

УДК 621.762

Толочина А.В., Мамонова А.А., Окунь И.Ю., Евич Я.И.

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, г. Киев

ПОЛУЧЕНИЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Fe_3Al МЕТОДАМИ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

В работе были исследованы возможные способы получения интерметаллида Fe_3Al различными методами порошковой металлургии. Показано, что ударное горячее прессование порошковых смесей $Fe+14Al$, $Fe+15Al$ при температурах 1050 и 1150 °C позволяет получать беспористые образцы, в то время как свободное спекание при температурах 1400 и 1450 °C приводит к получению образцов с пористостью 15 и 6 % соответственно. Установлено, что применение ударного горячего прессования и горячей штамповки позволяет получать прочный интерметаллид Fe_3Al с более высокими механическими характеристиками по сравнению со свободным спеканием. Показано, что изменение вида структуры приводит к изменению механических свойств.

У роботі були досліджені можливі способи отримання інтерметаліду Fe_3Al різними методами порошкової металургії. Показано, що ударне гаряче пресування порошкових сумішей $Fe + 14Al$, $Fe + 15Al$ при температурах 1050 і 1150 °C дозволяє отримувати безпористі зразки, в той час як вільне спікання при температурах 1400 і 1450 °C призводить до отримання зразків із пористістю 15 і 6% відповідно. Встановлено, що застосування ударного гарячого пресування і гарячого штампування дозволяє отримувати міцний інтерметалід Fe_3Al з більш високими механічними характеристиками в порівнянні з інтерометалідом, отриманим вільним спіканням. Показано, що зміна виду структури призводить до зміни механічних властивостей.

In this paper we were investigated the possible ways of obtaining intermetallic Fe_3Al for different methods of powder metallurgy. It is shown that the impact sintering of powder mixtures $Fe + 14Al$, $Fe + 15Al$ at temperatures of 1050 and 1150 °C allows to obtain non-porous samples, while the free sintering at temperatures of 1400 and 1450 °C results in a sample with a porosity of 15 and 6% respectively. It is found that the use of impact sintering and hot forging allows to obtain a solid intermetallic Fe_3Al with higher mechanical properties compared to the free sintering. It is shown that a change of the structure leads to a change the mechanical properties.

Введение

Современная промышленность нуждается в разработке материалов, обладающих повышенными механическими характеристиками, износостойкостью, коррозионной стойкостью как при комнатной, так и при повышенных температурах эксплуатации. Поэтому более широкое применение новых материалов на основе интерметаллидов является одним из направлений решения этой задачи.

Интерметаллиды системы Fe-Al обладают рядом свойств, привлекательных для промышленного применения: низкий удельный вес, высокая прочность, химическая стойкость, высокое сопротивление коррозии, высокая износостойкость и жаропрочность, а также относительно низкая стоимость [1, 2]. Тем не менее ограниченная пластичность при низких температурах и резкое падение прочности выше 600°C являются основными недостатками для их использования в качестве конструкционных материалов.

Наиболее распространенные способы получения интерметаллидных материалов, в том числе алюминидов железа, связаны с методами литейного производства: выплавка в индукционных печах, электролитическое выделение кристаллов интерметаллидов из расплавов, электрошлаковая технология выплавки, метод выплавки по технологии Echo – Melt [3]. Для улучшения свойств материалов, полученных вышеуказанными методами применяют последующую обработку давлением для залечивания дефектов в виде пор и микротрещин. Кроме того, за счёт горячей пластической деформации отливок удастся диспергировать структуру, а легирование такими элементами, как Cr, Zr, В, позволяет повысить пластичность алюминидов [4]. Однако, указанный процесс производства алюминидов железа является многостадийным и энергоёмким.

Кроме того, для получения алюминида железа большое внимание уделяется методам порошковой металлургии, которые имеют ряд преимуществ: возможность управления микроструктурой, улучшение свойств, а также изготовление изделий заданной формы. Наряду с этим, данные методы потребляют меньшее количество материала и исключают процесс дальнейшей обработки [5, 6].

При получении алюминидов железа методами порошковой металлургии особое внимание следует уделить синтезу сплава из элементарных порошков Fe и Al, которые в правильной композиции образуют требуемое интерметаллическое соединение FeAl в соответствии с фазовой диаграммой. Одним из прогрессивных методов получения алюминидов является процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Несмотря на свое большое энергосберегающее преимущество, этот метод, главным образом, приводит к получению интерметаллида с пористой структурой, которая требует дальнейшей обработки давлением. Такими методами консолидации порошков являются

горячее прессование, горячее изостатическое прессование (ГИП), электроразрядное спекание (SPS, PAS, PPS) [7–9].

Тем не менее ограниченность информации о применении термомеханических процессов, основанных на динамической обработке материалов, таких как ковка и штамповка, приводит к необходимости проведения комплексных исследований в области разработки новых эффективных технологий получения изделий из сплава системы Fe-Al.

Таким образом, целью данной работы являлось исследование возможности получения интерметаллида системы Fe-Al технологиями спекания и ударной консолидации порошковых тел, а также влияния режимов применяемых методов на структуру и свойства алюминидов железа.

Экспериментальный раздел

В качестве исходных порошков для получения алюминида железа Fe_3Al использовали железный распыленный порошок марки ПЖР – 3.200.28 с размером частиц 45 – 160 мкм и порошок алюминия марки ПА – 4 с размером частиц 50 – 100 мкм.

В одном случае смесь порошков в соотношении Fe+14%Al (масс. %) готовили смешиванием в барабанном смесителе в среде спирта в течение 60 мин. В другом случае – смеси порошков с соотношением компонентов Fe+15%Al, Fe+15%Al+2%TiB₂, Fe+15%Al+4%TiB₂ (масс.%) готовили размолот исходных порошков железа и алюминия, а также борид титана TiB₂ в планетарной мельнице в среде спирта в течение 20 мин.

Из полученных смесей порошков прессовали цилиндрические образцы с удельным усилием 6 т/см². Изготовленные образцы для получения интерметаллида подвергались предварительному синтезу-спеканию при температуре 1000 °С с изотермической выдержкой 60 мин в вакууме 0,0133Па. Далее производилось уплотнение порошковых образцов путем свободного спекания при температурах 1400 и 1450°С, а также с применением внешнего давления – ударным горячим прессованием в вакууме при температурах 1050, 1150 °С и горячей штамповкой с нагревом в аргоне при температуре 1150 °С (образцы Fe–15Al+TiB₂). Уплотнение ударным горячим прессованием осуществлялось на высокоскоростном молоте, а горячая штамповка – на винтовом дугостаторном прессе в полузакрытом штампе.

После проведения соответствующих технологических операций на полученных образцах исследовали плотность (гидростатическим методом); удельное электросопротивление (методом измерения падения напряжения на исследуемом и эталонном образцах); твердость по Виккерсу с нагрузкой 100 Н на твердомере 2137 ТУ; прочность при изгибе на образцах размером 6×4×35 мм и расстоянием между опорами 20 мм; трещиностойкость на образцах размером 6×4×20 мм с расстоянием между опорами 10

мм. Трещину в образец вводили электроискровым способом, проволокой диаметром 0,1 мм. Испытания на изгиб и трещиностойкость проводили на испытательной машине CERAMTEST SYSTEM. Рентгенофазовый анализ образцов осуществляли на приборе ДРОН-3 в $\text{Co-K}\alpha$ излучении. Структуру и поверхность разрушения полученных образцов изучали на сканирующем электронном микроскопе JEOL Superprobe 733.

Обсуждение результатов

В процессе нагрева образцов из смесей порошков железа и алюминия в интервале температур 550–800°C происходит взаимодействие между порошками и синтез интерметаллидных соединений [10–11]. При этом синтез сопровождается экзотермической реакцией. Энтальпия образования интерметаллидных соединений нагревает прессованные образцы до значительных температур, вследствие чего осуществляется перенос тепла в окружающее пространство, что отражается на изменении размеров образцов, т.е. происходит увеличение их линейных размеров (диаметра и высоты) с образованием повышенной пористости. Кроме того, образование пор и трещин при спекании алюминида железа из элементарных порошков связывают и с эффектом Киркендала, заключающемся в разных скоростях взаимной диффузии элементов [12].

Указанные эффекты наблюдались и при спекании образцов из смеси порошков Fe+14Al в интервале температур 500–1450 °C. Плотность образцов до и после спекания, пористость спеченных образцов и их фазовый состав представлены в табл. 1. Обращает на себя внимание то, что уплотнение порошкового образца при спекании наблюдается только по достижении температуры 1400 °C. Температура же перехода твердокристаллического образца интерметаллида Fe_3Al в жидкое состояние, т.е. в расплав, составляет 1530 °C.

Таблица 1.

Плотность, пористость и фазовый состав после спекания образцов алюминида железа состава Fe–14Al при различных температурах

Температура спекания $T, ^\circ\text{C}$	Плотность до нагрева $\gamma_{\text{исх}}, \text{г/см}^3$	Плотность после нагрева $\gamma_{\text{спеч}}, \text{г/см}^3$	Пористость после спекания $\Theta, \%$	Фазовый состав материала
500	5,70	5,66	15,77	Fe, Al
600	5,68	3,37	49,85	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_2\text{Al}_5$
750	5,73	3,04	54,76	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_2\text{Al}_5, \text{FeAl}$
950	5,64	3,03	54,91	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_3\text{Al}$
1050	5,73	3,17	52,82	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_3\text{Al}$
1250	5,57	3,54	47,32	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_3\text{Al}$
1350	5,54	3,77	43,89	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_3\text{Al}$
1400	5,11	5,71	15,02	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_3\text{Al}$
1450	5,01	6,37	6,25	$\alpha\text{-Fe}, \text{Fe}_3\text{Al}$

Получение изделий с низкой пористостью путем консолидации порошков различными методами входит в перечень основных задач порошковой металлургии, а характеристики плотности и пористости являются одними из основных параметров порошковых тел. Получение практически беспористых образцов может быть обеспечено за счет термомеханической обработки порошковых заготовок, т.е. уплотнения материала при определенной температуре внешним давлением. Например, это такие методы, как ударное горячее прессование и горячая штамповка, которые успешно были применены для консолидации как однофазных, так и многофазных композиционных порошковых материалов [13-15].

Одним из преимуществ применения ударной консолидации порошковых материалов, по сравнению с традиционным свободным спеканием, является возможность существенно снизить температуру уплотнения и получить при этом высокоплотные материалы, которые к тому же обладают и более высокими механическими свойствами. Это особенно важно при консолидации ультра- и наноразмерных порошков, что позволяет сохранять ультрамелкую структуру. Применение ударной консолидации востребовано и имеет особое значение при уплотнении порошковых систем, свободное спекание которых является затруднительным в силу их плохой спекаемости, например, как в случае с жаростойкими сплавами (интерметаллиды, нихром и пр.).

Таблица 2.

Физико-механические свойства алюминиды железа Fe-14Al после спекания и ударного горячего прессования в вакууме при различных температурах

Физико-механические свойства алюминиды железа	Материал, метод и температура уплотнения			
	Fe-14Al			
	Спекание		Ударное прессование	
	1400°C	1450°C	1050°C	1150°C
Плотность γ , г/см ³	5,71	6,30	6,69	6,71
Удельное электросопротивление ρ , мкОм·см	195	124	121	122
Прочность при изгибе $\sigma_{изг}$, МПа	310	980	745	1060
Трещиностойкость K_{Ic} , МПа·м ^{1/2}	11,4	24,8	18,9	29,5
Твердость HV ₁₀ , МПа	–	–	2400	2430

Ударное горячее прессование порошковой смеси Fe+14Al при температурах 1050 и 1150 °C позволяет получать беспористые образцы, в то время как свободное спекание при температурах 1400 и 1450 °C приводит к получению образцов с пористостью 15 и 6 %, соответственно, табл. 2. Уплотнение алюминиды железа Fe-14Al ударной консолидацией

приводит и к более высоким механическим свойствам по сравнению со спеканием, табл. 2. Более низкие прочностные свойства образца после ударного прессования при 1050 °С связаны с низкой прочностью границ между частицами, и разрушающая трещина распространяется по границе, в то время как в случае с образцами после ударного прессования при 1150 °С и спекания при 1450 °С магистральная трещина распространяется как по границе, так и по материалу, т.е. скалывая частицы, рис. 1.

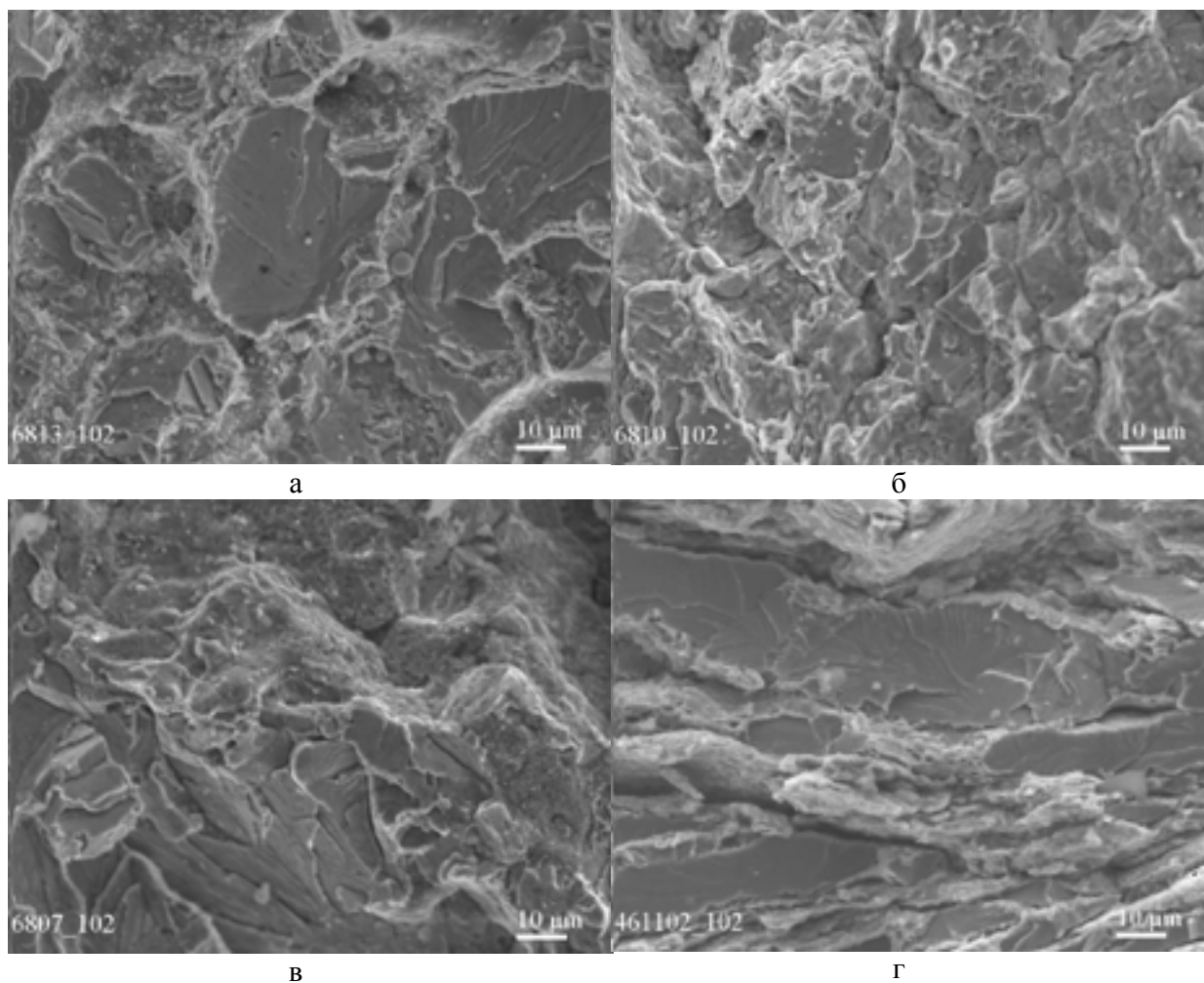


Рис. 1. Поверхность разрушения образцов алюмината железа, полученного свободным спеканием при температуре 1450°С (а) и ударным горячим прессованием при температурах 1050°С (б) и 1150 °С (в) для состава Fe-14Al и горячей штамповкой при температуре 1150°С (г) для состава Fe-15Al.

Повышение прочностных свойств порошкового материала может быть достигнуто несколькими путями и, в частности, за счет изменения геометрических параметров структуры (размер и морфология частиц), а также за счет введения в материал дисперсных

тугоплавких упрочняющих частиц. Для реализации указанных изменений в данном исследовании посредством высокоэнергетического размола порошковой смеси Fe-15Al исходные осесимметричные частицы принимали форму пластинчатых частиц с толщиной менее 10 мкм. Структуры образцов, полученных ударной консолидацией порошковых смесей с осесимметричными и пластинчатыми частицами, представлены на рис. 2.

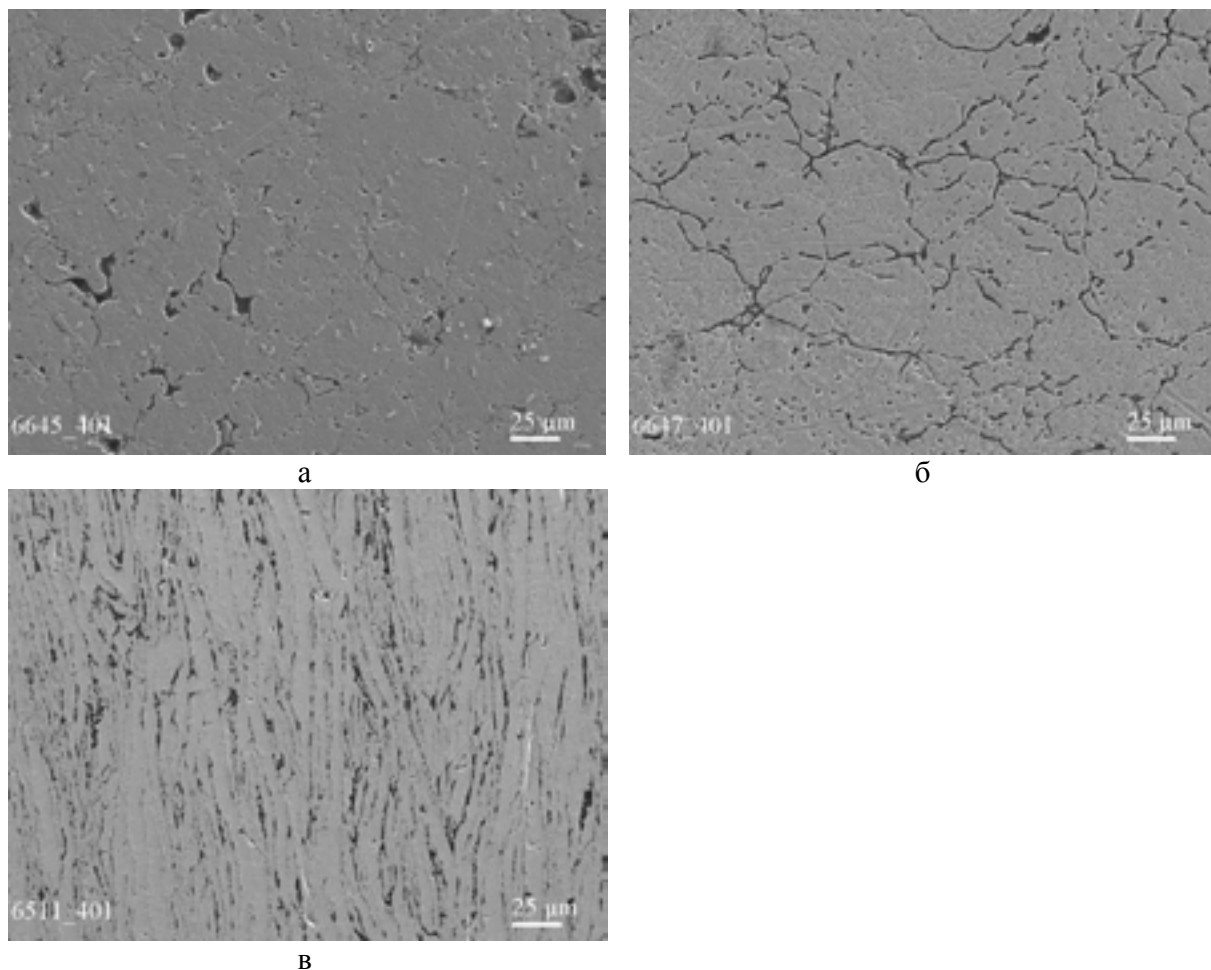


Рис. 2. Структура образцов алюминида железа Fe_3Al , полученных спеканием при температуре 1450°C (а), ударным горячим прессованием (б) и горячей штамповкой (в) при температуре 1150°C.

Ударная консолидация размолотых смесей порошков с пластинчатыми частицами показала, что образцы получаются беспористыми, но абсолютные значения плотности ниже таковых в сравнении с алюминидом железа, полученном из осесимметричных частиц. Это объясняется наличием тонких оксидных прослоек, в том числе шпинели $FeAl_2O_4$, на границах между частицами, которые образовались во время высокоэнергетического размола смеси исходных порошков железа и алюминия, что

показано в работе [16]. Образование пластинчатой структуры в алюминиде железа Fe-15Al привело к увеличению прочности при изгибе и твердости, и некоторому снижению трещиностойкости, табл. 3, что, с одной стороны, связано с влиянием оксидных прослоек, а, с другой стороны, - с маршрутом продвижения разрушающей трещины. Магистральная трещина, в силу специфичности пластинчатого строения структуры, распространяется сколом частиц и оксидных прослоек, так как ей сложно огибать протяженные пластинчатые частицы и продвигаться по хрупкой оксидной прослойке на границе между частицами.

Таблица 3.

Физико-механические свойства алюминиды железа Fe-15Al/TiB₂ после горячей штамповки в аргоне и ударного горячего прессования в вакууме при температуре 1150°С

Физико-механические свойства алюминиды железа	Материал, метод и температура уплотнения					
	Fe-15Al		Fe-15Al-2TiB ₂		Fe-15Al-4TiB ₂	
	Горячая штамповка	Ударное прессование	Горячая штамповка	Ударное прессование	Горячая штамповка	Ударное прессование
Плотность γ , г/см ³	6,38	6,50	6,33	6,36	6,43	6,45
Удельное электросопротивление ρ , мкОм·см	142	127	140	130	128	120
Прочность при изгибе $\sigma_{изг}$, МПа	1210	950	1325	1270	940	1045
Трещиностойкость K_{Ic} , МПа·м ^{1/2}	23,1	–	21,2	–	17,3	–
Твердость HV ₁₀ , МПа	2460	2490	2565	2630	2820	3065

Введение в алюминид железа дисперсных упрочняющих частиц в количестве 2 и 4 % (мас. %) также оказало влияние на его механические характеристики. Причем, если в первом случае наблюдается увеличение прочности при изгибе, то при большем количестве введенных частиц TiB₂ прочность на изгиб снижается, что связано с влиянием тугоплавких частиц на процесс размолла смеси порошков и последующим образованием переходной структуры между структурами с пластинчатыми и осесимметричными частицами, что изучалось в работе [17]. Кроме того, такое малое количество дисперсных тугоплавких частиц сложно равномерно распределить в железоалюминиевой смеси порошков при указанном способе подготовки смеси. Вследствие этого, упрочняющие частицы в спеченном материале располагаются на границах между частицами интерметаллида как отдельными элементами, так и скоплениями, что также может влиять на прочность. Твердость и трещиностойкость интерметаллида с увеличением количества

упрочняющей фазы в первом случае увеличивается, а во втором случае уменьшается, табл. 3.

Таким образом, применение ударной консолидации порошков позволяет достичь более высоких механических характеристик по сравнению со свободным спеканием, что следует из таблиц 2 и 3. Изменение морфологии частиц и образование пластинчатой структуры также позволяет повысить прочность и твердость интерметаллида.

Сравнение прочности при изгибе и трещиностойкости алюминида железа Fe_3Al , полученного разными методами порошковой металлургии [1, 18], а также литейными методами [19, 20] и методами консолидации порошков, представленными в данной работе, показывает, что применение ударного горячего прессования и горячей штамповки позволяет получать прочный интерметаллид Fe_3Al , не уступающий мировым аналогам, табл. 4.

Таблица 4.

Прочностные характеристики интерметаллида Fe_3Al , полученного различными методами

Сплав	Метод получения	Температура получения, °С	Прочность при изгибе, МПа	Трещиностойкость, МПа·м ^{1/2}	Источник
Fe–16Al	Горячее прессование	1100	780	15,9	[1]
Fe–18Al	SPS (электроразрядное спекание)	1100	1074	–	[18]
Fe–16Al	Дуговая плавка	>1530	518	–	[19]
Fe–16Al	Литье	>1530	896	39	[20]
Fe–14Al	Спекание	1450	980	24,8	Данная работа
Fe–14Al	Ударное горячее прессование	1150	1060	29,5	Данная работа
Fe–15Al	Горячая штамповка	1150	1210	23,1	Данная работа

Выводы

Применение ударной консолидации позволяет получать беспористые образцы при температурах ниже 1150 °С, в то время как обычное спекание порошков при температурах 1400, 1450 °С приводит к получению образцов с пористостью 15 и 6 % соответственно.

Прочностные характеристики спеченного алюминида при температуре 1450 °С оказались ниже уплотненного ударом при температуре 1150 °С: прочность при изгибе 980 МПа против 1060 МПа, трещиностойкость – 24,8 МПа·м^{1/2} против 29,5 МПа·м^{1/2}.

Изменение структуры интерметаллида с осесимметричных частиц на пластинчатую структуру приводит к повышению прочности с 1060 до 1210 МПа и снижению трещиностойкости с 29 до 23 МПа·м^{1/2}. При этом в пластинчатой структуре появляются оксидные прослойки на границах между частицами.

Введение в алюминид железа дисперсных упрочняющих частиц в количестве 2 % приводит к увеличению прочности при изгибе интерметаллида с пластинчатой структурой с 1210 до 1325 МПа при соизмеримой трещиностойкости.

Перечень ссылок

1. *Peng L.M.* High strength and high fracture toughness ceramic–iron aluminide (Fe₃Al) composites / L.M. Peng, H. Li, J.H. Wang, M. Gong // *Materials Letters*. – 2006. – Vol. 60. – P. 883–887.
2. *Liu C. T.* Recent advances in B2 iron aluminide alloys: deformation, fracture and alloy design / C. T. Liu, E. P. George, P. J. Maziasz, J. H. Schneibel // *Materials Science and Engineering A*. – 1998. – No. 1–2, Vol. 258. – P. 84–98.
3. *Deevi S. C.* Nickel and iron aluminides: An overview on properties, processing, and applications / S. C. Deevi, V. K. Sikka // *Intermetallics*. – 1996. – Vol. 4, No. 5. – P. 357–375.
4. *Huang Y. D.* Effect of thermomechanical processes on room-temperature mechanical properties of Fe₃Al-based alloys / Y. D. Huang, W. Y. Yang, Z. Q. Sun // *Journal of Materials Science Letters*. – 1998. – Vol. 17. – No.1. – P. 1781 – 1784.
5. *Godlewska E.* FeAl materials from intermetallic powders / E. Godlewska, S. Szczepanik, R. Mania, J. Krawiarz, S. Kozinski // *Intermetallics*. – 2003. – No. 4, vol. 11. – P.307–312.
6. *Zhang Z.-R.* Mechanical properties of Fe₃Al-based alloys with addition of carbon, niobium and titanium / Z. R. Zhang, W. X. Liu // *Materials Science and Engineering A* 2006. – Vol. 423. – P 343–349.
7. *Szczepanik S.* Influence of hot forming on the properties of Fe-Al intermetallic materials / S. Szczepanik, E. Godlewska, R. Mania // *Proc. of the 8th Inter. Conf. on Metal Forming*. – Rotterdam, 2000. – P.477–484.
8. *He Q.* Influence of iron powder particle size on the microstructure and properties of Fe₃Al intermetallics prepared by mechanical alloying and spark plasma sintering / Q. He, C. Jia, J. Meng // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – No. 1-2. – Vol. 428. – P.314 – 318.
9. *Wang J.* Effect of fabrication methods on microstructure and mechanical properties of Fe₃Al-based alloys/ J. Wang, J. Xing, Z. Qiu, X. Zhi, L. Cao // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2009. – Vol.488. – P. 117–122.

10. Kang H.Z. Swelling behavior in reactive sintering of Fe–Al mixtures / H.Z. Kang, C.T. Hu // *Materials Chemistry and Physics*. – 2004. – Vol 88. – P.264–272.
11. Gedevisanishvili S. Processing of iron aluminides by pressureless sintering through Fe+Al elemental route / S. Gedevisanishvili, S.C. Deevi // *Materials Science and Engineering: A*. – 2002. – Vol. 325. – P.163 – 176.
12. Salamon M. Interdiffusion, Kirkendall effect, and Al self-diffusion in iron–aluminium alloys / M. Salamon, H. Mehrer // *Zeitschrift für Metallkunde*. – 2005. – Bd. 96. – N. 1. – P.4-16.
13. Laptiev A. Microstructure and mechanical properties of WC-40Co composite obtained by impact sintering in solid state / A. Laptiev, Z. Pakiela, O. Tolochyn, T. Brynk // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2016. – Vol. 687. – P.135 – 142.
14. Laptev A.V. Structure and Properties of Ni₃Al Intermetallic Under Vacuum Impact Sintering / A. V. Laptev, A. I. Tolochin, M. S. Kovalchenko, Ya. I. Evich, I. Yu. Okun // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. – 2016. – Vol. 54. – P.554 – 567
15. Баглюк Г.А. Вплив технологічних режимів гарячого штампування на структуру та властивості порошкових інтерметалідів Fe₃Al / Г. А. Баглюк, О. І. Толочин, О. В. Толочина, Р. В. Яковенко // *Вісник національного технічного університету «ХПІ»*. Серія: Інноваційні технології та обладнання обробки матеріалів у машинобудуванні та металургії. – 2014. – № 44 (1087). – С. 8-15.
16. Baglyuk G.A. Effect of Process Conditions on the Structure and Properties of the Hot-Forged Fe₃Al Intermetallic Alloy / G. A. Baglyuk, A. I. Tolochin, A. V. Tolochina, R. V. Yakovenko, A. N. Gripatchevskii, M. E. Golovkova // *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. – 2016. – Vol. 55. – P.297 – 305.
17. Баглюк Г.А. Влияние диборида титана на структуру и свойства горячештампованного интерметаллида Fe₃Al / Г.А. Баглюк, А.В. Толочина, А.И. Толочин, Р.В. Яковенко, В.К. Кудь, М.Е. Головкова, Я.И. Евич, А.Н. Грипачевский // *Міжвузівський збірник «Наукові нотатки», Луцьк*. – 2015. – Випуск №50. – С. 8-17.
18. Jia C. Fe₃Al based alloys fabricated by spark plasma sintering from mechanically activated powders / C. Jia, Q. He, J. Meng // *Materials Science Forum* – 2007. – Vols. 539–543. – P. 2706–2712.
19. Torun O. Friction welding of cast Fe-28Al alloy / O. Torun, I. Celikyürek, B. Baksan // *Intermetallics*. – 2011. – Vol. 19. – P. 1076–1079.
20. Subramanian R. Iron aluminide–Al₂O₃ composites by in situ displacement reactions: processing and mechanical properties / R. Subramanian, C.G. McKamey, J.H. Schneibel, L.R. Buck, P.A. Menchhofer // *Materials Science and Engineering A*. – 1998. – Vol. 254. – P. 119-128.