

## アコースティック エミッション (AE) 法による腐食損傷評価

湯 山 茂 徳\*

\*PAC/ダネガン・ジャパン株式会社

### Applications of Acoustic Emission to Problems Caused by Corrosion

Shigenori Yuyama\*

\*PAC/Dunegan Japan Corporation

This review describes the utility of acoustic emission (AE) for the detection and monitoring of corrosion, stress corrosion cracking (SCC) and corrosion fatigue (CF). It surveys laboratory studies and field applications, which have been made to date. Various microprocesses that can produce detectable AE are shown and their relative energy levels, emanated as AE, are discussed in terms of peak amplitudes measured on laboratory specimens by conventional piezoelectric sensor. Practical manners to apply AE as a nondestructive test in engineering structures are presented. All the available information clearly demonstrates the potential usefulness of AE technique.

#### 1. はじめに

固体内で生ずる割れ、変形などの局所的微視変化を探る手段として有力な AE 法<sup>1),2)</sup>は、工業技術の一つとしてすでに十数年の発展をとげ、更にその応用範囲が広がろうとしている。適用対象となる材料も、古くから用いられている金属材料や岩石のほか、新材料として発展の著しい、FRP や FRM などの複合材料、セラミックス、プラスチックなど多岐にわたる。

AE 法が持つ優れた特徴はそれが材料内部で生ずる、たとえば微視割れ過程を外部から実時間で動的に検出できることにあり、それゆえこの手法は、SCC (応力腐食割れ) や CF (腐食疲労) などのモニタリング、及びこれらに起因する破壊の研究を行うのにあたり、強力な武器になると考えられる<sup>3)</sup>。これまでにこうした問題に AE 法を適用した報告として、実験室において APC (活性経路割れ) や HE (水素脆性) などの割れ機構を解明する手段<sup>4)</sup>として、あるいは割れ進展のモニター法<sup>5),6)</sup>として、また化学プラントや製紙プラントなど実機<sup>7),8)</sup>では、定期検査時もしくは稼動中に SCC き裂を発見し、更にその成長性を監視する手段として用いられるな

ど、いくつかあげられる。

本稿では、まず AE 法について概略的に説明し、腐食、SCC 及び CF 過程で発生する AE の特性についてまとめた後、実機における AE 法適用の現状について述べ、その問題点、限界を明らかにするとともに将来について展望する。

#### 2. AE 法とは

AE とは物が応力下で破壊する時発生する 50 kHz~2 MHz 程度の周波数帯域をもつ弾性波のことをいう。物が壊れる時発する可聴域の音を聞いて危険を予知することは、我々が古くから行っている重要な日常動作の一つである。環境雑音及び電気雑音の影響を取除くため、前述の超音波領域に注目し、固体内で生ずる局所的、微視的破壊を検出する実験手法として、また重要な非破壊検査法の一つとして、AE 法は 1960 年代初頭より大きな発展をとげてきた。ここで、AE 法と他の代表的な非破壊検査法の一つである超音波探傷法 (UT 法) とを比較した場合、AE 法が応力下で固体内に生ずる破壊現象そのものを捕えるのに対し、UT 法は超音波を入射することにより、破壊源となる欠陥の存在を検出するという違いがある。すなわち AE 法が動的かつ受動的検査法であるのに対し、UT 法は静的かつ能動的検査法であり、両者は相補的な関係にある。

\* 〒150 東京都渋谷区神宮前 6-19-16 越一ビル 405 (PAC/Dunegan Japan Corporation: 405, Koshiichi Bldg., 6-19-16 Jingumae, Shibuya-ku, Tokyo, 150 Japan)

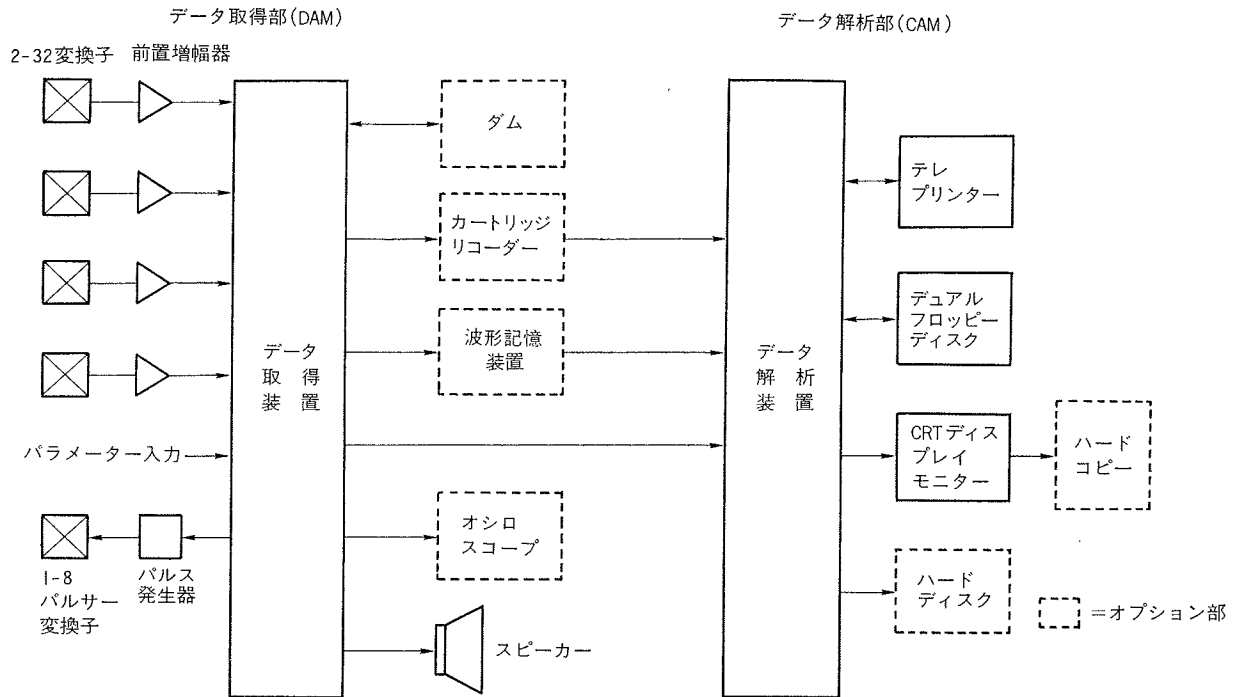


図1 大型 AE 計測装置のブロック図

さて AE を検出しそれを解析するには、AE センサーと AE 計測装置が必要である。一般的に AE センサーは弾性波を電気信号に変換するため圧電素子を用いており、感度を高める目的で適当な周波数域に共振をもたせるのが普通である。被試験体に圧着されたセンサーにより検出された AE 信号はプリアンプでいったん増幅された後、メインアンプあるいはログアンプを通して信号処理及び解析が行われる。信号処理パラメータとしては、しきい値を越えた振動の回数をすべて数えるリングダウンカウント数(計数率及び累積数)、AE 信号のひとつかたまりを一事象と数える事象数(事象率及び累積数)、発生した AE エネルギーの相対的な比較が可能な最大振幅値、更にこの振幅値に統計的処理を施すことによって得られ AE 発生機構を分類するためにしばしば用いられる振幅分布、またセンサー間の信号到着時間差を求めることで可能な AE 発生源の位置標定などがある。他方最近では、AE 発生機構そのものを探る目的で、波形<sup>9),10)</sup>あるいは周波数<sup>11)</sup>に注目した研究が多く行われるようになっている。たとえば「原波形解析」の手法<sup>10)</sup>を用いることにより、割れの面積や開口量など破壊の大きさ、更にそれが生ずる時の経時変化を記述する時間関数(原波形)を定量的に評価することができる。

現在汎用される AE 計測装置は、初期のものから数えて第 4~5 世代に属するものである。この装置では、以前には各モジュールごと個別に行われた多数の信号処理が、すべて一枚のボード上で可能になっている。複数のマイクロプロセッサを用い、AE 信号の取得、信号処

理、データ転送、及びデータ表示を統一的行うため、著しい高速化、安定化が計られている。チャンネル数の増設は、1~4 チャンネルごとに 1 枚のボードを装入するだけで済み、こうした小型化、軽量化により、たとえば 8~16 チャンネルを実装する卓上型装置が開発されている。データ解析には、装置内に内蔵する汎用ミニコンピュータが用いられ、付属する基本ソフトウェアにより、有効パラメータのオンライン及びオフライン解析が可能である。こうした装置は、材料試験など実験室での基礎研究から、中規模実機構造物の健全性評価試験にまでいたる広い適用範囲を持つ。一方、大型球形タンク、压力容器、橋梁などの大型構造物に対しては、最大 128 チャンネルまで実装可能な大型 AE 計測装置が市販されている。図 1 に一例として、こうした大型装置のブロック図を示す。

### 3. 腐食、SCC 及び CF 過程における AE

#### 3.1 AE 発生源

図 2 に、腐食、SCC 及び CF 過程で考えられる AE 発生要因を示す<sup>12)</sup>。主なものとして、i) き裂先端の塑性域内で生ずる変形、変態、介在物の割れ、ii) き裂進展に基づく劈開などの微視割れ、iii) 厚い酸化皮膜の破壊、iv) カソード反応による水素発生、などが示されている。このうち水素発生による AE は、固体の破壊で生ずる本来の AE とは区別し、二次的 AE と呼ばれる場合もあるが、次節に示すように、カソード反応として水素イオンの還元が支配的な系では、重要な役割を演ず

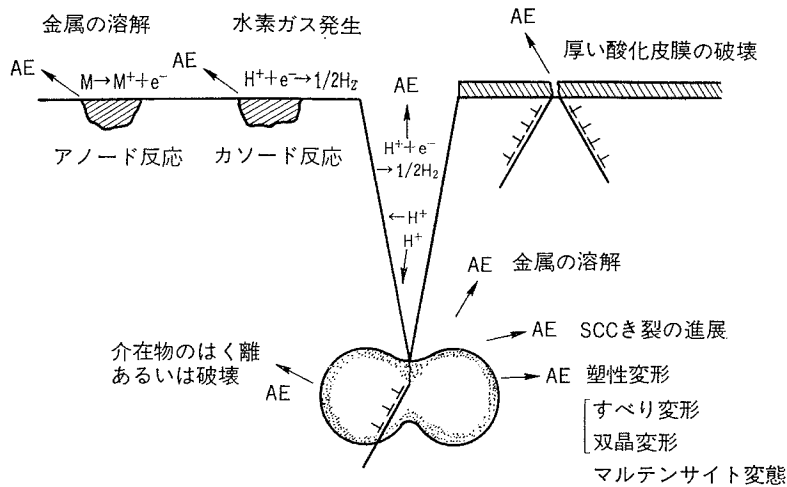


図2 腐食, SCC, CF における AE 発生源

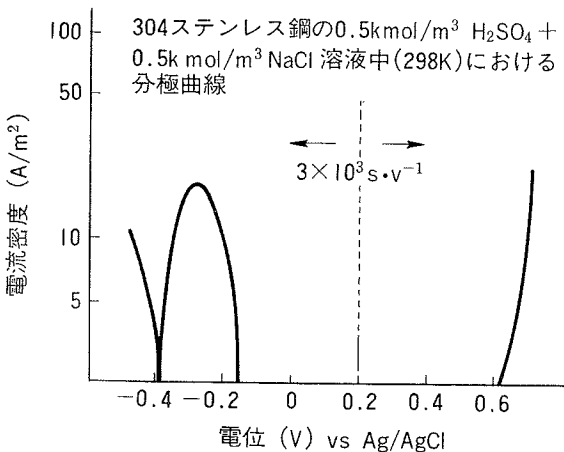
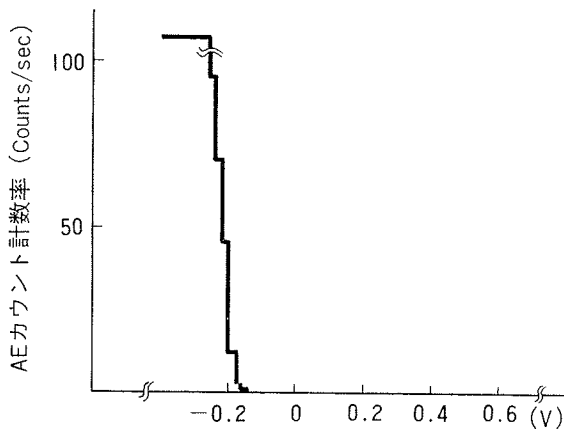


図3 分極曲線と AE 発生との関係

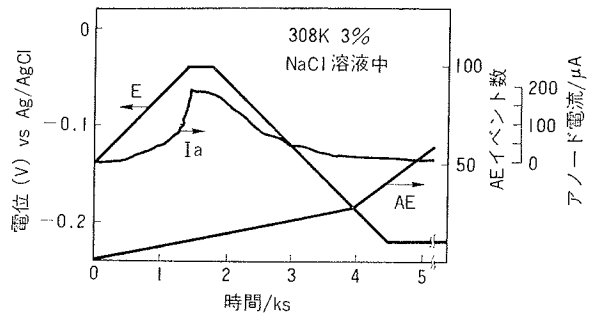


図4 すきま腐食と AE

る。

3.2 腐食の AE

図3に、0.5 kmol/m<sup>3</sup> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>+0.5 kmol/m<sup>3</sup> NaCl 演液中の304ステンレス鋼の分極曲線と、AE計数率との関係を示す<sup>12)</sup>。これよりAEは卑方向に分極し、不動態皮膜の還元型破壊が起こる活性域より卑な電位、すなわち試験片表面で還元反応により水素が発生する時のみ計測され、酸化型破壊のち孔食が発生する時には計測さ

れないことがわかる。したがって、不動態皮膜の破壊及び金属の溶解では、計測可能なAEは発生しないと考えられる。図4は、304ステンレス鋼の人工すきま付試験片において、3% NaCl溶液中での自然電位から電位掃引により往復分極を行った時の、AE事象数、試験片電位、アノード電流値を時間に対して示す。ここで、電位が約-0.18V (vs. Ag/AgCl) すなわち分極開始後約3.9ksでAE発生曲線の傾きが急速に立上がっている。その理由として、すきま内のpHは既に十分低く、また試験片の電位がかなり卑であるため、すきま内部では水素還元の平衡電位を超えて卑になり、カソード反応として水素還元反応がすきま内で起こり、その水素気泡発生によるAEをこの時刻あたりから計測し始めたものと推察される。一方アルミニウム線の食塩水中での腐食過程で発生するAEと水素量との関係を調べると、両者はよく比例していた(図5)<sup>13)</sup>。したがって、この場合も腐食過程における主なAE発生源が、カソード反応で生じた水素であることは明らかである。既に工学的に実用化された一例として、航空機用ハニカム構造アルミニウム板のAE法によるモニタリングがある。水素ガス発生に起因するAEを計測することにより腐食過程の初期段階からモニター可能であり、腐食部の位置を直接検出できる

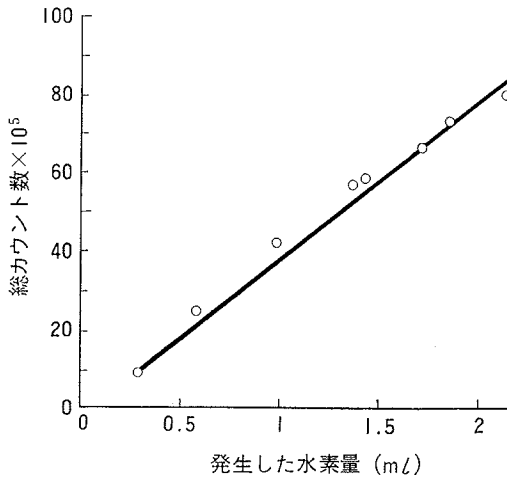


図5 アルミニウムの腐食において発生した水素量と AE カウント数との関係

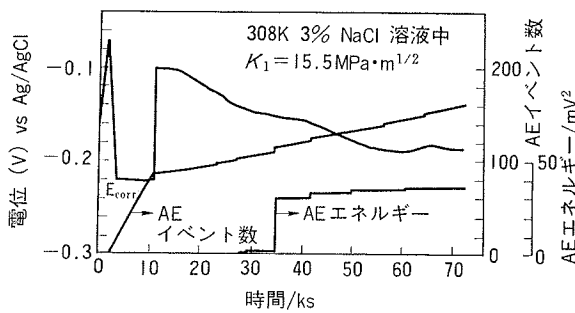


図6 SCC 発生と AE

ことが報告されている<sup>14)</sup>。

3.3 SCC の AE

図6に、304 ステンレス鋼の人工すきま付 DCB 型 SCC 試験片を用い、3% NaCl 溶液中で定荷重負荷後往復陽分極によりすきま腐食を起こし、アノード電流値がゼロとなる電位まで単方向に掃引ののち電位制御を停止した場合における、試験片の自然電位、AE 事象数、AE エネルギー（最大振幅値の2乗）の経時変化を示す<sup>12)</sup>。AE エネルギーは、実験開始後約 35 ks で急増している。これは、SCC き裂の発生で生じた大振幅 AE によるものとされた。したがって、このパラメータを用いることにより、SCC き裂の発生、成長過程を十分モニターできるものと考えられる。

高強度鋼<sup>5),15),16)</sup>、高強度チタン合金<sup>17)</sup>、高力アルミニウム合金<sup>18)</sup>などの SCC (広義に用い HE も含む) 過程における AE 発生については、多くの報告がある。これらの高強度材料では発生する AE エネルギーも大きく、また線形破壊力学の適用が有効なため、AE の発生と  $K$  (応力拡大係数) とを関連づけ、材料の破壊と AE を定量的に評価しようとする試みが多くなされている。図7に、高強度 Ti-6Al-4V 合金のメタノール+沃素溶液中の SCC 試験で得た、 $dN/dt$  (AE 計数率)- $K$  曲

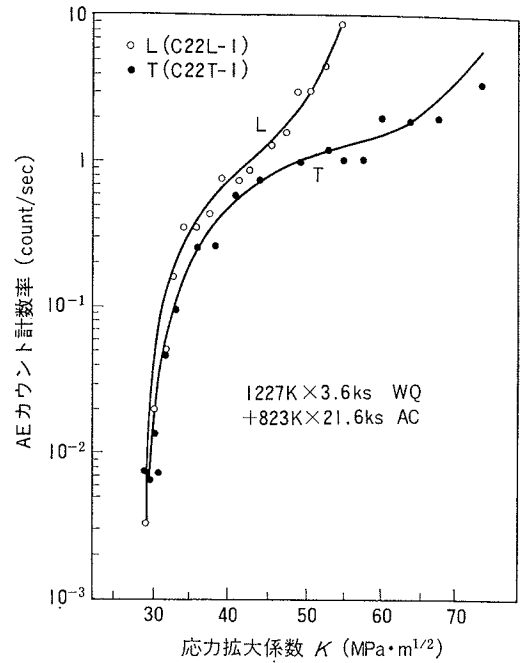


図7 高強度チタン合金の SCC における AE 発生

線を示す<sup>17)</sup>。SCC に特有な  $da/dt$ - $K$  曲線に見られる三つの領域が、この図にも明確に現れている。それゆえ、 $dN/dt$  は  $da/dt$  に直接関連づけられる量であり、これを計測することにより、SCC 進展過程をモニターできることが理解される。

3.4 CF の AE

疲労のように変動荷重下での AE 計測においては、発生する AE と荷重位相との関係が重要である<sup>19),20)</sup>。すなわち最大荷重点付近ではき裂進展そのものによる AE が、また最小荷重点付近ではき裂面同士たたき合いによる AE が、更にその他の荷重位相ではき裂面間のこすれによる AE など、荷重位相に応じて異なる発生機構による AE が観察される。

図8に、304 鋼の  $0.5 \text{ kmol/m}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4 + 0.5 \text{ kmol/m}^3 \text{ NaCl}$  溶液中の CF における、最大荷重点付近での AE 発生挙動を示す<sup>19)</sup>。空气中や不動態域に比べ、き裂進展に加速の起こる腐食環境中では、大きな AE 活動度が見られる。したがって、CF のモニタリング法として AE 法は十分有効と考えられる。なおこの時の AE 発生源は、環境 (水素発生や粒界腐食)、き裂先端塑性域内の高い応力場 (三軸応力)、及び熱処理や介在物など材料条件の協同作用下で生ずる、劈開割れ、粒界割れ、縦割れなどであることが示されている<sup>21)</sup>。

3.5 AE 発生要因とそのエネルギーレベル

図2に示したように、腐食、SCC 及び CF 過程では、種々の AE 発生要因が考えられる。これをもとに、AE 発生要因ごとにその相対的エネルギーレベルを振幅分布上で明らかにしたのが図9である<sup>12)</sup>。ここで実機試験の

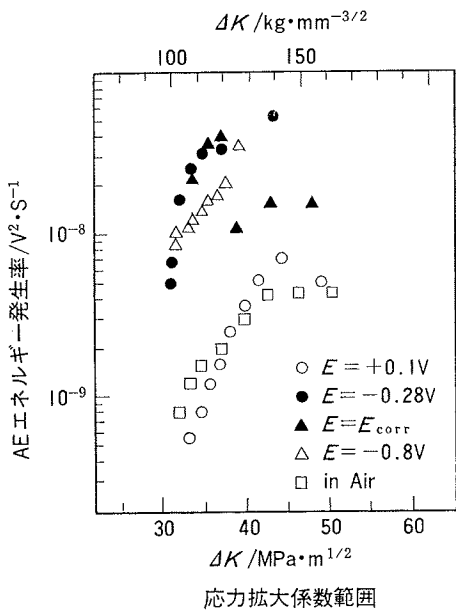
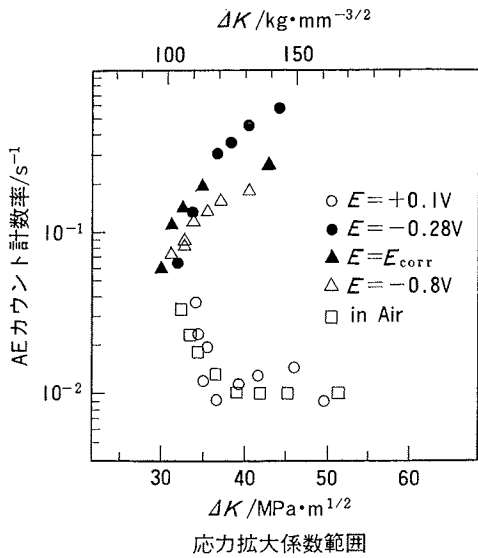


図8 304 ステンレス鋼のCFにおけるAE発生

結果によると、化学プラント等の定常運転時に生ずる環境雑音は、数百  $\mu\text{V} \sim 1 \text{ mV}$  程度と報告されている<sup>22)</sup>。したがって、不動態皮膜の破壊、金属の溶解、水素発生等によるAEはエネルギーが小さく、環境雑音を越えて計測することはほとんど不可能と考えられる。しかるに、SCCあるいはCFき裂の発生及び進展、介在物あるいは鋭敏化に起因する三軸応力場中での縦割れの発生、更にこれら微視割れの合体による巨視割れの発生、及び厚い酸化皮膜の破壊などは、AE発生源とセンサーとの距離に基づくAEエネルギーの減衰を考慮したとしても十分実機段階で環境雑音と識別可能であり、有効信号として破壊進展過程を連続的にモニターしうる可能性がある。

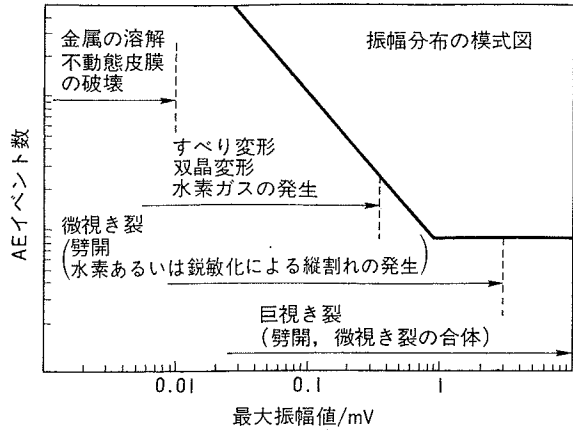


図9 AE発生源とそのエネルギーレベル

#### 4. 実機における適用

現在のところ、AE法で割れの大きさあるいは進展量などを定量的に評価することは、実験室における精密な研究を除いて、ほとんど不可能に近い。しかしながら、AE法の持つ二つの特徴：(i) 応力下で成長する欠陥を動的に検出することができ、またその発生パターンを参照することにより危険度を知ることができる、(ii) 位置標定機能により、欠陥のある場所をある程度限定できる、を用いて、多くの分野で実機に適用されている。以下に実例をいくつか紹介する。

##### 4.1 化学プラント

米国の化学会社であるモンサント社では、1975年以来FRP製容器約2,000、金属製容器約1,300に対して稼動中もしくは定期検査時に過負荷をかけ、その時のAEを計測してきた<sup>7)</sup>。図10はこうして行われたAE

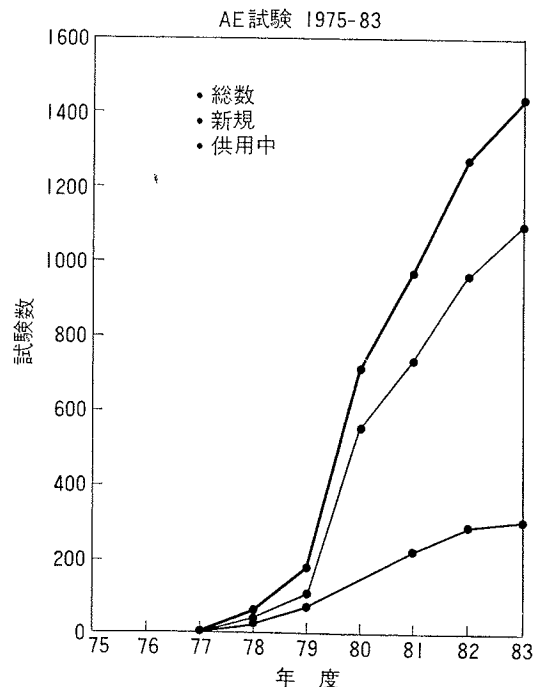


図10 モンサント社におけるAE試験数の推移

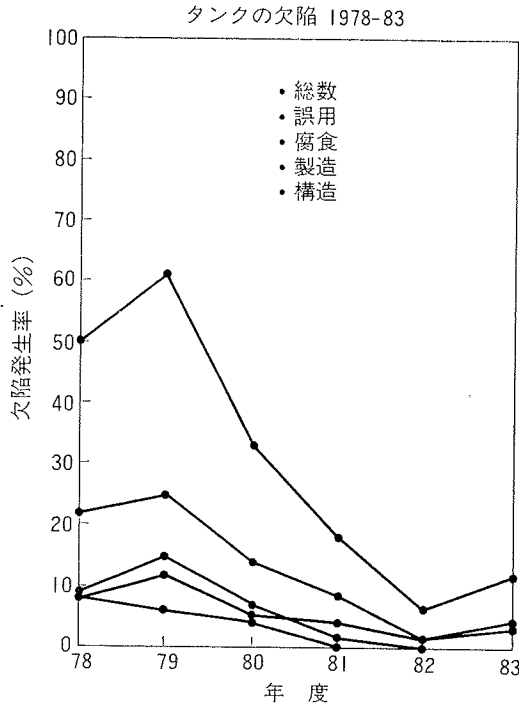


図 11 発見された各種欠陥発生率の推移

試験数の推移を示す。また図 11 は開放検査時に発見された各種欠陥発生率の推移である。AE 試験を適用するようになってからは、発見される欠陥数は劇的に減少し、特に構造物に致命的の影響を及ぼすような欠陥は、全く発見されなくなった。

図 12 は、炭素鋼製脱気器の AE 試験におけるセンサー配置を示す。この場合、試験は稼動中に行われたため、しきい値は高めに設定されたが、1,000 を超える事象が計測された。開放後の内部検査により、AE 発生の多く見られた部位に、ピットの生じているのが発見された。また 304 ステンレス製タンクの AE 試験では、2,000 を超える AE 事象が計測され、その後の調査により内側に成長性の SCC き裂が認められた。更に炭素鋼製球形タンクの場合、やはり 2,000 近くの事象数を得

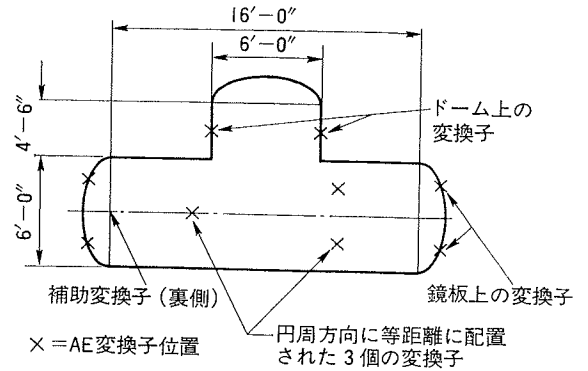


図 12 脱気器の AE 試験におけるセンサー配置

ており、内側溶接部には大きく広がる SCC き裂が発見された。これらはモンサント社で行われた数百件の試験のうち、ほんの数例を紹介しているにすぎない。いずれの場合も AE 発生の多く見られた部位に、SCC き裂あるいはピットの生じているのが観察され、いわば状況証拠的に AE 発生とこれらの腐食損傷が関連づけられたものである。したがって、長さや深さなどの定量的評価はできないまでも、少なくとも定期検査時の AE 試験でこうしたき裂やピットは発見でき、また稼動中に過負荷をかけることにより、その成長性の有無を判断できるものと考えられる。

現在モンサント社では、これらの豊富な試験経験で得たデータベースをもとに、構造物の健全性を自動的に評価するシステムを開発している。これは AE の発生パターン、振幅分布やエネルギー分布の特徴、AE 信号の各センサーへの到達順位などのデータをもとに、SCC き裂、CF き裂、ピットなど欠陥の種類、その危険度、その存在箇所について、試験中にオンラインでカラーディスプレイ上に表示するものである。このシステムは、多くの試験適用結果により、十分実用を満足する精度を持つことが示されている。こうしてその信頼性が保証されたことから、デュポン社や BASF 社など大手化学会

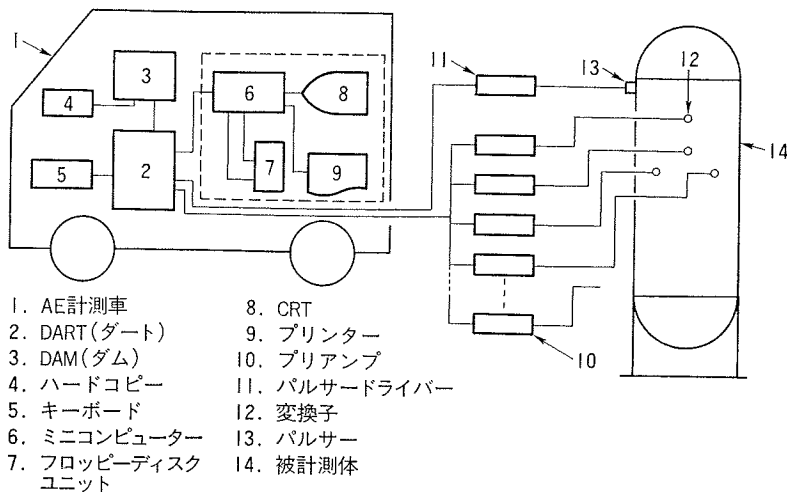


図 13 AE 計測車のブロック図

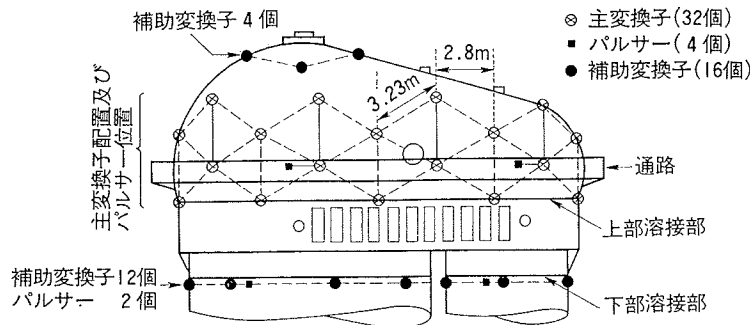


図14 熱風炉ドームの SCC モニタリング

社, 更に大手検査会社にもこのシステムは取入れられ, 急速にその適用が広がろうとしている。

一方, 我が国では液体アンモニアタンクの長期オンラインモニタリングに AE 法を適用した報告<sup>29)</sup>があり, 適切な信号処理パラメータ, AE 法適用のための基本的取組方などに関し, 貴重なデータを得ている。

#### 4.2 石油精製プラント

世界的に見ても AE 法が最も汎用されている分野の一つである。我が国でも多くの試験が行われつつある。図13はある石油精製会社の持つ AE 計測車のブロック図である<sup>24)</sup>。この会社では, 各地に散らばる製油所に必要に応じて計測車を移動し, 試験を実施している。AE 試験は設備診断技術の一つとして使用され, 主として補修部や他の非破壊検査手段の適用しにくい部分について行われ, 経済的にも多くの利益を得ている。

#### 4.3 パイプライン

米国には, アラスカ, ユタ, テキサス州などに長距離パイプラインが存在し, その簡便な保守点検試験の一環として, AE 法は多くの実績をあげている<sup>8)</sup>。パイプラインに AE 試験を適用する際の利点として, センサー間隔をかなり大きくとれるので少ないセンサーでも長い距離を一度にモニターできる, また欠陥やリークなどの発生箇所を位置標定を容易に行いうる, などがある。

試験時のセンサー間隔を決定する因子としては, 圧力媒体として水などの液体を使うか, それともガスを使うか, またガスは乾いているか湿っているか, その圧力は十分高いか, パイプが埋設されているか否か, もし埋設されているならその周りの土が乾いているか, それとも湿っているか, などがある。基本的にセンサー間隔を決定するのは, 計測条件下における AE 信号の減衰量であるが, それを決めるのがこうした因子というわけである。圧力媒体としてよく用いられる水は非常によい AE 波の伝播媒体であるが, 最もよいのは不純物の少ないよく乾燥した圧力の十分高い空気であり, この時には2個のセンサー間隔を最大 600 m 程度にまで広げることができる。

AE 計測は, 原油や天然ガスなどの長距離パイプラインについて行われる場合が多いが, 化学プラント内におけるナフサ輸送用あるいはアンモニア輸送用パイプラインなど, 比較的短距離のものについてもかなりの実績が報告されている。

#### 4.4 製紙工場

製紙工場の中心となるダイジェスタは, 高温かつ腐食性の極めて強い環境下で使用されるため, しばしば SCC (アルカリ割れ) の発生と成長が大きな問題となる。こうした SCC の発生しやすい部位近くに AE センサーを取付け, 稼動中もしくは定期検査時に, 通常運転圧力の 110% 程度の過負荷をかけた時の AE を計測することにより, き裂発生及びその成長性の有無を調べることが, 米国を中心に広く行われている<sup>8)</sup>。

#### 4.5 海洋構造物

海洋プラットフォームの建設に伴い, その保守に AE 法の適用がすすめられている<sup>25)</sup>。海水中のプラットフォーム基部は, 波浪によるくり返し荷重を受けるため, CF き裂の発生, 成長が大きな問題となる。水中に没した構造物のモニタリングは, 既存の NDT 手法では困難な場合が多いが, AE 法では一度センサーを取付け後長時間の計測が可能のため, 大きな可能性を持っている。こうした CF などのモニタリング手法としての応用は, これまでカリブ海あるいは北海油田を中心に行われてきている。

#### 4.6 熱風炉

英国において, 熱風炉ドームに生ずる SCC を長期間 AE 法によりモニターしている。図14に AE センサー配置を示してある。試験前に実験室でドームに用いられる材料の SCC に基づく AE のエネルギーレベルを調べ, 更に実機ドーム上で AE 波の減衰を実測し, SCC の AE を十分実機でも計測可能なことを確認後試験は開始された。モニタリング期間としては, 炉の寿命程度すなわち 8 年前後が予定されている。

## 5. おわりに

AE法による腐食損傷評価の現状について、実験室での成果及び実機での応用例を、簡単に紹介してみた。実験室で行われた基礎研究により、すでに腐食、SCC、CFなどで生ずるAE発生源とその相対的エネルギーレベルは、ある程度明確に求められている。それによると、カソード反応で生ずる水素のAEは実機適用を十分満足するほどのエネルギーを与えることはできないが、SCCあるいはCFき裂の発生及び成長は、環境雑音を超えて計測されるに足るエネルギーを持つ可能性のあることが示されている。したがって、今後はこうしたデータを基に、いかに実機試験にAE法を適用していくかが重要な課題となる。

実機にAE法を適用するにあたり：(1) 定期検査時の過負荷試験、(2) 稼動中の過負荷試験、(3) 連続モニタリング、の三つがある。このうち(1)と(2)に関してはすでに技術的に確立されており、SCCき裂などの発見及びその成長性の有無について、モンサント社の例に見られるように多くの適用実績がある。(3)に関しては、現在長期間にわたるAE計測技術も確立されつつあることから、今後は長期の試験に耐えるだけの明確な方針と忍耐を備えて数多くの試験を行い、そこで蓄積されたノウハウをもとに、各分野におけるAE法適用の良否を判断していくことが重要と考えられる。

AE法により、き裂の大きさやその進展量などを定量的に求めることは、実験室における「原波形解析」等の手法を用いない限り普通はできない。しかしながら、応力下で進展する欠陥の危険度、及びその大まかな位置については実機段階でも十分知ることができる。このことはちょうど、我々が目前で壊れつつある物が発する可聴域の音を聞いて、その過程を知り危険度を判断することはできるが、破壊の一つ一つの素過程を評価することができないのとよく似ている。AE法の実機適用にあたり、過度の期待は持たず、その特徴をよく理解し、最も適した計測及び解析法を用いることが重要である。

(Received August 27, 1985)

## 文 献

- 1) 岸 輝雄：第78・79回西山記念技術講座、「鉄鋼材料の環境強度とその評価」, 日本鉄鋼協会編, p. 130 (1981).

- 2) 湯山茂徳：検査機器ニュース, 1982年7月~11月連載.
- 3) S. Yuyama, T. Kishi and Y. Hisamatsu: *J. Acoustic Emission*, **2**, 71 (1983).
- 4) H. Okada, K. Yukawa and H. Tamura: *Corrosion*, **30**, 253 (1974); **32**, 201 (1976).
- 5) C. E. Hartbower, W. G. Reuter, C. F. Marais and P. P. Crimins: ASTM, STP 505, 187 (1972).
- 6) N. J. Magnani: *Expl. Mec.*, December, 526 (1973).
- 7) T. J. Fowler: *Chemical Processing*, March, 24 (1984).
- 8) M. P. Kelly and W. F. Hartman: *Intern. Oxygen Manufacturers Assn.*, May, 9 (1984).
- 9) 舟羽義次, 小林昭一, 大津政康: 土木学会論文報告集, 第314号, 125 (1981).
- 10) 大平貴規, 岸 輝雄: 鉄と鋼, **70**, 2188 (1984).
- 11) 杉本克久: 006 特別研究委員会資料, No. 93, 日本非破壊検査協会 (1985).
- 12) 湯山茂徳, 岸 輝雄, 久松敬弘: 鉄と鋼, **68**, 2019 (1982).
- 13) T. W. Retting and M. J. Felsen: *Corrosion*, **32**, 121 (1976).
- 14) J. M. Rodgers: Proc. 5th Intern. AE Symp., Jpn. Soc. NDI, 537 (1980).
- 15) H. L. Dunegan and A. S. Tetelman: *J. Eng. Fract. Mech.*, **2**, 387 (1971).
- 16) 野末 章, 岸 輝雄, 堀内 良: 鉄と鋼, **67**, 1787 (1981).
- 17) 湯山茂徳, 久松敬弘, 岸 輝雄, 垣見恒男: 防食技術, **30**, 684 (1981).
- 18) W. J. Pollock, D. Hardie and N. J. H. Holroyd: *Br. Corros. J.*, **17**, 103 (1982).
- 19) 湯山茂徳, 久松敬弘, 岸 輝雄: 日本金属学会誌, **46**, 85 (1982).
- 20) 湯山茂徳, 岸 輝雄, 久松敬弘, 垣見恒男: 防食技術, **33**, 207 (1984).
- 21) 湯山茂徳, 久松敬弘, 岸 輝雄: 日本金属学会誌, **46**, 509 (1982).
- 22) 大正雄堂, 松本 薫: 006 特別研究委員会資料, No. 81, 日本非破壊研査協会 (1984).
- 23) 高橋 克, 高橋和利: アンモニアと工業, **32**, 27 (1979).
- 24) 酒光良行: 006 特別研究委員会資料, No. 85, 日本非破壊検査協会 (1985).
- 25) L. M. Rogers, J. P. Hansen and T. J. C. Webborn: *Materials Evaluation*, August, 39 (1980).