

PENGARUH Mo DAN Ni TERHADAP STRUKTUR MIKRO DAN KEKERASAN BAJA TAHAN KARAT MARTENSITIK 13Cr

Efendi Mabruri*, Moch. Syaiful Anwar, Siska Prifiharni, Toni B. Romijarso, Bintang Adjiantoro

Pusat Penelitian Metalurgi dan Material - LIPI
Gedung 470, Kawasan Puspiptek, Tangerang Selatan
E-Mail: *effe004@lipi.go.id

Masuk Tanggal : 25-11-2015, revisi tanggal : 30-11-2015, diterima untuk diterbitkan tanggal 15-12-2015

Intisari

Sudu turbin uap pada umumnya dibuat dari baja tahan karat martensitik (tipe 13Cr) karena memiliki kekuatan tinggi, ketangguhan tinggi dan ketahanan korosi yang baik. Tulisan ini memaparkan pengaruh Mo dan Ni terhadap struktur mikro dan kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr dengan kondisi temperisasi pada 625 °C. Pengamatan struktur mikro dilakukan menggunakan mikroskop optik, SEM-EDS dan uji kekerasan dengan Rockwell C. Penambahan Mo ke dalam baja tahan karat martensitik 13Cr meningkatkan kandungan fasa ferit delta di dalam struktur mikro dan menurunkan kekerasan baja yang bersangkutan. Sedangkan penambahan 3%Ni ke dalam baja tahan karat martensitik 13Cr yang mengandung 3%Mo menurunkan kandungan fasa ferit delta di dalam struktur mikro dan meningkatkan kekerasan. Karbida logam yang terbentuk merupakan senyawa $M_{23}C_6$ dan penambahan 3%Mo menurunkan kandungan Cr di dalam karbida logam tersebut akibat substitusi parsial Cr oleh Mo.

Kata Kunci: Baja tahan karat martensitik 13 kromium, Molibdenum, Nikel, Ferit delta, Karbida logam

Abstract

The 13Cr martensitic stainless steels have been widely used for turbine blade materials in steam turbine system due to high strength, high toughness and good corrosion resistance. This paper reports the effect of Mo and Ni on the microstructure and hardness of 13 Cr martensitic stainless steel in tempered condition at 625 °C. Optical microscope and SEM-EDS were used for microstructural observation and Rockwell C for hardness testing. The addition of Mo into 13Cr martensitic stainless steel increased delta ferrite content in the microstructure and decreased Rockwell C hardness. On the other hand, the addition of Ni into the steel containing 3%Mo decreased delta ferrite content and increased the hardness. With respect to metal carbide, EDS analysis confirmed the formation of $M_{23}C_6$ in the steels and Mo addition decreased Cr content in the carbide due to partial substitution of Cr with Mo.

Keywords: 13 Cr martensitic stainless steel, Molybdenum, Nickel, Delta ferrite, Metal carbide

1. PENDAHULUAN

Sudu turbin pada pembangkit listrik tenaga uap merupakan komponen yang kritis yang mengubah energi dari aliran uap menjadi energi mekanik yang memutar poros turbin^[1]. Sudu turbin bekerja pada putaran yang tinggi dan lingkungan yang korosif yang menyebabkan sudu turbin rentan terjadi kegagalan terutama pada sudu turbin tekanan rendah^[2]. Kegagalan seringkali terjadi akibat kombinasi mekanik dan korosi dengan mekanisme utama korosi sumuran

(*pitting corrosion*), fatik korosi (*corrosion fatigue/CF*) dan korosi retak tegang (*stress corrosion cracking/SCC*) dengan dua mekanisme terakhir (CF dan SCC) pada umumnya berawal pada lokasi korosi sumuran^[3,4,5,6,7]. Untuk meningkatkan ketahanan sudu turbin terhadap kegagalan atau untuk meningkatkan umur pakainya, salah satu solusi yang bisa dilakukan adalah dengan meningkatkan ketahanan korosi sumuran dari material sudu turbin. Sudu turbin uap pada

umumnya menggunakan baja tahan karat martensitik (tipe 13Cr) sebagai bahan bakunya karena memiliki kekuatan tinggi, ketangguhan tinggi dan ketahanan korosi yang baik^[8]. Modifikasi komposisi kimia dan perlakuan panas merupakan metode yang umum untuk memperbaiki sifat-sifat mekanik dan ketahanan korosi baja tahan karat martensitik^[9,10]. Pengembangan baja tahan karat martensitik 13Cr dengan penambahan unsur Mo dan Ni telah dan sedang dilakukan oleh para peneliti untuk meningkatkan ketahanan korosi sumuran dan sifat mekanik^[11,12,13,14].

Sifat mekanik dan ketahanan korosi baja tahan karat martensitik sangat dipengaruhi oleh komposisi kimia dan struktur mikro yang terbentuk^[15,16]. Struktur mikro baja tahan karat dalam keadaan temper terdiri dari fasa-fasa martensit (temper), austenit sisa (*retained austenite*), δ ferit dan presipitat karbida logam. Fasa-fasa ini harus dikontrol untuk mendapatkan kombinasi sifat mekanik dan ketahanan korosi yang diinginkan. Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui pengaruh penambahan Mo dan Ni terhadap struktur mikro dan kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr dalam keadaan temper.

2. PROSEDUR PERCOBAAN

Empat buah komposisi baja tahan karat martensitik didesain dengan kandungan Mo dan Ni yang berbeda. Ingot dari keempat baja tersebut dengan ukuran 5 x 5 x 20 cm dibuat dengan menggunakan tungku peleburan induksi dari bahan baku skrap baja dan beberapa ingot unsur pepadu dalam bentuk *ferro alloy*. Semua ingot baja dipotong melintang menjadi dua bagian dengan masing-masing ukuran 5 x 5 x 10 cm dan kemudian pada salah satu bagian potongan dari masing-masing ingot dilakukan penempaan panas pada suhu awal 1125 °C sampai menghasilkan bilet dengan ukuran sekitar 3 x 3 x 30 cm. Setelah penempaan keempat bilet baja dipotong melintang dengan ukuran tebal sekitar 1 cm untuk digunakan sebagai sampel uji komposisi kimia dengan alat OES (*optical emission spectrometry*) dan hasilnya disajikan pada Tabel 1. Potongan bilet baja yang panjang dilakukan perlakuan panas austenisasi pada suhu 1000 °C selama 1 jam di dalam tungku *muffle* dan didinginkan cepat (*quenching*) di dalam cairan oli. Kemudian sampel baja dilakukan pemanasan temperisasi pada suhu 625 °C selama 1 jam dan didinginkan di udara terbuka. Pada keempat baja dalam

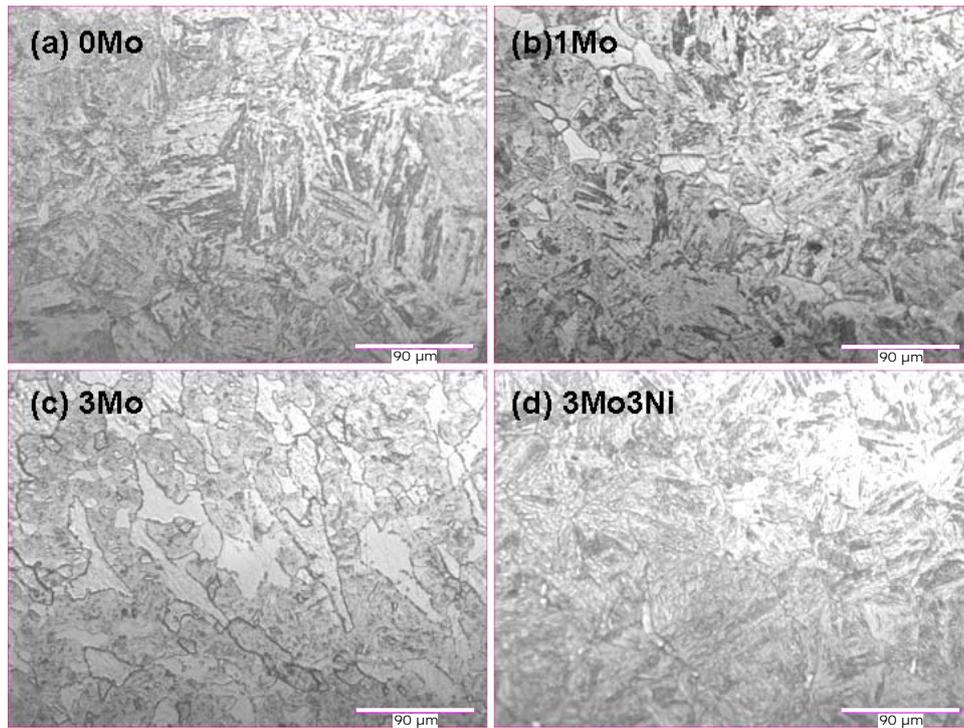
kondisi temper dilakukan pengujian metalografi (struktur mikro) dan kekerasan Rockwell C. Persiapan sampel untuk metalografi dilakukan dengan prosedur standar yang terdiri dari *grinding*, *polishing* dan *etching* menggunakan larutan nital 2%. Pengamatan struktur mikro dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik dan SEM (*scanning electron microscopy*) JEOL Model JSM-5400 dan analisis unsur menggunakan EDS (*energy dispersive spectroscopy*) yang terintegrasi dengan SEM.

Tabel 1. Komposisi kimia (% berat) baja tahan karat martensitik 13 Cr yang dibuat dalam penelitian yang dianalisis dengan OES

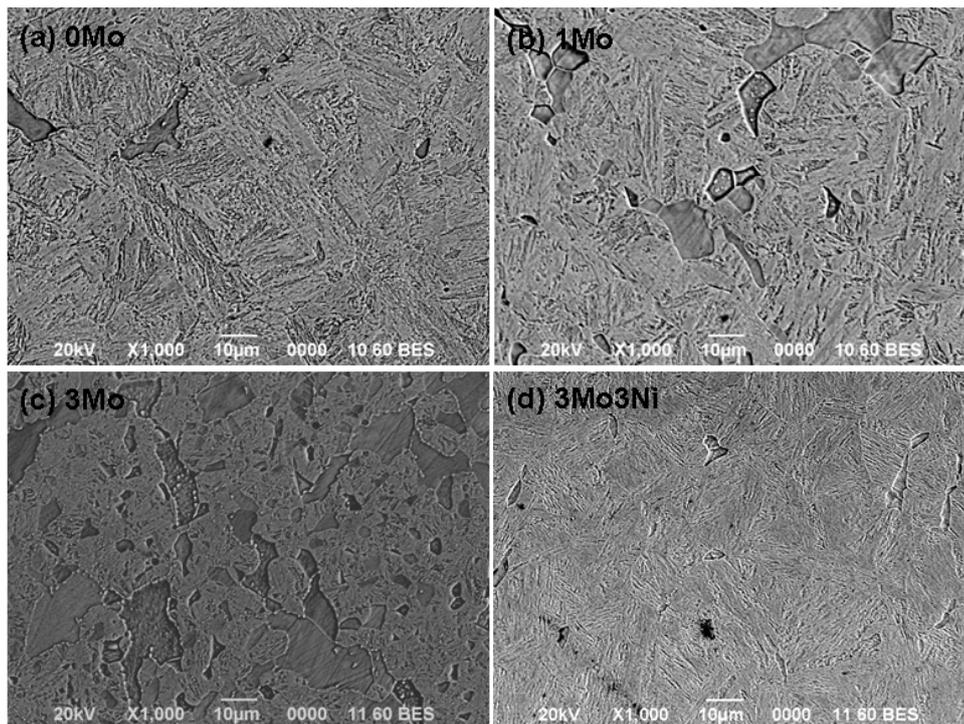
Baja 13Cr	C	S	P	Mn	Si	Cr	Mo	Ni
0Mo	0,13	0,001	0,01	1,07	0,39	13,33	0,02	0,29
1Mo	0,12	0,001	0,01	1,01	0,35	13,48	0,84	0,28
3Mo	0,14	0,001	0,01	0,99	0,31	12,94	2,64	0,29
3Mo3Ni	0,10	0,001	0,01	0,69	0,24	12,50	2,72	2,89

3. HASIL DAN DISKUSI

Gambar 1 dan Gambar 2 menunjukkan foto mikroskop optik dan SEM untuk struktur mikro semua sampel baja tahan karat martensitik tipe 13Cr setelah austenisasi pada 1000 °C dan temperisasi pada 625 °C. Secara umum struktur mikro ketiga baja tersebut terdiri dari sebagian besar martensit temper berbentuk bilah (*lath*), karbida logam, austenit sisa (*retained austenite*), dan ferit delta (δ). Fasa martensit temper tampak berukuran lebih besar pada baja 13Cr tanpa Mo dibandingkan dengan pada baja lainnya yang mengandung 1%Mo, 3% Mo dan 3%Mo3%Ni. Pada foto mikroskop optik, ferit delta tidak dapat diamati dengan jelas pada baja tanpa Mo (Gambar 1a) akan tetapi dapat dibedakan dengan jelas pada foto SEM (berbentuk pulau) yang terdapat dalam jumlah yang relatif sedikit (Gambar 2a). Jumlah dan ukuran fasa ferit delta meningkat pada baja yang mengandung 1%Mo dan menjadi dominan pada baja dengan 3%Mo yang terlihat dengan jelas baik pada foto mikroskop optik maupun foto SEM (Gambar 1b, 1c, 2b, dan 2c). Meningkatnya jumlah ferit delta dengan meningkatnya kandungan Mo di dalam baja 13Cr terkait dengan partisi Mo yang cenderung berada pada fasa ferit atau sebagai unsur penstabil ferit (*ferrite stabilizing element*). Pembentukan ferit delta dilaporkan juga oleh beberapa peneliti untuk baja tahan karat martensitik yang mengandung 1% Mo^[17] dan untuk baja tahan karat martensitik dengan kandungan Mo relatif nol^[18].



Gambar 1. Foto mikroskop optik untuk struktur mikro baja tahan karat martensitik 13Cr setelah austenisasi pada 1000 °C dan temperisasi pada suhu 625 °C untuk komposisi; (a) tanpa Mo, (b) 1%Mo, (c) 3% Mo, (d) 3%Mo3%Ni. Etsa Nital 2%



Gambar 2. Foto SEM untuk struktur mikro baja tahan karat martensitik 13 Cr setelah austenisasi pada 1000 °C dan temperisasi pada suhu 625 °C untuk komposisi; (a) tanpa Mo, (b) 1%Mo, (c) 3%Mo, (d) 3%Mo3%Ni. Etsa Nital 2%

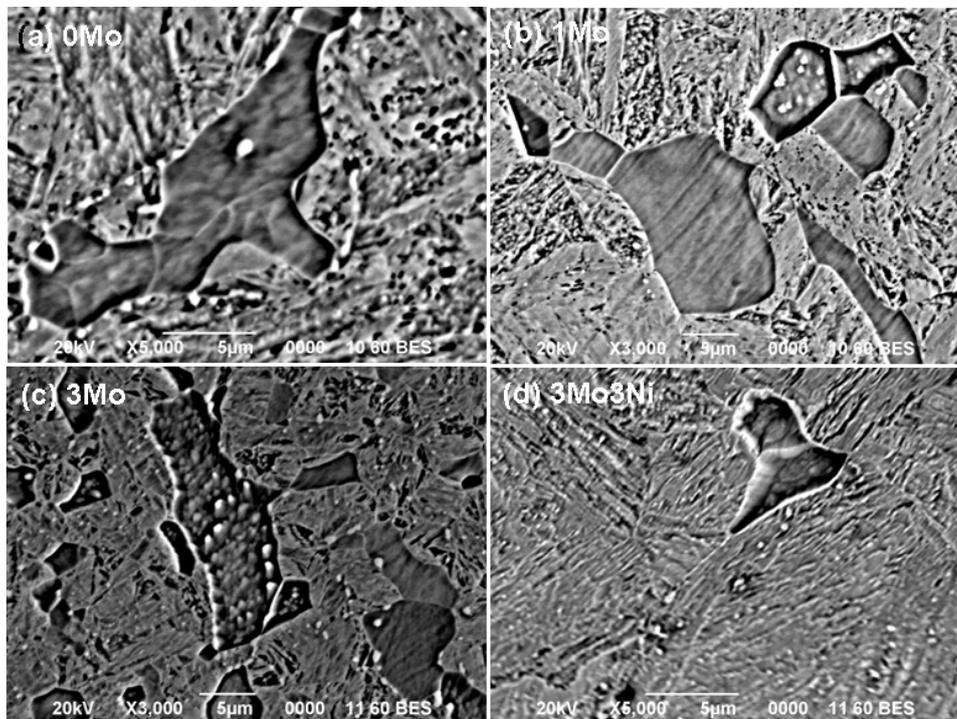
Fasa ferit delta berada pada selang suhu yang tinggi pada diagram fasa kesetimbangan dan sekitar di atas 1400 °C untuk paduan Fe–C–12,5Cr–4,5Ni–0,5Si–0,6Mn dan pembentukan fasa ferit delta pada suhu kamar terjadi akibat solidifikasi yang tidak setimbang^[19]. Penghilangan ferit delta sulit dilakukan dengan perlakuan panas konvensional, akan tetapi anil pada suhu 1250 °C selama 20 jam dilaporkan

dapat menghilangkan ferit delta platelet^[19]. Dalam pekerjaan ini, pekerjaan panas (*hot working*) berupa tempa pada suhu sekitar 1125 °C dilanjutkan dengan perlakuan panas austenisasi suhu 1000 °C dan temperisasi 625 °C tidak menghilangkan fasa ferit delta. Sementara itu penambahan 3% Ni pada baja dengan kandungan 3% Mo menurunkan jumlah fasa ferit delta cukup signifikan seperti

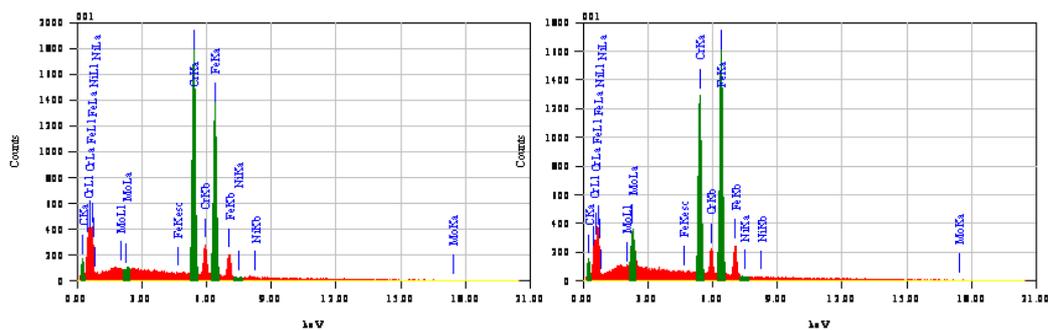
diperlihatkan pada Gambar 1d dan Gambar 2d. Penurunan ferit delta oleh penambahan Ni pada baja tahan karat martensitik juga dilaporkan oleh peneliti lain^[17].

Terkait dengan austenit yang merupakan fasa induk dari pembentukan fasa martensit, adanya austenit sisa yang tidak bertransformasi akan berada berbatasan dengan *lath* martensit. S. Zhang *et al.*^[20] dengan menggunakan TEM (*transmission electron microscopy*) melaporkan austenit sisa ditemukan berbentuk *lath* pada baja martensitik Fe-13Cr-4Ni setelah penemperan pada 620 °C selama 1 jam dan berubah bentuk menjadi granular/blok pada tempering yang lebih lama (8 jam). Pada Gambar 1 dan Gambar 2 dapat dilihat bahwa fasa di antara bilah-bilah martensit memungkinkan adanya austenit sisa dengan bentuk dan jumlah yang tidak bisa ditentukan secara kuantitatif dari gambar tersebut. Akan tetapi secara kualitatif dapat

dilihat dari gambar-gambar tersebut bahwa tingkat kerapatan martensit makin berkurang dengan penambahan Mo dan Ni yang dapat mengindikasikan perbedaan persentase fasa austenit sisa yang makin bertambah. Ini menunjukkan penambahan Mo dan Ni pada baja tahan karat martensitik 13Cr mempengaruhi persentase fraksi fasa austenit sisa. Hasil penelitian yang dilaporkan peneliti lain menunjukkan bahwa persentase austenit sisa pada baja yang mengandung 0,633%Mo lebih besar dibanding pada baja dengan 0,025%Mo terutama pada suhu austenisasi di atas 1075 °C dimana tingkat pelarutan karbida mulai meningkat^[21]. Sedangkan peningkatan fraksi volume austenit sisa dengan peningkatan kandungan Ni di dalam baja tahan karat martensitik juga dilaporkan oleh peneliti lain^[17].



Gambar 3. Foto SEM untuk mengamati karbida logam pada struktur mikro baja tahan karat martensitik 13Cr setelah austenisasi pada 1000 °C dan temperisasi pada suhu 625 °C untuk komposisi; (a) tanpa Mo, (b) 1%Mo, (c) 3%Mo, (d) 3%Mo3%Ni. Etsa Nital 2%



Gambar 4. Spektrum EDS unsur-unsur di dalam karbida logam pada baja 13Cr; (a) tanpa Mo, (b) 3%Mo

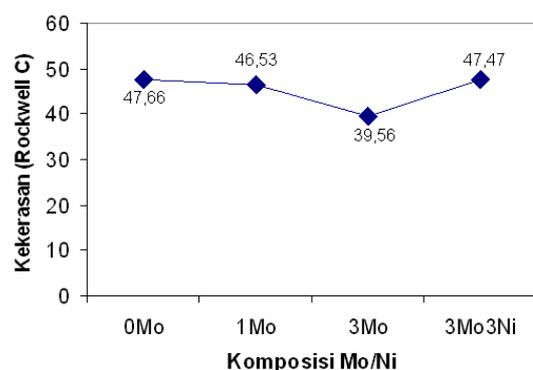
Gambar 3 memperlihatkan foto SEM dengan perbesaran yang lebih tinggi untuk pengamatan karbida logam dan analisa komposisi kimianya. Dari Gambar 3 terlihat bahwa karbida logam berbentuk bintik putih terdistribusi merata di fasa martensit dan austenit sisa. Sebagian karbida logam terdapat pula di dalam pulau fasa ferit delta. Analisis dengan EDS terhadap karbida logam pada baja tanpa Mo dan baja dengan 3%Mo menunjukkan puncak-puncak Cr dan Fe dengan intensitas dominan dan puncak unsur Mo dengan intensitas yang kecil (Gambar 4). Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa karbida logam pada kedua baja memiliki kandungan karbon yang relatif sama sekitar 22-23% (atom) dan dapat dirumuskan sebagai senyawa $M_{23}C_6$. Pembentukan senyawa karbida $M_{23}C_6$ pada baja tahan karat martensitik setelah penemperan pada suhu tinggi di atas 500 °C dilaporkan oleh para peneliti lain^[9,20]. Pada penemperan suhu yang rendah (300 °C) karbida logam yang terbentuk berupa M_3C yang tidak stabil yang akan bertransformasi menjadi karbida M_7C_3 dan $M_{23}C_6$ yang stabil pada penemperan suhu tinggi^[20,22]. Kandungan Cr pada karbida logam $M_{23}C_6$ dikonfirmasi sebesar 36-42% melalui analisa SEM-EDS yang dilaporkan peneliti ini^[20] relatif sesuai dengan kandungan Cr yang ditunjukkan pada Tabel 2 sebesar 35,32% untuk baja tanpa Mo. Untuk baja dengan 3%Mo, kandungan Cr di dalam karbida logam $M_{23}C_6$ menurun menjadi 25,46% yang terkait dengan akibat adanya partisi unsur Mo dan mensubstitusi parsial Cr di dalam karbida logam.

Tabel 2. Komposisi kimia (% atom) karbida logam menggunakan analisa EDS pada baja 13Cr; (a) tanpa Mo, (b) 3%Mo

Baja 13Cr	C	Cr	Mo	Ni	Fe
0Mo	22,12	35,32	0,05	0	42,50
3Mo	22,59	25,46	2,72	0,3	48,93

Struktur mikro yang terbentuk pada baja tahan karat martensitik tipe 13Cr seperti diuraikan di atas akan berpengaruh terhadap sifat mekanik baja yang bersangkutan. Gambar 5 menunjukkan kekerasan Rockwell C keempat baja yang digunakan dalam penelitian ini setelah austenisasi pada 1000 °C dan temperisasi pada 625 °C. Baja tanpa Mo memiliki kekerasan yang cukup tinggi 47,66 HRC pada kondisi temper suhu tinggi yang sesuai dengan masih mendominasinya martensit temper pada struktur mikro baja ini (Gambar 1a dan 2a). Penambahan 1% Mo ke dalam baja 13Cr menurunkan sedikit

kekerasan menjadi 46,53 HRC yang terkait dengan adanya peningkatan fasa ferit delta akibat penambahan Mo. Penambahan kandungan Mo menjadi 3% menurunkan lagi kekerasan dengan cukup signifikan menjadi 39,56 HRC yang juga terkait dengan semakin banyak dan mendominasinya fasa ferit delta di dalam struktur mikro baja dengan 3%Mo. Penambahan 3%Ni ke dalam baja dengan 3%Mo menaikkan kembali kekerasan menjadi 47,47 HRC yang relatif hampir sama dengan kekerasan baja tanpa Mo. Peningkatan kekerasan ini terkait dengan menurunnya kandungan ferit delta pada baja dengan 3%Mo3%Ni.



Gambar 5. Kekerasan Rockwell C baja tahan karat martensitik 13Cr setelah austenisasi pada 1000 °C dan temperisasi pada suhu 625 °C; (a) tanpa Mo, (b) 1%Mo, (c) 3%Mo, (d) 3%Mo3%Ni

4. KESIMPULAN

Pengaruh Mo dan Ni terhadap struktur mikro dan kekerasan baja tahan karat martensitik 13Cr menunjukkan bahwa penambahan Mo ke dalam baja tahan karat martensitik 13Cr meningkatkan kandungan fasa ferit delta di dalam struktur mikro dan menurunkan kekerasan baja yang bersangkutan. Akan tetapi, penambahan Ni ke dalam baja tahan karat martensitik 13Cr yang mengandung 3%Mo menurunkan kandungan fasa ferit delta di dalam struktur mikro dan meningkatkan kekerasan baja yang bersangkutan. Karbida logam yang terbentuk merupakan senyawa $M_{23}C_6$ dan penambahan 3%Mo menurunkan kandungan Cr di dalam karbida logam tersebut dari 35,32% menjadi 25,46% akibat substitusi parsial Cr oleh Mo.

UCAPAN TERIMA KASIH

Tulisan ini merupakan bagian dari hasil penelitian "Pengembangan Material Suhu Tinggi untuk Turbin Pembangkit Listrik". Penulis mengucapkan terima kasih kepada Pusat Penelitian Metalurgi dan Material LIPI yang

mendanai penelitian Kompetensi Inti pada Tahun Anggaran 2015.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Mukhopadhyay NK, Chowdhury SG, Das G, Chatteraj I, Das SK, Bhattacharya DK, "An investigation of the failure of low pressure steam turbine blades," *Eng. Fail Anal.*, Vol. 5(3), pp. 181–93, 18, 1998.
- [2] Das G, Chowdhury SG, Ray AK, Das SK, Bhattacharya DK. 2003, "Turbine blade failure in a thermal power plant," *Eng. Fail Anal.*, Vol. 10(1), pp. 85–91, 2003.
- [3] McCloskey, T., Dooley, R., McNaughton, W, "Turbine Steam Path Damage: Theory and Practice, vol. 2: Damage Mechanisms," EPRI, Palo Alto, CA, 1999.
- [4] Zhang, Y., Macdonald, M.U., Engelhardt, G.R., Macdonald, D.D, "Development of localized corrosion damage on low pressure turbine disks and blades: I. Passivity," *Electrochimica Acta.*, Vol. 69, pp. 1–11, 2012.
- [5] Cuevas, A.C., Rodriguez, JA., Clemente, CM., Rodriguez, J.M., Mariaca, Y, "Pitting Corrosion Damage for Prediction Useful Life of Geothermal Turbine Blade," *American Journal of Mechanical Engineering.*, Vol. 2, No. 6, pp. 164–168, 2014.
- [6] Schönbauer, B.M., Tschegg, S.E.S., Perlega, A., Salzman, R.N., Rieger, N.F., Zhou, S., Turnbull, A., Gandy, D, "Fatigue life estimation of pitted 12% Cr steam turbine blade steel in different environments and at different stress ratios," *International Journal of Fatigue.*, Vol. 65, pp. 33–43, 2014.
- [7] Maya, M. E., Luca, T. P., Saintiera, N., Devos, O, "Effect of corrosion on the high cycle fatigue strength of martensitic stainless steel X12CrNiMoV12-3," *International Journal of Fatigue.*, Vol. 47, pp. 330–339, 2013.
- [8] Ball, A., Hoffman, J.P., "Microstructure and properties of a steel containing 12% chromium," *Met. Tech.*, Vol. 8, pp. 329–338, 1981.
- [9] Lu, S.Y., Yao, K.F., Chen, Y.B., Wang, M.H., Liu, X., Ge, X, "The effect of tempering temperature on the microstructure and electrochemical properties of a 13 wt.% Cr-type martensitic stainless steel," *Electrochimica Acta.*, Vol. 165, pp. 45–55, 2015.
- [10] Singh, S., Nanda, T, "Effect of Alloying and Heat Treatment on the Properties of Super Martensitic Stainless Steels," *International Journal of Engineering Technology and Scientific Research.*, Vol. 1 Issue 1, 2013.
- [11] Chenna K.S., Gangwar, N.K., Jha, A.K., Pant, B., George, K.M, "Microstructure and Properties of 15Cr-5Ni-1Mo-1W Martensitic Stainless Steel," *Steel Research Int.*, Vol. 86, No. 1, pp. 51–57, 2015.
- [12] Fan, R., Gao, M., Ma, Y., Zha, X., Hao, X., Liu, K, "Effects of Heat Treatment and Nitrogen on Microstructure and Mechanical Properties of 1Cr12NiMo," *J. Mater. Sci. Technol.*, Vol. 28(11), pp. 1059–1066, 2012.
- [13] Kumara, B. R., Sharma, S., Munda, P., Minz, R.K, "Structure and microstructure evolution of a ternary Fe–Cr–Ni alloy akin to super martensitic stainless steel," *Materials and Design.*, Vol. 50, pp. 392–398, 2013.
- [14] Maburi, E., Anwar, M.S., Prifiharni, S., Romijarso, T.B., Adjiantoro, B, "Tensile Properties of the Modified 13Cr Martensitic Stainless Steels," *International Conference on Advanced Material Science and Technology* 6-7 October, 2015.
- [15] Calliari, I., Zanesco, M., Dabala, M., Brunelli, K., Ramous, E, "Investigation of Microstructure and Properties of a Ni-Mo Martensitic Stainless Steel," *Materials and Design.*, Vol. 29, pp. 246–250, 2008.
- [16] Toroa, A., Misiolek, W.Z., Tschiptschin, A.P, "Correlations between microstructure and surface properties in a high nitrogen martensitic stainless steel," *Acta Materialia.*, Vol. 51, pp. 3363–3374, 2003.
- [17] Thursdiyanto, V., Bae, E.J., Baek, E.R, "Effect of Ni Contents on the Microstructure and Mechanical Properties of Martensitic Stainless Steel Guide Roll by Centrifugal Casting," *J. Mater. Sci. Technol.*, Vol. 24 (3), pp. 343–346, 2008.
- [18] Cardoso, P.H.S., Kwietniewski, C., Porto, J.P., Reguly, A., Strohaecker, T.R, "The influence of delta ferrite in the AISI 416 stainless steel hot workability," *Materials Science and Engineering.*, Vol. A351, pp. 1–8, 2003.
- [19] Wang, P., Lu, S.P., Xiao, N.M., Li, D.Z., Li, Y.Y, "Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr–4Ni martensitic stainless steel," *Materials Science and Engineering A.*, Vol. 527, pp. 3210–3216, 2010.
- [20] Zhang, S., Wang, P., Li, D.Z., Li, Y.Y, "Investigation of the evolution of retained

- austenite in Fe-13%Cr-4%Ni martensitic stainless steel during intercritical tempering,” *Materials and Design.*, Vol. 84, pp. 385–394, 2015.
- [21] Barlow, L.D., Toit, M.D, “Effect of Austenitizing Heat Treatment on the Microstructure and Hardness of Martensitic Stainless Steel AISI 420,” *Journal of Materials Engineering and Performance.*, Vol. 21(7), pp. 1327, 2012.
- [22] Balan KP, Venugopal, R.A, Sarma, D.S, “Austenite precipitation during tempering in 16Cr-2Ni martensitic stainless steels,” *Scripta Mater.*, Vol. 39, pp. 901-905, 1998.

