

転がりすべり接触下での白色組織形成過程における 残留 γ 界面近傍での組織変化

原田 久*・三上 剛*・山本 厚之*²・椿野 晴繁*²

Microstructural Change near Retained Austenite Interface during the Formation Process of
White Etching Area under Rolling-slip Contact

Hisashi HARADA, Tsuyoshi MIKAMI, Atsushi YAMAMOTO and Harushige TSUBAKINO

Synopsis : The microstructural change near interface between retained austenite and martensite during the formation process of White Etching Area (WEA) under rolling contact is investigated to characterize formation mechanism of WEA using the disk on roller type rolling contact fatigue equipment. These examinations were carried out under rolling/slip contact. When the slip ratio between a roller and a disk is 14%, acicular structure and WEA have been formed below the contact area. The sample has been investigated using Optical Microscope (OM), Scanning Ion Microscope (SIM), Transmission Electron Microscope (TEM) and X-ray diffraction equipment.

It is found that acicular structures have been formed before an appearance of WEA. It is considered that acicular structures are formed by shear deformation of martensites. These are at angles of 30° or 160° with rolling contact surface. These angles have been suggested a direction of shear stress that acts on material under this experimental condition. In this microstructural change process, volume fraction of retained austenite has been decreased after the formation of acicular structures. The microstructural change of retained austenite occurs under different contact stress 4.2 GPa and 3.3 GPa, though hardness of both specimens is not change. Volume fraction of retained austenite under WEA formation process decreases with rolling contact time.

In this microstructural change process, many voids have been formed near the interface between retained austenite and martensite. This is suggested that the interface acts as voids formation points in the formation process of WEA under rolling/slip contact.

Key words: WEA; retained austenite; rolling contact fatigue; slip; scanning ion electron microscope; transmission electron microscope.

1. 緒言

近年、転がり軸受の使用環境は、高温、高面圧、高速回転、振動環境下など、過酷になっている。そのため、従来から長寿命領域で認められていたホワイトバンドやバタフライと呼ばれる白色組織とは異なり、短寿命領域で認められるWEA (White Etching Area)と呼ばれる白色組織が注目されている。

WEA形成メカニズムとしては、応力を主要因とする説¹⁻⁴⁾と水素脆化起因の組織変化であるとする説^{5,6)}がある。これらの説は、WEAの発生要因およびその微細構造についての詳細な解析に基づいている。

WEAの組織については、数nm~数十nmの超微細結晶粒から成っている¹⁻⁴⁾、超微細粒の格子定数は α -Feの格子定数に近接している^{1,4)}、WEAとマトリクスの界面が明瞭である¹⁻⁴⁾、WEA内部の一部にアモルファスが形成されており、そこから亀裂が発生する³⁾ことなど報告されている。また、WEA形成の前駆段階において、針状の組織変化が生じることも明らかになっている^{5,7)}。

しかしながら、WEA形成における微細組織の変化につ

いては、ほとんど判明していない。

著者らは⁷⁾、これまでに軸受を用いたラジアル型転がり疲労試験機を用い、回転速度を急加減速する条件下でのWEA再現実験を行い、WEA形成過程における組織変化の詳細調査を行った結果、WEA形成の前駆段階に母相中の局所領域に針状の組織が生じることを明らかにした。さらに、このような組織変化が生じる要因として、残留 γ 相、球状化炭化物や結晶方位などの材料組織因子の影響があるものと推定した。これらのうち、一般的な転がり疲労に及ぼす残留 γ 相の影響に関する研究結果⁸⁻¹²⁾が報告されているが、疲労によって形成されるWEA組織と残留 γ 相との関連について検討されたものは少ない。

そこで本研究では、WEA形成に影響を及ぼす材料組織因子のうち、軸受鋼中の残留 γ 相に着目し、転がりすべり接触下でのWEA形成過程における組織変化挙動の詳細調査を行った結果を報告する。

平成17年1月11日受付 平成17年3月31日受理 (Received on Jan. 11, 2005; Accepted on Mar. 31, 2005)

* 光洋精工 (株) 総合技術研究所 (R&D Center, Koyo Seiko Co., Ltd., 24-1 Kokubu Higanjyo-cho Kashiwara Osaka 582-8588)

* 2 兵庫県立大学工学部 (Graduate School of Engineering, University of Hyogo)

2. 実験方法および供試材

2.1 供試材および試験片形状

本研究に用いた供試材の化学成分を Table 1 に示す。また、熱処理条件と熱処理後の特性を Table 2 に示す。焼入れ・焼戻し後の表面硬さの平均値は 735 HV であり、残留 γ 量の平均値は 12% であった。

2.2 WEA 再現実験方法

著者らは⁷⁾、ラジアル型転がり疲労試験機を用いて深溝玉軸受の WEA 再現実験を行った結果から、WEA 形成には転動体と軌道輪の間に作用するすべりによる接線力が影響しているものと推定している。また、室賀ら³⁾は、円筒状試験片を用いたラジアル型転動疲労試験の結果から、接触部のすべりの影響が大きいと推定している。しかしながら、軸受を用いた試験や円筒状試験片を用いたラジアル型転動疲労試験では、接触部に生じるすべりを制御することは困難である。

そこで、本研究では、前述の試験方法に対して、接触部のすべりを容易に制御できるディスクオンローラ型転がり疲労試験機を製作し、ローラとディスクの接触部に強制的にすべりを発生させた条件下での WEA 再現実験を行った。試験機の概略を Fig. 1 に示し、試験片の形状を Fig. 2 に示す。当該試験機は、一枚のディスクを 2 枚のローラで挟み込む構造になっており、二つのローラはギヤを介して駆動され、ギヤ比によってローラとディスクの接触部のすべり率を設定できる。ここで、ローラとディスクの接触部におけるすべり率は、接触部のローラ表面の周速に対するロー

ラとディスクの周速差の割合として表す。

予備実験として Table 3 に示した条件下で WEA 再現実験を行った結果、試験時間 72.1 h (接触面圧 4.2 GPa, 応力繰返し数 $N=1.1 \times 10^7$ 回) ではく離が発生した。このときの試験片のはく離部断面を光学顕微鏡によって観察した結果を Fig. 3 に示す。観察部位は、はく離発生位置であり、ローラ回転方向に平行で、かつ転走面に垂直な断面である。はく離底には、WEA と亀裂が認められる。また、同一試験片の転走面における未はく離部の断面を同様の方法で観察した結果、WEA は転走表面からの深さが 0.2~0.5 mm の領域に認められた。

本研究では、WEA 形成過程における残留 γ 相近傍における組織的な変化を調査することを目的としている。そこ

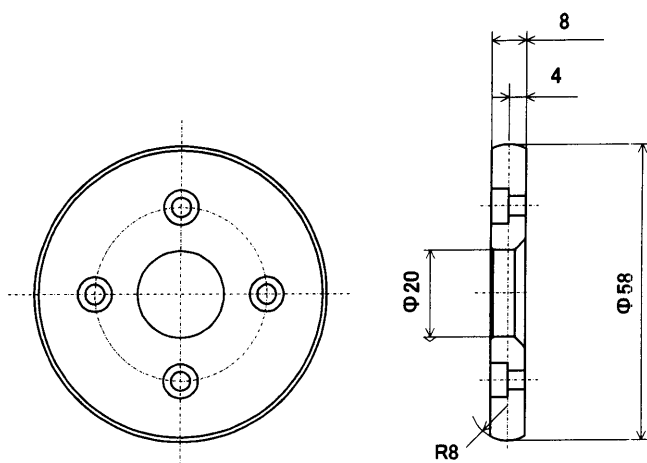


Fig. 2. Specimen shape.

Table 1. Chemical composition of steel. (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0.98	0.97	0.45	0.011	0.002	0.02	0.03	1.98	0.42

Table 2. Heat treatment of steel and resulting hardness and retained austenite.

	Quenching Temperature	Tempering Temperature	Surface Hardness	Volume of Retained Austenite
Steel	860°C	260°C	735Hv	11%

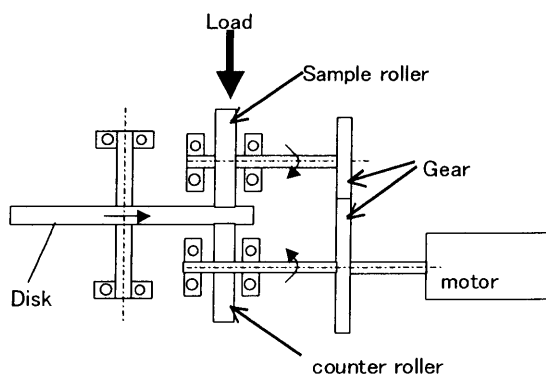


Fig. 1. Schematic diagram of disk on roller type rolling fatigue test machine.

Table 3. Experimental condition of disk on roller type rolling-slip fatigue test machine.

Load	5.8kN, 3.2kN
Contact stress	4.2GPa, 3.3GPa
rotating speed of motor	50 s ⁻¹
slip ratio	14%, 0%
lubricant	traction oil
Temperature of atmosphere	100°C

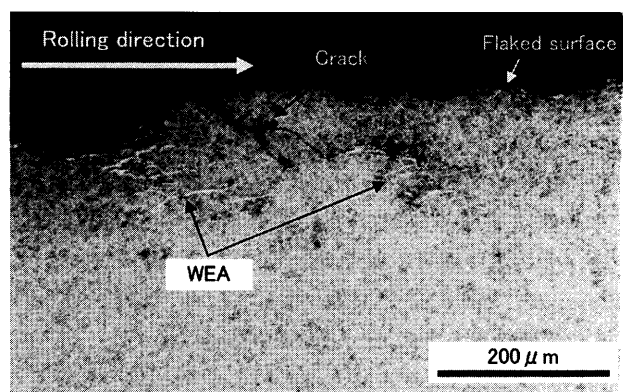


Fig. 3. Result of optical microscope observation of specimen which flaked at stress cycles $N=1.1 \times 10^7$. The white arrow shows Flaked surface. Black arrows show crack and WEA.

で、前述の結果に基づき、はく離発生まで実験を行ったローラとはく離発生時間に対して90%、50%、25%、10%に相当する時間で打ち切ったローラを作製し、詳細な組織観察と分析を行った。

3. 観察方法および分析方法

WEA再現実験後の試験片について、光学顕微鏡、走査イオン顕微鏡SIM（日本電子製集束イオンビーム装置JFIB-2300に付属）、透過電子顕微鏡TEM（日本電子製JEM-2010およびJEM-200CX、観察時の加速電圧200kV）による組織観察を行った。また再現実験における応力繰返し数の増加に伴う残留 γ 量の変化をX線回折により測定した。使用したX線回折装置は、リガク製微小応力測定装置であり、回折条件をTable 4に示す。先に示したようにWEAは表面からの深さが0.2~0.5 mmの領域に形成されるため、残留 γ 量の測定位置を、表面からの深さが0.25 mmの位置の近傍とした。測定には $\Phi 0.15$ mmのコリメータを使用した。

4. 観察結果および分析結果

4.1 光学顕微鏡観察結果

各試験片の転走表面に垂直、かつ転走方向に垂直な断面について、光学顕微鏡観察を行った結果をFig. 4とFig. 5に示す。Fig. 4は接触面圧4.2 GPaの試験片の観察結果である。それぞれの応力繰返し数は、(A)未使用試験片、(B) 7.8×10^5 回、(C) 2.1×10^6 回、(D) 4.7×10^6 回、(E) 1.0×10^7 回、(F)はく離発生試験片（ 1.1×10^7 回）である。Fig. 5は接触面圧3.3 GPaの試験片の観察結果であり、応力繰返し数 2.0×10^7 回と 1.1×10^8 回の試験片の観察結果である。なお、Fig. 4とFig. 5は5%ナイトールによりエッチングした結果を示している。

接触面圧4.2 GPaの場合のFig. 4(A), (B), (C)では組織変化は認められないが、(D), (E)では、破線で囲んだ部分に周囲より黒く腐食された領域が認められる。応力繰返し数 1.1×10^7 回ではく離が発生した試験片である(F)では、この黒色組織の中に矢印で示したようなWEAが認められる。接触面圧3.3 GPaの場合は、組織変化が生じる応力繰返し数が増加するが、組織変化の様相は4.2 GPaの場合とほぼ同様であった。

応力繰返し数が増加したときに認められる黒色組織の観察結果の一例をFig. 6に示す。観察を行った試験片は接触荷重4.2 GPa、応力繰返し数 1.0×10^7 回のものである。黒く腐食された領域には図のような長さ数 μm の針状の組織が認められる。この観察結果から、Fig. 4およびFig. 5に示した黒色組織は、WEA形成の前駆段階に認められる針状組織(acicular structure)⁷⁾に近いものであると考えられる。

Table 4. X-ray diffraction condition of volume fraction of retained austenite.

X-rays	Cr K α_1
Voltage	30kV
current	30mA
collimator	$\Phi 0.15\text{mm}$
crystal plane	α' phase : (200)
detector	γ phase : (220)
	scintillation counter

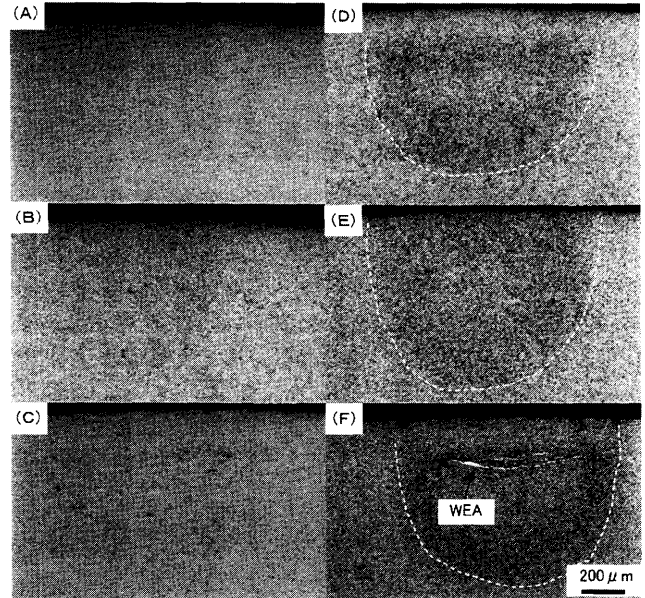


Fig. 4. Optical microscope observations of cross-section of specimens. Contact stress is 4.2 GPa. (A) New specimen, (B) stress cycles $N=7.8 \times 10^5$, (C) $N=2.1 \times 10^6$, (D) $N=4.7 \times 10^6$, (E) $N=1.0 \times 10^7$, (F) $N=1.1 \times 10^7$ (failed specimen). Dotted line shows black structure. WEA is formed in black structure in (F).

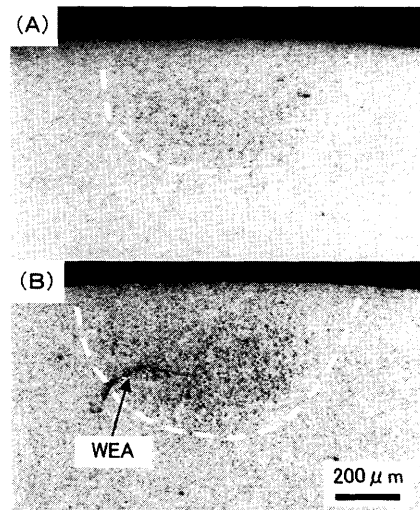


Fig. 5. Optical microscope observations of cross-section of specimens. Contact stress is 3.3 GPa. (A) Stress cycles $N=2.0 \times 10^7$, (B) $N=1.1 \times 10^8$.

4.2 WEA再現実験における残留 γ 量の変化

各試験片についてX線回折により残留 γ 量を測定した結果をFig. 7示す。同図(A)は転走表面における測定結果を

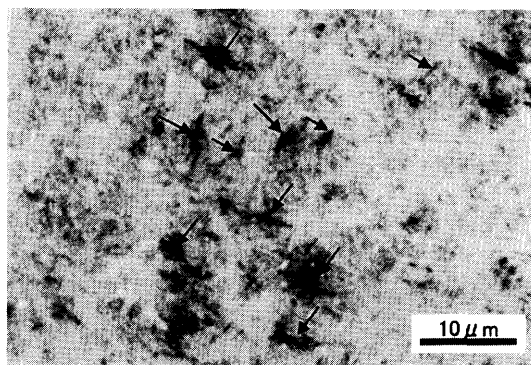


Fig. 6. Optical microscope image of black structure. The black arrows show acicular structures.

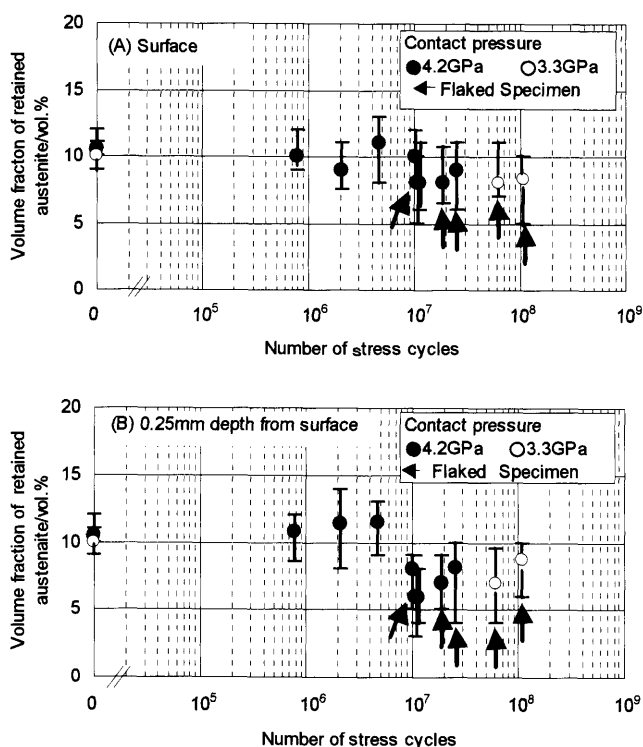


Fig. 7. Volume fraction change of retained austenite versus number of stress cycles.

示しており、(B)は転走表面からの深さ0.25 mm付近の測定結果を示している。●は接触面圧4.2 GPaの試験片のデータであり、○は3.3 GPaの試験片のデータである。接触面圧4.2 GPaの場合、試験前に対して、応力繰返し数 $N=4.8 \times 10^7$ 回以上になると表面および深さ0.25 mm位置ともに、残留 γ 量が減少しはじめることがわかった。同様に接触面圧3.3 GPaの場合にもWEA形成時に残留 γ 量が減少していることがわかった。表面と内部の残留 γ 減少量を比較すると、接触面圧の大きさにかかわらず、表面の減少量は2~3%であり、深さ0.25 mm位置の減少量最大5%程度であった。また、接触面圧が大きくなると、残留 γ 量が減少しはじめる応力繰返し数が小さくなり、かつ、はく離発生時点での残留 γ 量の低下が大きくなる傾向であった。Fig. 7に示した残留 γ 量の変化は、ローラとディスクの接

触部のすべり率が14%の場合の試験結果であるが、比較のために接触面圧4.2 GPa、すべり率0%で実験を行った試料についても同様の測定を行った。その結果、すべり率14%の場合にWEAが認められた応力繰返し数 1.2×10^7 回のときの残留 γ 量は9.5~12%であり、使用前の値に対して変化が認められなかった。

これらの結果より、①接触部のすべり率が大きいときにWEAが形成されることがわかった。また、WEAが形成される過程において残留 γ 量の急激な減少が生じることがわかった。このことから、残留 γ の組織変化が何らかの形でWEA形成に関連しているものと考えられる。

なお、Fig. 4に示した光学顕微鏡観察結果を考慮すると、本実験条件下でのWEA形成過程における組織変化は、①針状組織形成、②残留 γ 量減少（残留 γ 相の組織的な変化）、③WEA形成の過程で進むものと考えられる。

4.3 SIM観察結果

残留 γ 量が減少しはじめる前段階に針状組織が形成されることから、黒色針状組織の周辺の詳細観察を行うことにより、残留 γ 界面近傍での組織的な変化を捉えることができるものとする。そこで、接触面圧4.2 GPaで試験を行った試験片のうち残留 γ 相が減少しはじめる応力繰返し数 1.0×10^7 回についてSIMによる組織観察を実施した。応力繰返し数 1.0×10^7 回の試験片の観察結果をFig. 8に示す。Fig. 6において認められた針状組織の部分を拡大観察した結果、Fig. 8(A)中の黒矢印で示すような周囲のマルテンサイトと比べて大きな窪みが認められる。そこで、Fig. 8(A)中の破線部について断面の組織観察を行った。なお、破線部の断面は集束イオンビーム装置(FIB)を用いて、ガリウムイオンスパッタリングにより作製した⁷⁾。Fig. 8(B)が観察結果である。同図中に白矢印で示した位置が、Fig. 8(A)中の黒矢印で示した部位に相当する。Fig. 8(B)において、窪みの直下では、破線で囲んだ領域の組織が粒状に変化しており、周囲のマルテンサイト組織とは異なっているようである。また、組織が異なって見える領域は、周囲のマルテンサイトと比べて細長く観察される。このことから、光学顕微鏡観察で確認された針状組織は、マルテンサイトをせん断して形成されているものと考えられる。

4.4 TEM観察結果

Fig. 8に示した針状組織について、更に詳細な組織観察を行うために、それぞれの観察部位からFIBによってTEM観察用試料を作製した。TEM観察結果をFig. 9に示す。同図中のA部およびB部はFig. 8(B)中に白矢印で示した部位に相当する。その直下には、Fig. 9中に矢印で示したようなボイドが多数認められる。また、ボイドはマルテンサイトの界面に沿って形成されているようである。ボイドが形成されている領域は複数のマルテンサイトを含む大きさであることから、これらの領域に塑性変形が生じたものと推定される。

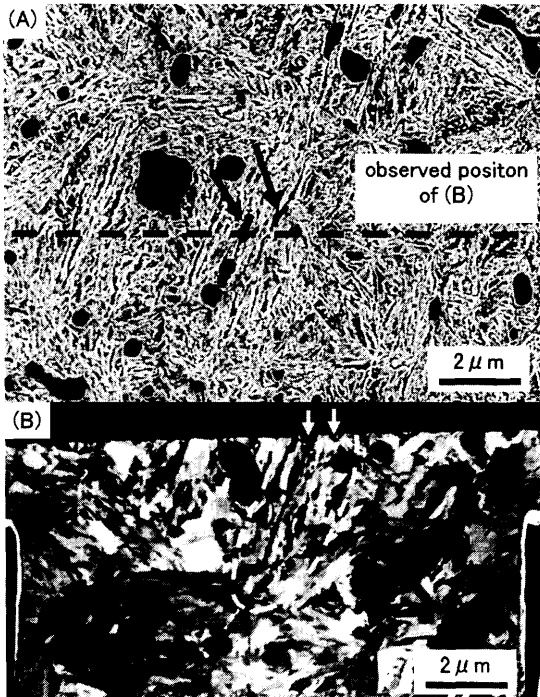


Fig. 8. SIM images of sample with stress cycles $N=1.0 \times 10^7$. (A) shows the same surface of OM observation. Black arrows show acicular structures. (B) shows the cross section at the dotted line in (A). The dotted line shows microstructural change area in (B).

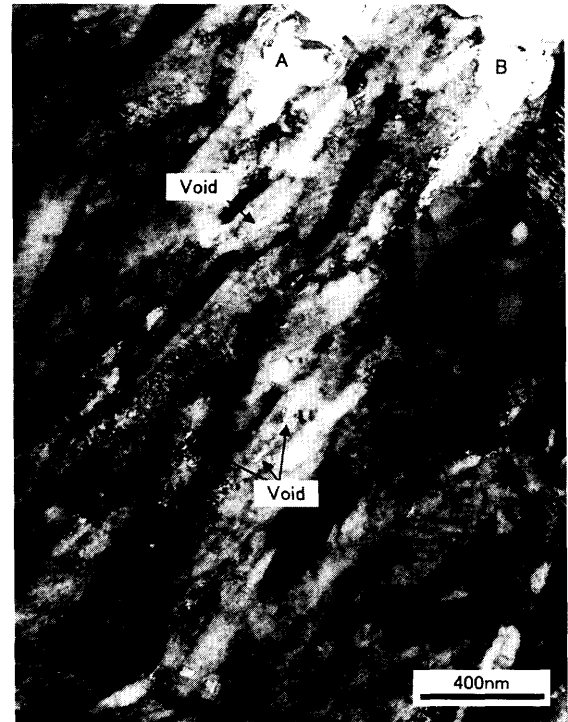


Fig. 9. Result of TEM observation of acicular structure. Points of (A) and (B) are needle like hollows which observed by SIM. Black arrows show voids. Many voids are formed at martensite lath interface.

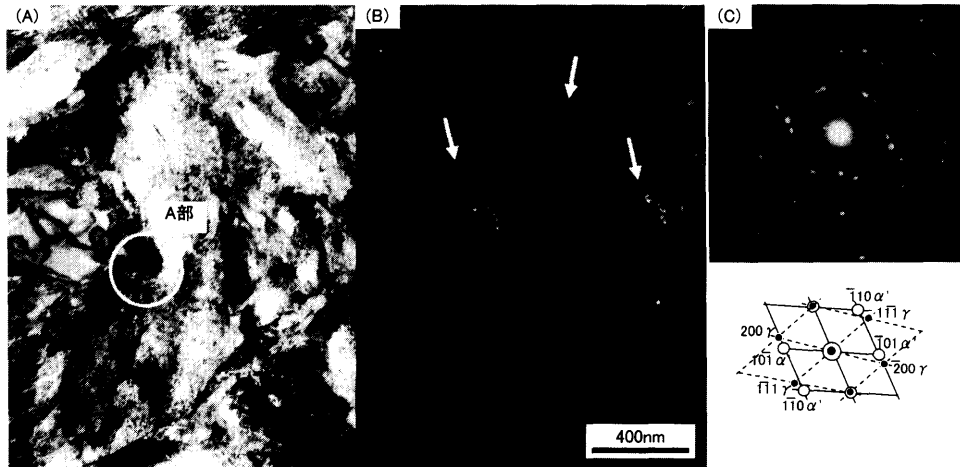


Fig. 10. Results of TEM observation of new specimen. (A) shows bright field image. (B) shows dark field image of retained austenite. (C) shows SADP. White arrows show retained austenite.

次に針状組織内のマルテンサイトの界面近傍に認められたボイドの形成位置の詳細観察を行った。

まず、未使用試験片のTEM観察結果をFig.10に示す。同図(A)は明視野像を、(B)は暗視野像を示している。(C)は(A)中の円で囲んだ領域の制限視野回折図形(SADP)である。(C)に示した残留 γ 相の(200)スポットによる暗視野像が(B)である。(B)中の矢印は残留 γ を示しており、マルテンサイトラスの間にブロック状の残留 γ 相が存在していることがわかる。このことから、針状組織周辺に認められたボイドの形成に残留 γ 相が関係しているものと推定され

る。そこで、Fig. 9に示した針状組織について、残留 γ 相とボイドが形成されている位置に着目した観察を行った。観察結果の一例をFig.11に示す。同図(A)は明視野像であり、(A)中の四角で囲んだ部分から得たSADPが(C)である。(C)の残留 γ 相の(200)スポットによる暗視野像が(B)である。(A)と(B)の対比から判明した(A)中の残留 γ 相を矢印で示す。同図から、残留 γ 相とマルテンサイトの界面近傍に多数のボイドが形成していることがわかる。

以上の観察結果より、マルテンサイトのせん断変形が生じた結果、マルテンサイトの界面にブロック上に存在する

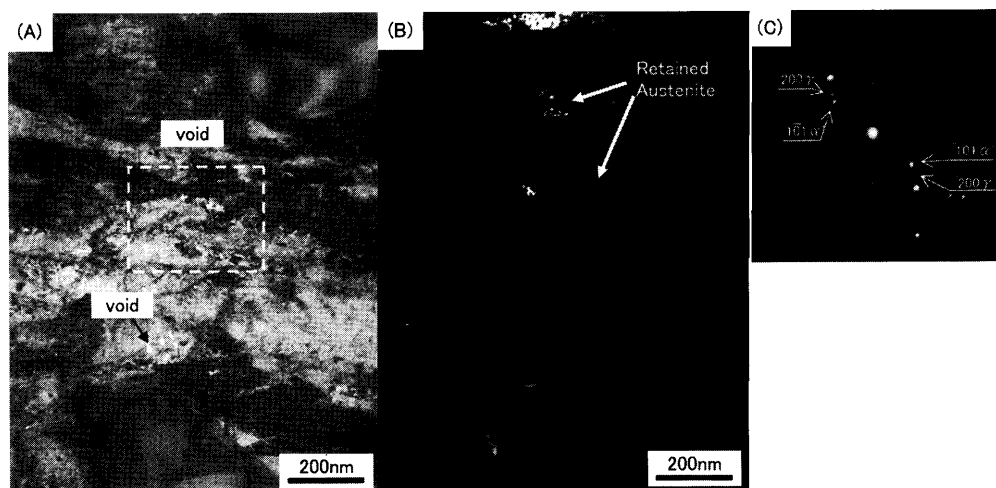


Fig. 11. TEM images of retained austenite in new specimen. (A) shows bright field image. (B) is dark field image of retained austenite. (C) shows SADP. Many voids are observed at interface of martensite and retained austenite.

残留 γ の変態と残留 γ /マルテンサイト界面近傍でのボイド形成が生じるものと考えられる。

5. 考察

WEA形成過程における残留 γ 相の組織的な変化と残留 γ 相/マルテンサイト界面近傍における組織的な変化について詳細観察した結果、ローラとディスクの接触部におけるすべり率が大きいほど、残留 γ の減少量が大きく、また残留 γ 相/マルテンサイト界面近傍におけるボイドの形成が顕著であることがわかった。

長嶋ら¹³⁾は、S35C材を用いて、転がり接触時に接触部にすべりが生じる場合の材料組織の変化について詳細な観察を行っている。その結果では、転がり接触時の転がり方向とすべりの方向によって特徴的な塑性流動が認められることから、すべりによって生じるせん断応力の影響が大きいと考えられている。特にすべり率11.9%で、転がり方向とすべり方向が一致している場合には、Fig.12の模式図に示すような形態の塑性流動が認められている。

本実験の場合、WEAが形成されるローラとディスクの接触部におけるすべりは、転がり方向と同じ方向であり、すべり率は14%である。本実験において認められたWEAのうち典型的なものをFig.13に示す。同図からわかるように、WEAの形態は長嶋らが報告している塑性流動の形態とよく似ている。同図には、長嶋ら¹³⁾の実験のような大きな塑性流動が認められないが、ミクロレベルの塑性変形領域である針状組織が認められるため、転走表面と針状組織とがなす角度を調べることで、塑性変形の原因となるせん断応力の方向が推定できるものとする。そこで、Fig.13においてWEA形成されている深さ0.1~0.3mmであることから、深さ0.2mm位置付近について転走表面に対する針状組織の長軸方向の角度を測定した。なお、角度は

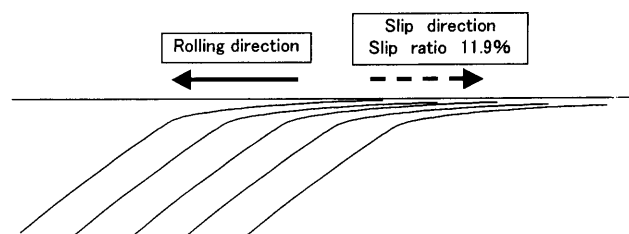


Fig. 12. Schematic diagram of plastic flow in rolling-slip contact at experiment results by Nagashima¹³⁾.

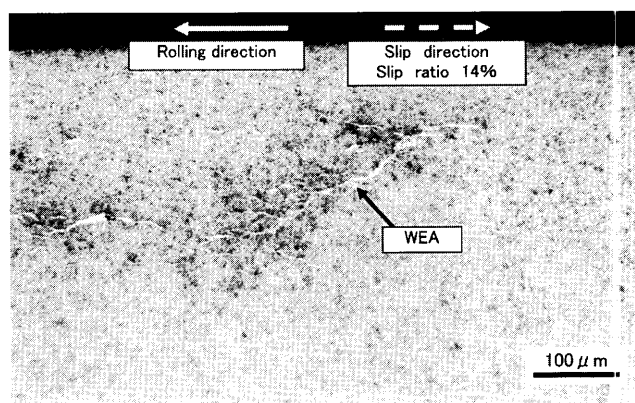


Fig. 13. Optical microstructure of WEA under this experimental condition. The contact stress is 4.2 GPa. The slip ratio is 14%. Stress cycles are 1.1×10^7 .

ローラ回転方向を0°とし右回りを正として測定した。Fig.14に測定結果を示す。同図より、転走表面に針状組織は大きく二つの方向に分かれることがわかった。最も頻度が高い角度は30°と160°であり、これらの方向のせん断応力が作用しているものと考えられる。

早川ら¹⁴⁾は原子間力顕微鏡を用いてマルテンサイト組織の降伏点近傍における不均一塑性変形を解析した結果から、旧 γ 粒界近傍の大きなブロックにおいて局所すべり変形が生じることを報告している。実験に用いた鋼はJIS-

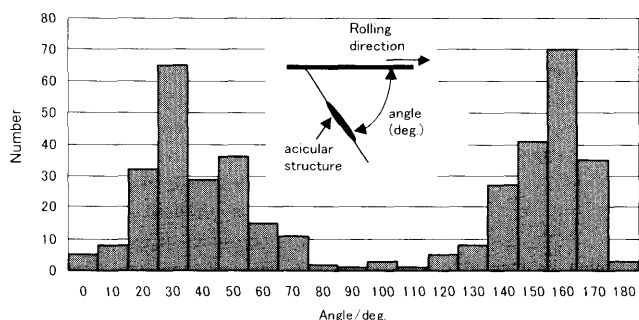


Fig. 14. Measurement result of angle between acicular structures and rolling contact surface.

SCM440であり、673Kで5.4ksの焼戻しを行っているため残留 γ 量は0%に近いものと考えられる。それに対して、本実験で用いた鋼はマルテンサイト、球状化炭化物、残留 γ の三相混合組織であり、旧 γ 粒界だけでなく、残留 γ 相／マルテンサイト界面や球状化炭化物／マルテンサイト界面などの機械的性質の異なる結晶の界面が存在する。これらの異相界面は、せん断変形によって導入された転位の集積ポイントになると考えられる。WEA形成の前段階に認められる針状組織はせん断変形によって導入された転位が再配列することによって形成されること⁷⁾から、これらの異相界面近傍にボイドが形成されやすくなるものと考えられる。

これらのボイドに関する観察結果は、WEA形成過程における塑性変形の結果であると考えられる。鉄鋼材料の結晶粒微細化に関する研究として、梅本¹⁵⁾は、数十nmの超微細粒組織が形成されるための条件として真歪み(ϵ) 7以上の塑性歪みを付与する必要があると述べている。さらに、真歪み7以上の塑性変形が生じるときに、母相のマルテンサイト組織からアモルファス相を経て、超微細粒組織が形成されることも梅本は示唆している。

本研究で明らかになったWEA形成過程における組織変化およびWEA内部におけるアモルファス相の形成⁴⁾を考慮すると、転がりすべり接触下でのWEA形成メカニズムは以下のように推定される。

- (1) 転がりすべり接触による接触面下0.1~0.3 mm領域における、せん断応力の増大
- (2) その内の局所域における塑性変形
- (3) 塑性変形による異相界面での転位の集積と再配列およびそれに起因するボイド形成、もしくは塑性変形領域のアモルファス化
- (4) 上記の過程を経てWEA(超微細粒)形成

なお、本報では、残留 γ ／マルテンサイト界面に着目した詳細観察を行ったが、球状化炭化物／マルテンサイト界面については、継続して研究を行う予定である。

6. 結言

ディスクオンローラ型転がり疲労試験機を用いて、転がりすべり条件下でのWEA再現実験を行い、WEA形成過程における残留 γ 相の組織変化を詳細調査した結果、下記のことになった。

(1) 接触面圧4.2 GPa, 3.3 GPa, すべり率14%の条件下では、面圧の大きさにかかわらず、①針状組織形成、②残留 γ 相の分解、③WEAの形成の順に組織変化が生じることがわかった。

(2) 針状組織は、マルテンサイトのせん断変形によって生じるものと考えられる。その結果として残留 γ 量の減少が生じたものと考えられる。

(3) SIM, TEMによる詳細観察の結果、針状組織に相当する部分の残留 γ 相とマルテンサイトの界面近傍に多数のボイドが形成されることがわかった。マルテンサイトのせん断変形によって導入された転位が残留 γ ／マルテンサイト界面近傍に集積し、それらが再配列されることによってボイドが形成されるものと推定される。

文 献

- 1) M. Shibata, M. Gotoh, N. Oguma and T. Mikami: Proc. of the International Tribology Conference, JAST, Tokyo, (1995), 1351.
- 2) Y. Murakami, H. Takemura and M. Naka: *NSK Tech. J.*, **655** (1993), 1.
- 3) A. Muroga and H. Saka: *Tetsu-to-Hagane*, **84** (1998), 351.
- 4) A. Muroga and H. Saka: *Scr. Metall. Mater.*, **33** (1995), 151.
- 5) K. Tamada and H. Tanaka: *Wear*, **199** (1996), 245.
- 6) T. Endo, D. Dong, Y. Imai and Y. Yamamoto: *J. Jpn. Soc. Tribol.*, **49** (2004), 801.
- 7) H. Harada, N. Oguma, A. Yamamoto and H. Tsubakino: *Tetsu-to-Hagane*, **89** (2003), 789.
- 8) M. Kuroda: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **25** (1960), 1258.
- 9) E. Yajima, T. Miyazaki, T. Sugiyama and H. Terajima: *J. Jpn. Inst. Met.*, **36** (1972), 711.
- 10) S. Shiko, K. Okamoto and S. Watanabe: *Tetsu-to-Hagane*, **54** (1968), 1354.
- 11) H. Swahn, P. C. Becker and O. Vingsbo: *Metall. Trans. A*, **7A** (1976), 1099.
- 12) R. Österlund and O. Vingsbo: *Metall. Trans. A*, **11A** (1980), 701.
- 13) S. Nagashima, N. Tanaka, T. Ohtsubo and K. Akimoto: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **32** (1983), 1314.
- 14) M. Hayakawa, S. Matsuoka and Y. Furuya: *J. Jpn. Inst. Met.*, **67** (2003), 354.
- 15) M. Umamoto: *Sanyo Tech. Rep.*, **11** (2004), 13.