



## FACULTAT DE QUÍMICA

Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica

Programa de doctorat: Tecnologia de Materials

Bienni: 2003-2005

# ESTRUCTURES BAINÍTIQUES EN ACERS HSLA DE BAIX

## CONTINGUT EN CARBONI: INFLUÈNCIA DEL CONTINGUT EN MICROALEANTS I DEL TRACTAMENT TÈRMIC SOBRE L'ESTRUCTURA I PROPIETATS

Memòria presentada per **Silvia Illescas Fernández**  
per a optar al grau de Doctor per la Universitat de  
Barcelona sota la direcció del Professor Josep M<sup>a</sup>  
Guilemany Casadamon i del Professor Javier  
Fernández González.

*Barcelona, Maig 2007*

### III.4. CARACTERITZACIÓ D'ESTRUCTURES BAINÍTIQUES

Per a cada un dels acers a estudiar s'han realitzat una sèrie de tractaments tèrmics per a l'obtenció d'estructures bainítiques.

Els paràmetres d'austenització per a cada un han estat els òptims determinats en l'estudi del creixement de gra, per als quals s'obtenia el menor tamany de gra homogeni.

Després de l'austenització les mostres s'han introduït en un bany de sals ( $\text{KNO}_3$ :  $\text{NaNO}_3$ , 4:3) el temps i temperatura es troben indicats en la Taula 1, i finalment han estat sotmeses a un tractament de tremp.

Austenització	
Acer 16MnNi4	1000°C, 30 min
Acer 16Mn4	1050°C, 15 min
Bainització en bany de sals	
350°C, 30 min	350°C, 60 min
400°C, 30 min	400°C, 60 min
450°C, 30 min	450°C, 60 min
500°C, 30 min	500°C, 60 min
Tremp en Aigua	

**Taula 1.** Tractaments Tèrmics realitzats per a l'obtenció d'estructures bainítiques en els acers 16MnNi4 i 16Mn4

Les estructures finals per a ambdós acers presenten tant bainita com ferrita acicular, ambdues fases difícils de diferenciar ja que es formen en el mateix rang de temperatures i governades pel mateix mecanisme de formació [1], amb la diferència del lloc en què nucleen: mentre que la ferrita bainítica nuclea en el límit de gra austenític, la ferrita acicular ho fa intragranularment en inclusions no metàl·liques presents en l'acer [2-3]. Així l'estructura bainítica està formada per plaques ordenades amb la mateixa direcció d'orientació mentre que l'estructura de ferrita acicular resulta ser una caòtica associació de plaques [2-7] tal com es mostra en la Figura 1.

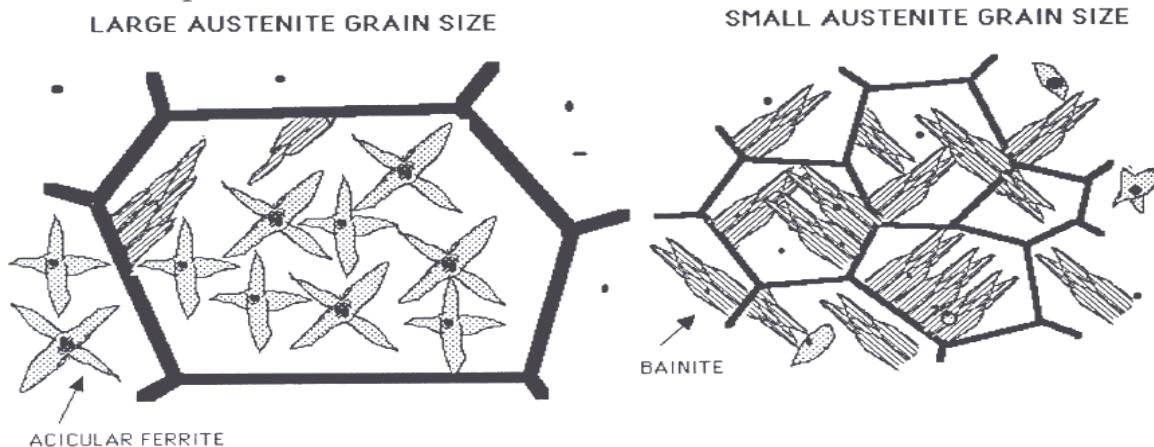


Fig. 25. Schematic illustration of the sheaf structure of bainite, and the individual platelets of acicular ferrite.

**Figura 1.** Diferenciació entre bainita i ferrita acicular observant-se el diferent punt de nucleació de cada una d'aquestes fases.

A causa de la naturalesa d'aquestes fases i al seu punt de nucleació dins de l'estructura s'ha observat com un augment del tamany de gra austenític (i per tant un reducció del límit de gra) afavoreix la formació de ferrita acicular a causa de la disminució de llocs de nucleació per a la bainita [8-9]. Un efecte semblant ve generat per un augment del nombre d'inclusions en l'acer, ja que aquestes inclusions són el punt de nucleació de la ferrita acicular i per tant un augment d'aquests llocs de nucleació desemboquen en un augment de fracció en volum d'aquesta fase [10-11].

### III.4.1. ESTRUCTURES BAINÍTIQUES EN L'ACER 16MnNi4

Per mitjà de l'observació per microscopia òptica s'observen estructures de bainita i ferrita acicular, havent-se quantificat el percentatge de fases per a cada mostra. La Taula 2 mostra els resultats de fracció en volum per a cada tractament realitzat.

		% Ferrita Acicular	
t(min)		30	60
T(°C)	350	32 ± 6	35 ± 4
	400	36 ± 7	39 ± 7
	450	44 ± 5	45 ± 5
	500	47 ± 3	51 ± 4

**Taula 2.** Fracció en volum de Ferrita Acicular en l'acer 16MnNi4 per a cada tractament realitzat.

Els resultats obtinguts per a la caracterització estructural de les bainites obtingudes per a l'acer 16MnNi4 es recullen en l'article “TEM study of bainitic low carbon HSLA steel: orientation relationship between cementite and ferrite“ J. Fernández, S. Illescas, J. Asensio, J.M. Guilemany, Practical Metallography.

En aquesta publicació es mostra com per mitjà de microscopia òptica i SEM no és possible discernir entre les estructures de bainita inferior i superior, mentre que TEM és una poderosa eina que no sols a partir del seu poder de resolució, sinó que també a través dels patrons de difracció i de la determinació de relacions d'orientació per indexat dels mateixos, permet la diferenciació entre els dos tipus de bainita ja descrits en la introducció, ja que en ambdós hi ha diferents relacions d'orientació: Pitchs per a la Bainita Inferior i Bayariatsky per a la Bainita Superior, com es descriu més en detall en la introducció de l'article.

A partir dels resultats obtinguts per a l'acer 16MnNi4 s'arriba a establir, tal com era esperable, que a temperatures de bainització per sota dels 500°C s'obté bainita inferior, mentre que a partir dels 500°C ja s'obté bainita superior.

## TEM study of bainitic low-carbon HSLA steel: the orientation relationships of cementite

Silvia Illescas<sup>a</sup>, Javier Fernández<sup>a</sup>, Juan Asensio<sup>b</sup> and Josep Maria Guilemany<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Departament de Ciència dels Materials i Enginyeria Metal·lúrgica, Facultat de Química, Universitat de Barcelona, Martí i Franquès, 1, 7a planta, 08028 Barcelona, Spain

<sup>b</sup> Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, E.T.S. de Ingenieros de Minas, Universidad de Oviedo, Independencia, 13, 1<sup>a</sup> planta, 33004, Spain

### Abstract

Two different bainitic structures can be present in steel depending on the heat treatment to which the samples are subjected. The two different types of bainitic structures exhibit a different orientation relationship between the cementite and the ferrite matrix. The Pitsch orientation relationship is observed in upper bainite while the Bagaryatski orientation relationship is observed in lower bainite [1]. Different heat treatment samples of low-carbon High Strength Low Alloy (HSLA) steel were studied using TEM observations in order to ascertain the orientation relationship between ferrite and carbide in the different bainitic structures and to determine whether this relationship may indicate the type of bainitic structure.

**Keywords:** HSLA steel, bainite, TEM, orientation relationship, ferrite, cementite, Bagaryatski, Pitsch.

### 1. Introduction

High-strength, low-alloy (HSLA) steels are low-carbon steels that contain small additions, usually not in excess of 0.15%, of carbide, nitride and carbo-nitride forming elements that directly or indirectly control the strength and other properties of structural steels.

HSLA steels have been widely used in the construction of buildings, pipelines and ships.

These steels have a good combination of strength and toughness, as well as good weldability.

Therefore, HSLA steel is suitable for applications in large-scale welded steel structures [2].

Bainite is a metastable aggregate of ferrite and cementite resulting from the transformation of austenite at temperatures below the pearlite range, but above the martensite start temperature ( $M_s$ ).

The bainitic transformation consists in the nucleation and growth of individual platelets of bainitic  $\alpha$ -phase. The transformation progresses as a result of the formation of sheaves (individual platelets within clusters) that are ‘subunits’ of a sheaf [3]. All subunits in a sheaf have the same crystallographic orientation. Non-diffusional growth of the subunits occurs. The excess of carbon is quickly partitioned into untransformed austenite. The subunits inside a sheaf are separated by thin films of untransformed austenite [4]. There are also large blocks of austenite that remain untransformed between bainitic sheaves. The bainite reaction is governed by the carbon that diffuses from the supersaturated bainitic  $\alpha$ -phase into the surrounding austenite soon after the transformation [5].

There are two different bainitic structures: upper and lower bainite. Upper bainite is formed in the upper part of the bainite transformation range and has a feathery appearance when seen at low magnification [1]. The microstructure of upper bainite consists of fine plates of ferrite, each of which is about 0.2 micrometers thick and about 10 micrometers long. The plates grow in clusters called sheaves. Within each sheaf, the plates are parallel and of identical crystallographic orientation, each with a well-defined crystallographic habit. The individual plates in a sheaf are often called the ‘sub-units’ of bainite. These are usually separated by low-misorientation boundaries or by cementite particles. The cementite particles have a Pitsch orientation relationship with respect to the austenite from which they precipitate:

$$[0\ 0\ 1]\text{Fe}_3\text{C} \parallel [-2\ 2\ 5]_{\text{gamma}}$$

$$[1\ 0\ 0]\text{Fe}_3\text{C} \parallel [5\ -5\ 4]_{\text{gamma}}$$

$$[0\ 1\ 0]\text{Fe}_3\text{C} \parallel [-1\ -1\ 0]_{\text{gamma}}$$

which is shown in Figure 1 [6].

Lower bainite is formed in the lower part of the range and has an acicular appearance resembling that of tempered martensite [1]. The microstructure and crystallographic features of lower bainite are very similar to those of upper bainite. The major distinction is that cementite particles also precipitate inside the plates of ferrite. There are, therefore, two kinds of cementite precipitates:

- Cementite that grows from the carbon-enriched austenite and which separates the platelets of bainitic ferrite.
- Cementite that appears as a precipitate from supersaturated ferrite with the crystallographic relationship given in Figure 2 [6], which shows the Bagaryatski orientation relationship existing between these carbides and the ferrite from which they precipitate:

$$[0\ 0\ 1]\text{Fe}_3\text{C} \parallel [-1\ 0\ 1]_{\alpha}$$

$$[1\ 0\ 0]\text{Fe}_3\text{C} \parallel [1\ 1\ 1]_{\alpha}$$

$$[0\ 1\ 0]\text{Fe}_3\text{C} \parallel [-1\ 2\ -1]_{\alpha}$$

The present study focuses on a local scale using TEM observations to ascertain the orientation relationship between ferrite and carbide in different bainitic structures and to determine whether this relationship may indicate the type of bainite structure.

## 2. Experimental Procedure

The material used for this experimental work was a low-carbon Nb-V microalloyed HSLA steel (16MnNi4) with the chemical composition shown in Table 1. The steel was supplied in the form of hot-rolled plate of 11 mm thickness.

Optical emission spectroscopy was used to assess the chemical composition; the exact content of C, S and O was determined with a LECO elemental analyzer.

The samples were austenitized at 1050 °C for 30 minutes and bainite was subsequently obtained in a salt bath ( $\text{KNO}_3 / \text{NaNO}_3$ , 1:1) at temperatures between 350 °C and 500 °C and times ranging from 30 to 60 minutes.

The bainitic structures were observed by means of light optical microscopy (LOM), SEM (JEOL 5510) and TEM (CM20 electron microscope operating at 200 kV).

The LOM and SEM observations were carried out on samples etched with 5% picral, which reveals bainitic structures very well.

Thin foils were prepared parallel to the xz rolling plane using a twin-jet polisher at 40 V-dc, with an electrolyte composition of 4% perchloric in acetic acid, for the TEM study.

## 3. Results and Discussion

The starting material was a hot-rolled steel plate with a ferritic-pearlitic structure as shown in Figure 3. The different heat treatments produce bainitic structures without major differences between the samples. Two microstructures are shown in Figure 4.

The SEM observations for all the heat treatments also show fully bainitic structures in which some grain boundaries can be observed. The SEM study reveals the growth of carbides with heat treatment temperature (Figure 5).

The difference between lower and upper bainite cannot be determined from the SEM study. Therefore, it is necessary to perform an analysis by means of TEM microscopy in order to see

the small precipitates and to determine the orientation relationship between precipitate and matrix.

The TEM study shown in Figures 6 and 7 reveals the presence of lower bainite in the samples produced with heat treatment between 350°C and 450°C. This lower bainite structure is formed by contiguous bainitic ferrite plates whose average thicknesses are about 0.1-0.2 micrometers. Bar-shaped cementite precipitates appear inside these plates with a Bagaryatski orientation relationship with respect to the ferritic matrix. Dislocations are also present around the cementite precipitates (Figure 8). Upper bainite is observed at 500°C, as shown in Figure 9. A Pitsch orientation relationship exists between cementite and contiguous austenite, characteristic of upper bainite.

#### 4. Conclusions

The following conclusions may be drawn from the present research study on the bainitic structures of 16MnNi4 HSLA steel:

- (a) A lower bainitic structure was obtained after austenitizing at 1050 °C and isothermal treating in salt baths at temperatures ranging from 350 °C to 450 °C. The microstructure isothermally transformed at 500 °C is upper bainite.
- (b) The SEM study demonstrated the growth in carbide size with isothermal treatment temperature.
- (c) The cementite in upper bainite exhibits a Pitsch orientation relationship with respect to the adjacent untransformed austenite, while the cementite in lower bainite exhibits a Bagaryatski orientation relationship with respect to the ferritic matrix.

### Acknowledgments

S. Illescas gratefully acknowledges the help in TEM and the indexation of bainitic diffraction patterns provided by the Institute of Materials Research (IMR), University of Leeds (UK), especially on the part of Dr A.P. Brown, Dr K. He, Dr C. Hammond and Dr R. Brydson. She also wishes to thank the Generalitat de Catalunya for the grant to Silvia Illescas (2003F100470) and the project 2005 SGR 00310.

### References

- [1] Bhadeshia, HKDH.: Bainite in steels: transformations, microstructure and properties, London, UK, IOM Communications, 2001.
- [2] Xue, Q.; Benson, D.; Meyers, M. A.; Nesterenko, VF.; Olevsky, EA.: Mat. Sc. and Eng. A 354 (2003), 166-179
- [3] Hehemann, RF.: Phase Transformations. Metals Park, OH: American Society for Metals (1970).
- [4] Bhadeshia, HKDH.; Christian, JW.: Metall. Trans. A 21 (1990), 767-797
- [5] Rees, GI.; Bhadeshia, HKDH.: Mater. Sci. Technol. 8 (1992), 994-996.
- [6] Andrew KW, Dyson DJ, Keown S R, Interpretation of Electron Diffraction Patterns. London, UK, Hilger; 1967.

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Nb
0.165	1.11	0.23	0.02	0.34	0.001	0.026	0.0135
Al	Ti	S	P	Cu	Ca	N	O
0.024	0.0014	0.0022	0.0147	0.184	0.0001	0.0056	0.0031

Table 1. Chemical composition of steel 16MnNi4 (wt. %)

[0 0 1]<sub>Fe<sub>3</sub>C</sub> || [-2 2 5]<sub>gamma</sub>  
 [1 0 0]<sub>Fe<sub>3</sub>C</sub> || [5 -5 4]<sub>gamma</sub>  
 [0 1 0]<sub>Fe<sub>3</sub>C</sub> || [-1 -1 0]<sub>gamma</sub>

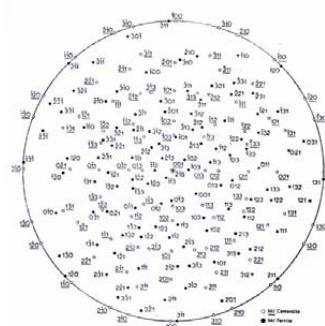


Figure 1. Pitsch orientation relationship

[0 0 1]<sub>Fe<sub>3</sub>C</sub> || [-1 0 1]<sub>alpha</sub>  
 [1 0 0]<sub>Fe<sub>3</sub>C</sub> || [1 1 1]<sub>alpha</sub>  
 [0 1 0]<sub>Fe<sub>3</sub>C</sub> || [-1 2 -1]<sub>alpha</sub>

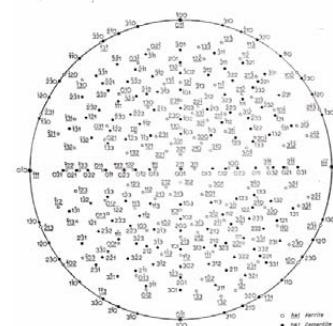
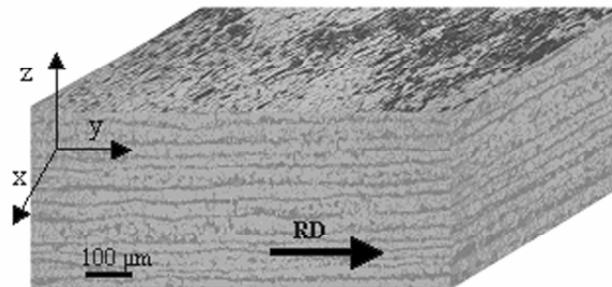
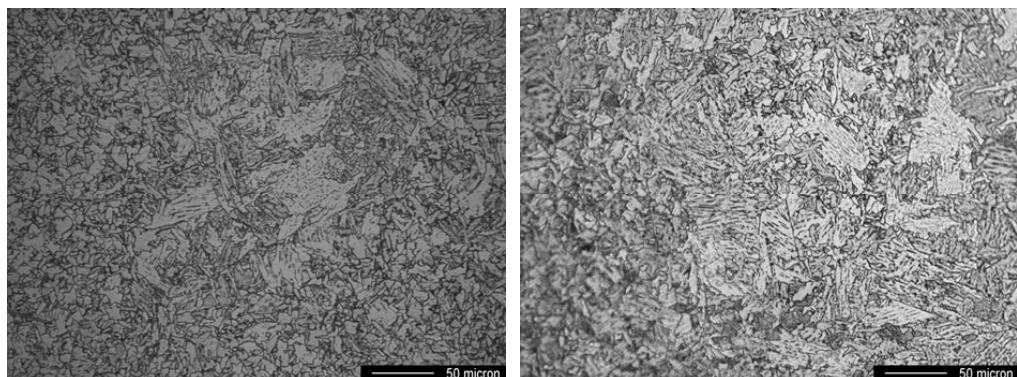


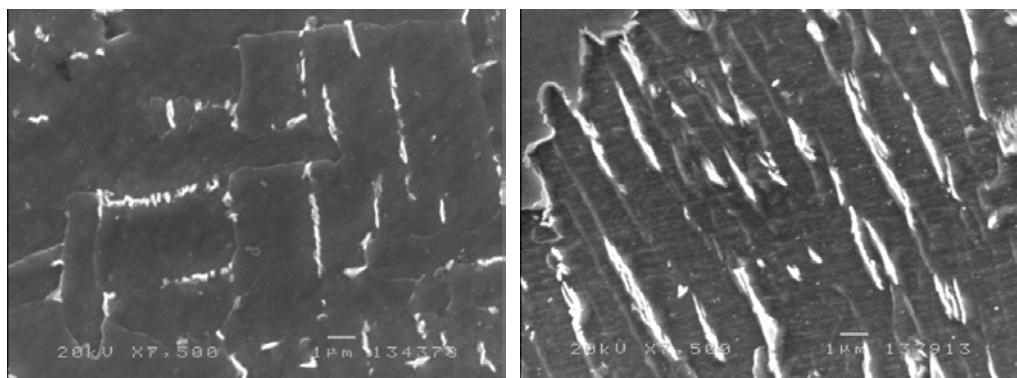
Figure 2. Bagaryatski orientation relationship



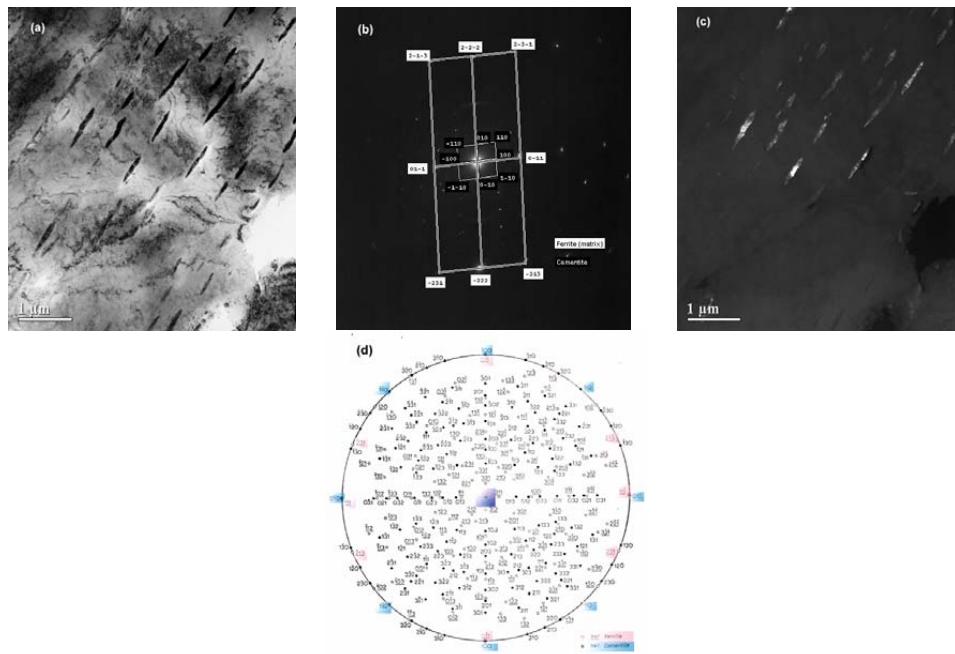
**Figure 3.** 3D Structure of the Hot-Rolled 16MnNi4 steel



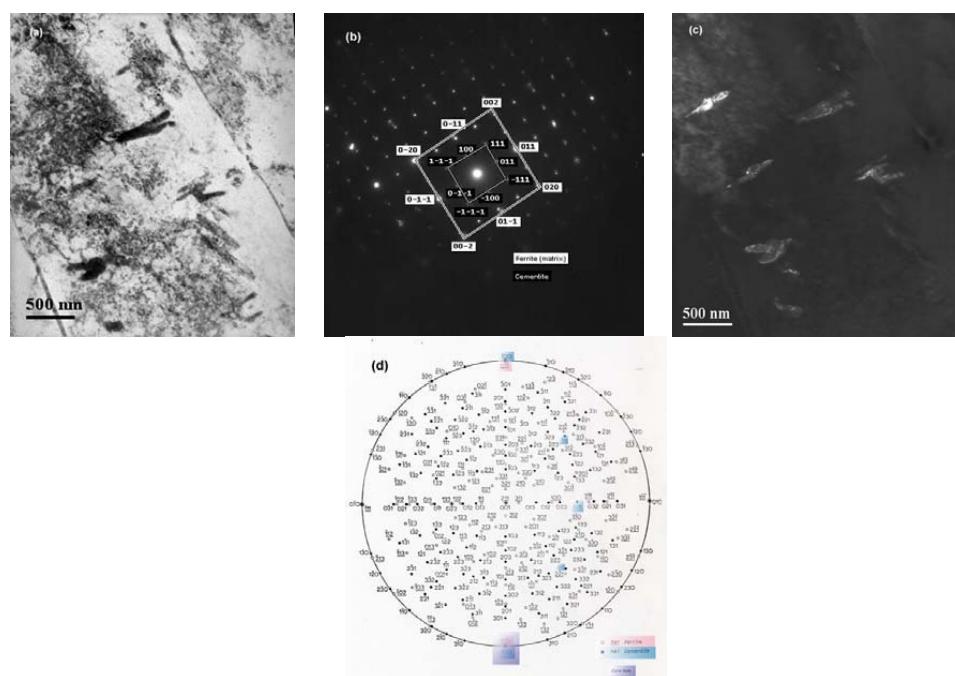
**Figure 4.** Optical micrographs for the samples treated at (a) 350°C for 30 minutes and (b) 500°C for 30 minutes.



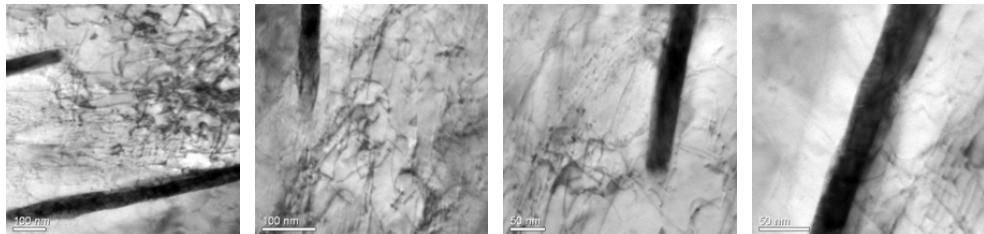
**Figure 5.** SEM micrographs for the samples treated at (a) 350°C for 30 minutes and (b) 500°C for 30 minutes.



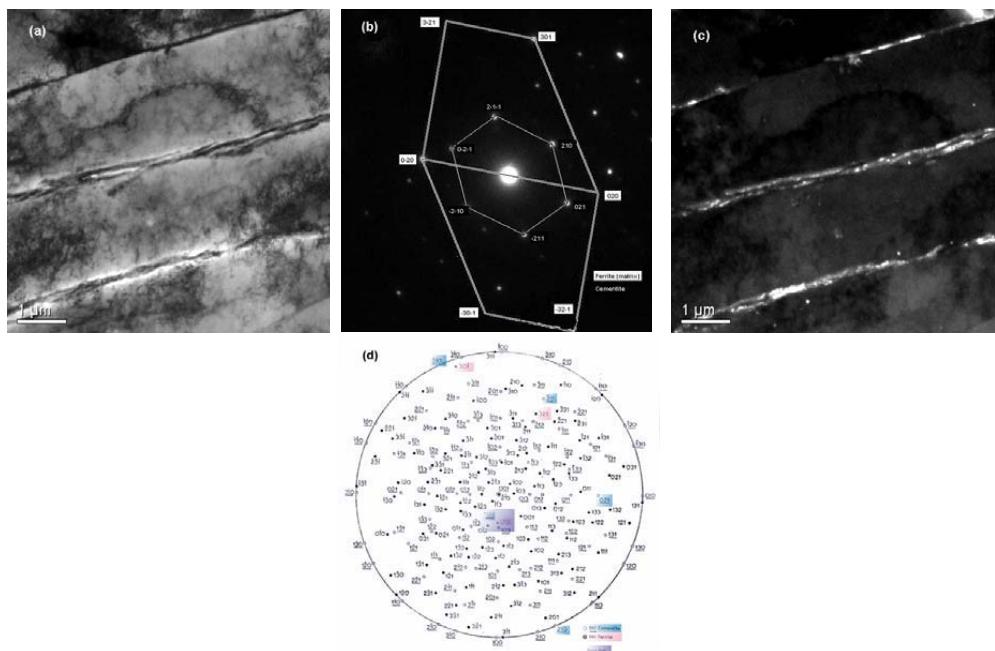
**Figure 6.** Lower Bainitic structure obtained at 350°C for 30 minutes. (a) Bright field image, (b) Diffraction pattern, (c) Dark field image, (d) Bagaryatski orientation relationship.



**Figure 7.** Lower Bainitic structure obtained at 450°C for 30 minutes. (a) Bright field image, (b) Diffraction pattern, (c) Dark field image, (d) Bagaryatski orientation relationship.



**Figure 8.** Dislocations around the cementite precipitates in Lower Bainitic structure.



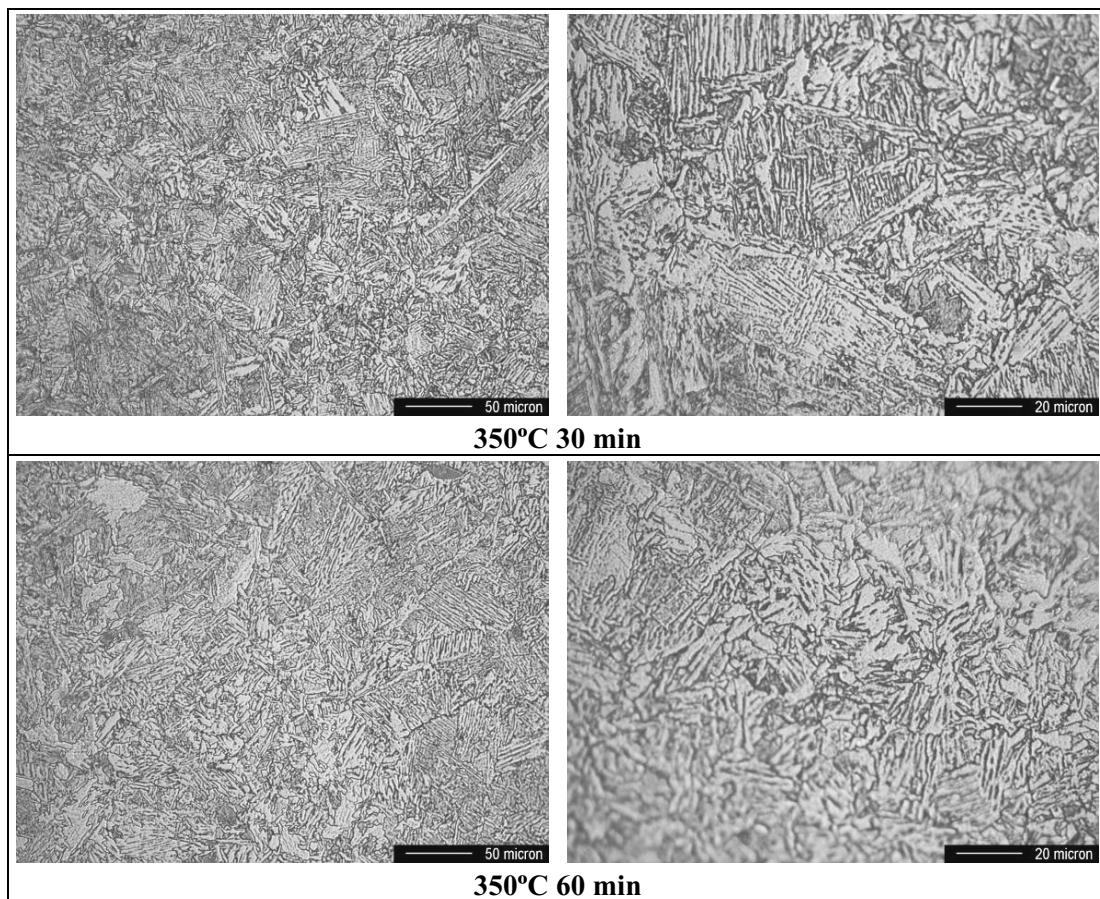
**Figure 9.** Upper Bainitic structure obtained at 500°C for 30 minutes. (a) Bright field image, (b) Diffraction pattern, (c) Dark field image, (d) Pitchs orientation relationship.

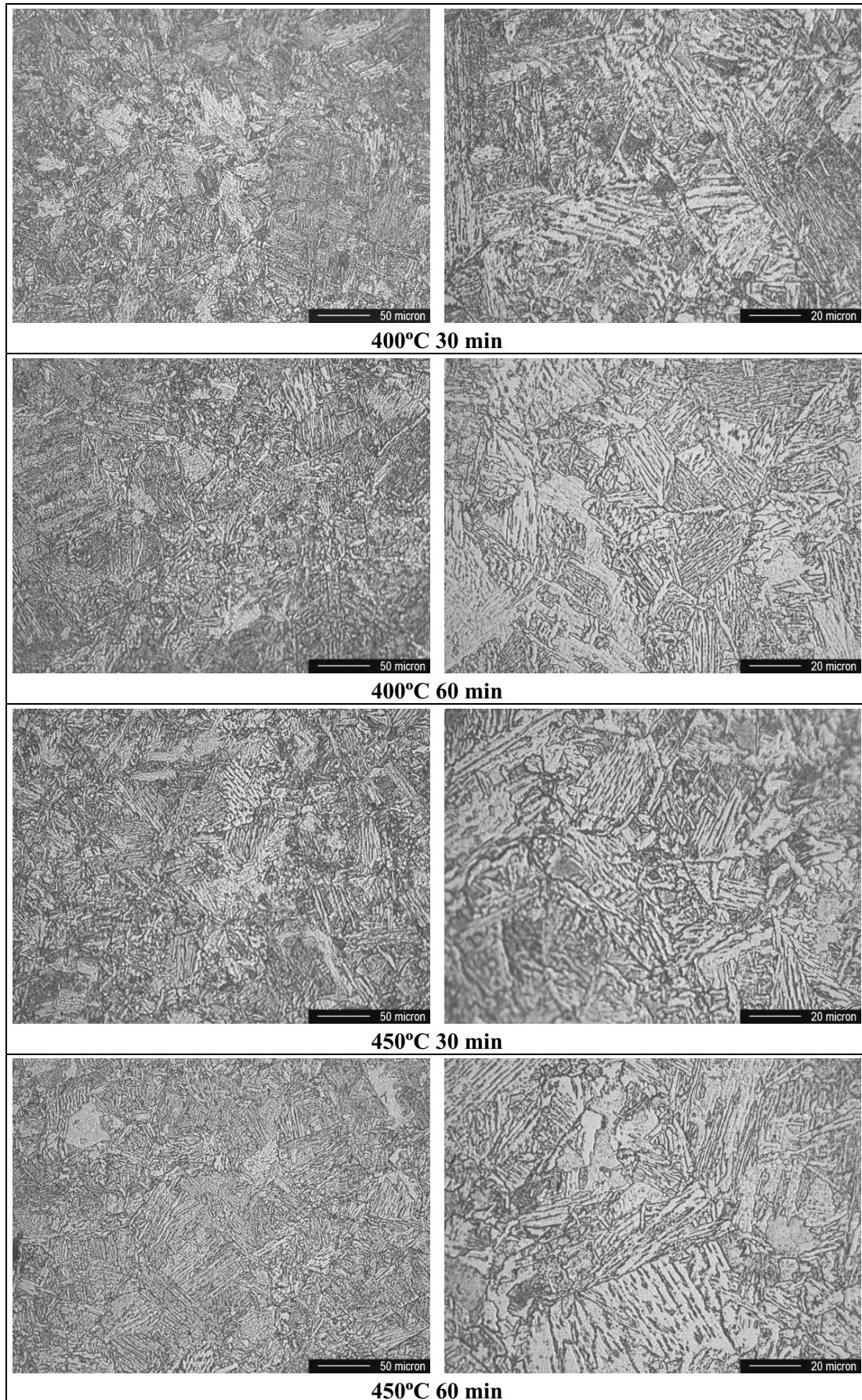
### III.4.2. ESTRUCTURES BAINÍTIQUES EN L'ACER 16Mn4

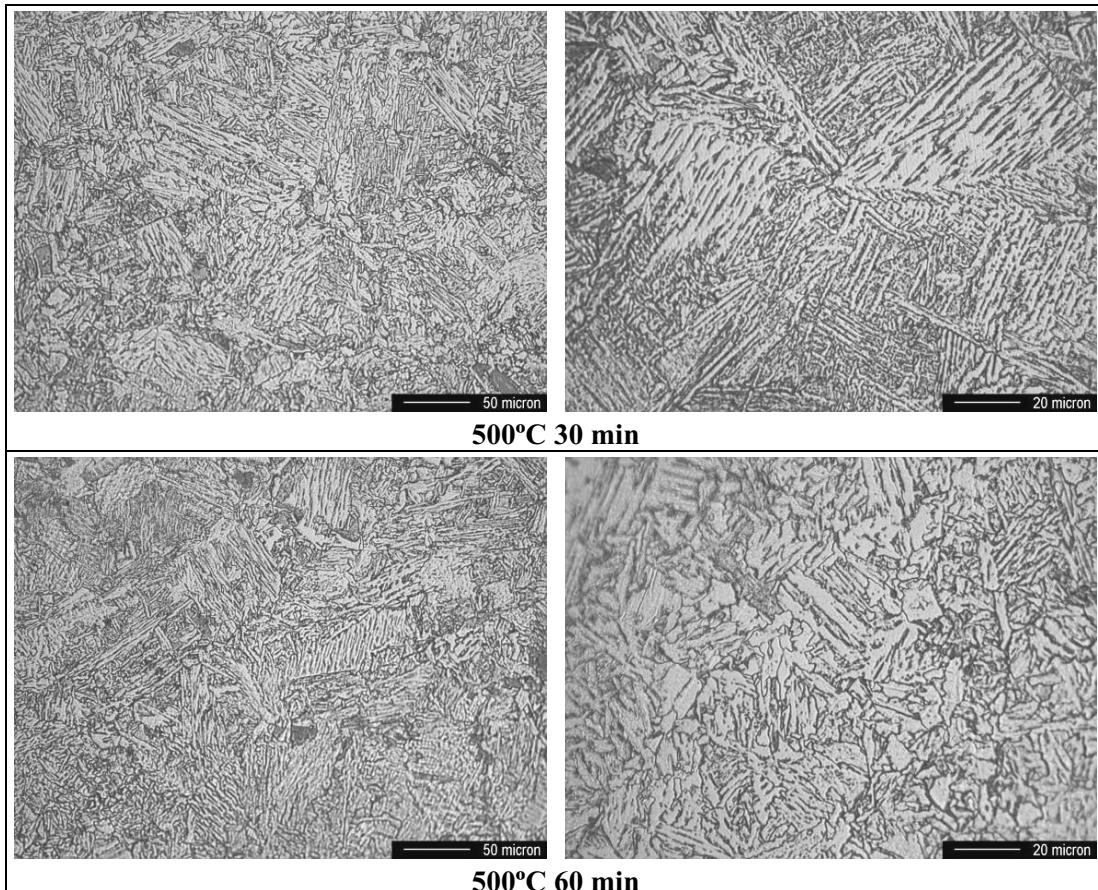
#### III.4.2.1. Microscopia Òptica

En la caracterització per mitjà de Microscopia Òptica s'han estudiat els diferents tractaments tèrmics a què s'ha sotmès l'acer.

Per mitjà de l'observació microscòpica s'observen estructures de bainita i ferrita acicular (Figura 2), havent-se quantificat el percentatge de fases per a cada mostra. La Taula 3 mostra els resultats de fracció en volum per a cada tractament realitzat.







**Figura 2.** Estructures de bainita- ferrita acicular per a l'acer 16Mn4 observades per microscopia òptica, per als diferents tractaments tèrmics.

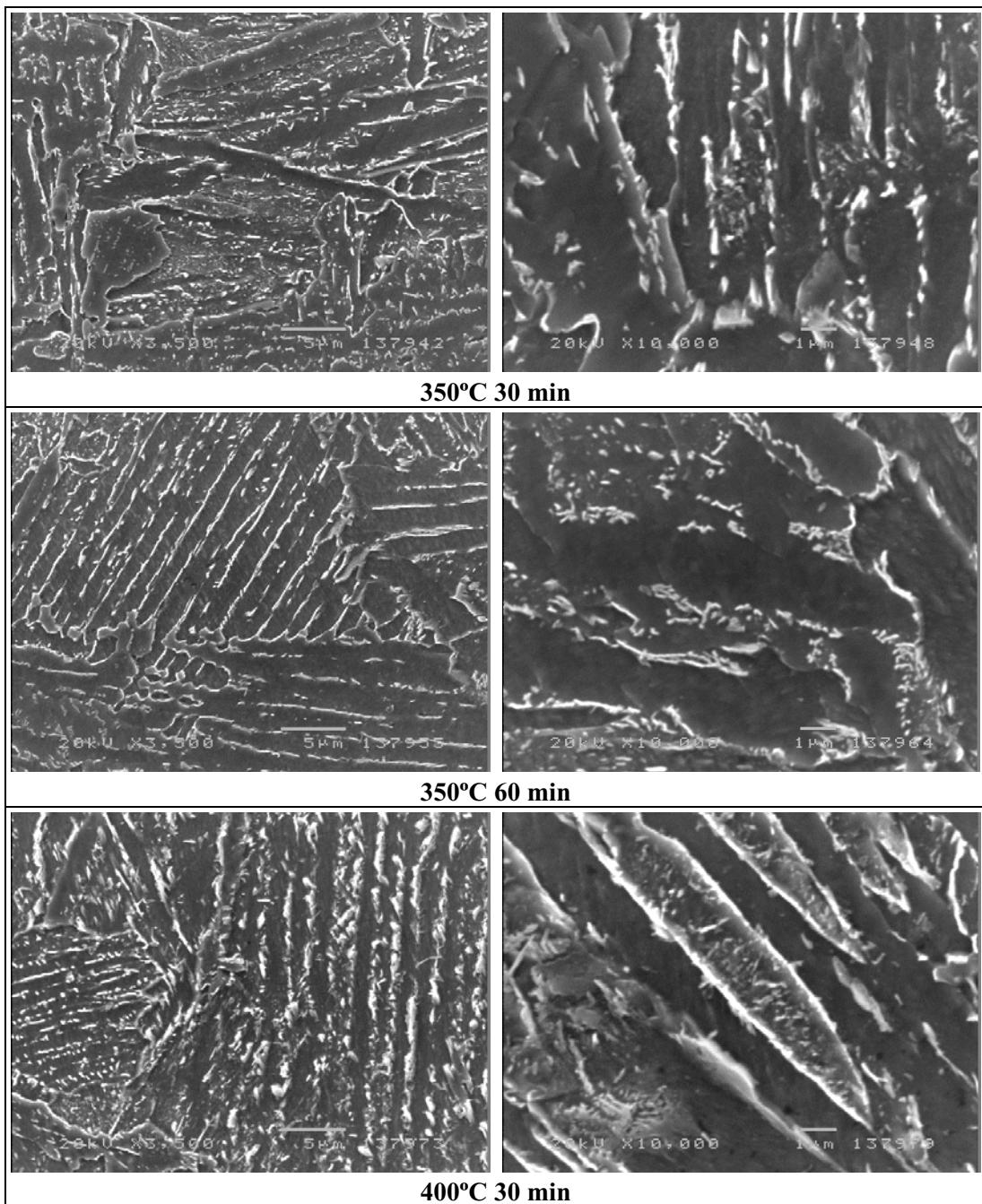
		% Ferrita Acicular	
t(min)		30	60
T(°C)	350	41 ± 5	44 ± 2
	400	43 ± 3	45 ± 6
	450	48 ± 4	51 ± 4
	500	51 ± 5	52 ± 4

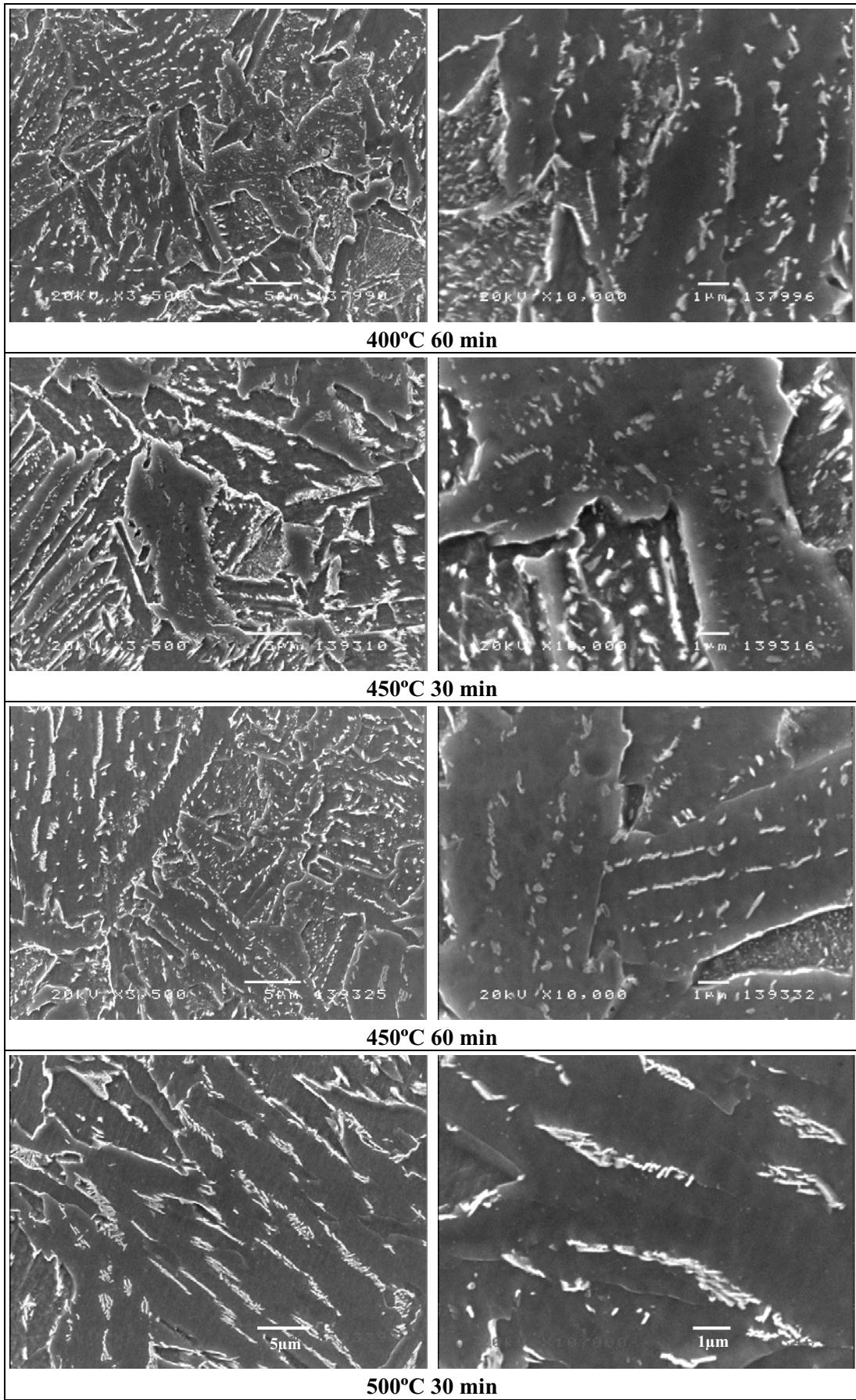
**Taula 3.** Fracció en volum de Ferrita Acicular en l'acer 16Mn4 per a cada tractament realitzat.

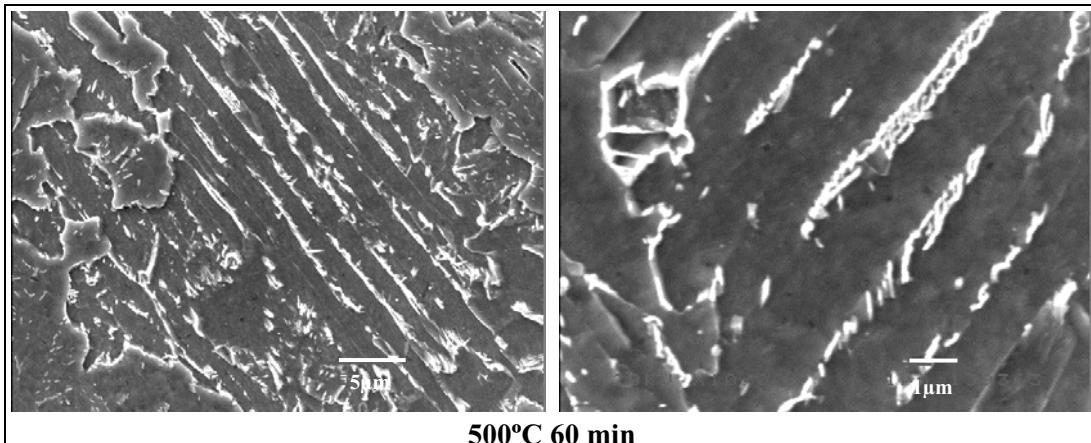
Cal destacar l'efecte del contingut en Vanadi sobre la formació de ferrita acicular. Els dos acers estudiats presenten una composició molt pareguda a excepció del contingut en elements de microaleació. S'observa un fort efecte sobre la formació de ferrita acicular del Vanadi, ja que l'acer 16Mn4 que és aquell amb un major contingut en aquest element (el doble que en l'acer 16MnNi4) presenta un major contingut en ferrita acicular [12].

### III.4.2.2. Microscopia Electrònica de Scanning (SEM)

Com en el cas de Microscopia Òptica, per mitjà de SEM no és possible el discernir entre la bainita inferior i superior, així com també es fa difícil la diferenciació entre bainita i ferrita acicular (Figura 3).







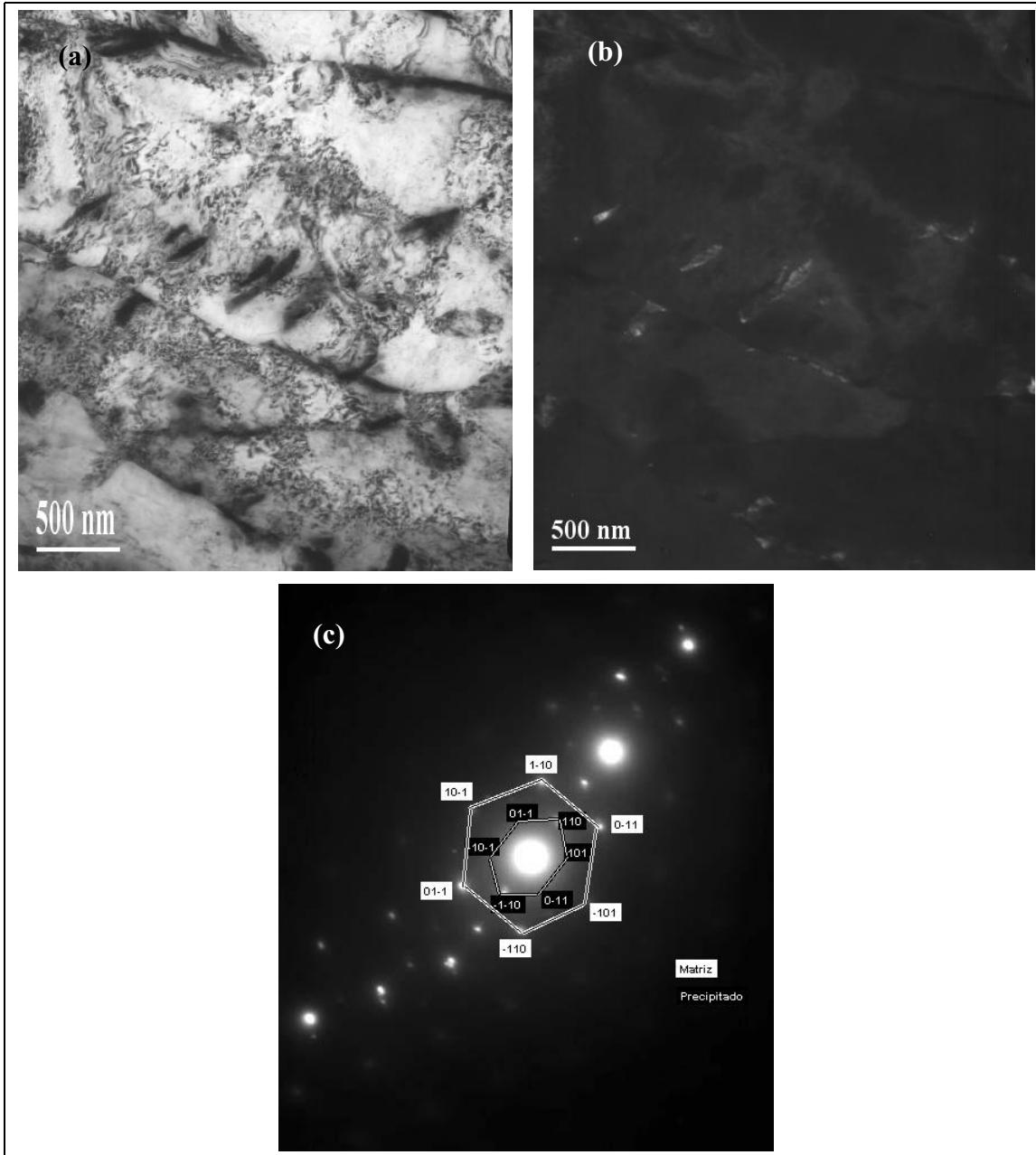
**Figura 3.** Micrografies de SEM mostrant detalls de l'estructura bainítica per a cada un dels tractaments tèrmics realitzats.

### III.4.2.3. Microscopia Electrònica de Transmissió (TEM)

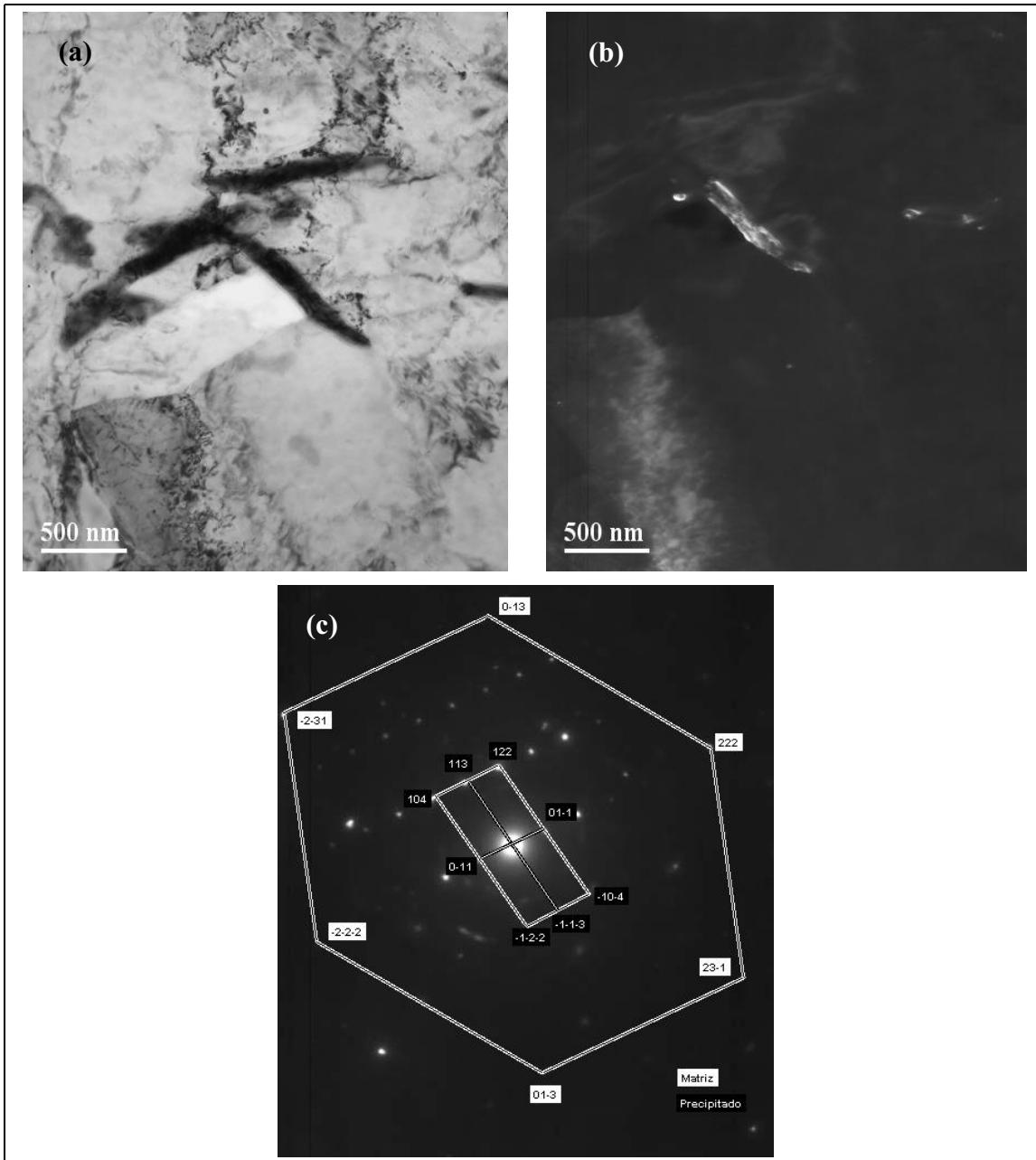
S'han preparat mostres dels acers a estudiar per a observar-les per mitjà de TEM amb l'objectiu de poder identificar les estructures de bainita inferior i superior i poder establir les condicions de tractament tèrmic que ofereixen un tipus d'estructura o un altre.

Així s'han estudiat les diferents mostres, registrant els corresponents patrons de difracció i per mitjà de l'indexat d'aquests s'ha determinat la relació d'orientació entre la matriu i les diferents partícules presents en l'estructura. La relació d'orientació observada ha permès la discriminació entre bainita inferior i bainita superior, sent aquesta de Pitchs o Bayariatsky respectivament.

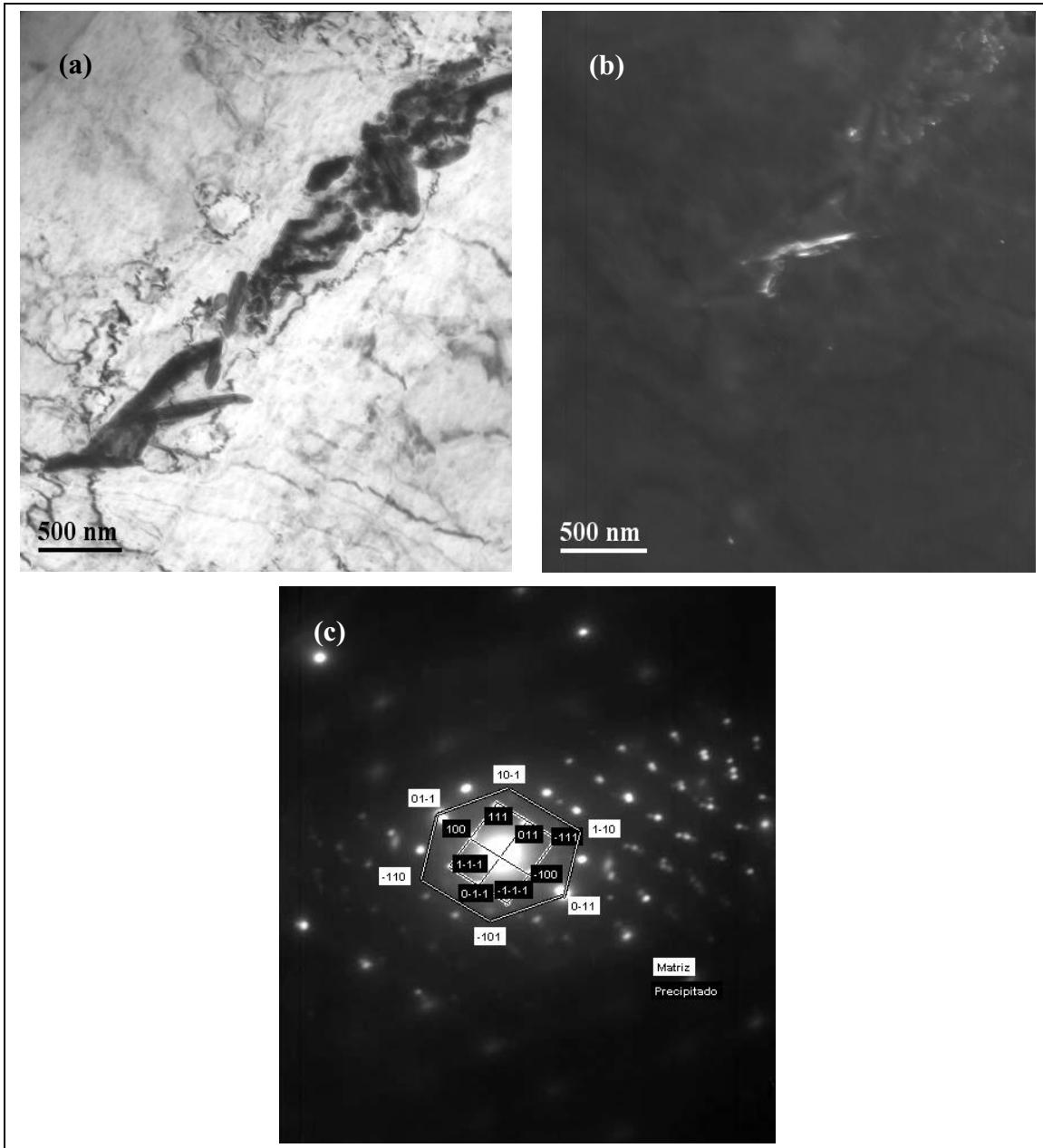
Les imatges obtingudes (camp clar i fosc), i els patrons de difracció indexats per a les mostres de bainita inferior i superior es mostren en la Figures 4, 5 i 6.



**Figura 4.** Micrografies de TEM per a l'Acer 16Mn4, tractat a 350°C durant 30 min. (a) Micrografia en camp clar, (b) Micrografia en Camp fosc, i (c) Patró de Difracció. Es troba una Relació d'orientació de Pitchs, indicatiu de ser una estructura de Bainita Inferior.



**Figura 5.** Micrografies de TEM per a l'Acer 16Mn4, tractat a 450°C durant 60 min. (a) Micrografia en camp clar, (b) Micrografia en Camp fosc, i (c) Patró de Difracció. Es troba una Relació d'orientació de Pitchs, indicatiu de ser una estructura de Bainita Inferior.

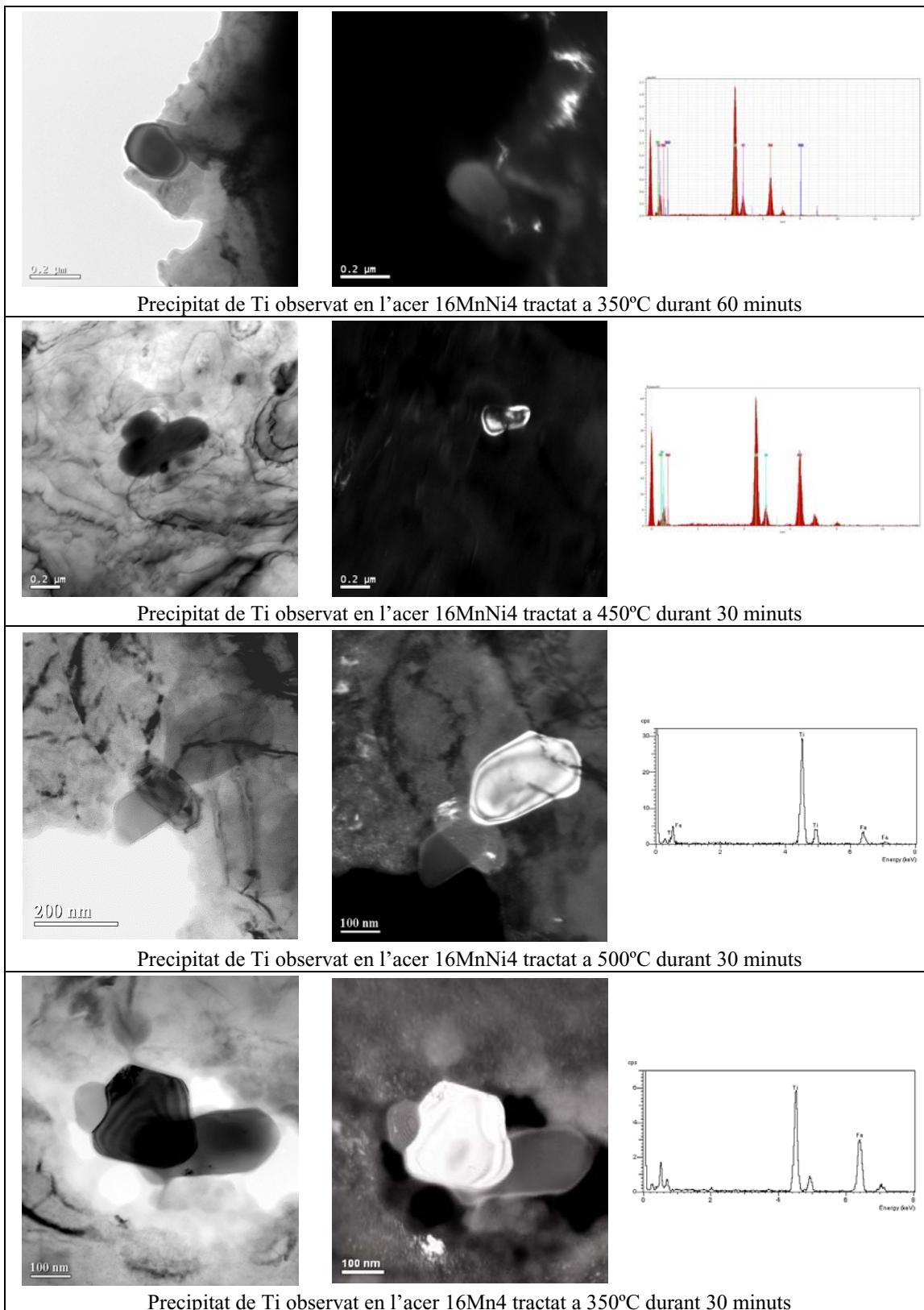


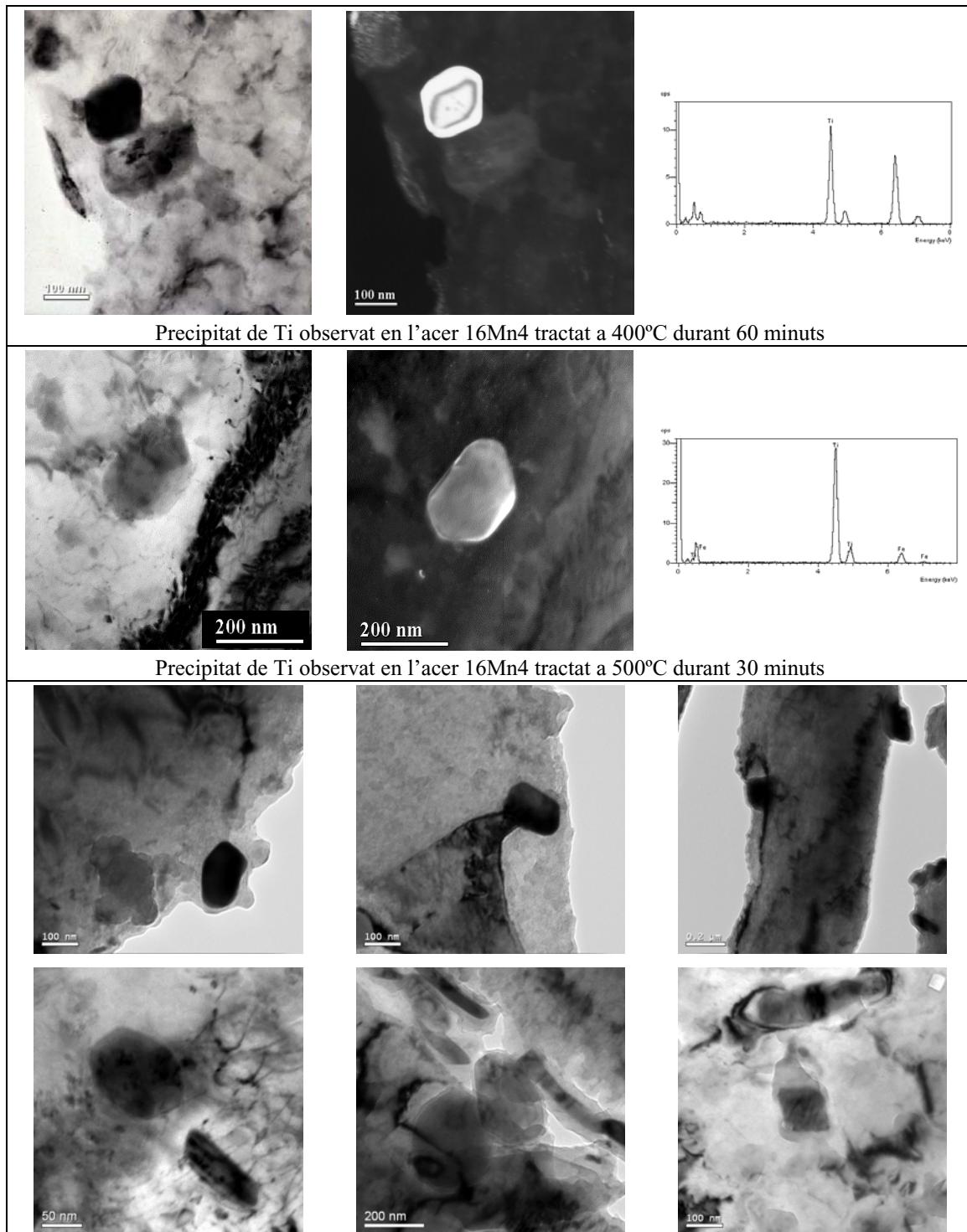
**Figura 6.** Micrografies de TEM per a l'Acer 16Mn4, tractat a 500°C durant 30 min. (a) Micrografia en camp clar, (b) Micrografia en Camp fosc, i (c) Patró de Difracció. Es troba una Relació d'orientació de Bayariatsky, indicatiu de ser una estructura de Bainita Superior.

A partir de l'estudi per mitjà de TEM s'arriba a establir les condicions de tractament tèrmic a partir de les quals s'obté bainita superior. Així s'estableix que com en el cas de l'acer 16MnNi4 a partir de 500°C s'obté bainita superior, mentre que per a temperatures inferiors de bainització, es genera bainita inferior.

### III.4.3. ESTUDI DELS PRECIPITATS DE MICROALEANTS

Per a totes les mostres estudiades s'han trobat precipitats de Titani d'una grandària entre 50 i 100 nm (Figura 7).





**Figura 7.** Precipitats de Titani presents en la bainites estudiades

Tal com es va comentar en el capítol III.2 per a les temperatures d'austenització empleades, encara queden precipitats de Titani en la matriu. Aquests precipitats són TiN i (TiV)N (el V no es troba formant carburs o nitrurs simples ja que es troba en molt poca proporció dins de la composició de l'acer, i tendeix a combinar-se amb el Ti).

### III.4.4. CONCLUSIONS PARCIALS

A partir dels resultats obtinguts per a la caracterització de les estructures bainítiques en cada acer, s'han obtingut les següents conclusions parcials:

1. Per a ambdós acers, després de realitzar els tractaments de bainització a temperatures d'entre 350 i 500°C i a temps de 30 i 60 minuts, s'obtenen estructures de ferrita acicular i bainita.
2. S'ha quantificat el contingut en ferrita acicular per a cada mostra i cada acer, observant-se com les mostres per a l'acer 16Mn4 presenten un contingut en aquesta fase un 7-15% major (les diferències més elevades es corresponen amb les majors temperatures de tractament) que l'acer 16MnNi4 de menor contingut en V. Això ha permès establir l'efecte del vanadi sobre l'estructura, de manera que es conclou que el V intervé en la formació de ferrita acicular, afavorint la seva nucleació en l'estructura.
3. L'estudi de relacions d'orientació a través del TEM resulta ser una tècnica oportuna per a poder discernir entre els dos possibles tipus de bainita: superior i inferior, ja que ambdues presenten diferents relacions d'orientació matriu-partícula. Hi ha una relació d'orientació tipus Pitchs per a la Bainita Inferior i tipus Bayariatsky per a la Bainita Superior.
4. Per a ambdós acers s'arriben a establir les condicions de tractament tèrmic per a l'obtenció de bainita inferior o superior. Per als dos acers s'ha establert la temperatura de bainització de 500°C com el límit a partir de la qual s'obté bainita superior i per sota bainita inferior.
5. S'han trobat precipitats de 50-100 nm de Titani (TiN i (TiV)N) que han estat caracteritzats per mitjà de TEM.
6. La presència de partícules de cementita genera dislocacions a la matriu.

## Referències

- [1] SUGDEN, A. A. B. and BHADESHIA, H. K. D. H., Metall. Trans., 20A (1989) 1811
- [2] YANG, J.R., and BHADESHIA, H.K.D.H., Mater. Sci. Technol., 5 (1989) 93–97
- [3] RICKS, R.A., HOWELL, P.R. and BARRITE, G. S., J. Mater. Sci., 17 (1982) 732
- [4] BHADESHIA, H.K.D.H, Bainite in Steels, The Institute of Materials, second ed., London, UK, 2001
- [5] MADARIAGA, I., GUTIÉRREZ, I. and BHADESHIA, H.K.D.H., Metall. Trans. A 32A (2001) 2187–2197
- [6] AARONSON, H.I. and WELLS C., Trans. AIME. (1956) 1216–1223
- [7] SARTA KUMAR-MENON, E., and AARONSON H.I., Acta Mater., 35 (1987) 549–563
- [8] BARBARO, F. J., KRAULIS, P. and EASTERLING, K. E., Mater. Sci. Technol., 5 (1989) 1057
- [9] FARRAR, R. A., ZHANG, Z., BANNISTER, S. R. and BARRITTE, G. S., J. Mater. Sci., 28 (1993) 1385
- [10] ZHANG, Z. and FARRAR, R. A., Mater. Sci. Technol., 12 (1996) 237
- [11] ABSON, D. J. and DOLBY, R. E., Weld. Inst. Res. Bull., 19 (1987) 202
- [12] HE, K. and EDMONDS, D. V., Mater. Sci. and Technol., Vol. 1 (2002) 289