WJP とバフ研磨による残留応力改善工法の応力緩和挙動の メカニズム検討

Mechanism for stress relaxation behavior of WJP and buffing stress improving treatments

大阪大学	于 麗娜	Lina YU	Member
大阪大学	才田 一幸	Kazuyoshi SAIDA	Member
大阪大学	西本 和俊	Kazutoshi NISHIMOTO	Non-member
関西電力株式会社	千種 直樹	Naoki CHIGUSA	Member

The relaxation behavior of the compressive stress in nickel-based alloy 600 introduced by WJP and buffing stress improving treatments has been investigated. Hardness reduction behavior in WJP and buffing processed samples during thermal aging has been found to follow the Johnson-Mehl-Avrami equation and the rate constant for hardness reduction to be expressed by the Arrhenius equation. EBSD crystal orientation analysis has confirmed that the strain is introduced mainly in the surface region. Positron lifetime analysis has revealed that the positron lifetime of the WJP and buffing processed samples is longer than that of solution heat-treated sample, indicating the lattice defects have been introduced in the stress improvement process. In addition, it becomes apparent that a large amount of vacancies introduced have been annihilated after thermal aging, however some part of dislocations have still remained. Based the results, the mechanism for stress relaxation behavior of WJP and buffing stress improving treatments has been discussed.

Keywords: WJP, Buffing, Hardness, EBSD, Positron lifetime.

1. 緒言

原子力発電プラントの高経年化に伴い発生する経年劣 化事象の一つである応力腐食割れ(Stress Corrosion Cracking: SCC)の防止対策として、溶接に伴って発生した 引張残留応力を圧縮残留応力に変化させる応力改善が有 効である。現在、原子力プラントにおける残留応力改善工 法として、ウォータジェットピーニング(Water Jet Peening: WJP)、レーザピーニング(Laser Peening: LP)などピーニン グ工法および、表面研磨による応力改善工法が原子力プ ラントの予防保全工法のガイドラインとして制定される とともに、実機へも適用されている[1-4]。

しかしながら、実機 PWR プラント運転時には炉内の温 度はおよそ 300 ℃にも達し、前述の残留応力改善工法に より導入された圧縮残留応力は熱時効初期において緩和 する可能性も報告されている[5]。これについては過去の 研究[6,7]により、ごく表面付近では短時間で回復による

連絡先: 于麗娜、〒565-087 大阪府吹田市山田丘 2-1 大阪大学大学院工学研究科 E-mail: yulina@mapse.eng.osaka-u.ac.jp 応力改善効果の減少が生じるが、その後の応力改善効果 は長期安定であることが示唆された。しかしながら、その 応力緩和挙動に関しては組織解析や速度論的検討など詳 細なメカニズムの解明はほとんど行われていない。その ため、各応力緩和工法による効果の安定性や施工部の耐 SCC 性の尤度も明確にされていないのが現状である。

先行研究[8,9]では機械加工が施工されている、実機運転を想定した実験が行われたので、各応力改善工法施工前の機械加工の影響と各応力改善工法の効果が明確してない。そこで本研究では、機械加工が施工されていない、WJPとバフ研磨のみ施工するというような非実機環境についての実験を行い、硬度低下挙動の速度論的検討、EBSD結晶方位解析および陽電子寿命法を用いて、圧縮残留応力の緩和挙動とメカニズムを検討した。

2. 供試材料および実験方法

本研究で用いた供試材料は、Table 1 に示す化学組成を 有する Ni 基 600 合金である。試験体は 100×50×10 mm³の 寸法を有する板材であり、WJP とバフ研磨を実施した。 実機温度下における硬さの低下挙動を検討するため、 熱時効試験を実施した。保持時間が lhr 以上の場合はマ ッフル炉を、lhr 以内の場合は高周波加熱装置を用いた。 高周波加熱装置を用いる場合の昇温速度は30℃/s 程度と し、マッフル炉においては設定温度まで昇温した炉内に 試験片を投入することにより昇温した。冷却はいずれの 装置を用いた場合も水冷を行った。速度論的検討の熱時 効条件は290、340、390、440℃の4 つの温度条件に対し てそれぞれ5 つの時間条件とする、合計20条件で行った。

硬さ試験は試験片切り出し後の断面に対して行った。 試験片 6×6×10 mm³に切り出した後、断面に対して耐水研 磨紙 3000 番まで湿式研磨を行うことで、試験片断面を鏡 面仕上げした。速度論的検討を目的とし、表面から深さ 30 µm で測定した。7点の測定を行い、最大値・最小値の各 1点ずつ、計2点を除外した5点平均を各時間の硬さと して整理した。試験機には島津製作所製 HMV-G を用い た。試験条件は試験荷重 245 mN、保持時間 15 s とした。

WJPとBuffの施工や応力緩和による試験片表面近傍の 結晶方位の変化を調査するため、電子後方散乱回折法 (Electron Backscatter Diffraction: EBSD)による結晶方位解析 を実施した。試験片を切断面に対して耐水研磨紙 3000 番 まで湿式研磨を行い、1 µm ダイヤモンドペーストにてバ フ仕上げを行うことで観察面を鏡面仕上げした。電解液 20%硫酸メタノールで電解研磨を行い、組織観察用試料 を作製した。EBSDの測定条件は、加速電圧 20kV、照射 電流 15 nA 程度とし、倍率およびステップサイズは応力 改善工法施工材で150 倍、3 µm、冷間圧延材で500 倍、 0.5 µm とした。結晶方位解析情報から、結晶方位を示す 逆極点図 IPF (Inverse Pole Figure)マップ、隣接ピクセル間 の結晶方位差を表す KAM (Kernel Average Misorientation) マップおよび同一結晶粒内の方位差を平均した局所方位 差をあらわす GOS (Grain Orientation Spread)マップ、同一 結晶内で基準方位に対する場所ごとの方位差を示す GROD (Grain Reference Orientation Deviation)マップを取得 した。

空孔型欠陥の測定には、陽電子寿命法を用いた。陽電子 寿命法は、電子の反粒子である、陽電子が材料中の電子と 対消滅するまでの時間から、材料中に存在する空孔型の ナノ欠陥(原子空孔、転位など)を非破壊で評価可能な方 法である。陽電子を用いた欠陥検出の概念図を Fig. 1 に 示す。陽電子は正の電荷を持っため、空孔型欠陥が存在し ない場合は、正の電荷を持った原子核から離れた格子間 位置で消滅する。材料中に空孔型欠陥が存在すると、そこ にトラップされた後に周囲の電子と対消滅する。陽電子 の寿命は電子と陽電子の出会う確率、すなわち電子密度 と陽電子密度の積に反比例する。欠陥位置では、格子間位 置と比較して電子密度が小さいため、その時の空孔型欠 陥が材料中に存在すると、陽電子寿命が長くなる。また、 格子欠陥の密度が高くなるほど欠陥位置にトラップされ 消滅する陽電子の割合が高くなるため、陽電子寿命が増 加する[10-12]。

陽電子寿命測定には Teledyne Lecroy 製デジタルオシロ スコープ Wave Runner 610Zi と BaF_2 シンチレータをマウ ントした2対の光電子増倍管で構成された測定システム を用いた。陽電子線源としては日本アイソトープ協会製 Na-22 薄膜陽電子線源 NA351 を用い、2 枚の試料で挟み 込んだ状態で室温の大気雰囲気中にて陽電子寿命測定を 行い、300万カウントの陽電子寿命スペクトルを収集した。 純ニッケルに対する陽電子寿命スペクトルを RESOLUTION [13]で解析することによって、測定システ ムの時間分解能177ps、線源成分陽電子寿命397ps、相対 強度 15%と決定した。これらのパラメータは POSITRONFIT Extended [14]を用いた、以後の陽電子寿命 スペクトル解析に用いた。陽電子消滅法による測定され る領域の直径は約 5 mm であった。Ni 基合金への Na-22 陽電子線源から放出される陽電子の侵入深さ分布の計算 結果を Fig. 2 に示す。陽電子の侵入深さは 30~40 µm に 最も集中していることがわかる。

Table 1 Chemical composition of alloy 600 (mass%).

С	Si	Mn	S	Cu	Cr	Fe	Ni
0.001	0.19	0.49	0.001	0.01	15.5	7.97	Bal.



Fig. 1 Schematic diagram of positron annihilation lifetime technique.



Fig. 2 Positron penetration depth for Inconel alloy.

3. 硬さ低下挙動の速度論的検討

3.1 熱時効に伴う硬さ低下現象

機械加工なしの WJP とバフ研磨施工材について、加 工表面からの深さ方向の硬さ分布を測定した結果を Fig.3 に示す。図には、母材硬さの平均値(170 HV)を 破線で示している。WJP およびバフ研磨の両方で表面 の硬さが高く、表面から試料内部へむかって硬さは低 下しており、加工表面から深さ 0.5 mm の位置では母 材硬さまで低下していた。また、表面近傍では、バフ 研磨に比べて WJP による試料表面硬さが高くなって いた。また、WJP とバフ研磨施工材に対して、 440°C/50h で熱時効を行い、硬さの測定結果を Fig.4 に 示す。熱時効による硬さの低下が見られた。



Fig. 3 Depth distribution of hardness of WJP and Buff before thermal aging.



Fig. 4 Depth distribution of hardness of WJP and Buff after thermal aging.

3.2 硬さ低下挙動の速度論的検討方法

硬さの低下を扱うにあたり、得られた硬さの結果から 硬さの低下率を求めた。本検討では、硬さ低下率として、 以下の式(1)を定義した。得られた結果について、式(2)に 基づき、Johnson-Mehl プロットを行い、その結果から得ら れた速度定数について、Arrhenius プロットを行った。

$$f = \frac{HV_{before} - HV_{aged}}{HV_{before} - HV_{affer}}$$
(1)

$$f = 1 - \exp\left\{-\left(Kt\right)^n\right\}$$
(2)

ここで、*f*:硬さの低下率、*HV_{aged}*:各条件下での熱時効後 硬さ(HV)、*HV_{before}*:熱時効前硬さ、*HV_{after}*:緩和完了後硬 さである、*K*:速度定数(*s*¹)、*t*:時間(*s*)、*n*:アブラミ指数 である。式(2)を整理し、両辺に2回ずつ対数をとると、 以下の式(3)が得られる。

$$\ln\left\{\ln\left(\frac{1}{1-f}\right)\right\} = n\ln K + n\ln t \tag{3}$$

式(3)をもとに、Johnson-Mehl プロットを行った。得られ た傾きが *n* となる。一方、一般に速度定数 *K* は以下の式 (4)に示す Arrhenius 型の式で示される。

$$K = K_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{4}$$

ここで、 K_0 :定数(s^1)、Q:活性化エネルギー(J/mol)、R: 気体定数(8.314 J/mol·K)、T:温度(K)である。式(4)に対し て両辺に自然対数をとると、以下の式(5)が得られる。式 (5)を用いて、Arrhenius プロットを行った結果よりQ、 K_0 を求めた。

$$\ln K = \ln K_0 - \frac{Q}{R} \frac{1}{T}$$
(5)

以上で得られた結果に基づき、各応力改善工法における 硬さ低下挙動の速度論的検討を行った。

3.3 熱時効に伴う硬さ低下挙動に関する速度論的 検討

WJP とバフ研磨施工材に対して熱時効に伴う硬さの低 下挙動を調査した。硬さ測定結果を Figs. 5-6 に示す。図 中上の破線は熱時効前の硬さを、下の破線は熱時効完了 後の硬さを表す。各時効温度において、硬さは低下してお り、時効温度が高いほど早期に硬さの低下が生じたこと がみられる。

WJP とバフ研磨施工材各条件において熱時効後の硬さ について、式(1)を用いて硬さ低下率fを求めた後、式(2) に基づき Johnson-Mehl プロットを行った結果を Figs. 7-8 に示す。また、Johnson-Mehl プロットから得られた結果 について、式(4)に基づき Arrhenius プロットを行った結果 を Figs. 9-10 に示す。同一の直線にのっているため、速度 は Arrhenius の式で整理できることが分かった。



Fig. 5 Hardness reduction behavior of WJP processed samples during thermal aging.



Fig. 6 Hardness reduction behavior of buffing processed samples during thermal aging.



Fig. 7 Johnson-Mehl-Avrami plots of hardness reduction behavior of WJP processed samples.



Fig. 8 Johnson-Mehl-Avrami plots of hardness reduction behavior of buffing processed samples.



Fig. 9 Arrhenius plots of hardness reduction behavior of WJP processed samples.



Fig. 10 Arrhenius plots of hardness reduction behavior of buffing processed samples.

以上の結果より、Johnson-Mehl プロットから得た傾き n と、Arrhenius プロットから得た Q と K₀の値を Table 2 に まとめた。WJP とバフ研磨施工材に対して、時間指数 n と活性化エネルギーQ は 2 工法とも同等の値を示してい ることから、同じメカニズムによって硬さの低下が生じ ると考察できる。

	Buff	WJP
n	0.3105	0.3243
Q (kJ/mol)	Q (kJ/mol) 119.16	
K0 (s-1)	1.234 × 10⁵	1.902 × 10⁵

Table 2 Comparison of constants.

4. EBSD 結晶方位解析による熱時効前後のひず み分布比較

WJP とバフ研磨施工材の加工面近傍のひずみ分布を調 査するため、切り出し後の試験片断面組織に対してEBSD 結晶方位解析を実施した。いずれのマップにおいても上 部が試験片加工表面であり、表面から約500 µm の範囲で 解析した。

熱時効前後のWJPおよびとバフ研磨施工材のEBSD解 析結果をFig. 11 に表す。熱時効前、両工法の施工面付近 ひずみの導入が見られる。しかし熱時効後、WJP および とバフ研磨のいずれの工法においてもKAM 値やGOS 値、 GROD 値の分布の仕方に熱時効に伴う大きな変化は見ら れなかった。従って、WJP およびとバフ研磨施工材に対 して、熱時効後ひずみが残存し、熱時効によるマップ上の 変化は小さいことが分かった。



Fig. 11 Crystal orientation maps of WJP and buffing processed samples before and after thermal aging.

5. 陽電子寿命の変化検討

試験片内の空孔型欠陥量の把握のため、陽電子消滅寿 命法を用いて陽電子寿命の計測を行った。熱時効前の WJP とバフ研磨施工材の陽電子寿命を Fig. 12 に示す。両 方とも溶体化処理材(ST)よりも大きくなっており、応力改 善工法により空孔型欠陥が導入されていることがわかる。 また、バフ研磨施工材に比して WJP 施工材のほうが大き いことがわかる。これより、WJP においてバフ研磨を上 回る空孔型欠陥が導入されていることが伺える。

また、340℃/50hの条件における熱時効後のWJPとバ フ研磨施工材に対しても陽電子寿命を計測した。その結 果をFig. 13 に示す。熱時効によって2工法の陽電子寿命 は低減したが、340℃/50hの熱時効後においてもST材 と比較して陽電子寿命は高い値を示しており、熱時効後 においても格子欠陥の存在が確認された。

陽電子寿命計測で得られたスペクトルを3成分解析し、 全空孔型欠陥に対する転位と空孔の比率および量を算出 した。熱時効に伴う転位密度の変化をFig.14に示してい る。熱時効によって転位密度は低減したが、熱時効後にお いてもST材より高い値を示しており、熱時効後において も格子欠陥の存在が確認された。



Fig. 12 Positron lifetime comparison between WJP and

buffing.



Fig. 13 Positron lifetime comparison before and after thermal aging.

熱時効前後のWJPとバフ研磨施工材の転位と空孔の割 合(相対強度)をそれぞれFig.15とFig.16に表す。また、 熱時効前後における転位と空孔の量の変化をTable2に示 す。熱時効によって転位量と空孔量の両方の減少が確認 できるが、WJP施工材熱時効前では転位と空孔の割合が 約1:1であったが、熱時効後には転位の割合が約90%を 占め、空孔の割合が約2%に低減した。つまり、熱時効に よって空孔が大量に消滅し、転位が部分的に残存してい ることになる。また、バフ研磨施工材に対して、熱時効前 では転位の割合が高いであり、熱時効後には空孔はほぼ 全部消滅し、転位はまた約3分の1が残っていることが 分かった。つまり、WJPとバフ研磨応力改善工法の施工 材に対して、熱時効によって空孔が大量に消滅し、転位が 部分的に残存していることになる。













Fig. 16 Relative intensity and lifetime of lattice defects after thermal aging.

Table 2 Dislocation density and vacancy conce	ntration
before and after thermal aging.	

9	Defect	Dislocation density (m ⁻²)	Vacancy concentration (ppm)
WJP -	Before thermal aging	6.63×10 ¹⁴	37.00
	After thermal aging	2.42×10 ¹⁴	0.32
Buff -	Before thermal aging	3.60×10 ¹⁴	3.20
	After thermal aging	1.05×10^{14}	0.00
ST		1.42×10 ¹³	0.00

6. 応力緩和のメカニズム検討

以上の結果から熱時効による硬さの低下挙動は Johnson-Mehl の式に従っており、その速度はArrhenius の 式で整理できることが分かった。そして得られた n、Q 値 が同等であることから、同じメカニズムによって硬さの 低下が生じると考えられる。また、先行研究[6]では硬さ の低下挙動の速度論により残留応力緩和の速度論を議論 できることがわかっており、同様の残留応力の低下挙動 を示すと考えられる。

硬さ低下現象の活性化エネルギーQ は、律速する機構 により値が異なることが知られている。純 Ni や Ni 基合 金の活性化エネルギーについて、門間らは純 Ni の自己拡 散の活性化エネルギー、284.5 kJ/mol という結果が得られ たと報告した[15]。Wuttig らは、純 Ni について、転位に 沿った拡散の活性化エネルギーとして 154.3 kJ/mol とい う結果が得られた[16]。また、Wycisk らは、純 Ni につい て、空孔の消滅の活性化エネルギーとして 119.6 kJ/mol と いう結果が得られたことを報告した[17]。本研究により得 られた活性化エネルギーは、格子拡散や再結晶、定常クリ ープより明らかに低く、転位拡散や単一空孔の移動を対 象とした場合に得られた活性化エネルギーとほぼ同様で あることが確認できる。ここで、回復とは、種々の加工に より生じた転位が高温環境下において転位の再配列また は消滅を起こす現象であり、これらは転位芯での原子の 移動や空孔の移動、それに伴う消滅等によりなされる。こ のことからも、本研究の硬さの低下が回復に起因するも のであることが考えられる。

また結晶方位解析では、応力改善工法によって導入さ れたひずみが熱時効によるわずかに緩和される様子が見 られたものの、母材に比べ大きなひずみが残存する結果 となった。先行研究において、応力改善工法によって導入 された圧縮応力については、熱時効による緩和が起こる ものの、その応力は長期的に安定するという報告が多数 寄せられている。つまり、導入された応力には緩和する部 分と緩和しない部分があると考えられる。

従って、応力改善工法による導入された残留応力の緩 和メカニズムを模式的に Fig. 17 に示すように推測できる。 まず、応力改善工法により空孔および転位を導入される。 熱時効の初期、導入された空孔が大幅に消滅、転位の一部 が減少する。しかし熱時効が長期保持する時、転位の中に は消滅せずに一部は再配列するなどを行い、比較的安定 な形で残存する可能性が考えられる。このように残存す る転位が原子力プラントの運転時の高温保持過程におい ても応力改善工法の施工部に導入された残留応力が長期 に渡る安定的な残存に寄与するのと推察される。



Fig. 17 Mechanism of residual stress introduction and residual stress relaxation during thermal aging.

7. 結言

本研究では、応力改善工法によって導入された圧縮残 留応力の緩和挙動を明確にするため、機械加工を施して いない WJP とバフ研磨施工材に対して硬さ試験、EBSD による結晶方位解析、陽電子寿命計測を行い、熱時効によ る残留応力緩和挙動への影響を調査した。その結果から 残留応力の長期安定性と初期緩和のメカニズムについて 検討した。得られた主な結果を以下に示す。

- WJP とバフ研磨施工材に対して、熱時効に伴う硬さの低下挙動は Johonson-Mehl の式に従っており、その 速度は Arrhenius の式を使って整理できることがわかった。
- (2) EBSD 結晶方位解析より、WJP とバフ研磨の施工に よってひずみが導入されていることが確認された。 また、熱時効による大きな変化はみられなかった。
- (3) WJP とバフ研磨施工材において、熱時効による陽電 子寿命の低下が見られたが、溶体化処理材に比べて 大きな陽電子寿命が維持されていることから、熱時 効後も格子欠陥が残存していると推測された。
- (4) 応力改善工法の施工材における熱時効に伴う空孔の 大幅な減少と転位の残存から、初期緩和は主に空孔 の消滅によるものであり、部分的な転位の残存によ り長期安定であることが推測される。

参考文献

- (1) 齋藤昇、波東久光、吉久保富士夫、守中廉、"WJP による残留応力改善効果の持続性評価"、日本材料学 会第59期学術講演会講演論文集、2010、pp. 307-308.
- [2] K. Okimura, T. Ohta, T. Konno, M. Narita and M. Toyoda, "Reliability of Water Jet Peening as Residual Stress Improvement Method for Alloy 600 PWSCC Mitigation", Proceeding of the 16th International Conference on Nuclear Engineering, Vol. 1, 2008, pp. 565-570.
- [3] 千田格、角谷利恵、吉岡洋明、斎藤大蔵、澤徹、小林大輔、伊藤明洋、宮部正道、鍵谷幸生、"ニッケル 基超合金 Alloy 706 のレーザピーニングによる応力 改善"、日本機械学会論文集、Vol. 79、No. 799、2013、 pp. 249-252.
- [4] 角谷利恵、斎藤大蔵、千田格、吉岡洋明、石橋和利、 小林大輔、伊藤明洋、宮部正道、阿知波雅宏、岸本 喜久雄、"Ni 基超合金 Alloy706 のピーニング施工材

の熱時効処理による圧縮残留応力緩和挙動の評価"、 日本材料学会、Vol. 65、No. 3、2016、pp. 199-206.

- [5] 西川聡、中田志津雄、堀井行彦、古村一朗、山口篤 憲、"圧縮残留応力付与部の熱時効による応力緩和挙 動"、溶接・非破壊検査技術センター技術レビュー、 Vol. 4、2008.
- [6] 于 麗娜、才田一幸、西本和俊、千種直樹、"ウォー タジェットピーニング施工材の実機環境下における 残留応力緩和挙動—Ni 基合金に対する応力改善効 果の長期安定性評価(第1報)—"、保全学、Vol. 18、 No. 1、2019、pp. 91-98.
- [7] 于 麗娜、才田一幸、西本和俊、千種直樹、"各種残 留応力改善工法による効果の安定性に関する速度論 的検討—Ni 基合金に対する応力改善効果の長期安 定性評価(第2報)—"、保全学、Vol. 18、No. 1、2019、 pp. 99-106.
- [8] 于 麗娜、才田一幸、西本和俊、千種直樹、"EBSD 解 析による Ni 基合金応力緩和過程の組織学的検討"、 保全学、Vol. 19、No. 4、2021、pp. 99-106.
- [9] 于 麗娜、才田一幸、西本和俊、千種直樹、"陽電子 消滅法を用いた Ni 基合金残留応力緩和メカニズム の検討"、保全学、Vol. 19、No. 4、2021、pp. 91-98.
- [10] 山脇正人、"サブナノ・ナノ空孔評価のための陽電子 寿命測定技術の現状と課題"、産総研計量標準報告、

Vol. 8, No.3, 2011, pp.367-381.

- [11] 長谷川雅幸、"陽電子消滅法の原理と格子欠陥研究"、 まてりあ、Vol. 35、No.2、1996、pp.93-102.
- [12] 山下孝子、勝山仁哉、佐藤馨、水野正隆、荒木秀樹、 白井泰治、"陽電子消滅法を用いた Fe-Cu 合金の低温 時効硬化の評価"、鉄と鋼、Vol. 97、No. 11、2011、 pp.18-25.
- [13] P. Kirkegaard, M. Eldrup, O. E. ogensen and N. J. Pedersen, "Program system for analysing positron lifetime spectra and angular correlation curves", Computer Physics Communications, Vol. 23, 1981, pp. 307-335.
- [14] P. Kirkegaard and M. Eldrup, "POSITRONFIT extended: A new version of a grogram for analysing positron lifetime spectra", Computer Physics Communications, Vol. 7, 1974, pp. 401-409.
- [15] 門間改三、須藤一、及川洪、"Ni-Cr 合金中の Ni⁶³ お よび Cr⁵¹の拡散"、日本金属学会、Vol. 28、No. 4、 1964、pp. 188-192.
- [16] M. Wuttig and H. K. Birnbaum, "Self-Diffusion along Edge Dislocations in Nickel", Physical Review, Vol. 147, No. 2, 1966, pp. 495-505.
- [17] W. Wycisk and M. Feller-Kniepmeier, "Quenching experiments in High Purity Ni", Journal of Nuclear Materials Vol. 69-70, No. 1-2, 1978, pp. 616-619.