

Влияние термоциклирования на фазовые превращения в сплаве Ti-49,8%Ni, деформированном при 200 и 600°C

Бабичева Р.И.[†], Мулюков Х.Я.

[†]ri.babicheva@gmail.com

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Ст. Халтурина 39, 450001 Уфа

The effect of thermal cycling on phase transformations in Ti-49.8%Ni alloy deformed at 200 and 600°C

R.I. Babicheva, Kh.Ya. Mulyukov

Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, Khalturin St. 39, 450001 Ufa

Приведены результаты исследования влияния температурного режима прокатки и последующего термоциклирования на мартенситные превращения в сплаве Ti-49,8%Ni. Температурный интервал фазовых превращений в процессе термоциклирования сплава определяется совместным действием двух противоположных процессов: упрочнением материала при фазовых переходах и релаксацией структуры при циклировании. Показано, что изменение скорости нагрева-охлаждения сплава при термоциклировании не отражается на смещении интервала фазовых переходов в сплаве после прокатки при 200°C, в отличие от высокотемпературной (600°C) деформации.

Ключевые слова: мартенситное превращение, Ti-Ni, термоциклирование, дифференциальная сканирующая калориметрия.

Results of the study of the effect of rolling temperature and further thermal cycling on the martensite transformations in the Ti-49.8%Ni alloy are reported. Temperature range of the phase transitions in the alloy is defined by the joint effect of two opposite processes, namely, phase transformation strengthening and structure relaxation during thermal cycling. It is demonstrated that the change of heating-cooling rate during thermal cycling does not affect the temperature range of the phase transformations in the alloy rolled at 200°C, in contrast with the alloy rolled at higher temperature (600°C).

Keywords: martensite transformation, Ti-Ni alloy, thermal cycling, differential scanning calorimetry.

1. Введение

В настоящее время одним из наиболее перспективных и рациональных путей реализации сплавов Ti-Ni на практике является их использование в качестве так называемых актюаторов, работа которых основана на двустороннем (обратимом) эффекте памяти формы (ОЭПФ) [1]. ОЭПФ – это способность материала многократно восстанавливать свою первоначальную форму при фазовых превращениях мартенситного типа. Он может быть инициирован путем циклирования сплава в условиях приложения внешней нагрузки [2-4], либо при термоциклировании предварительно деформированного материала через интервалы температур фазовых превращений [5]. Низкие температуры деформации могут привести к высоким внутренним напряжениям в

структуре или даже аморфизации таких сплавов, что, как правило, затрудняет или полностью исключает мартенситные превращения [6-12]. В связи с чем, для получения ОЭПФ сплавы Ti-Ni в основном деформируют при повышенных температурах (в аустенитной фазе) или сочетают низкотемпературную деформацию с последующим отжигом.

Основные характеристики, которые определяют применимость сплавов с ОЭПФ в актюаторах это обратимая и необратимая деформация при фазовом переходе и термический гистерезис. Поэтому изучение влияния термоциклирования на свойства и характеристики фазовых переходов в таких материалах является актуальной научно-исследовательской задачей.

К настоящему моменту опубликовано немало научных трудов, посвященных этой тематике. Известно,

например, что величина ОЭПФ сплава Ti-Ni, деформированного при высокой температуре при циклировании через температурный интервал фазовых переходов постепенно растет, и относительно стабилизируется лишь к 15-20 циклу [4,13]. Это связывают с тренировкой материала и формированием более острой текстуры при многочисленных мартенситных превращениях [2]. Температурный интервал фазовых переходов при этом смещается в сторону более низких температур, что обусловлено накоплением дефектов в аустенитной фазе, которые задерживают передвижение межфазной границы [4,8,9,14-19].

Однако на стабильности температурного интервала мартенситных превращений в сплавах Ti-Ni доэквиатомного состава, подвергнутых низкотемпературной деформации в аустенитной фазе ($<0,3T_{пл}$), когда рекристаллизация отсутствует, внимание исследователей не акцентировалось. Особенно это касается условий, когда термоциклирование осуществляется с различными скоростями нагрева и охлаждения.

В связи с этим в данной работе проводится сопоставление влияния числа циклов и скорости нагрева-охлаждения при термоциклировании на мартенситные превращения и стабильность их температурного интервала в сплаве Ti-49,8%Ni, прокатанном в аустенитной фазе при температурах, когда рекристаллизация полностью подавлена (200°C) и присутствует (600°C) [20].

2.Методика эксперимента

Так как сплавы Ti-Ni, обогащенные Ti, являются более чувствительными к фазовому наклепу по сравнению со сплавами заэквиатомного состава, очень важно контролировать интервалы фазовых переходов в этих материалах. Поэтому в данной работе для исследований был выбран сплав доэквиатомного состава Ti-49,8%Ni.

Прокатку на 40% обжатия исходной пластины сплава (до конечной толщины 0,3 мм) проводили при температурах 200 (сплав 1) и 600°C (сплав 2). Стоит отметить, что более низкая температура прокатки ($< 200^\circ\text{C}$) могла бы привести к деформации в мартенситной фазе B19', что вполне возможно для сплавов, обогащенных Ti [21].

Термический анализ материала был проведен при помощи дифференциального сканирующего калориметра Perkin Elmer Pyris Diamond с приставкой для охлаждения образцов жидким азотом. Для дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на электроискровом станке ARTA-120 вырезались образцы круглой формы диаметром 5,8 мм. Они были отшлифованы на абразивных шкурках и отполированы на алмазных пастах до толщины 0,12 мм, после чего их масса составляла 20 мг.

Термоциклирование (20 циклов) в интервале температур от -120 до 200°C осуществляли непосредственно в калориметре в среде аргона. Скорость нагрева-охлаждения при этом составляла 10 и 50°C/мин. На рисунке 1 приведена схема температурно-скоростного режима термоциклирования.

Тонкую структуру материала наблюдали в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2000EX при ускоряющем напряжении 120кВ. Полировка фольг

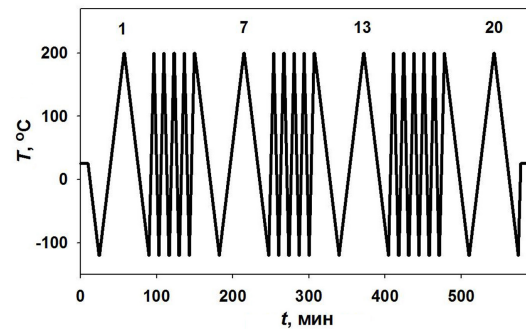


Рис. 1. Схема температурно-скоростного режима термоциклирования

для ПЭМ осуществлялась струйным методом на аппарате Struers Tenupol-3 в растворе 90% $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$ + 10% H_3ClO_4 при комнатной температуре и напряжении 45В.

3.Результаты и их обсуждение

ДСК-кривые

Запись кривых ДСК производилась с нижней точки температурного интервала циклирования, т. е. после охлаждения образцов прокатанного сплава до -120°C (Рис.1). На рисунке 2 приведены фрагменты полученных ДСК-кривых. В связи с тем, что нас больше интересуют интервалы температур, где протекают фазовые превращения, а также в целях большей наглядности и экономии места, кривые ДСК здесь даны в урезанном виде.

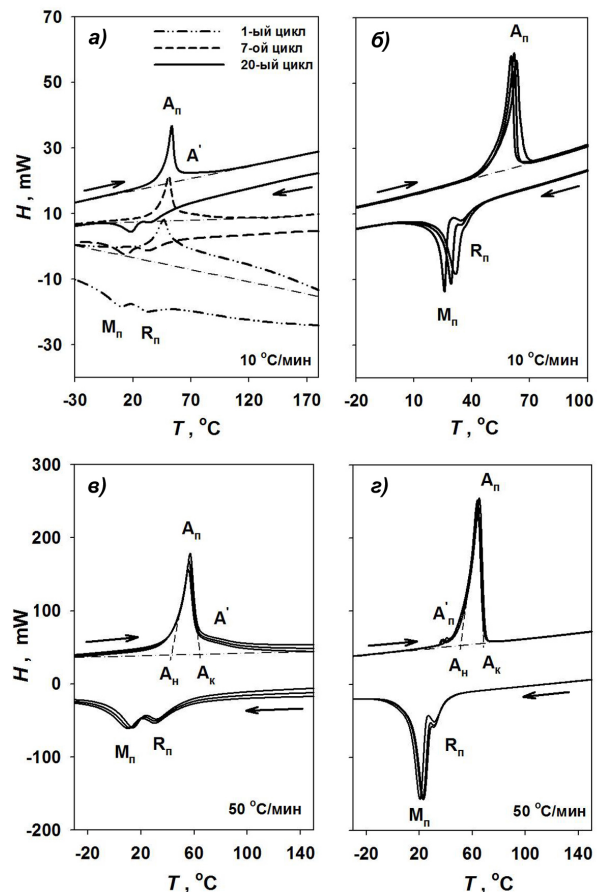


Рис. 2. Фрагменты ДСК-кривых, записанные в процессе термоциклирования образцов сплава 1 (а,в) и сплава 2 (б,г).

Для сплава 1 наклон ДСК-кривых к оси абсцисс сильно меняется с числом циклов, что особенно наглядно видно при невысокой скорости нагрева-охлаждения образца (Рис.2а,в). При обоих рассмотренных скоростных режимах в процессе нагрева при обратном мартенситном превращении (ОМП) наблюдается один растянутый эндотермический пик, связанный с появлением высокотемпературной аустенитной фазы B2 (точка $A_{\text{н}}$). Его протяженность с циклированием немного уменьшается, а высота при этом увеличивается. Важно отметить, что даже при нагреве образца выше точки $A_{\text{к}}$ (температура конца перехода низкотемпературной фазы B19' в B2-фазу), на кривой ДСК наблюдается небольшое отклонение от базовой линии (кривая, полученная в отсутствии фазового превращения), что указывает на продолжение процесса фазовой перестройки (Рис.2а,в). При охлаждении образца прямое мартенситное превращение (ПМП) идет через промежуточную ромбоэдрическую фазу R по типу B2→R→B19'. Это отражается в появлении двух небольших, но размытых экзотермических пиков на термоаналитической кривой ДСК (Рис.2а,в).

Для второго состояния (сплав 2), подобно случаю, описанному выше, при ОМП наблюдается один явный эндотермический пик при B19'→B2 переходе (точка $A_{\text{н}}$), а при охлаждении два близко расположенных экзотермических пика, обусловленных B2→R и R→B19' переходами. Пик от R-фазы при ПМП для первых двух циклов практически сливается с соседним пиком от фазы B19', однако при дальнейшем циклировании температурный интервал между ними растет. Видно, что площадь пика от R-фазы, а следовательно, и ее объемная доля в материале, немного увеличиваются [14,22] (Рис.2б,г).

В отличие от прокатки при 200°C для сплава 2 скорость нагрева-охлаждения существенно влияет на

вид ДСК-кривых: при нагреве образца со скоростью 50°C/мин до начала превращения B19'→B2 (точка $A_{\text{н}}$) появляется дополнительный слабый эндотермический пик (точка $A'_{\text{н}}$) (Рис.2г), который не наблюдался в случае невысокой скорости нагрева (10°C/мин) (Рис.2б).

Стоит отметить, что площади под кривыми ДСК при фазовых переходах, существенно различаются для сплава 1 и 2. В случае прокатки при 600°C они значительно больше (Рис.2). В свою очередь это указывает на то, что процесс фазовой перестройки в сплаве после высокотемпературной деформации протекает более интенсивно, что очевидно обусловлено небольшими внутренними напряжениями в структуре по сравнению с материалом после низкотемпературной прокатки.

На срисунке (Рис.3) приведены изображения тонкой структуры деформированного сплава, полученные при комнатной температуре, после охлаждения образцов в жидком азоте.

Согласно полученным результатам видно, что сплав 2 находится в мартенситном состоянии, что хорошо согласуется с данными по ДСК (Рис.2б,г). В зернах с четко очерченными границами присутствуют множество пластинок мартенситной фазы толщиной от нескольких до сотен нанометров (Рис.3а,б).

В то же время в сплаве 1 границы зерен различить практически невозможно (Рис.3в), присутствуют области сильной фрагментации структуры (Рис.3в,г), что отчетливо видно на темнопольном изображении (Рис.3д). Так как формирование двойников, при котором происходит компенсация упругих напряжений и аккомодация решетки, в случае низкотемпературной деформации затрудняется, их присутствие можно обнаружить лишь в относительно чистых участках структуры, свободных от дислокаций. Поэтому размер этих двойников очень мал

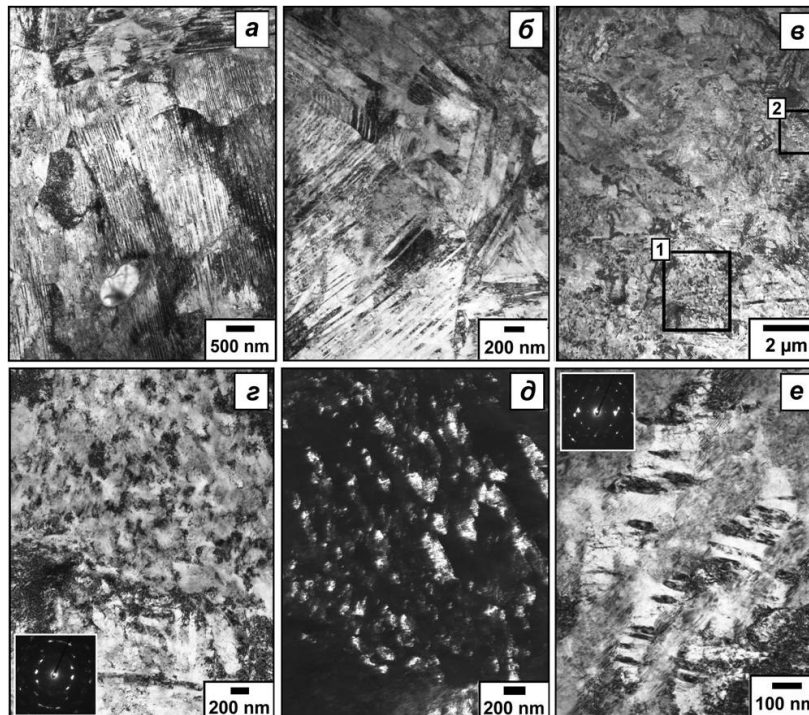


Рис. 3 Изображения тонкой структуры сплава 2 (а,б) и сплава 1 (в,г,д,е), полученные при комнатной температуре после охлаждения образцов в жидком азоте: светпольное (г) и темнопольное изображение (д) фрагментированного участка 1 на рисунке (в); структура с двойниками (е), соответствующая выделенному на рисунке (в) участку 2.

и не превышает 500 нм (Рис.3в,е). Такую структуру можно трактовать скорее как смешанную структуру мартенсита с аустенитом. Действительно, хорошо видно из данных по ДСК, что при нагреве *сплава 1* вблизи комнатных температур наблюдается отклонение кривых от базовой линии, что особенно ярко выражено при первом термическом цикле. Таким образом, можно заключить, что интервал фазового перехода $B19' \rightarrow B2$ в данном случае сильно растянут, а максимальная интенсивность ОМП при этом наблюдается только в достаточно узком интервале температур $A_n - A_k$ (Рис.2в). Это указывает на сильно неравновесное состояние материала. По-видимому, именно этим обстоятельством обусловлено присутствие при комнатной температуре (т.е. до точки A_n на Рис. 2в) в материале как аустенитной, так и мартенситной фазы.

Хорошо известно, что неравновесное состояние сильнодеформированного сплава проявляется в его стремлении переходить в более стабильное, равновесное кристаллическое состояние. Этот переход можно инициировать не только обычным нагревом материала, но и, например, воздействием на него импульсного тока, которое существенно ускоряет релаксацию структуры [23]. При этом энергия неравновесного сплава снижается, что сопровождается выделением тепла [6,24]. По-видимому, именно этим обусловлено постепенное изменение наклона ДСК-кривых к оси абсцисс в процессе циклирования *сплава 1* (Рис.2а,в) в отличие от второго рассмотренного состояния (Рис.2б,г).

Вероятно, высокие внутренние напряжения в структуре являются также причиной затруднения перехода $R \rightarrow B19'$ при охлаждении *сплава 1* и 2, что в свою очередь приводит к обратному превращению остаточной R-фазы в аустенитную B2 при последующем нагреве образцов. Однако вследствие перекрытия температурных интервалов переходов $B19' \rightarrow B2$ и $R \rightarrow B2$, для *сплава 1* фиксируется лишь небольшое отклонение кривой ДСК от базовой линии (обозначено точкой A' на Рис.2а,в), вместо типичного пика как в случае *сплава 2* (Рис.2г). Подобное от-

клонение кривой ДСК после равноканального углового прессования сплава Ti-50,7ат. %Ni наблюдали авторы работы [25]. Они также связывают его с переходом $R \rightarrow B2$. Что касается *сплава 2*, то в данном случае утверждать, что отсутствие пика при его нагреве со скоростью 10°C/мин обусловлено отсутствием превращения $R \rightarrow B2$ не вполне корректно (Рис.2б). Дело в том, что медленный нагрев улучшает разрешение пиков на кривых ДСК, однако высокие скорости значительно повышают чувствительность калориметра к фазовым превращениям [26]. Кроме того скорость мартенситного превращения намного выше скорости нагрева-охлаждения при термоциклировании, поэтому последняя не должна сильно влиять. Таким образом, переход остаточной R-фазы в B2-фазу в *сплаве 2* начинается раньше превращения $B19' \rightarrow B2$ (до точки A_n) в отличие от *сплава 1* (см. Рис.2а,в,г). С этим положением хорошо согласуются также результаты, полученные ранее авторами работ [27,28] и нами при исследовании влияния термоциклирования на фазовый состав, структуру и электрические свойства сплава Ti-49,8%Ni, прокатанного при 500°C [29,30].

Влияние термоциклирования на пиковые температуры фазовых переходов

На рисунке 4 приведены графики зависимостей пиковых температур фазовых переходов от числа циклов.

К сожалению, из-за того что интервалы фазовых переходов $B19' \rightarrow B2$ и $R \rightarrow B2$ при нагреве *сплава 1* частично перекрываются (Рис.2а,в), проследить за смещением пиковой температуры при переходе $R \rightarrow B2$ не представляется возможным. Однако можно смело приписать наблюдаемый пик первому из этих процессов. Это связано с тем, что энтальпия при фазовом переходе $B19' \rightarrow B2$ значительно выше, чем при превращении $R \rightarrow B2$ [31].

Для второго состояния (*сплав 2*) температура A'_n легко определяется, так как в этом случае при нагреве наблюдаются два отдельных эндотермических пика

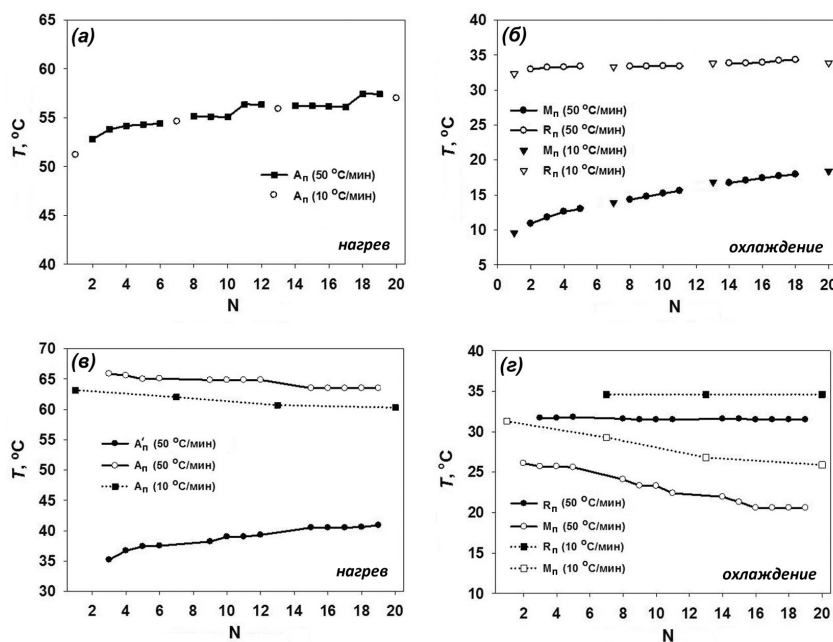


Рис. 4. Смещение пиковой температуры фазового перехода при термоциклировании *сплава 1* (а,б) и *сплава 2* (в,г).

(Рис.2г). При циклировании эта точка смещается вправо на 5°C (от 35 до 40°C) [15]. Последнее указывает также и на смещение температурного интервала перехода R→B2 в область более высоких температур.

В то же время при охлаждении температура R_p для сплава 2 остается неизменной и, подобно сплаву 1, близка к 33°C. Таким образом, можно заключить, что температурный интервал B2→R перехода является относительно стабильным не только по отношению к количеству циклов [16], но и к температурному режиму прокатки.

Точки A_p и M_p , а, следовательно, и температурные интервалы переходов B19'→B2 (при ОМП) и R→B19' (при ПМП) в процессе термоциклирования образцов не остаются постоянными. Структура, сформированная в процессе деформации, определяет направление смещения пиковых температур. Так для сплава 1 точки A_p и M_p смещаются вправо в область более высоких температур от 51 до 57°C и от 10 до 17°C, соответственно (Рис.4а,б), в то время как после высокотемпературной деформации (сплав 2) наблюдается обратная тенденция. В этом случае с увеличением числа циклов точки A_p и M_p смещаются в сторону более низких температур на ~3 и 6°C, соответственно (Рис.4в,г).

При термоциклировании в материале протекают два противоположных процесса: возврат, при нагреве и последующем охлаждении сплава с 200°C, и накопление дефектов при фазовых переходах. Поэтому смещение температур фазовых переходов определяется не только исходной структурой сплава, полученной непосредственно после прокатки, а также верхней температурной точкой интервала термоциклирования (здесь 200°C) и скоростью нагрева-охлаждения при этом (Рис.1). Как известно, в сильнодеформированном материале фазовые превращения затрудняются [6,8-12], на что указывает разница в площадях пиков при мартенситных превращениях для сплава 1 и сплава 2 (Рис.2), а также результаты структурных исследований (Рис.3). В связи с чем можно предположить, что сплав после прокатки при 200°C слабо упрочняется при циклировании через интервалы мартенситных переходов, и основное воздействие в данном случае оказывает именно возврат и релаксация структуры при нагреве образца до 200°C и последующем его охлаждении. Это приводит к смещению пиковых температур сплава в сторону более высоких температур (Рис.4а,б). В случае высокотемпературной деформации при 600°C, когда идет рекристаллизация, преобладающее воздействие при циклировании оказывает именно фазовый наклеп, который постепенно приводит к затруднению передвижения межфазной границы и смещению пиковых температур к более низким температурам [4,8,9,14-19], что хорошо согласуется с полученными нами результатами (Рис.4в,г).

Что касается влияния скорости нагрева-охлаждения при циклировании обнаружено, что для сплава 1 она не влияет на смещение пиковых температур. Точки, полученные для 1, 7, 13 и 20 циклов (Рис.1) хорошо вписываются в общий ход кривых, записанных для случая, когда нагрев и охлаждение производились со скоростью 50°C/мин (Рис.4а,б).

В то же время для второго состояния (сплав 2) наблюдается другая картина: все точки A_p , полученные

при нагреве-охлаждении сплава со скоростью 10°C/мин, располагаются ниже кривой зависимости A_p от числа циклов для скорости 50°C/мин (Рис.4в). Наоборот, при охлаждении точки R_p и M_p лежат выше соответствующих им кривых, полученных для случая изменения температуры при термоциклировании со скоростью 50°C/мин, на 3-4°C и 5-6°C, соответственно (Рис.4г).

По-видимому, после прокатки при 600°C, в отличие от деформации при 200°C, в процессе термоциклирования с высокими скоростями нагрева-охлаждения замедляется релаксация структуры. Это в свою очередь приводит к некоторому торможению ОМП и ПМП, а, следовательно, и смещению их температурных интервалов, соответственно, вправо и влево по отношению к интервалам мартенситных превращений, наблюдаемым для скорости 10°C/мин.

4. Выводы

1. Стабильность температурного интервала ОМП и ПМП при термоциклировании сплава Ti-49,8%Ni определяется совместным действием двух противоположных процессов: упрочнением материала при мартенситных переходах и возвратом, интенсивность которых определяется структурой, полученной непосредственно после деформации, и температурно-скоростным режимом последующего циклирования.

2. Несмотря на относительно невысокую температуру прокатки, исключаящую рекристаллизацию в сплаве Ti-49,8%Ni, температурный интервал фазовых переходов в сплаве 1 при рассмотренном режиме термоциклирования не является стабильным, как и в случае высокотемпературной деформации при 600°C (сплав 2).

3. Изменение скорости нагрева-охлаждения при термоциклировании сплава Ti-49,8%Ni, прокатанного при 200°C, не отражается на смещении температурного интервала фазовых переходов.

4. Увеличение скорости нагрева-охлаждения сплава Ti-49,8%Ni, прокатанного при 600°C, до 50°C/мин замедляет релаксацию структуры при термоциклировании. Это приводит к смещению температурного интервала фазовых переходов ОМП и ПМП в область более высоких и низких температур, соответственно, по сравнению с интервалом мартенситных превращений, наблюдаемым для скорости 10°C/мин.

Авторы выражают благодарность к.ф.-м.н. Лебедеву Ю.А. (ИФМК УНЦ РАН) за помощь в проведении исследований и обсуждении полученных результатов.

Литература

1. L. Sun, W.M. Huang, Z. Ding, Y. Zhao, C.C. Wang, H. Purnawali, C. Tang. J. Mater. Design (2011) [in press]
2. B. Ye, B.S. Majumdar, I. Dutta. Acta Mater. **57**, 2403 (2009).
3. R.F. Hamilton, H. Sehitoglu, Y. Chumlyakov, H.J. Maier. Acta Mater. **52**, 3383 (2004).
4. Z.G. Wang, X.T. Zu, P. Fu, J.Y. Dai, S. Zhu, L.M. Wang. Mater. Eng. **A360**, 126 (2003).

5. S.D. Prokoshkin, L.M. Kaputkina, S.A. Bondareva *Fizika Metallov i Metallovedenie*. **3**, 144 (1991) (in Russian) [Прокошкин С.Д., Капуткина Л.М., Бондарева С.А. *ФММ* **3**, 144 (1991)].
6. S.D. Prokoshkin, V. Brailovski, A.V. Korotitskiy, K.E. Inaekyan, A.M. Glezer. *Fizika Metallov i Metallovedenie*. **110**(3), 305 (2010) (in Russian) [Прокошкин С.Д., Браиловский В., Коротицкий А.В., Инаекян К.Э., Глезер А.М. *ФММ*. **110**(3), 305 (2010)].
7. G.B. Cho, Y.H. Kim, S.G. Hur, C.A. Yu, T.H. Nam. *Metals and materials International*. **12**(2) 173 (2006).
8. S. Miyazaki, T. Imai, Y. Igo, K. Otsuka. *Metall. Mater. Trans.* **A17**, 115 (1986).
9. T. Simon, A. Kroger, C. Somsen, A. Dlouhy, G. Eggeler. *Acta Mater.* **58**, 1850 (2010).
10. P. Filip, K. Mazanec. *Mater. Sci. Eng. A* **127**, L19 (1990).
11. Kh.Ya. Mulyukov, R.I. Babicheva. *Deformatsiya i Razrushenie materialov (Deformation and Fracture of Materials)*. **12**, 32 (2009) (in Russian) [Мулюков Х.Я., Бабичева Р.И. *Деформация и разрушение материалов*. **12**, 32 (2009)].
12. Kh.Ya. Mulyukov, R.I. Babicheva. *Perspektivnye Materialy*. **7**, 24 (2009) (in Russian) [Мулюков Х. Я., Бабичева Р.И. *Перспективные материалы*. **7**, 24 (2009)]
13. K. Otsuka, X. Ren. *Progress in Materials Science*. **50**, 511 (2005).
14. N.G. Jones, S.L. Raghunathan, D. Dye. *Metall. Mater. Trans.* **A41**, 912 (2010).
15. M.F.-X. Wagner, S.R. Dey, H. Gudel, J. Frenzel, Ch. Somsen, G. Eggeler. *Intermetallics*. **18**, 1172 (2010).
16. V. Pelosin, A. Riviere. *Metall. Mater. Trans.* **A29**, 1175 (1998).
17. T. Fukuda, T. Saburi, K. Doi, S. Nenno. *Mater. Trans. (JIM)*. **33**(3), 271 (1992).
18. G. Fan, K. Otsuka, X. Ren, F. Yin. *Acta Mater.* **56**, 632 (2008).
19. X.M. He, L.Z. Zhao, X.M. Wang, R.F. Zhang, M.S. Li. *Mater. Sci. Eng. A* **427**, 327 (2006).
20. S.K. Wu, H.C. Lin. *Mater. Chem. Phys.* **64**, 81 (2000).
21. V.N. Khachin, V.G. Pushin, V.V. Kondrat'ev. *Nikelid titana: Struktura i svoistva*. M.: Nauka. (1992) 160s. (in Russian) [Хачин В.Н., Пушин В.Г., Кондратьев В.В., Никелид титана, структура и свойства. М.: Наука. (1992) 160с.].
22. J. Kwarciak, Z. Lekston, H. Morawiec. *J. Mater. Sci.* **22**, 2341 (1987).
23. V.V. Stolyarov. *Letters on Materials*. **1**, 75 (2011) (in Russian) [Столяров В.В. *Письма о материалах*. **1**, 75 (2011)].
24. A.K. Srivastava, D. Schryvers, J.V. Humbeeck. *Intermetallics*. **15**, 1538 (2007).
25. Z.Fan, J. Song, X. Zhang, C. Xie. *Mater. Sci. Forum*. **667-669**, 1137 (2011).
26. www.perkinelmer.com
27. Z. He, K.R. Gall, L.C. Brinson. *Metall. Mater. Trans. A* **37**, 579 (2006).
28. N. Resnina, S. Belyaev. *J. Alloys Compd.* **486**, 304 (2009).
29. R.I. Babicheva, Kh.Ya. Mulyukov. *Letters on Materials*. **1**, 55 (2011) (in Russian) [Бабичева Р.И., Мулюков Х.Я. *Письма о материалах*. **1**, 55 (2011)].
30. R.I. Babicheva, I.Z. Sharipov, Kh.Ja. Mulyukov. *Mater. Sci. Forum*. **667-669**, 985 (2011).
31. H.C. Lin, S.K. Wu. *Metall. Trans. A* **24**, 293 (1993).