.Yamamoto, F.Maeda, T.Kobayashi and M.Morita: *J. Soc. Mat. Sci., Jpn*, **41** (1992), 1234.
- 13) M.L.Saucedo-Munoz, S.Komazaki, T.Takahashi, T.Hashida and T.Shoji: *J. Mater. Res.*, **17** (2002), 1945.
- 14) S.Tettamanti, R.Crudeli: Proc. of Int. Symp. on Case Histories on Integrity and Failures in Industry, EMAS, West Midlands, England, (1999), 895.
- 15) P.C.Zhai, T.Hashida, S.Komazaki and Q.J.Zhang: *J. Test. Eval.*, **32** (2004), 298.
- 16) J.R.Foulds and R.Viswanathan: *J. Nondestr. Eval.*, **15** (1996), 151.