

# Выявление бывших аустенитных зерен и анализ кинетики метадинамической рекристаллизации аустенита низкоуглеродистой стали в условиях горячей прокатки

Зисман А.А., Сошина Т.В.<sup>†</sup>, Хлусова Е.И.

<sup>†</sup>soshinatania@yandex.ru

ФГУП ЦНИИ КМ «Прометей», ул. Шпалерная 49, 191015 Санкт-Петербург

## Revealing prior austenite grains and analysis of the meta-dynamic recrystallization kinetics of austenite in hot rolled low carbon steel

A.A. Zisman, T.V. Soshina, E.I. Khlusova

FSUE CRISM «PROMETHEY», Shpalernaya St., 49, 191015 Saint Petersburg.

На низкоуглеродистой стали 09ХН2МД применен метод термического травления в вакууме для выявления аустенитного зерна. Методом релаксации напряжений при изотермической выдержке после деформации сжатием исследована кинетика рекристаллизации аустенита с различным размером исходных зерен и определены инкубационные периоды и времена завершения процесса с помощью термомеханического симулятора Gleeble 3800. С учетом технологических ограничений при «дробных» схемах горячей прокатки исследуемой стали основным механизмом формирования структуры аустенита является статическая рекристаллизация в паузах между последовательными обжатиями. В случае частичной динамической рекристаллизации деформируемого аустенита характер релаксации напряжений при последующей выдержке позволяет выявить характерные признаки метадинамической рекристаллизации.

**Ключевые слова:** бывшее аустенитное зерно, релаксация напряжений, Gleeble 3800.

The method of thermal etching in vacuum is applied to the low carbon steel 09HN2MD to reveal austenite grain. With the help of the method of stress relaxation during isothermal aging after deformation by compression we investigate the recrystallization kinetics of austenite with different initial grain size and find the incubation periods and completion times using the thermomechanical simulator Gleeble 3800. Given the technological limitations in the «fractional» hot-rolling schemes, the main mechanism of austenite structure formation is static recrystallization during the intervals between successive compressions. In the case of partial dynamic recrystallization of deformed austenite, the nature of stress relaxation during subsequent exposure makes it possible to identify the characteristics of meta-dynamic recrystallization.

**Keywords:** prior austenite grains, stress relaxation, Gleeble 3800.

### 1. Введение

Необходимым условием повышения прочности горячедеформированных низкоуглеродистых сталей при сохранении достаточного уровня пластичности является формирование в них мелкодисперсной структуры [1-3]. Этого, в частности, удастся добиться ускоренным охлаждением аустенита, а также измельчением его зерен перед началом  $\gamma$ - $\alpha$  превращения, для чего часто используется рекристаллизация деформированной  $\gamma$ -фазы [4]

при обработке стали выше определенной пороговой температуры  $T_{nr}$ . Однако попытки детально исследовать кинетику этого процесса в низкоуглеродистых экономно легированных сталях и, тем более, его контролировать наталкиваются на серьезные трудности, т.к. при охлаждении до температур, допускающих применение методов количественной металлографии, проходит полиморфное превращение. Для выявления «следов» бывших зерен аустенита на фоне  $\alpha$ -фазы необходимы особые методы травления [5,6], не всегда результативные,

а в случае быстрой рекристаллизации  $\gamma$ -фазы для фиксации промежуточных структур требуются очень высокие скорости охлаждения, которые можно реализовать в объеме стали лишь на малогабаритных лабораторных образцах. С учетом последнего замечания, даже при ускоренном охлаждении горячекатаных листов необходимо учитывать возможность не только динамической рекристаллизации (ДР) деформируемого аустенита, но и его статической рекристаллизации (СР) по завершении деформации.

Процесс ДР начинается после накопления критической степени деформации  $\varepsilon = \varepsilon_c$  и обычно проявляется на диаграмме нагружения в виде характерного пика напряжений при некоторой  $\varepsilon = \varepsilon_p > \varepsilon_c$ , когда объемная доля новых зерен достигает нескольких процентов [7]. На первый взгляд, ДР можно считать исключительно благоприятным процессом, так как созданные им бездефектные зерна постепенно наклепываются при продолжении деформации, что снижает движущую силу их роста и приводит к формированию более мелкозернистой (по сравнению с СР) структуры. Однако, если ДР не успевает завершиться за время деформации, и локальные мелкозернистые области остаются в окружении сильно деформированных зерен, то структурная неоднородность аустенита, наследуемая  $\alpha$ -фазой, ухудшает механические свойства. Между тем, для формирования однородной мелкозернистой структуры аустенита посредством завершенной ДР [7,8] необходимы настолько большие степени истинной деформации ( $\varepsilon \sim 1,0$ ), что они практически недостижимы за один проход горячей прокатки, т. е. рост уже возникших при ДР зародышей, называемый метадинамической рекристаллизацией (МДР), продолжается после прекращения деформации. Таким образом, при  $T > T_{nr}$  процесс МДР может конкурировать с СР, которая начинается по прошествии некоторого инкубационного периода в паузах между последовательными деформациями. Это вновь приводит к нежелательной структурной неоднородности, поскольку в охваченном СР материале присутствуют более мелкозернистые участки МДР.

Настоящая статья посвящена исследованию рекристаллизации в аустените низкоуглеродистой стали 09ХН2МД с использованием нескольких возможностей, одновременно предоставляемых современными термомеханическими симуляторами. В частности, они позволяют совмещать нагрев образцов под деформацию с выявлением межзеренных границ в аустените посредством их термического травления (избирательного испарения) в вакууме. До настоящего времени вакуумное травление шлифов при  $T > A_{c3}$ , применяемое для выявления «бывших» зерен  $\gamma$ -фазы [9], не позволяло уверенно исключить измельчение структуры аустенита из-за дополнительного  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращения при нагреве образца или ее укрупнение в ходе последующей высокотемпературной выдержки. В этой работе подобные ограничения отсутствовали, т.к. вакуумное травление проходило при имитации термомеханической обработки (ТМО) стали, т.е. выявляло именно ту структуру аустенита, которая формируется в ходе выбранной обработки. Кроме того, деформирование образцов при скоростях и температурах,

характерных для горячей прокатки стали, дает возможность по соответствующим « $\sigma$ - $\varepsilon$ » диаграммам уточнить условия ДР деформируемого аустенита [7,8]. Наконец, использование современного термомеханического симулятора Gleeble 3800 для записи релаксации напряжений после завершения деформации [10,11] позволяет с высокой точностью регистрировать кинетику СР аустенита по характеру его постепенного разупрочнения. Следует подчеркнуть, что достоверность подобного анализа подтверждена обычными металлографическими методами [12,13], хотя эффективность этих методов резко снижается с повышением скорости рекристаллизации.

Целью настоящей работы является оценка инкубационного периода ( $\tau_0$ ) и времени завершения ( $\tau_p$ ) процесса СР, а также определение пороговой деформации ( $\varepsilon_p$ ), по достижении которой ДР охватывает заметную объемную долю деформируемой  $\gamma$ -фазы, в зависимости от исходного размера зерен аустенита. Кроме того, на диаграммах релаксации напряжений должны быть выявлены характерные признаки МДР, то есть роста новых зерен, возникших в результате предшествующей ДР.

При горячей прокатке стали характеристики  $\tau_0$  и  $\tau_p$  практически важны, т. к. они определяют, успевают ли пройти процессы СР аустенита в технологических паузах между последовательными деформациями или/и во время охлаждения деформированного листа. Что касается ДР и МДР, которые в дробных схемах прокатки легированной стали обычно не завершаются и порождают структурную неоднородность, существуют иные технологические условия, где такие процессы могут сформировать однородную мелкозернистую структуру. В частности, более медленные деформации, применяемые при ковке и прессовании, а также уменьшение размера исходных зерен аустенита в деформируемых заготовках, приводят к существенному снижению величины  $\varepsilon_p$  [7,8], увеличивая объемную долю  $\gamma$ -фазы, охваченную ДР и МДР. Предлагаемый в работе подход к выявлению признаков МДР на диаграмме релаксации напряжений актуален и с методической точки зрения, т. к. позволяет существенно сократить объем трудоемких металлографических исследований.

## 2. Материал и методика исследований

Исследовалась низкоуглеродистая сталь 09ХН2МД, химический состав которой представлен в таблице 1. Модельные обработки, проводимые в вакууме ( $10^{-5}$  Тор) на термомеханическом симуляторе Gleeble 3800, включали нагрев ( $5^\circ\text{C}/\text{с}$ ) до  $T_n > A_{c3}$  и изотермическую выдержку ( $t_n$ ) при этой же температуре, охлаждение ( $5^\circ\text{C}/\text{с}$ ) до температуры деформации  $T_d$  ( $A_{c3} < T_d \leq T_n$ ) и одноосное сжатие с последующей изотермической выдержкой трел, в ходе которой происходит релаксация напряжений. Использовались цилиндрические образцы  $10 \times 15$  мм, вырезанные поперек направления прокатки из горячекатаных листов промышленного производства. Кинетика рекристаллизации аустенита по завершении сжатия регистрировалась методом релаксации напряжений при  $t \leq t_{\text{рел}}$ , а границы зерен в  $\alpha$ -фазе перед деформацией

Таблица 1

Химический состав стали, вес.%.

	C	Mn	Si	Ni+Cu	Cr+Mo	V
min	0,08	0,3	0,17	2,2	0,55	0,01
max	0,10	0,6	0,37	2,9	1,05	0,03

выявлялись вакуумным травлением на отдельных образцах со шлифами стандартного металлографического качества шириной 2 мм, параллельных оси цилиндра. Закалка (15°C/с) после вакуумного травления проводилась в потоке аргона, чтобы исключить окисление шлифов, а выявленные таким образом исходные структуры аустенита затем анализировались на оптическом микроскопе IM 7200 фирмы "MEIJI Techno". Размер зерен оценивался по средней длине хорды при их пересечении на плоскости шлифа со случайно проведенной прямой линией.

Деформация и последующая изотермическая выдержка проводились при температуре  $T_d = 1000^\circ\text{C}$ , которая заведомо превышала  $T_{nr} \approx 950^\circ\text{C}$  (пороговая температура СР) для аустенита исследуемой стали. Для исследования влияния степени деформации  $\epsilon$  и размера исходного зерна на кинетику рекристаллизации аустенита опытные обработки проводились по четырем режимам, общая схема которых изображена на рис. 1, а основные параметры указаны в табл. 2. Для выбора величины  $t_n$  и продолжительности вакуумного травления при разных температурах, проводились предварительные опыты, которые дали следующие результаты. При  $1000^\circ\text{C}$  для образования «канавок» на интеркристаллитных границах, четко различимых с помощью оптической микроскопии на фоне превращенной структуры, необходима выдержка не менее 150 с, но ускоренный рост зерен  $\gamma$ -фазы начинается лишь после  $t_{yp} = 240$  с. При  $T_n \geq 1100^\circ\text{C}$  для выявления структуры аустенита оказывается достаточно 60 с, но за это время (в результате ускоренного роста) зерна становятся в несколько раз крупнее. С учетом полученных данных, вакуумное травление проводилось в течение 60 с =  $t_n$  при  $T_n = 1200^\circ\text{C}$  и  $1100^\circ\text{C}$ , но в течение  $t_n < 200$  с <  $t_{yp}$  при  $T_n = 1000^\circ\text{C}$ .

Особенности релаксации напряжений при конкуренции статической и метадинамической рекристаллизации анализировались в тех случаях, когда на диаграмме « $\sigma$ - $\epsilon$ » регистрировался характерный максимум напряжений, свидетельствующий о начале ДР в ходе деформации.

При анализе постепенного уменьшения действующих напряжений в ходе релаксации [10,11], крайне

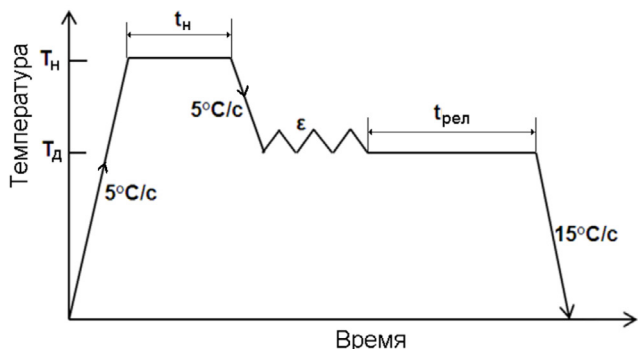


Рис. 1. Схема модельной обработки стали 09ХН2МД.

Таблица 2

Параметры модельных обработок стали 09ХН2МД

Обработка	$T_n, ^\circ\text{C}$	$t_n, \text{с}$	$T_d, ^\circ\text{C}$	$\epsilon, \%$	$\dot{\epsilon}, \text{с}^{-1}$	$t_{\text{рел}}, \text{с}$
I	1200	60	1000	0,25	1	300
II	1200	60	1000	0,80	1	300
III	1100	60	1000	1,00	1	300
IV	1000	60	1000	0,80	1	300

важно правильно определить ее начальный момент, т.е. исключить переходные процессы, связанные с остановкой захватов деформирующего устройства, для чего в настоящей работе использовались два критерия, рис. 2. Во-первых, на исключаемом участке замедления деформации должно выполняться условие  $d^2|\epsilon|/dt^2 < 0$ . Во-вторых, поскольку в силу физической природы релаксации ее скорость постепенно снижается, рассматриваемая зависимость величины напряжений от времени должна быть вогнутой ( $d^2|\sigma|/dt^2 > 0$ ), тогда как на предшествующий переходный участок, где напряжения падают при замедлении активной деформации, это требование не распространяется. Для исследуемой стали определяемые по указанным двум критериям моменты начала релаксации совпадали с точностью порядка  $10^{-3}$  с, что вполне приемлемо, т. к. продолжительность наиболее коротких из характерных участков полученных диаграмм  $\sigma(t)$  превышала  $2 \times 10^{-2}$  с.

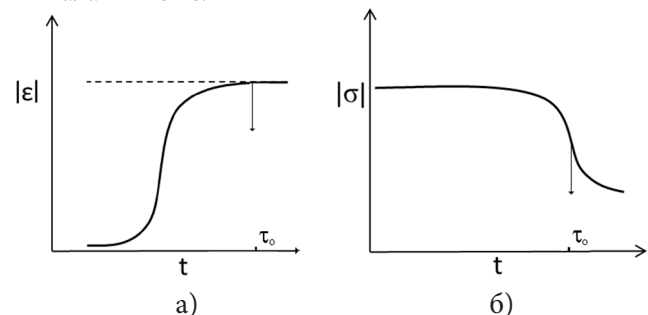


Рис. 2. Определение момента начала релаксации на зависимостях величины деформации (а) и напряжения (б) от времени.

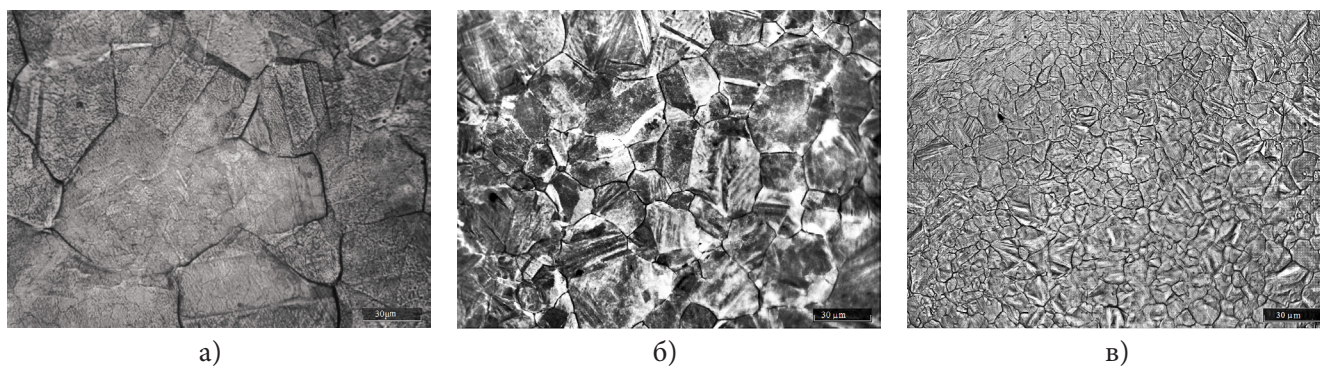
### 3. Результаты экспериментов и их обсуждение

*Влияние размера зерен аустенита на диаграмму деформирования*

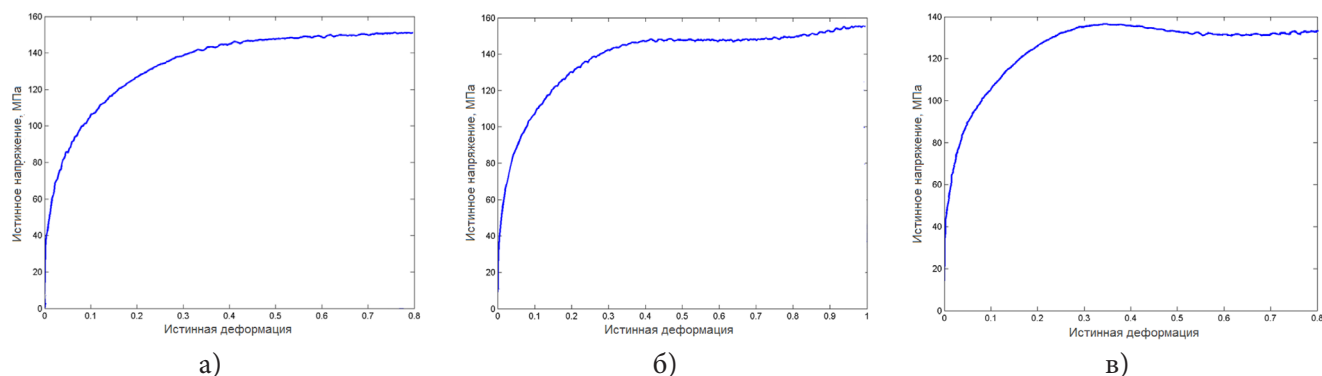
На рис. 3а-в представлены исходные структуры  $\gamma$ -фазы исследуемой стали перед деформацией при  $1000^\circ\text{C}$ , выявленные посредством термического травления в вакууме при  $1200^\circ\text{C}$ ,  $1100^\circ\text{C}$  и  $1000^\circ\text{C}$  в течение 60 с, 60 с и 200 с, соответственно. Средние размеры зерен, определенные по рис. 3а-в, соответственно равны 45, 23 и 10 мкм.

При измельчении исходных зерен аустенита отмечается уменьшение характеристической истинной деформации  $\epsilon_p$ , при которой начальная стадия ДР проявляется в виде характерного максимума деформирующих напряжений [7,8]. Это предполагает, что с уменьшением температуры  $T_n$  и, соответственно, размера исходных зерен





**Рис. 3.** Зерна аустенита перед деформацией, выявленные вакуумным травлением при температурах 1200°C (а), 1100°C (б) и 1000°C (в) в течение 60 с, 60 с и 200 с, соответственно.



**Рис. 4.** Диаграммы деформации со скоростью  $1 \text{ с}^{-1}$  при  $T_d = 1000^\circ\text{C}$  для аустенита со средним размером исходных зерен 45 мкм (а), 23 мкм (б) и 10 мкм (в).

аустенита вероятность ДР в ходе последующей деформации возрастает, и диаграммы нагружения, приведенные на рис. 4а-в, в полной мере подтверждают ожидаемую закономерность. Действительно, при среднем размере исходных зерен аустенита  $d = 45 \text{ мкм}$  ( $T_n = 1200^\circ\text{C}$ ) монотонная диаграмма на рис. 4а, представляющая режимы I и II, не имеет признаков ДР. В случае  $d = 23 \text{ мкм}$  ( $T_n = 1100^\circ\text{C}$ ) диаграмма на рис. 4б содержит слабо выраженный максимум напряжений при  $\epsilon = 0,40-0,50$ , а для  $d = 10 \text{ мкм}$  ( $T_n = 1000^\circ\text{C}$ ) на процесс ДР указывает вполне отчетливый максимум при  $\epsilon = 0,35-0,40$ , рис. 4в.

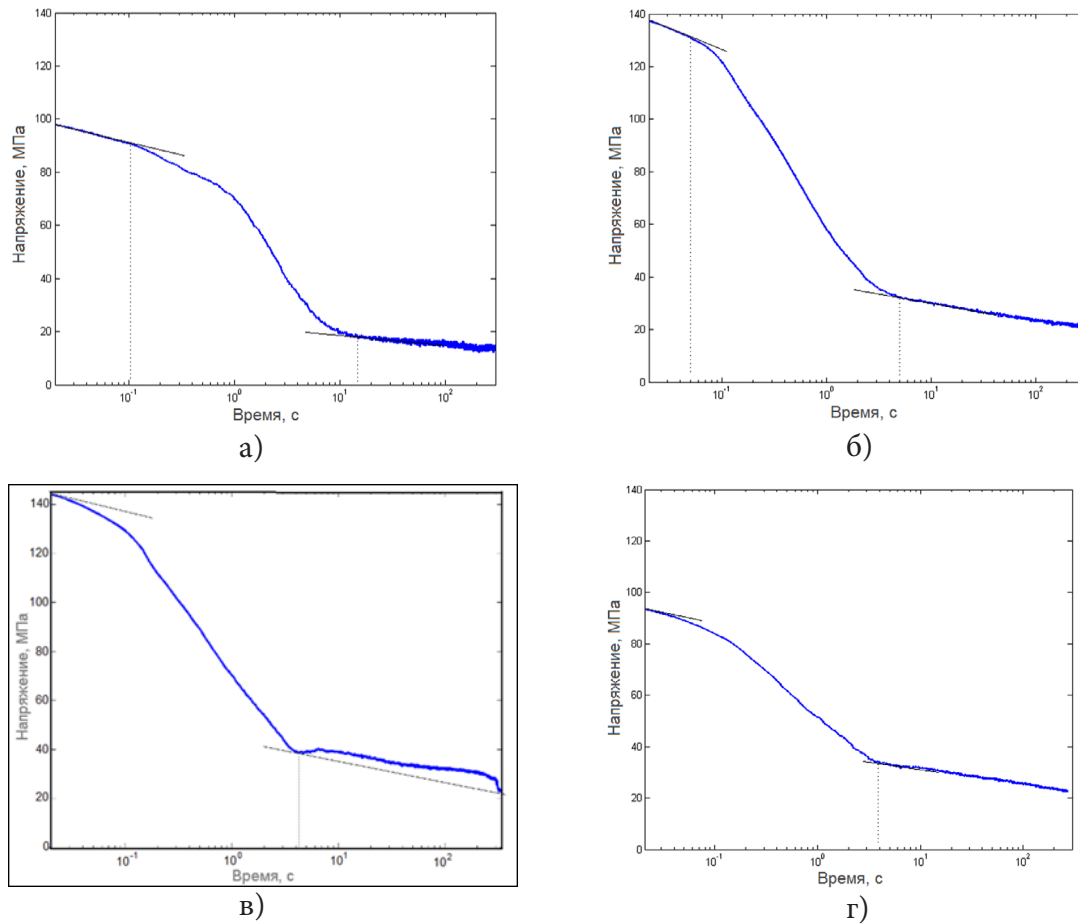
Непосредственно после завершения деформации аустенита по режимам III и IV (рис. 4б,в) происходит МДР, с которой после некоторого инкубационного периода в ходе изотермической выдержки начинает конкурировать процесс СР, что отражается на процессе релаксации напряжений. В следующем разделе для определения характерных признаков МДР будут проанализированы особенности соответствующих диаграмм релаксации.

#### *Диаграммы релаксации напряжений и кинетика рекристаллизации*

Диаграммы релаксации напряжений после завершения деформации по режимам I-IV (табл. 2), построенные в полулогарифмическом масштабе, представлены на рис. 5а-г, соответственно. В случае самой крупнозернистой исходной структуры аустенита, когда в процессе деформации ДР не имела места, диаграммы (рис. 5а,б) имеют вид, характерный для процесса СР [4,10]. В частности, резкое разупрочнение после выраженного линейного

участка, отвечающего процессам возврата, позволяет по соответствующей «точке отрыва» оценить инкубационный период  $\tau_0$  процесса СР, а плавное завершение этого процесса к моменту  $t = \tau_p$  легко определяется с помощью касательной к протяженному завершающему сегменту, разупрочнение на котором идет не быстрее, чем на начальном (пологом) участке диаграммы. Естественно предположить, что видимое на диаграммах релаксации медленное разупрочнение после завершения первичной СР ( $t > \tau_p$ ) связано с ростом новых бездефектных зерен, однако данная гипотеза нуждается в отдельном подтверждении металлографическими методами. Инкубационный период СР уменьшается с ростом предшествующей деформации (рис. 5а,б): при  $\epsilon = 0,25$  и  $0,80$  величина  $\tau_0$  принимает значения  $0,10 \text{ с}$  и  $0,05 \text{ с}$ , соответственно. Подобная зависимость от  $\epsilon$  характерна и для времени завершения СР:  $\tau_p(0,25) = 15 \text{ с}$ , тогда как  $\tau_p(0,80) = 5 \text{ с}$ . Стоит обратить внимание на высокую скорость СР исследуемой стали в условиях горячей прокатки, т.к. при «дробных» схемах, используемых в производстве, относительно малая величина  $\tau_p \sim 10 \text{ с}$  фактически означает прохождение СР в технологических паузах между последовательными обжатиями. При этом, в свою очередь, резко снижается вероятность ДР и МДР, поскольку за один этап «дробной» прокатки величина  $\epsilon$ , как правило, не превышает  $0,20$ , а накоплению движущей силы ДР за несколько последовательных этапов препятствуют промежуточные процессы СР.

Рассмотрим диаграммы релаксации напряжений в случае МДР, которая начинается сразу после завершения частичной ДР и продолжается совместно с процессом



**Рис. 5.** Диаграммы релаксации напряжений после завершения деформации аустенита со скоростью  $1 \text{ с}^{-1}$  при  $1000^\circ\text{C}$  с исходным размером зерен  $d=45 \text{ мкм}$  и  $\varepsilon=0,25$  (а),  $\varepsilon=0,80$  (б);  $d=23 \text{ мкм}$  и  $\varepsilon=1,00$  (в), а также  $d=10 \text{ мкм}$  и  $\varepsilon=0,80$  (г).

СР. Подобный сценарий остается актуальным для технологий горячей деформации (ковка, прессование), где величина  $d\varepsilon/dt$  значительно меньше, чем при прокатке. Особенности кинетики рекристаллизации после деформации, в ходе которой выявлены признаки ДР (рис. 4б,в), видны на рис. 5в,г. Прежде всего, это отсутствие инкубационного периода, т.к. во время изотермической выдержки продолжают расти новые зерна, ранее возникшие при деформации. Кроме того, в рассматриваемых случаях следует отметить относительно резкое (по сравнению с рис. 5а,б) завершение рекристаллизации, что должно быть связано с конкурентным ростом новых зерен, зародившихся в ходе деформации (МДР) и после ее завершения (СР). Для правильной интерпретации указанного эффекта необходимо провести специальные металлографические исследования различных стадий рассматриваемого процесса, поскольку зерна МДР и СР различаются между собой как по размеру, так и по форме [7,8]. Наконец, стоит обратить внимание на некоторое различие диаграмм релаксации на рис. 5в,г, первая из которых отвечает более крупнозернистой исходной структуре аустенита и, соответственно, меньшему развитию ДР в ходе деформации. Отличительной особенностью диаграммы на рис. 5в является участок некоторого упрочнения ( $4 \text{ с} < t < 300 \text{ с}$ ) после рекристаллизации, связанный, по-видимому, с деформационно-стимулированным выделением карбидов и/или карбонитридов. Время завершения «смешанной» (МДР/СР) рекристаллизации

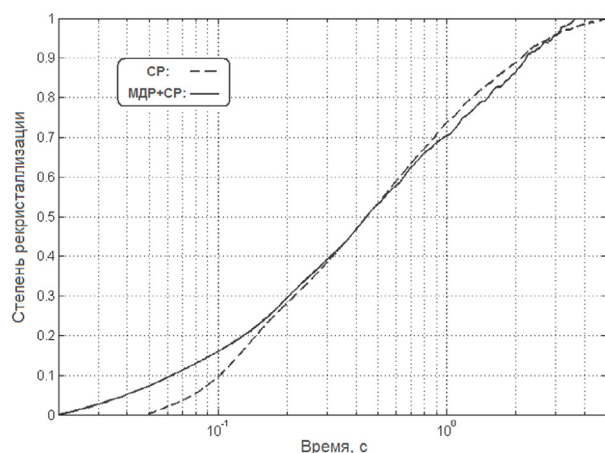
в случаях, представленных на рис. 5в,г, остается практически неизменным:  $\tau_p \approx 4 \text{ с}$ .

С помощью полученных данных о релаксации напряжений можно по характеру разупрочнения исследовать кинетику рекристаллизации, используя безразмерную оценку:

$$P(t) = |\sigma_t - \sigma_{\tau_0}| / |\sigma_{\tau_p} - \sigma_{\tau_0}|, \quad (1)$$

где  $\sigma_t$ ,  $\sigma_{\tau_0}$  и  $\sigma_{\tau_p}$  - значения величины напряжений в текущий момент времени, при  $t = \tau_0$  (начало рекристаллизации) и  $t = \tau_p$  (завершение рекристаллизации), соответственно. Это выражение унифицирует анализ различных диаграмм релаксации, отличающихся друг от друга своими характеристическими напряжениями  $\sigma_{\tau_0}$  и  $\sigma_{\tau_p}$ , и позволяет оценивать зависимость доли охваченного рекристаллизацией объема от времени.

Рассмотрим, применяя оценку (1), случаи СР (рис. 5б) и смешанной (СР/МДР, рис. 5г) рекристаллизации, которые происходят при одинаковых характеристиках предшествующей деформации ( $\varepsilon$ ,  $d\varepsilon/dt$  и  $T$ ), но при разных размерах исходных зерен аустенита. Две зависимости, представленные на рис. 6 воспроизводят ранее выявленные методом релаксации особенности разупрочнения с участием МДР, т.е.  $\tau_0 = 0$  и относительно резкое завершение процесса. Кроме того, эти графики позволяют сделать полезные сравнительные оценки, свидетельствуя, в частности, что совместное протекание СР и МДР в



**Рис. 6.** Степень рекристаллизации аустенита в зависимости от времени после деформации 0,8 при 1000°C для среднего размера исходного зерна 45 мкм (штриховая линия) и 10 мкм (сплошная линия), где отсутствие инкубационного периода обусловлено вкладом метадинамической рекристаллизации.

среднем снижает скорость рекристаллизации вплоть до самой завершающей ее стадии ( $P \approx 95\%$ ), где происходит повторное пересечение сплошной и штриховой линий. Причиной указанного снижения является, по-видимому, меньшая скорость роста частично наклепанных зерен МДР, что в среднем (по объему) замедляет процесс.

Таким образом, современные термомеханические симуляторы серии Gleeble позволяют на единственном образце моделировать деформацию аустенита низкоуглеродистой стали и методом релаксации напряжений регистрировать кинетику его последующей рекристаллизации, включая определение инкубационного периода и времени завершения процесса. Кроме того, на подобном оборудовании возможно выявление исходных зерен  $\gamma$ -фазы посредством термического травления в вакууме, что позволяет исследовать влияние структуры аустенита на его деформацию и рекристаллизацию, не прибегая к трудоемким металлографическим процедурам.

#### 4. Заключение

1. Статическая рекристаллизация аустенита стали 09ХН2МД после деформаций величиной до 80% при 1000°C проходит за время порядка или менее 10 с, что с учетом технологических ограничений при дробных схемах горячей прокатки означает полное завершение рекристаллизации в технологических паузах между последовательными обжатиями.

2. В случае частичной динамической рекристаллизации деформируемого аустенита стали 09ХН2МД на диаграммах  $\sigma(t)$  последующей релаксации напряжений отчетливо выявляются характерные признаки метадинамической рекристаллизации. К таким признакам относятся отсутствие инкубационного периода и меньшая скорость разупрочнения, а также резкое (без постепенного замедления) завершение процесса.

#### Литература

1. Han Dong, Xingjun Sun, Weijun Hui Shulan Zhang, Jie Shi, M. Wang. *ISIJ Int.* **48**, 1126 (2008).
2. J.I. Leinonen. *Acta Polytech.* **44**, 37 (2004).
3. K. Mukherjee, S.S. Hazra, M. Militzer. *Metall. Mater. Trans.* **40**(9), 2145 (2009).
4. C.L. Miao, C.J. Shang, G.D. Zhang, S.V. Subramanian. *Mater. Sci. Eng.* **A527**, 4985 (2010).
5. J. Reiter, C. Bernhard, H. Presslinger. *Mater. Charact.* **527**, 737 (2008).
6. C. Garcia de Andres, M.J. Bartolome, C. Capdevila, D. San Martin, F.G. Caballero, V. Lopes. *Mater. Charact.* **46**, 389 (2001).
7. A.I. Fernandez, P. Uranga, B. Lopez, J.M. Rodriguez-Ibabe. *Mater. Sci. Eng.* **A361**, 367 (2003).
8. H. Beladi, P.D. Hodgson, M.R. Barnett. *ISIJ Int.* **45**, 1893 (2005).
9. C. Garcia de Andres, F.G. Caballero, C. Capdevila, D. San Martin. *Mater. Charact.* **49**, 389 (2003).
10. J.S. Perttula, L.P. Karjalainen. *Mater. Sci. Technologies* **14**, 626 (1998).
11. J.G. Bianchi, L.P. Karjalainen. *Journal of Materials Processing Technology* **160**, 267 (2005).