

論説



Paper

自由鍛造におけるインコネル 718 プロセスモデリング技術の開発

八田武士*¹, 廣中智久*¹, 吉田広明*², 五十川幸宏*², 益永敦郎*³

Process Modelling of INCONEL alloy 718 for Free Forging

Takeshi Hatta, Tomohisa Hironaka, Hiroaki Yoshida, Sachihiko Isogawa, and Atsuo Masunaga

Synopsis

INCONEL alloy 718(IN718) has been used for important components such as gas turbine disk and jet engine shaft, and the amount of the usage are increasing. As for gas turbine disk, the demand of reliability has been getting stronger. One of the most effective methods to improve the reliability is grain refinement giving the increase of low fatigue strength and toughness.

In order to refine the micro-structure of IN718, the only method is recrystallization at lower temperature in forging because of single-phase material. To obtain the forged components having fine micro-structure, forging temperature, strain and their distribution must be controlled precisely.

Process modelling using FE analysis is very effective to design optimal forging processes to obtain the target micro-structure and mechanical properties of the components. We have originally developed the digital engineering system named DAINUS composed of 4 prediction modules, which are (1)damage prediction module, (2)micro-structural prediction module, (3)die damage prediction module, (4)cavity consolidation prediction module.

In this work, we have developed micro-structural prediction data base and system for IN718. Micro-structural prediction under multiple recrystallization and partial recrystallization condition is very difficult to obtain sufficient accuracy. Moreover the it's system in incremental free forging is also difficult, because of the rapid increase and decrease of the temperature, strong strain distribution, occurrence of additional recrystallization by repeated forging during partial recrystallization.

In this paper, to solve these problems we have developed new micro-structural prediction system of IN718 by the following approaches, (1)establishment of the precise recrystallization data base in wide temperature range, (2)establishment of the incremental method corresponding to rapid temperature and strain change, (3)development of new averaging method. By these new approaches, we could obtain enough prediction accuracy even in incremental forging of gas turbine disk.

1. 緒 言

近年、発電機用ガスタービンは発電効率向上を目的として燃焼温度の高温度化が進んでおり、高温・高圧環境下で回転体として使用されるタービンディスクには、クリープ強度、高温引張強度、低サイクル疲労強度が求められる。材料の有効な強靱化手法の一つに結晶粒微細化があり、特

に低サイクル疲労強度を確保するため結晶粒微細化が求められる。タービンディスクの一般的な製造工程は、溶解、熱間鍛造、熱処理（溶体化熱処理、時効熱処理）、機械加工からなる。タービンディスク用素材として広く使用されている Ni 基耐熱合金インコネル 718 は、オーステナイト単相材料であるため、相変態による結晶粒微細化は望めない。したがって、熱間鍛造と熱処理工程で生じる再結

2007 年 5 月 31 日受付

* 1 大同特殊鋼(株)研究開発本部 (Daido Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 2 大同特殊鋼(株)研究開発本部, 工博 (Dr., Eng., Daido Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd.)

* 3 大同特殊鋼(株)渋川工場 (Shibukawa Plant, Daido Steel Co., Ltd.)

晶を利用した結晶粒微細化のみが有効な手段となる。材料の再結晶挙動は主に温度、ひずみに支配されるため、均一微細なミクロ組織を得るには、鍛造・熱処理中の温度分布・ひずみ分布を高精度に制御することが非常に重要となる。

大同特殊鋼(株)ではこれまでに、鍛造・熱処理プロセスの最適化を可能とするため、鍛造後の結晶粒径などを予測することができるデジタル・エンジニアリング・システム「DAINUS」(Daido Numerical Engineering System)の開発に精力的にとりこんできた。熱間鍛造試験によりインコネル718の再結晶挙動を詳細に調査し、再結晶挙動の予測式を構築することで、鍛造後の材質(結晶粒径)予測を可能とし、インコネル718鍛伸プロセスの最適化に成果を上げてきた^{1)~6)}。

しかしながら、これまでのインコネル718の材質予測システムでは、大気や金型への抜熱により冷却される材料表面部や、繰返し加工回数が多い場合に、結晶粒径の予測精度の低下が見られ、特に、材料表装部のような再結晶が進行しにくい部分再結晶組織では最大50%程度の誤差が生じている^{5),6)}。1工程当たりの打撃数が非常に多い逐次自由鍛造工程では、加工中に繰返し再結晶が生じ、また再結晶粒と未再結晶粒が混在する組織(以下、混粒組織)に対して加工が行われるため、再結晶挙動が複雑となり結晶粒径予測は非常に困難となる。さらに、逐次自由鍛造における結晶粒径予測システムは、各打撃ごとの加工発熱や金型への抜熱による急激な温度上昇や温度降下、局所的な加工により導入される強いひずみ分布、混粒組織からの新たな再結晶粒の形成に対応させる必要がある。

そこで本研究では、インコネル718において、逐次自由鍛造工程の最適化設計を可能とする材質予測システムを構築するため、低温・低ひずみ部の部分再結晶組織から高温・完全再結晶組織までの広範囲にわたる再結晶挙動を詳細に調査し、これらの挙動を再現可能な予測式を構築した。また、加工中の急激な温度変化やひずみ増分に対応可能な増分化手法の導入や、新しい平均化手法の考案などによって、逐次自由鍛造に対応可能な予測システムの構築を行った。さらに、実生産プロセスの工程設計ツールとしての有効性を検証するため、本予測システムを用いたタービンディスク(インコネル718)の工程設計を行い、実機試作により予測精度の検証を行った。目標平均粒径はタービンディスクの一般的な製品規格である $90\mu\text{m}$ 以下(ASTM No.4以上)とした。本報では、予測システムの構築結果、精度検証結果、タービンディスク試作結果について報告する。

2. デジタル・エンジニアリング・システム「DAINUS」

DAINUSは、独自に開発したデジタル・エンジニアリング・システムであり、次の4つの予測モジュールから成る。(1)材質予測モジュール「DAINUS-grain」、(2)割れ予測モジュール「DAINUS-damage」、(3)金型損傷予測モジュール「DAINUS-life」、(4)空孔予測モジュール「DAINUS-cavity」。これら4つの予測モジュールは、市販のFE解析ソフトであるMSC/Superform2005やSFTC/DEFORMのユーザーサブルーチン機能を用いて組み込まれる。これによりDAINUSは鍛造加工の変形、温度解析だけでなく、鍛造製品の品質や、工具寿命予測による製造コストも予測することが可能となる。Fig.1にDAINUSのシステム構成を示す。今回、新たにインコネル718の材質予測式を構築し、DAINUS-grainに組み込んだ。

2.1 材質予測モジュール「DAINUS-grain」

「DAINUS-grain」は、熱間加工や温間加工における組織、機会的性質を予測するシステムである。Fig.2に熱間加工

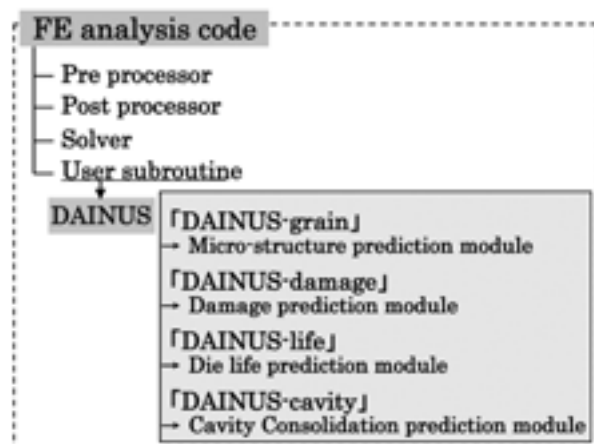


Fig.1. System composition of DAINUS.

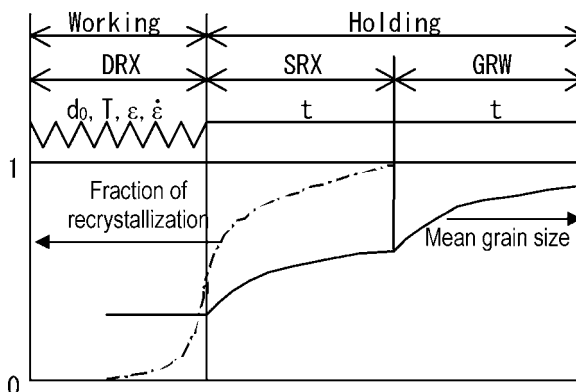


Fig.2. Schematic illustration of microstructure evolution in hot working.

における組織変化の模式図を示す。加工中の動的再結晶に続き、加工後のパス間では静的再結晶の進行と再結晶粒の粒成長が生じ、再結晶完了後は、定常粒成長へと移行する。また、鍛造加工のような非定常な大変形加工では、温度やひずみ、加工速度が急激に変化する。さらに、逐次鍛造のような繰返し成形法などでは、加工と再結晶、粒成長が繰り返され、極めて複雑な組織変化が生じる。このように、熱間加工における組織変化は複雑で、正確に予測することは、極めて高度な技術が要求される。

「DAINUS-grain」では、高精度な再結晶挙動や粒成長挙動の予測式の適用に加え、急激な温度変化や、大変形に対応するために増分化手法²⁾を積極的に取り入れている。また、部分再結晶領域の粒径予測や、再結晶途中での繰返し鍛造加工における粒径予測精度を高めるために、独自に考案した平均化手法を導入している。Fig.3 に材質予測計算のフローチャートを示す。加工が付与されるたびに、温度とひずみをしきい値として、再結晶の有無を判定する。再結晶が生じる場合、再結晶領域と未再結晶領域の、それぞれの面積率と粒径、残留ひずみ（≒転位密度）の計算を行う。再結晶領域では、加工で導入されたひずみはリセットされ、未再結晶領域では、回復によるひずみ減少量と粒径が計算される。最後に、二つの領域を互いに加算し、平均化することで、平均粒径を算出する。

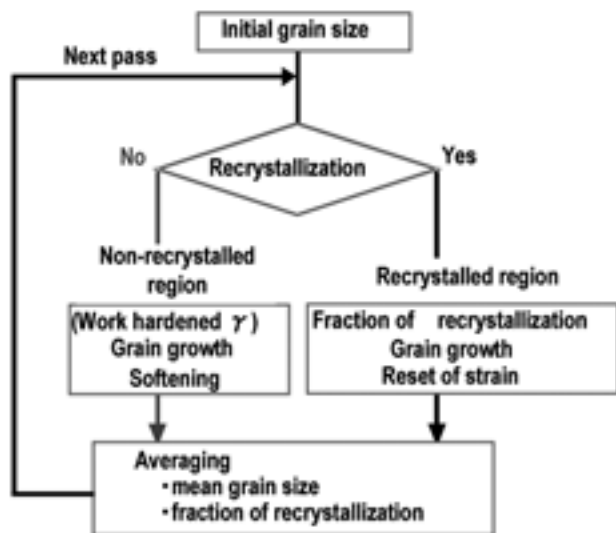


Fig.3. Flow chart of microstructural prediction system of INCONEL alloy 718 (DAINUS-grain).

3. インコネル 718 材質予測システムの構築

3. 1 供試材と実験方法

供試材にインコネル 718（成分を Table 1 に示す）を用い、低温度、低ひずみ域における部分再結晶領域から高温再結晶域の幅広い条件において、高い精度が得られる材質予測式の構築を行った。材質予測のためのデータベース構築には、温度、加工量、ひずみ速度、冷却速度を自由に制御できる熱間加工シミュレータを用いた（仕様を Table 2 に示す）。変形抵抗の測定には、端面拘束圧縮試験法により、温度 750 ～ 1150 ℃、ひずみ速度 0.001 ～ 6.7/s の範囲で測定し、FE 解析には加工発熱の影響を計算により除去した変形抵抗曲線を用いた。

Table 2. Capability of forging simulator.

Max. load	500 kN
Stroke	50 mm
Ram speed	20 ～ 500 mm/sec
Temperature	Max. 1300 ℃

再結晶挙動と再結晶粒成長挙動の調査のため、均一圧縮試験（ラストゲアエフ法）を行った。Fig.4 に均一圧縮試験で用いた試験片形状と、圧縮試験後の試験片形状を示す。均一圧縮試験では、試験片全体が均等に变形し、内部に一樣なひずみ分布が与えられる。Fig.5 に圧縮試験の実験プロセスを、試験条件を Table 3 に示す。試験温度は 1163 K ～ 1423 K までの恒温鍛造条件で実施した。加工後は、ミクロ組織を凍結させるため、すべての試験片を加工直後もしくは所定時間保持した後に、水にて急冷した。

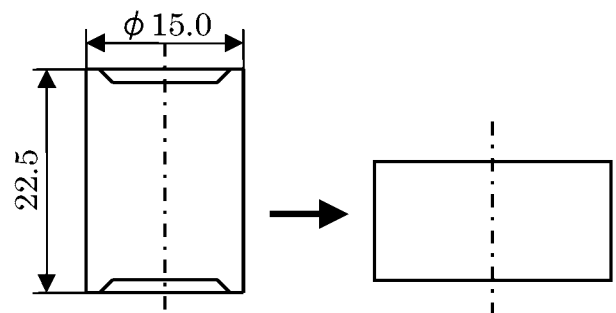


Fig.4. Schematic illustration of Rastegaeph compression test.

Table 1. Chemical composition of INCONEL alloy 718 (mass%).

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe
0.04	0.05	0.06	54.02	18.18	3.1	5.3	Bal.

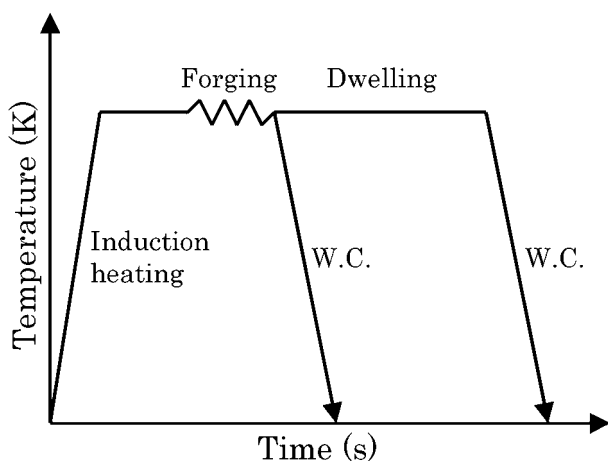


Fig.5. Experimental procedure for microstructural evolution.

Table 3. Experimental condition of Rastegaeph compression test.

Reduction in height	10 ~ 50 %
Strain rate	0.001 ~ 30 sec
Forging and dwelling temperature	1163 ~ 1423 K
Dwelling time	0 ~ 6561 sec

3. 2 実験結果

Fig.6 に鍛造温度 1223 K, 1253 K, 1323 K での、圧縮試験後のマイクロ組織を示す。再結晶粒は主に初期のオーステナイト粒の粒界に形成され、時間の経過と共に再結晶が占める面積率（再結晶面積率）が増加している。各鍛造温度ごとの、再結晶進行速度と再結晶粒成長速度を評価するため、マイクロ組織写真から各鍛造温度、各保持時間での再結晶領域の面積率と、再結晶領域の平均粒径を測定した。

Fig.7 に再結晶面積率と鍛造温度・保持時間との関係を、Fig.8 に再結晶粒径と鍛造温度・保持時間の関係を示す。

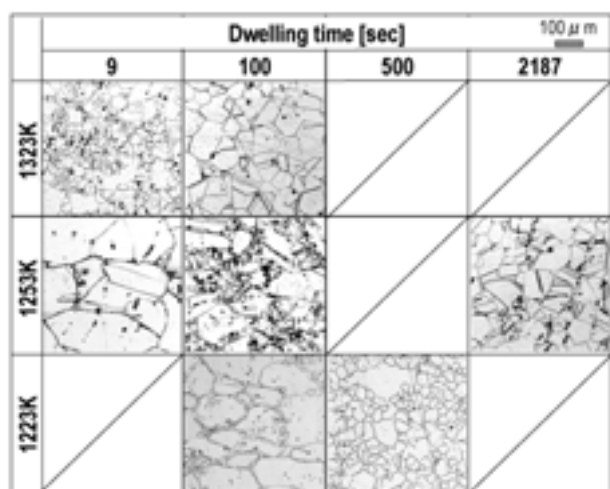


Fig.6. Microstructures after Rastegaeph compression test (ε=0.35).

再結晶進行速度は、高温になるほど増加し、短時間で再結晶が完了している。また、再結晶粒の粒成長速度においても同様に高温になるほど増加している。

3. 3 再結晶，粒成長予測式の構築

以上の実験結果から、結晶粒径の予測モデルの構築を行った。再結晶分率 X_{rex} の予測モデル、および粒成長予測モデルには、CM.Sellars らが提案している Avrami 型の再結晶分率予測モデルと、n 乗則による粒成長予測モデルを利用して、定式化した⁷⁾。ここで、式中の、 d_0 は初期粒径、 Q_S は再結晶における活性化エネルギー、 Q_{GROW} は粒成長における活性化エネルギー、 R は気体定数である。構築した予測式を用いた計算結果を、Fig.7 と Fig.8 の図中に、実線あるいは破線で示す。低温域から高温域の広い温

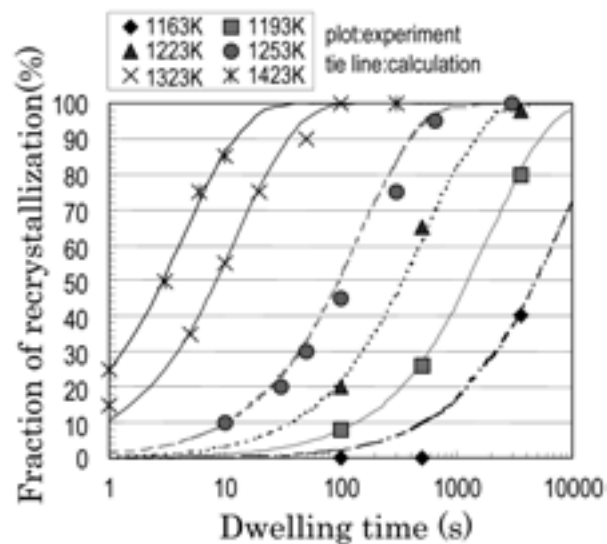


Fig.7. Recrystallization behavior of INCONEL alloy 718.

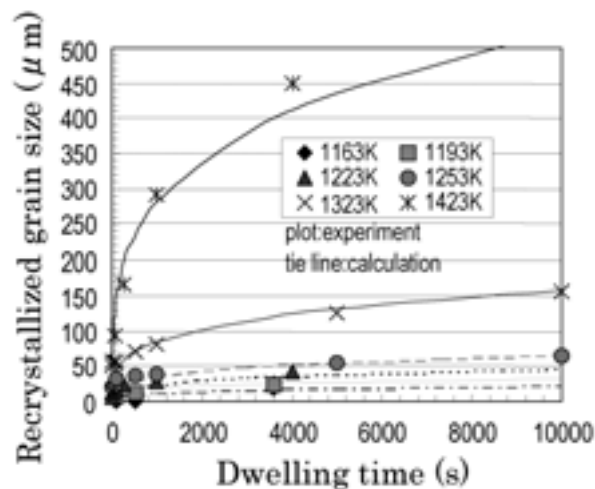


Fig.8. Grain growth behavior of recrystallized grain.

度域に渡って、高い精度で再結晶分率を予測することができている。また、粒成長においても同様に、短時間域から長時間域までの幅広い領域において、十分な予測精度が得られている。構築したインコネル 718 再結晶、粒成長予測式を、材質予測モジュール「DAINUS-grain」に導入した。

$$X_{\text{rex}} = 1 - \exp \left\{ -0.693 \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)^2 \right\} \dots\dots\dots (1)$$

$$t_{0.5} = C_1 \varepsilon^{C_2} d_0^{C_3} \exp \left(\frac{-Q_S}{RT} \right)$$

$$C_1 = 3.0 \times 10^{-24}, C_2 = -0.95, C_3 = 2.23, Q_S = 481 \text{ kJ/mol}$$

$$d_{\gamma \text{ REX}}^4 = d_{\gamma 0}^4 + C_4 t \exp \left\{ \frac{-Q_{\text{grow}}}{RT} \right\} \dots\dots\dots (2)$$

$$C_4 = 3.2 \times 10^{29}, Q_{\text{grow}} = 636 \text{ kJ/mol}, R = 8.31 \text{ J/K} \cdot \text{mol}$$

4. インコネル 718 材質予測システムの精度検証

インコネル 718 は高温強度に優れる反面、熱間での変形抵抗が高く、型入れ鍛造のような材料全面での大変形が困難となる。そのため、タービンディスクのような大型製品の鍛造時には、部分的な圧下を繰り返す逐次鍛造により成形を行う場合がある。このような加工においては、大気・金型への抜熱や加工発熱により、材料内部に強い温度分布やひずみ分布を有する。また、1 打撃当たりの変形量が微小なため、再結晶進行速度は遅く、混粒組織で加工が繰り返される。そのため、実用的には、強い温度分布やひずみ分布を有する混粒組織において、再結晶挙動、粒成長挙動を高精度に予測することが求められる。

そこで、逐次鍛造を模擬し、微小なひずみを最大 4 回付与する繰返し圧縮試験を行い、再結晶、粒成長挙動を調査した。次に、「DAINUS-grain」をコーディングした FE 解析コード (MSC / SuperForm2005) を用いて、試験工程の材質予測を行った。得られた試験結果と予測結果を比較することにより、材質予測精度の検証を行った。

4. 1 実験条件

試験片内部に強いひずみ分布を持たせるため、繰返し鍛造試験は端面拘束法にて行った。端面拘束法は試験片と金型間を拘束した状態で鍛造を行うため、不均一なひずみ分布を導入することができる。Fig.9 に試験プロセスを、

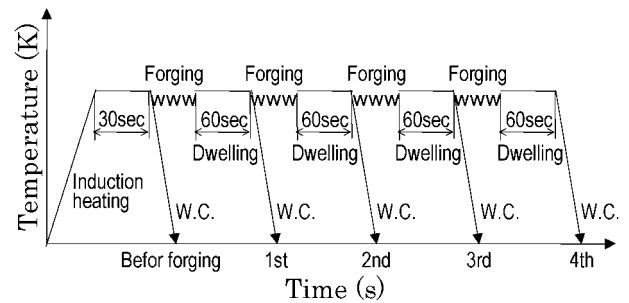


Fig.9. Experimental procedure of multi-step compression test.

Table 4 に試験条件を示す。試験温度は、さまざまな組織における繰返し鍛造を想定するため、1193 K (強い混粒組織)、1253 K (弱い混粒組織)、1323 K (完全再結晶組織) の 3 水準で行った。圧縮試験後は、所定時間保持した後、水にて急冷し、ミクロ組織を凍結した。

4. 2 実験結果

Fig.10 に試験後 (1253K) の試験片形状と、FE 解析で求めた試験片縦断面のひずみ分布を示す。金型に拘束される試験片端面 (部位④) は、4 打撃後においてもひずみがほとんど導入されていない。一方、試験片中心 (部位①) には変形が集中し、1.2 程度の大きなひずみが導入される。

Fig.11 に 1253 K における 4 打撃後の各部位のミクロ組織を示す。ほとんどひずみが導入されない部位④では平均 γ 粒径は約 $81.2 \mu\text{m}$ であるが、ひずみの増加にともない組織は微細化され、変形が集中する部位①では平均 γ 粒径 $12.5 \mu\text{m}$ の非常に微細な組織が得られた。各鍛造温度における部位①のミクロ組織変化を Fig.12 に、平均 γ 粒径の変化を Fig.13 に示す。1323 K では、各打撃間で再結晶が完了した等軸組織であり、打撃数の増加に伴う組織変

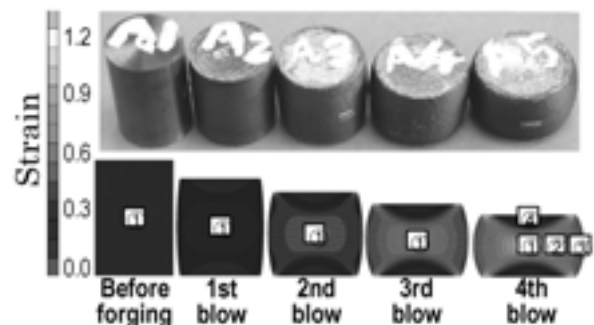


Fig.10. Strain distribution of multi-step compression test.

Table 4. Experimental condition of multi-step compression test.

Reduction in height	15 % pass, total 48 %
Strain rate	1.5 sec
Forging and dwelling temperature	1193 K, 1253 K, 1323 K
Dwelling time	60 sec

化はほとんど見られず、平均 γ 粒径は $38.7\mu\text{m}$ ではほぼ一定となった。一方、1253 K 以下では混粒組織となり、打撃数の増加に伴い組織は微細化され、4 打撃後における平均 γ 粒径は、1253 K では $12.5\mu\text{m}$ となり、1193 K では $44.9\mu\text{m}$ となった。また、1193 K では 4 打撃後においても、完全再結晶せず、強い混粒組織となった。

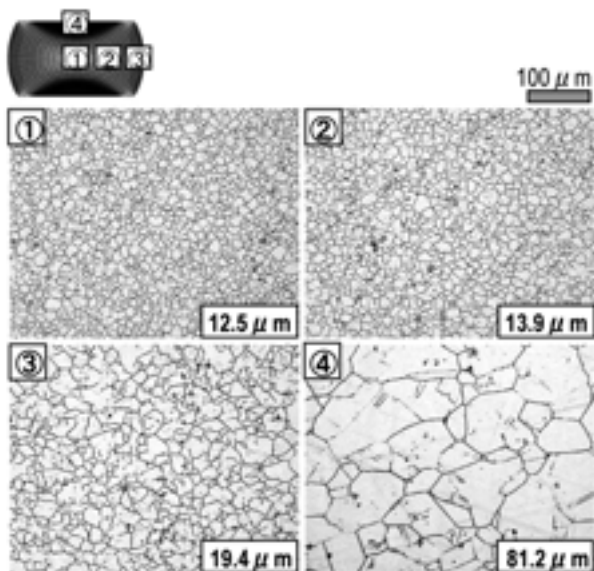


Fig.11. Microstructures after 4th blow at 1253 K.

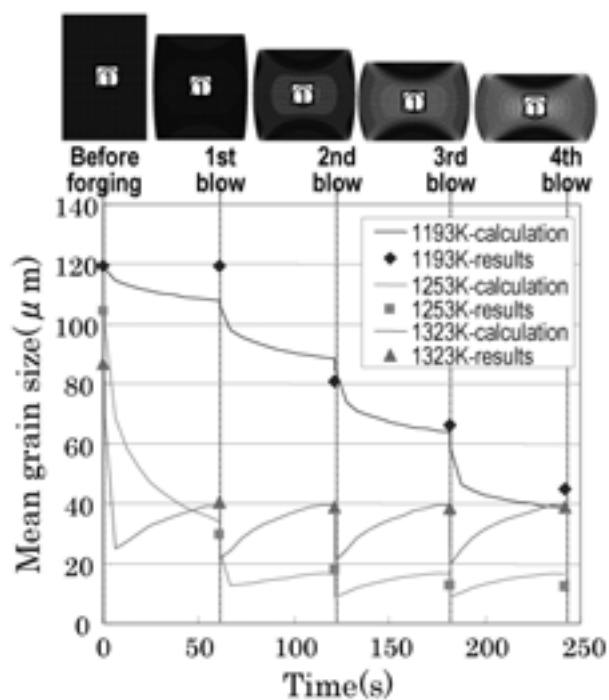


Fig.13. Comparison between analytical results and experiment results.

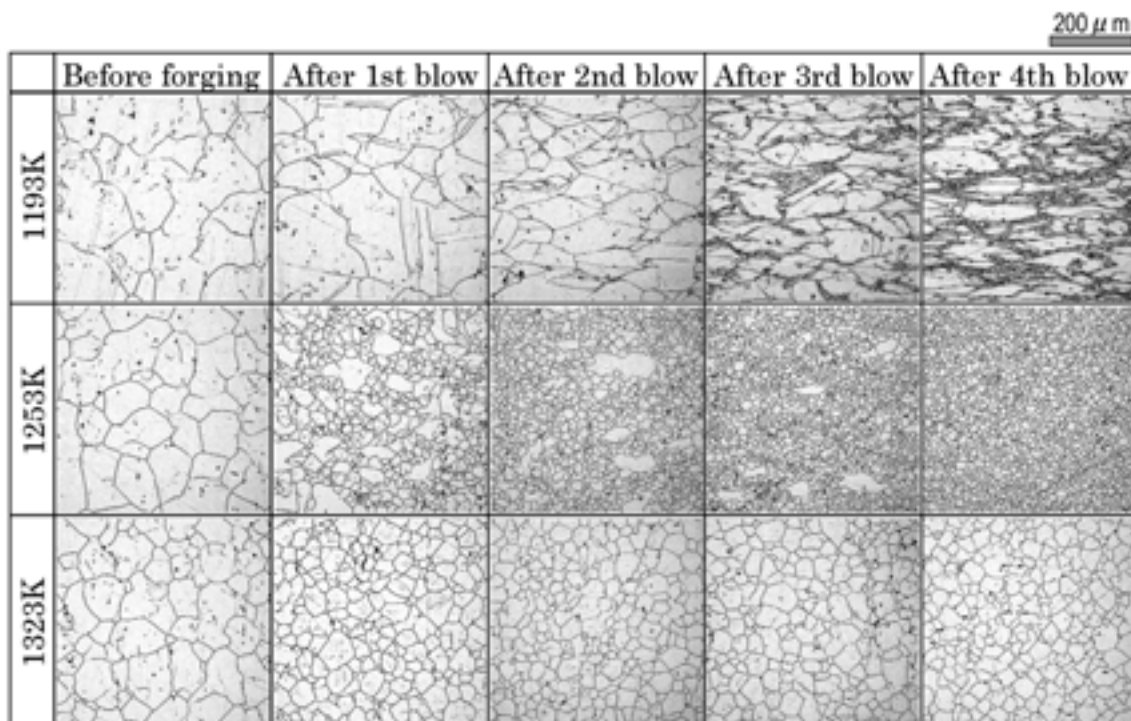


Fig.12. Microstructures in multi-step compression test.

Table 5. Caluculate condition.

Forging temperature	1193 K, 1253 K, 1323 K
Shear friction coefficient	1.0
Tool temperature	1193 K, 1253 K, 1323 K
Dwelling time	60 sec

4. 3 材質予測精度の検証

解析条件を Table 5 に示す。解析は 2 次元軸対称モデルにて行った。Fig.13 に、部位①における、各打撃後の平均 γ 粒径の予測結果を実線で示す。1253 K と 1323 K での平均 γ 粒径予測結果は、各打撃直後は再結晶が生じ、いったんは微細化されるが、打撃間で再結晶粒の成長が生じ粗大化した。また 1193 K では、再結晶の進行と粒成長速度が遅いため、平均 γ 粒径の予測値は各打撃ごとに微細化される。それぞれの温度において、平均 γ 粒径の予測値と実験結果とは良い一致を示した。また Fig.14 は、1253 K にて 4 回加工した後の、各部位の平均 γ 粒径の予測値と実験値との比較結果であり、両者は良い一致を示した。

以上より、材料内部に強いひずみ分布を有した混粒組織においても、今回新たに構築したインコネル 718 材質予測システム「DAINUS-grain」を用いることで、高精度に結晶粒径分布の予測を行うことが可能となった。

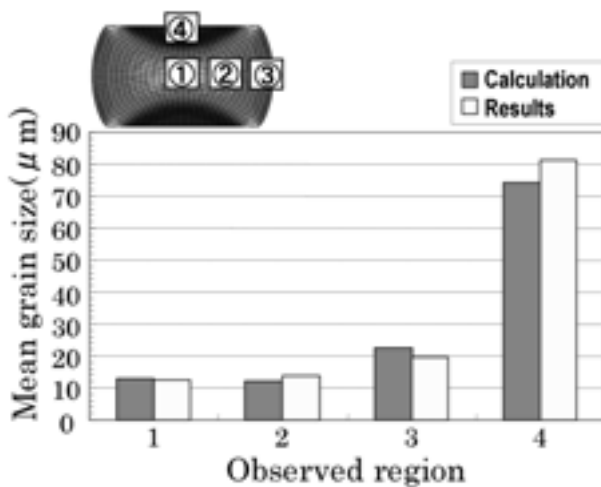


Fig.14. Comparison between prediction results and experiment results (at 1253 K).

5. タービンディスク製造工程の設計と試作鍛造

今回新たに開発したインコネル 718 材質予測システム「DAINUS-grain」の、鍛造、熱処理工程における工程設計ツールとしての有効性を検証するため、インコネル 718 タービンディスクの製造工程設計と試作鍛造を行った。

目標粒径は、一般的に求められる、溶体化熱処理後で平

均 γ 粒径 $90\mu\text{m}$ 以下 (=ASTM#4) とした。タービンディスクの製造プロセスを Table 6 に示す。鍛造には油圧プレス (35MN) を用いた (Table 7)。インゴット ($\phi 340 \times 1400\text{ L}$) を据込み・鍛伸により $\phi 400$ まで鍛造し、1323 K まで再加熱した後、 $\phi 900\text{ mm} \times \text{H}210\text{ mm}$ (Fig.15) まで逐次鍛造にて加工し、溶体化熱処理 ($1253\text{ K} \times 1\text{ h} \rightarrow \text{WC}$) を行った。鍛造工程間の加熱工程 (2nd HEAT, 3rd HEAT) では、高温で長時間保持することから、加工により微細化された組織は粒成長により粗大化する。このため、平均粒径 $90\mu\text{m}$ 以下で、かつ均質な組織を得るには、仕上げディスク鍛造工程が非常に重要となる。そこで、組織の均質化

Table 6. Processes of INCONEL alloy 718 turbine disk.

PROCESS	SCHEMATIC FIGURE
INGOT	$\phi 340\text{mm} \times 1400$
SOAKING	$1453\text{K} \times 30\text{h}$
1st HEATING	$1423\text{K} \times 15\text{h}$
UPSETTING	Upsetting ratio ($\phi 445.$)
STRETCHING	$\phi 400$
CONDITIONING	Grindin
CUTTING	Top Discard Bot Discard
2nd HEATING	$1323\text{K} \times 5\text{h}$
DISK FORGING (ROUGH FORGING)	Upsetting ratio 4.0 $\phi 800 \times \text{H}210$
3rd HEATING	$1323\text{K} \times 1.5\text{h}$
DISK FORGING (FINISH FORGING)	Upsetting ratio 1.3 $\phi 900 \times \text{H}160$
MACHINING	$\phi 840 \times \text{H}140$
SOLUTION TREATMENT	$1253\text{K} \times 1\text{h} \rightarrow \text{WQ}$
MACHINING	$\phi 810 \times \text{H}120$

Table 7. Capability of hydraulic forging press.

Max. load	35MN
Max. ram speed	120 mm/s

と、結晶粒径の微細化を図るため、「DAINUS」により、圧下率とパススケジュールの最適化を試みた。

Fig.16 に、ディスク鍛造の FE 解析モデルを示す。材料径に対して狭幅の金敷を用いて、1 打撃ごとに材料を回転させながら全体が所定厚さに達するまで繰返し鍛造を行った。1 打撃あたりの材料の回転角度は、デッドメタルが生じず、かつ加工効率を損なわない最適値を検討した。また、各打撃ごとに効率的に再結晶が生じるよう、1 打撃あたりの最適な圧下量を検討した。

その結果、ひずみ分布は、材料内部にデッドメタル部が存在することなく、ほぼ均一に導入された (Fig.17)。一方で温度分布は、内部は加工発熱により高温となり、表層部は抜熱により低温となるため、強い温度分布を有する (Fig.18)。Fig.19 に、溶体化熱処理前後の平均 γ 粒径分布



Fig.15. Outlook of forged disk.

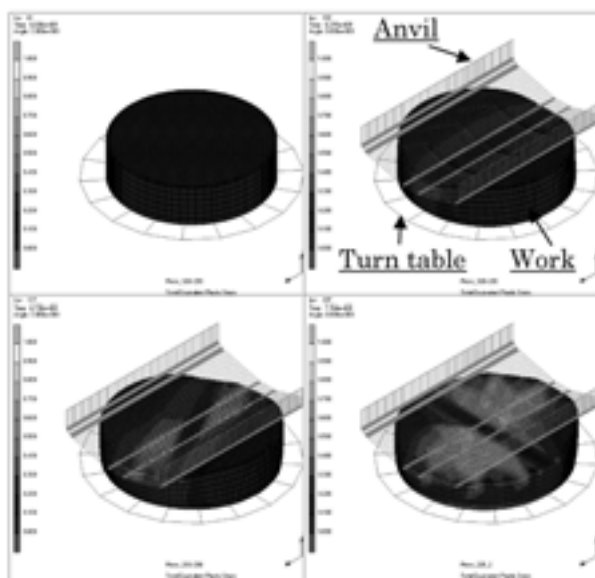


Fig.16. FE analysis model of turbine disk.

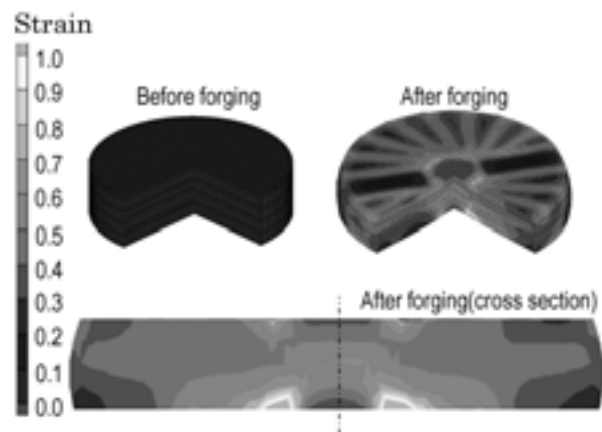


Fig.17. Strain distribution.

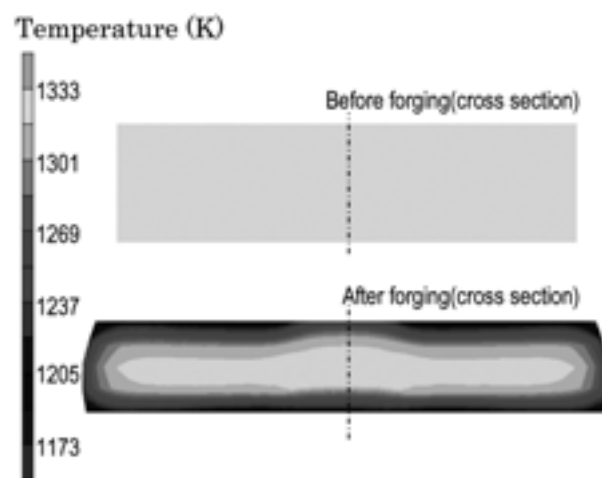


Fig.18. Temperature distribution.

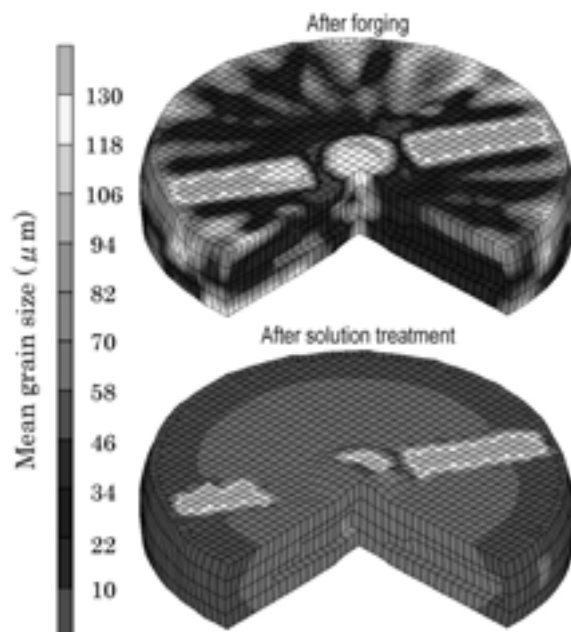


Fig.19. Predicted mean grain size distribution.

を示す。鍛造直後においては、表層部はひずみが導入されているが、低温のため再結晶が進行せず粗大な組織が残る（加工硬化 γ 粒）。しかし、溶体化熱処理により再加熱することで、加工硬化 γ 粒においても再結晶が進行し、平均 γ 粒径分布は改善され、ほぼ均一な分布が得られる。Fig.20 に、溶体化熱処理後の試作ディスクの平均 γ 粒径分布と、「DAINUS-grain」による予測平均 γ 粒径との比較結果を示す。金敷と接触する低温度部（部位①，②，③，⑦）では、若干の差異が認められるが、予測結果と試作結果は良く一致しており、実生産プロセスにおいても十分活用可能な精度であることが確認された。また、タービンディスクの全部位で目標平均 γ 粒径 $90\mu\text{m}$ 以下に対し、 $80\mu\text{m}$ 以下の微細な組織が得られており、鍛造・熱処理工程設計ツールとして、「DAINUS-grain」の有効性が示された。

6. まとめ

- (1) 混粒組織で繰返し再結晶が生じる逐次鍛造において、インコネル 718 材質予測システムを構築するため、部分再結晶から高温域再結晶まで広範囲に対応可能な材質予測式を新たに構築した。また、増分化手法と平均化手法を新たに開発し、「DAINUS-grain」に導入した。その結果、混粒組織においても結晶粒径分布を高精度に予測することが可能となった。
- (2) 結晶粒径 $90\mu\text{m}$ 以下を目標とし、「DAINUS-grain」を用いてインコネル 718 タービンディスク鍛造工程の鍛造温度、パススケジュールの設計を行った。その結果、製品全

体で $80\mu\text{m}$ 以下の均一微細な組織が得られ、工程設計ツールとしての有効性が示された。

（文 献）

- 1) 河野正道, 五十川幸宏: 電気製鋼, 70(1999), 249.
- 2) 河野正道, 五十川幸宏: 塑性加工春季講演会, (2000), 179.
- 3) 河野正道, 五十川幸宏, 中澤卓也, 土田豊: 塑加連合講論集, (2001), 77.
- 4) 河野正道, 五十川幸宏, 中澤卓也, 土田豊: 塑加連合講論集, (2001), 79.
- 5) 河野正道, 五十川幸宏: 塑加連合講論集, (2002), 361.
- 6) 河野正道: 塑加連合講論集, (2003), 143.
- 7) Sellars C.M.: Mater. Sci. Technol, (1990), 1072.

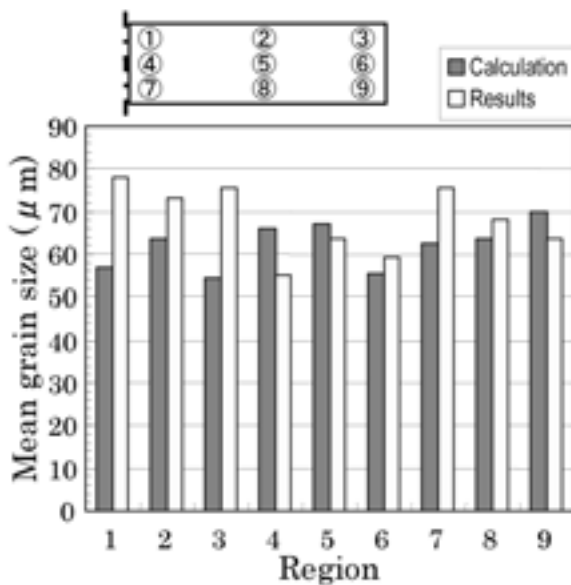


Fig.20. Comparison between prediction results and experimental results (after solution treatment).