#### www.lettersonmaterials.com

PACS: 81.20.-n

# Structural changes of the Cu-0.6Cr alloy upon cooling at different rates after a large high-temperature deformation

D. A. Aksenov<sup>†,1,2</sup>, G. I. Raab<sup>1</sup>, R. N. Asfandiyarov<sup>1,2</sup>

<sup>†</sup>AksyonovDA@mail.ru

<sup>1</sup>Ufa State Aviation Technical University, 12 K. Marx St., Ufa, 450077, Russia <sup>2</sup>Institute of Molecule and Crystal Physics UFRC RAS, 151 Oktyabrya Av., Ufa, 450075, Russia

The present work studies changes in the structure of samples of the Cu-0.6Cr alloy in the state of a supersaturated solid solution, subjected to large plastic deformation by upsetting by 90% ( $e \approx 2.0$ ) at a temperature of 800°C and cooling in various environments: liquid nitrogen, water and air, providing different cooling rates of the material. It is shown that the cooling rate has a decisive influence on the type of structure formed. It was found that in the Cu-0.6Cr alloy, a decrease in the cooling rate leads to a decrease in the fraction of high-angle boundaries and to the formation of a finer structure at the meso and micro levels. At the same time, strength and conductivity values grow. At a high cooling rate (liquid nitrogen), the structural state corresponding to the stage of dynamic recrystallization and polygonization is observed. Such a structure has a low dislocation density and more perfect boundaries. When cooling in air at the first stage, post-dynamic recrystallization processes develop, associated with the nucleation of new nuclei of recrystallized grains along the boundaries of deformed grains, as well as the development of a substructure. The average grain and subgrain size decreases to  $1.7\pm0.2$  and  $1.1\pm0.2$  µm, respectively. With further cooling, from a temperature of ~600°C, two competing processes that develop during aging obviously begin to occur, namely, the recovery of the structure and the decomposition of the solid solution. This is evidenced from a decrease in the lattice parameter and an increase in electrical conductivity (up to 79% IACS), and the close interaction of dispersed particles 5-10 nm in size and dislocations leads to the further development of the substructure. At the same time, the proportion of middle-angle boundaries increases and the proportion of twin boundaries decreases, while the proportion of high-angle boundaries of the general type remains practically unchanged.

Keywords: large deformation, elecrotechnical bronze, structural phase transformations, dynamic recrystallization, polygonization.

УДК: 539.2

## Структурные изменения сплава Cu-0.6Cr при охлаждении с разными скоростями после большой высокотемпературной деформации

### Аксенов Д. А.<sup>†,1,2</sup>, Рааб Г. И.<sup>1</sup>, Асфандияров Р. Н.<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. К. Маркса, 12, Уфа, 450077, Россия <sup>2</sup>Институт физики молекул и кристаллов УФИЦ РАН, пр. Октября, 151, Уфа, 450075, Россия

В работе исследованы изменения в структуре образцов сплава Cu-0.6Cr в состоянии пересыщенного твердого раствора, подвергнутых большой пластической деформации осадкой (90%,  $e \approx 2.0$ ) при температуре 800°C и охлаждению в различных средах: жидком азоте, воде и на воздухе, обеспечивающих разную скорость охлаждения материала. Показано, что скорость охлаждения оказывает решающее влияние на тип формирующейся структуры. Установлено, что в сплаве Cu-0.6Cr снижение скорости охлаждения приводит к снижению доли большеугловых границ и к формированию более мелкой структуры на мезо- и микроуровнях. При этом растут показатели прочности и проводимости. При высокой скорости охлаждения (жидкий азот) происходит фиксация структурного состояния, соответствующего стадии динамической рекристаллизации и полигонизации. Такая структура имеет низкую плотность дислокаций и более совершенные границы. При охлаждении на воздухе на первом этапе развиваются процессы пост-динамической рекристаллизации, связанные с зарождением новых зародышей рекристаллизованных зерен по границам деформированных зерен, а также развитие субструктуры. Средний

размер зерен и субзерен уменьшается до 1.7±0.2 и 1.1±0.2 мкм, соответственно. При дальнейшем охлаждении, с температуры ≈600°С, очевидно, начинают протекать два конкурирующих процесса, развивающиеся при старении, а именно возврат структуры и распад твердого раствора. Об этом свидетельствуют уменьшение значения параметра решетки и увеличение электропроводности (до 79% IACS), а тесное взаимодействие дисперсных частиц размером 5–10 нм и дислокаций ведет к дальнейшему развитию субструктуры. При этом растет доля среднеугловых границ и уменьшается доля двойниковых границ, тогда как доля большеугловых границ общего типа практически не изменяется.

Ключевые слова: большая деформация, бронза электротехнического применения, структурно-фазовые превращения, динамическая рекристаллизация, полигонизация.

#### 1. Введение

Среди большинства медных сплавов в отдельный класс выделяют дисперсионно-твердеющие низколегированные сплавы. Благодаря легированию различными элементами (Cr, Zr, Ni, Si и др.), в этих сплавах можно добиться существенного повышения комплекса физико-механических и эксплуатационных характеристик с помощью термомеханической обработки [1-8]. В производственных условиях, когда, как правило, используются непрерывные процессы, первым этапом обработки таких сплавов является горячая (при температурах 800-900°С) деформация [9-12], где основными структурообразующими процессами являются полигонизация и динамическая рекристаллизация. Надо отметить, что эти процессы хорошо изучены на сталях и никелевых сплавах [13-18], а в последнее время активные исследования идут и в отношении низколегированных медных сплавов. Актуальность этих исследований начинает возрастать с развитием методов деформационной обработки, позволяющих достичь больших степеней деформаций (e>1), увеличением скоростей обработки и появлением возможностей управления скоростью охлаждения в процессе обработки. Однако большинство работ по данной тематике посвящено процессу динамической рекристаллизации при различных температурах, скоростях и степенях деформации. Так, в работе [19] показано, что с увеличением скорости деформации растет количество центров зарождения рекристаллизованных зерен и в целом рекристаллизованного объема. В то же время снижение скорости деформирования ведет к увеличению скорости роста новых зерен. С помощью методов EBSD и TEM в работе [20] выявлено, что увеличение степени деформации также ведет к увеличению объема рекристаллизованных зерен. При этом при динамической рекристаллизации преимущественными центрами зарождения зерен будут тройные стыки [21], в то время как при постдинамической рекристаллизации зародыши будут появляться по границам деформированных зерен [22]. Рекристаллизация в этом случае будет проходить по механизму расщепления высокоугловых границ [23].

Довольно подробно исследованы процессы рекристаллизации и полигонизации одного из широко используемых медных сплавов системы Cu-Cr-Zr [23–28]. Однако в исследованиях мало уделено внимания такому важному фактору как скорость охлаждения после деформации, которая может оказывать заметное влияние на структурообразование. В связи с этим, в настоящей работе ставилась задача исследовать особенности структурных изменений при разных скоростях охлаждения низколегированного сплава Cu-0.6Cr, после горячей осадки (850–800°C) с высокой степенью деформации ( $e \approx 2.0$ ).

#### 2. Материал и методики эксперимента

Объектом исследования был сплав Cu-0.6Cr в состоянии пересыщенного твердого раствора, полученного закалкой в воду после выдержки при температуре 1000°C в течение 1 часа.

Деформацию образцов проводили свободной осадкой с относительной степенью деформации около 90% (логарифмическая деформация  $e \approx 2.0$ ). После осадки образцы имели диаметр  $56\pm0.5$  мм и высоту  $5\pm0.5$  мм. Скорость деформирования составляла 4 мм/с. Температуру измеряли с помощью пирометра Testo 835-T2. Температура в ходе деформации понизилась с 850 до 800°C. Для обеспечения разной скорости охлаждения образцы после осадки помещали в жидкий азот (-195.8°C), воду (10°C) или на воздух (25°C).

Структурные исследования проводились в центральной области поперечного сечения образцов на разных масштабных уровнях с использованием светового микроскопа Olympus GX51, сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMH и просвечивающего электронного микроскопа Jeol 2100 (ПЭМ). Дифрактограммы получали на дифрактометре Rigaku Ultima IV с использованием Си<sub>ка</sub>-излучения по схеме «Брэгг-Брентано». Микротвердость измеряли на микротвердомере Micromet 5101 в поперечном сечении по диаметру с шагом 1 мм. Электропроводность измеряли вихретоковым методом с помощью прибора ВЭ-27НЦ.

#### 3. Результаты исследования

#### 3.1. Макроуровень

Образцы в исходном состоянии после высокотемпературной обработки и закалки в воду имеют крупнозернистую структуру со средним размером зерна 310±10 мкм и макродвойниками роста (Рис. 1а).

После деформации и охлаждения в азот фиксируется структура конечной стадии деформации с крупными зернами со средним размером 19.0±0.8 мкм (Рис. 1b). Её можно охарактеризовать как структуру, полученную в процессе динамической рекристаллизации. Макро-

двойников термического происхождения, характерных для исходного состояния, не наблюдается. Охлаждение в воду также позволяет зафиксировать состояние, близкое к состоянию в конце процесса деформации. Однако в этом случае структура отличается меньшим средним размером зерен — 10.0±0.5 мкм (Рис. 1с). Структура в исследованной области очага деформации сохраняет однородность. Охлаждение на воздухе приводит формированию бимодальной вытянутой струк-К туры (Рис. 1d). В структуре наблюдаются прослойки укрупнившихся рекристаллизованных зерен, ориентированных в направлении скольжения. Средний поперечный размер таких зерен составляет 16.9±1.3 мкм, коэффициент вытянутости формы k=4.5. Также наблюдаются более крупные вытянутые зерна со средним поперечным размером  $35 \pm 3.6$  мкм, коэффициент вытянутости k=4. При этом остаются структурные области, детали которых не разрешаются методом световой микроскопии.

#### 3.2. Мезоуровень

С целью анализа на мезоуровне, а также определения доли больше- и малоугловых границ, структура образсплава была исследована методом EBSD. HOB При охлаждении в азоте формируются преимущественно большеугловые границы (68%) с преобладающей долей двойниковых границ (58-60°) (Рис. 2а). Средний поперечный размер двойников составляет  $2.4 \pm 0.3$  мкм. Охлаждение в воду ведет к снижению доли большеугловых границ почти вдвое (38%) и уменьшению количества двойниковых границ (Рис. 2b). Средний размер двойников практически не изменяется и составляет 2.0±0.3 мкм. При охлаждении на воздухе доля большеугловых границ составляет 28%, двойников не наблюдается. При этом происходит существенное уменьшение среднего размера зерен и субзерен до 1.7±0.2 и 1.1±0.2 мкм, соответственно (Табл. 1).

**Табл. 1.** Средние размеры зерен и субзерен. **Table 1.** Average grain and subgrain sizes.

Осадка при 800°С с последующим охлаждением Upsetting at 800°С followed by cooling	Средний размер субзерен, мкм The average size of the subgrains, µm	Средний размер зерен, мкм The average size of the grains, µm
в азоте in liquid nitrigen	$5.0 \pm 0.3$	$7.5 \pm 0.4$
в воде in water	3.1±0.3	$6.5 \pm 0.4$
на воздухе in air	1.1±0.2	1.7±0.2





**Рис. 1.** Структура сплава Cu-0.6Cr после различных условий обработки: 1000°С, охлаждение в воде (а); осадка при 800°С, охлаждение в жидком азоте (b); осадка при 800°С, охлаждение в воде (с); осадка при 800°С, охлаждение на воздухе (d).

**Fig. 1.** Structure of Cu-0.6Cr alloy after various processing conditions: 1000°C, cooling in water (a); upsetting at 800°C, cooling in liquid nitrogen (b); upsetting at 800°C, cooling in water (c); upsetting at 800°C, cooling in air (d).

#### 3.3. Микроуровень

Микроструктуру сплава Cu-0.6Cr исследовали при помощи ПЭМ. При охлаждении в азот тело зерна освобождается от дислокаций, при этом на границах зерен наблюдаются дифракционные контрасты, свидетельствующие о релаксации накопленных напряжений в приграничных областях. Наблюдаются частицы вторых фаз. На Рис. За видно новое рекристаллизованное зерно, образовавшееся на тройном стыке. Средний размер структурных составляющих равен 0.90±0.08 мкм. При охлаждении в воду структурное состояние отличается. Уменьшается средний размер структурных составляющих до 0.70±0.05 мкм. В теле зерен наблюдаются дислокационные сетки. При этом зарождение новых рекристаллизованных зерен в процессе пост-динамической рекристаллизации может происходить по границам деформированных зерен, как это видно на Рис. 3 b. При медленном охлаждении на воздухе кинетика структурных изменений становится сложнее. Как видно на Рис. 3 с, структурные составляющие имеют вытянутую форму. Наблюдаются как неравновесные границы, совмещенные с дислокационными стенками, так и сформировавшиеся тонкие границы. В теле зерен наблюдаются дислокационные скопления, «декорированные» мелкодисперсными частицами размером 10–20 нм. Средний размер структурных составляющих равен 0.3 ± 0.05 мкм.

#### 3.4. Свойства сплава Си-0.6Сг

На Рис. 4 представлен график изменения микротвердости сплава Cu-0.6Cr в зависимости от скорости охлаждения после горячей осадки. Видно, что с уменьшением скорости охлаждения микротвердость возрастает. Охлаждение в азот ведет к формированию состояния с низкой микротвердостью. Значения микротвердости данного состояния соответствуют значениям микротвердости исходного состояния образцов и составляют 650±40 МПа. Наиболее прочное состояние формируется при медленном охлаждении на воздухе, что можно связать с процессом распада твердого раствора (TP) и с выделением мелких дисперсных упрочняющих частиц.

Характер изменения электропроводности отражает концентрацию твердого раствора при разных скоростях охлаждения. По результатам измерения электропроводности видно, что при охлаждении в азот (61% IACS) и в воду (72% IACS) степень пересыщенности твердого раствора выше, чем при охлаждении на воздухе (79% IACS).



**Рис. 2.** (Color online) Карты распределения зерен по разориентировкам в сплаве Cu-0.6Cr после осадки при 800°C с охлаждением: в жидком азоте (a); в воде (b); на воздухе (c).

**Fig. 2.** (Color online) Maps of grain distribution according to misorientations in the Cu-0.6Cr alloy after upsetting at 800°C with cooling: in liquid nitrogen (a); in water (b); in the air (c).



**Рис. 3.** Изображения микроструктуры сплава Cu-0.6Cr после осадки при 800°C и охлаждении (ПЭМ): в жидком азоте (a); в воде (b); на воздухе (c).

**Fig. 3.** Images of the microstructure of the Cu-0.6Cr alloy after upsetting at 800°C and cooling (TEM): in liquid nitrogen (a); in water (b); in the air (c).

#### 4. Обсуждение

Известно, что в процессе горячей деформации реализуются несколько конкурирующих процессов, как упрочняющих, так и разупрочняющих. С одной стороны, процессы полигонизации и рекристаллизации ведут к снижению напряжений и уменьшению плотности дислокаций. С другой стороны, процесс структурной трансформации зерен и большеугловых границ в условиях пластической деформации приводит к упрочнению. При охлаждении в азоте степень переохлаждения достаточна, чтобы успеть зафиксировать структурное состояние, соответствующее окончанию процесса горячей деформации. При этом было зафиксировано крупнозернистое состояние. В данных условиях распада твердого раствора практически не происходит, о чем свидетельствуют низкая электропроводность и отсутствие мелких дисперсных частиц вторых фаз размером менее 20 нм (Табл. 2). О низкой степени наклепа свидетельствуют значения микронапряжений и плотности дислокаций (Табл. 2). При этом наблюдается высокая доля большеугловых границ, как общего типа, так и двойниковых (Рис. 5).

При охлаждении в воду скорость охлаждения несколько ниже, но при этом удается зафиксировать крупнозернистое состояние и твердый раствор, о чем свидетельствуют данные параметра решетки (Табл. 2) и электропроводности (Рис. 4b). При этом значения микротвердости (Рис. 4) и электропроводности (71% IACS) выше, чем в состоянии, полученном при охлаждении в азот (Рис. 4). Таким образом, можно предположить, что при охлаждении в воду происходит частичный распад пересыщенного твердого раствора. Мелкодисперсные частицы размером 5–10 нм наблюдаются в местах скопления дислокаций и препятствуют их дальнейшему продвижению. Наблюдается уменьшение доли большеугловых границ двойникового типа. Плотность дислокаций остается на том же уровне, что и при охлаждении в азот (Табл. 2). При этом наблюдается некоторое уменьшение среднего размера зерна (Табл. 1), что может быть связано с частичным протеканием процессов пост-динамической рекристаллизации и полигонизации, ведущих к выстраиванию новых мало- и большеугловых границ.

При охлаждении на воздухе вначале развиваются процессы пост-динамической рекристаллизации, связанные с зарождением новых зародышей рекристаллизованных зерен по границам деформированных зерен, а также происходит развитие субструктуры. Средний размер зерен и субзерен уменьшается до 1.7±0.2 и 1.1±0.2 мкм соответственно. Далее, начиная с температуры 600°С, очевидно, начинают протекать два конкурирующих процесса, развивающиеся при старении, а именно возврат структуры и распад ТР. Об этом свидетельствуют уменьшение значения параметра решетки (Табл. 2) и увеличение электропроводности (до 79% IACS). Взаимодействие дисперсных частиц размером 5-10 нм и дислокаций ведет к дальнейшему развитию субструктуры. При этом растет доля среднеугловых границ и происходит уменьшение доли двойниковых границ, тогда как доля большеугловых границ общего типа практически не изменяется (Рис. 5).

Осадка при 800°С с последующим охлаждением Upsetting at 800°С followed by cooling	<i>a</i> , Å	OKP, нм CRS, nm	e, %	Плотность дислокаций, м <sup>-2</sup> Dislocation density, m <sup>-2</sup>
в азоте in liquid nitrigen	3.618(4)	$142 \pm 7$	0.020	1.9·10 <sup>13</sup>
в воде in water	3.617(6)	155±7	0.023	2.1.1013
на воздухе in air	3.616(4)	83±6	0.042	6.8·10 <sup>13</sup>

**Табл. 2.** Данные рентгеноструктурного анализа (PCA). **Table 2.** X-ray analysis data (XRD).





**Рис. 4.** Микротвердость в поперечном сечении по диаметру образца.

Fig. 4. Microhardness in cross section along the diameter of the sample.

**Рис. 5.** Гистограмма изменения доли мало- и большеугловых границ при охлаждении в разные среды.

**Fig. 5.** A histogram of the change in the fraction of small and high angle boundaries upon cooling to different media.

#### 5. Выводы

1. При свободной осадке сплава Cu-0.6Cr на  $\approx$ 90% ( $e \approx 2.0$ ) уменьшение скорости охлаждения материала ведет к повышению доли среднеугловых границ и уменьшению доли большеугловых границ, в первую очередь за счет уменьшения количества двойниковых границ. При этом повышается микротвердость сплава, которая становится максимальной при охлаждении на воздухе за счет термической инициации стадии дисперсионного упрочнения.

2. При охлаждении в азот фиксируется структурное состояние, соответствующее окончанию процесса осадки и реализующимся при этом процессам динамической рекристаллизации. Средний размер зерен достигает 7.5±0.4 мкм. Сохраняется ТР, плотность дислокаций составляет 1.9 · 10<sup>13</sup> м<sup>-2</sup>.

3. При охлаждении в воду происходит частичный распад твердого раствора и пост-динамическая рекристаллизация. Зарождение новых зерен происходит по границам существующих зерен. Средний размер зерен равен 6.5±0.4 мкм. Плотность дислокаций составляет 2.1·10<sup>13</sup> м<sup>-2</sup>. Увеличение доли среднеугловых границ происходит в равной степени за счет двойниковых границ и большеугловых границ общего типа.

4. При охлаждении на воздухе первоначально развиваются процессы пост-динамической рекристаллизации, которые приводят к уменьшению размера зерен. Затем, при дальнейшем охлаждении ниже  $\approx 600^{\circ}$ С происходит процесс старения материала, в ходе которого происходит распад твердого раствора с выделением мелкодисперсных частиц размером 5–10 нм, развитие дислокационной структуры (плотность дислокаций 6.8 · 10<sup>13</sup> м<sup>-2</sup>), преимущественно в виде сеток. Доля большеугловых границ общего типа соответствует структурному состоянию как при охлаждении в воду. Таким образом, увеличение доли среднеугловых границ происходит за счет малоугловых и двойниковых границ.

Благодарности/Acknowledgments. Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда № 19-19-00432. / The study was carried out by a grant from the Russian Science Foundation (project № 19-19-00432).

#### Литература/References

- 1. A. Vinogradov, V. Patlan, Y. Suzuki, K. Kitagawa, V. Kopylov. Acta Mater. 50, 1631 (2005).
- A. Vinogradov, T. Ishida, K. Kitagawa, V.I. Kopylov. Act. Mater. 53, 2181 (2005). <u>Crossref</u>

- Q. Liu, X. Zhang, Y. Ge, J. Wang, J.Z. Cui. Metall Mater Trans A. 37, 3233 (2006). <u>Crossref</u>
- A. Morozova, E. Borodin, V. Bratov, S. Zherebtsov, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Materials. 10, 1394 (2017). Crossref
- 5. Q. Lei, Z. Li, T. Xiao, Y. Pang, Z.Q. Xiang, W.T. Qiu, Z. Xiao. Intermetallics. 42, 77 (2013). <u>Crossref</u>
- I. Altenberger, H.-A. Kuhn, M. Gholami, M. Mhaede, L. Wagner. Metals. 5, 763 (2015). <u>Crossref</u>
- N. R. Bochvar, O. V. Rybalchenko, D. V. Shangina, S. V. Dobatkin. Mater. Sci. and Eng. A. 757, 84 (2019). Crossref
- 8. V. Dobatkin, J. Gubicza, D. V. Shangina, N. R. Bochvar, N. Y. Tabachkova. Mater. Lett. 153, 5 (2015). <u>Crossref</u>
- 9. Ju. Loginov. Journal of Siberian Federal University. Engineering and Tecnologies. 3, 316 (2014).
- 10. M. Goto, S. Kawakita, Y. Mae. Patent US №5391243/1995.
- 11. K. Sawada, M. Kitanishi. Patent JAP 54079120/1979.
- 12. N. Kubo, K. Nanjo, T. Sano. Patent JAP 4171907/2008.
- 13. J.J. Jonas, C.M. Sellar, W.J. Tegart. Metall. Rev. 130, 1 (1969).
- 14. F. J. Humphreys, M. Hatherly. Recristallization and Related Annealing Phenomena. Pergamon (1995) 496 p.
- 15. J. J. Jonas, J. Weiss. Metal Sci. 13, 238 (1979). Crossref
- 16. J. Weiss, J. J. Jonas. Metal Trans. 10A, 831 (1979). Crossref
- 17. H. J. McQueen, S. Yue, N. D. Ryan, E. Fry. J. Mater. Process. Technol. 53, 293 (1995). <u>Crossref</u>
- M.-S. Chen, Y.C. Lin, K.-K.Li. Proced. Eng. 207, 2125 (2017). <u>Crossref</u>
- 19. G. Ji, F. Qin, L. Zhu, Q. Li, L. Li. J. Mater. Eng. Perf. 26, 2698 (2017). Crossref
- 20. C. Huang, X. Jia, Zh. Zhang. Metals. 8, 585 (2018). Crossref
- 21. L. Blaz, T. Sakai, J. J. Jonas. Metal Sci. 17, 609 (1983). Crossref
- 22. I. Shakhova, A. Belyakov, R. Kaibyshev. Mater. Sci. Forum Online. 879, 1749 (2016). <u>Crossref</u>
- Y. Zhang, H.-L. Sun, A. A. Volinsky, B.-H. Tian, Z. Chai, P. Liu, Y.Liu. Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.). 29, 422 (2016). <u>Crossref</u>
- 24. D. P. Shena, H. Zhoub, W. P. Tonga, J. Mater. Res. Technol. 8, 5041 (2019).
- W. Junfeng, Ch. Jinshui, G. Chengjun, Zh. Jianbo, X. Xiangpeng, Y. Bin. Mater. Character. 158, 109940 (2019). <u>Crossref</u>
- Y. Zhang, Zh. Chai, A. A. Volinsky, B. Tian, H. Sun, P. Liu, Y. Liu. Mater. Sci. Eng. A. 662, 320 (2016). <u>Crossref</u>
- 27. Ch. Xia, Y. Jia, W. Zhang, K. Zhang, Q. Dong, G. Xu, M. Wang. Mater. and Design. 39, 404 (2012). <u>Crossref</u>
- W. Gao, A. Belyakov, H. Miura, T. Sakai. Mater Sci. and Eng. A. 265, 233 (1999). <u>Crossref</u>