

原位合成 ZrC 颗粒增强锆基非晶复合材料及力学性能*

武晓峰^{1,2,3)} 张海峰¹⁾ 邱克强^{1,3)} 杨洪才²⁾ 胡壮麒¹⁾

1) 中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016

2) 东北大学材料与冶金学院, 沈阳 110004

3) 辽宁工学院材料与化学工程学院, 锦州 121001

摘要 利用 Zr 与 TiC 粉末之间的原位反应经铜模铸造方法制备了 ZrC 颗粒增强 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 块状非晶复合材料. 结果表明: 原位合成的 ZrC 颗粒尺寸细小、形状规整并均匀地分布在非晶基体上. 与锆非晶合金相比, 复合材料的压缩强度得到提高, 塑性得到改善. 对 ZrC 颗粒原位合成及强化机理进行了讨论.

关键词 锆非晶基复合材料, 原位合成, ZrC, 力学性能

中图分类号 TB331, TG113.25 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2003)05-0555-06

SYNTHESIS AND MECHANICAL PROPERTIES OF IN SITU ZrC REINFORCED BULK Zr AMORPHOUS MATRIX COMPOSITES

WU Xiaofeng^{1,2,3)}, ZHANG Haifeng¹⁾, QIU Keqiang^{1,3)}, YANG Hongcai²⁾, HU Zhuangqi¹⁾

1) Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

2) College of Material and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004

3) College of Materials and Chemistry, Liaoning Institute of Technology, Jinzhou 121001

Correspondent: ZHANG Haifeng, professor, Tel: (024)23971783, Fax: (024)23891320,

E-mail: xfwu@imr.ac.cn

Supported by National Key Basic Research and Development Programme of China (No.G2000067201) and National Natural Science Foundation of China and Shanghai Baosteel Group Corp (No.50274277)

Manuscript received 2002-07-05, in revised form 2002-10-23

ABSTRACT ZrC reinforced $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ bulk amorphous matrix composites have been produced by reaction between added TiC and Zr in molten Zr-Ti-Cu-Ni-Be glass-forming alloy and by copper mold casting method. The results of optical microscopy, X-ray diffraction, differential scanning calorimetry and scanning electron microscopy show that the reaction-induced crystalline ZrC particles with small size uniformly distribute in amorphous matrix. Compared with pure bulk amorphous alloy, the compressive strength and elongation of the composite are significantly improved. The mechanisms of *in situ* ZrC particles synthesis and strengthening are discussed.

KEY WORDS Zr matrix amorphous composite, *in situ* synthesis, ZrC particle, mechanical properties

20 世纪 90 年代以来, 人们对块状非晶合金的研究取得了突破性进展. 通过成分的合理设计, 采用普通工艺方法获得了许多具有极强玻璃形成能力的块状非晶合金系列^[1,2]. 其中锆基块状非晶合金不仅形成能力强(如 $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶的临界冷却速率 R_c

可小于 1.0 K/s) 而且具有优良的机械性能, 如高的断裂强度(约 2.0 GPa) 和弹性极限(约 2%), 在平面应变条件下(如弯曲) 具有优良的延展性等, 使其正在成为先进的结构材料. 但单相非晶合金在平面应力条件下(如单向拉伸等) 塑性应变几乎为零. 因此最近人们一直在努力通过制备非晶合金复合材料来改善这方面的性能^[3-7]. 增强相除采用金属丝或颗粒外, 陶瓷颗粒如 SiC, TiC 和 WC 等颗粒也被用于大块非晶复合材料的制备^[3]. 由这些颗粒及非晶基体组成的复合材料都不同程度地提高了合金的强度和塑性. 但这些颗粒都是外加入的, 存在合金的污染及润湿性问题. 采用原位合成方法可以避免这些问题的

* 国家重点基础研究发展规划 G2000067201 和国家自然科学基金与上海宝钢集团公司联合 50274277 资助项目

收到初稿日期: 2002-07-05, 收到修改稿日期: 2002-10-23

作者简介: 武晓峰, 男, 1959 年生, 副教授, 博士生

产生. Inoue 等^[4]及 Wang 等^[5]采用该方法原位合成了 ZrC 颗粒增强锆基非晶复合材料. 本文报道一种原位合成 ZrC 颗粒增强锆基非晶复合材料的方法, 即通过向锆基非晶合金中加入 TiC 粉末, 利用合金液中的 Zr 原子与之发生原位合成反应生成 ZrC 颗粒并形成非晶基体, 从而制备出了原位 ZrC 颗粒增强锆基非晶复合材料. 研究了复合材料的非晶形成能力、热稳定性及力学性能, 并讨论了 ZrC 颗粒原位合成机制及强化机理.

1 实验方法

4 合金成分 (原子分数, %) 为: $Zr_{41+x}Ti_{14-y}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$. x, y 分别为因加入 TiC 并形成 ZrC, Zr, Ti 元素的增减原子分数) 采用高纯原材料 (纯度 >99.8%), 在 Ti 吸收和高纯氩气保护条件下用非自耗电弧炉熔炼. 为使母合金成分均匀, 应熔炼两遍以上. 选用平均颗粒尺寸为 5—10 μm , 纯度为 98% 的 TiC 粉. 将一定重量的 TiC 粉末压成直径为 5—10 mm 的硬块, 与母合金一起再次在电弧炉中熔炼两遍获得含有颗粒相的复合材料母合金. 采用石英坩埚将该合金在真空感应电炉中熔化 (真空度为 $1 \times 10^{-3} Pa$), 熔化后用 Ar 气喷射到直径为 4 mm 的铜模中, 喷射压力为 $2 \times 10^5 MPa$. 利用光学显微镜观察颗粒的分布, 并利用图像分析系统分析 ZrC 强化相颗粒的体积分数 (V_f). 采用 RIGAKU/max-rA X 射线衍射仪 (XRD)($CuK\alpha$) 进行复合材料的相分析, 大块非晶复合材料的玻璃转变温度、晶化温度和热稳定性等采用 Perkin-Elmer DSC-7 热分析仪进行分析. 所有热分析是在流动的 Ar 气保护下进行的, 样品的质量一般为 20—30 mg. DSC 的温度经高纯 In 和 Zn 标定, 温度测量误差为 $\pm 0.1 K$, 热量测量误差为 $\pm 0.04 mJ$. 压缩实验在 UH-F1000 KNC 型试验机上进行. 采用圆棒试样, 其标距尺寸为 4 mm \times 8 mm, 应变速率为 $8 \times 10^{-4} s^{-1}$. 用 JEOLJSM6301 扫描电镜 (SEM) 观察分析试样压缩后的外表面及断口形貌.

2 实验结果

2.1 XRD 相分析

图 1 为添加 TiC 含量 (质量分数, %, 下同) 为 6, 12 的合金和 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 合金的铸态试样的 X 射线衍射图. 可看到, 添加 TiC 合金的曲线为在具有明显非晶特征的大弥散峰上迭加着尖锐的衍射峰. 尖锐峰的位置、强度与 ZrC 相的衍射峰相符, 并且随着 TiC 加入量的增加, 峰的强度也增加即 ZrC 的量在增加. 在 X 射线衍射精度范围内, 没有发现其它晶态相的衍射峰. 表明 TiC 颗粒加入到合金中原位生成了 ZrC 相并形成锆基非晶基体. 图像分析表明, 以上两种添加 TiC 粉末合金生成 ZrC 颗粒的体积分数分别为 11% 和 15%.

2.2 显微组织

图 2 为 ZrC 体积分数为 15% 的复合材料的显微组

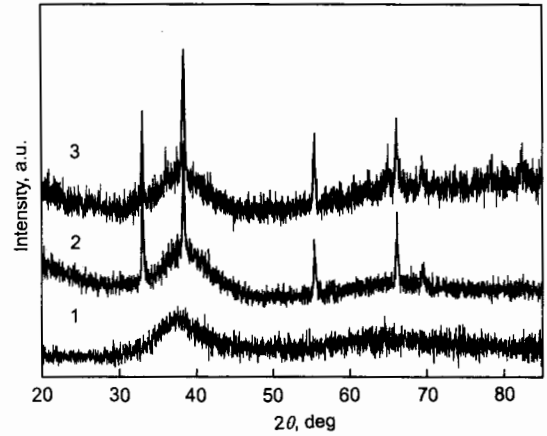


图 1 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶及复合材料的 X 射线衍射图谱

Fig.1 XRD pattern for $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ bulk metallic glass and the composite (sharp peaks being from ZrC crystal phase)

1- $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$

2-containing 11%ZrC (volume fraction) formed by addition of 6%TiC (mass fraction)

3-containing 15%ZrC (volume fraction) formed by addition of 12%TiC (mass fraction)

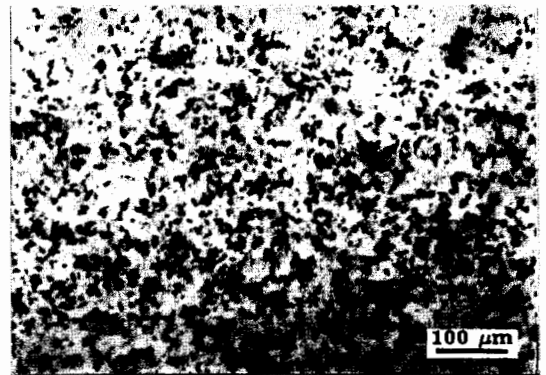


图 2 含 15%ZrC 复合材料的显微组织

Fig.2 Optical micrograph of the composite containing 15%ZrC, showing ZrC particles homogeneously distributed in Zr base amorphous matrix

织. 平均尺寸为 3—6 μm 的细小 ZrC 颗粒均匀地分布在非晶基体上. 在试样整个断面并未看到有孔洞或杂质的存在, 说明所采用的工艺是合理的, 添加 TiC 粉末在高温作用下与合金液中的 Zr 原子发生反应生成 ZrC. 由于是原位析出且浇入具有极强冷却速度的铜模中, 保证了析出的颗粒不聚集长大, 细小颗粒均匀分布在非晶基体中.

2.3 热稳定性

利用 DSC 研究了非晶复合材料的玻璃转变特点和热稳定性. 加热速率为 40 K/min. 图 3 分别对应 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶和体积分数为 15% 的 ZrC 非晶复合材料的 DSC 曲线. 两条曲线都有与玻璃转变

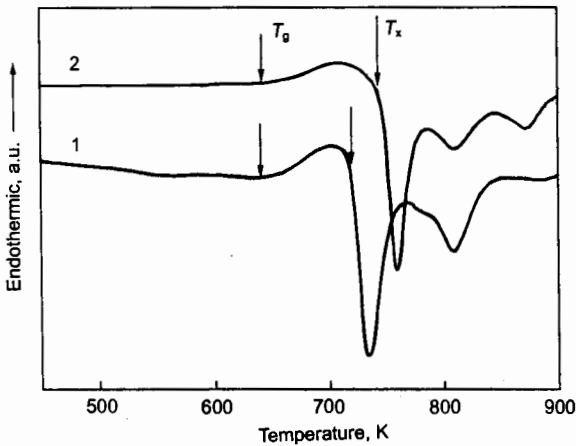


图3 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶及含 15%ZrC 复合材料的 DSC 曲线

Fig.3 DSC traces for $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ bulk metallic glass (curve 1) and the composite containing 15%ZrC (curve 2)

相联系的吸热现象发生, 然后是放热现象, 表明从亚稳态的过冷液体状态转变为晶态结构。二者的玻璃转变温度 T_g 相差不大, 但晶化开始温度 T_x 相差较大, $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶的晶化开始温度 T_x 为 720 K, 含 15% 的 ZrC 非晶复合材料的晶化温度 T_x 为 742 K, 使复合材料的过冷液相区 ΔT_x (为 T_g 与 T_x 之差) 增加 22 K 以上, 过冷液相区的增加说明复合材料的热稳定性提高。

2.4 力学性能及断口形貌

$Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶合金和含有不同体积分数的 ZrC 的复合材料的压缩压力-应变曲线如图 4 所示。由图可以看到, 复合材料在压缩过程中基本仍为弹性变形, 当 V_f 为 15% 时, 出现 0.31% 的塑性变形, 比原 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶的 (0.23%) 提高 28%。断裂强度 σ_f 与 V_f 间的关系如图 5 所示。当 $V_f < 15\%$ 时, σ_f 随 V_f 的增加而增加, 在 $V_f=15\%$ 附近, σ_f 达到最大值 2090 MPa, 比原 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶的 σ_f (1870 MPa) 提高 12%。进一步提高 ZrC 的体积分, σ_f 有下降的趋势; $V_f > 18\%$ 时 σ_f 降低较快。由图 4 中的曲线斜率可求出复合材料的弹性模量, 弹性模量与 V_f 关系见图 5。其中直线为符合混合定律 $E_c = V_f E_f + (1 - V_f) E_m$ 计算的模量与 V_f 的关系, 下标 c, f 和 m 分别代表复合材料、第二相和基体。可见两者符合得很好。

当 $V_f < 15\%$ 时, 复合材料的压缩试样沿载荷轴约 45° 左右的平面断裂, 与纯非晶合金基本相同; 在 $V_f > 15\%$ 后, 试样沿载荷轴 $45^\circ-90^\circ$ 的平面断裂。图 6 为压缩试样的断口形貌。 V_f 为 8% 时, 复合材料的断口形貌与纯非晶相比 (图 6a, b), 虽然同为具有一定方向性的脉纹状, 其间分布着“液滴”, 但脉纹及“液滴”更为细小; V_f

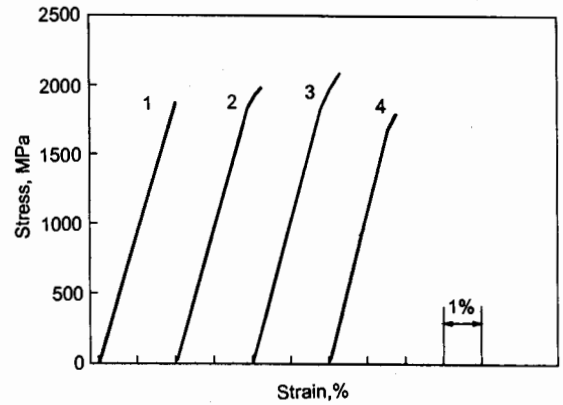


图4 复合材料的压缩应力-应变曲线

Fig.4 Stress-strain curves of compression test for $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ bulk metallic glass (curve 1) and its composites containing 8%ZrC (curve 2), 15%ZrC (curve 3) and 23%ZrC (curve 4)

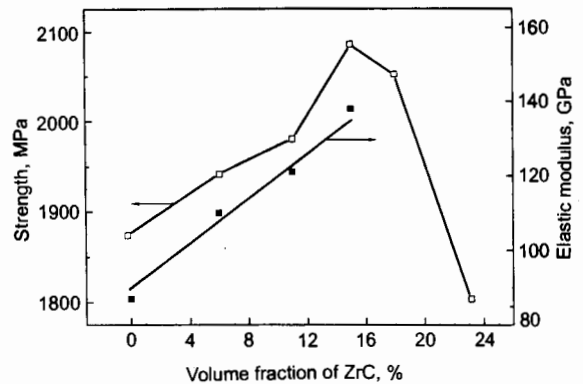


图5 复合材料断裂强度、弹性模量与 ZrC 体积分数的关系

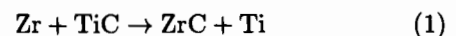
Fig.5 Fracture strength and elastic modulus of the composites as a function of the volume fraction (V_f) of ZrC

为 15%, 仍以脉纹为主, 但“液滴”增加 (图 6c); V_f 达 23%, 脉纹状完全消失, 断口表面形貌无方向性, 为脆性晶态组织断口 (图 6d)。

3 讨论

3.1 ZrC 颗粒原位合成及 Zr 非晶基体形成机制

通过 TiC 与 Zr 的原位反应制备 ZrC 颗粒增强 $Zr_{41}Ti_{14}Cu_{12.5}Ni_{10}Be_{22.5}$ 非晶复合材料, TiC 颗粒加入到锆基合金液中可能发生的化学反应为



上述反应温度范围为 1000—4000 K, 各热力学参数可由文献 [8] 查得, 由 $\Delta G_T^\circ = -3000 - 0.49 T$, 可见在给定温度范围内 $\Delta G_T^\circ < 0$, (1) 式可能发生, 但因 ΔG_T° 负

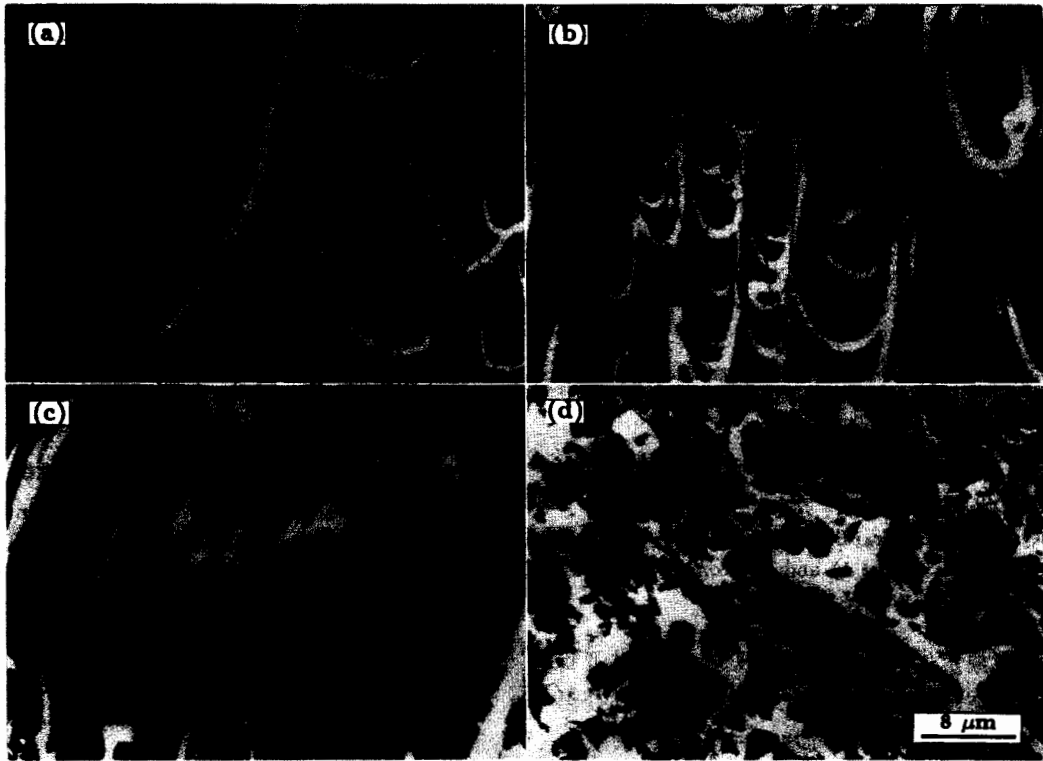


图6 压缩试样的断口形貌

Fig.6 Compressed fractographs of the samples containing different contents of ZrC
 (a) pure metallic glass, vein-like morphology (b) 8%ZrC, finer vein-like and some of droplets
 (c) 15%ZrC, vein-like and more droplets (d) 23%ZrC, brittle fracture surface similar to crystal

值较小, (1) 式在热力学上为弱反应. 假设反应按如下方式进行, 即首先 TiC 在高温下分解



虽然 TiC 熔点较高, 但在电弧炉弧光作用下, 可能造成了 3273 K 以上的局部高温区; 加之加入的 TiC 为粉末, 粒度较小, 活度较高, 所以发生分解是完全可能的. Ti 原子进入合金液后构成非晶基体元素, C 原子也进入液体. 由于 C 与合金液中的 Zr 原子间存在较大的负混合焓, 从而形成 Zr-C 原子团簇. 在随后的凝固过程中, 由于 C 原子溶解度的下降, Zr-C 原子团簇由基体中析出, 发生如下反应



经计算该反应的 $\Delta G_T^\circ = -47000 + 2.18T$, 负值较大, 反应易进行.

如果非晶基体成分未改变, 第二相颗粒并不显著改变非晶的 ΔT_x , 即不影响非晶的形成能力 (GFA) 和热稳定性^[3-7]. 有些颗粒的加入会改变基体成分, 如 SiC 颗粒加入到 $\text{Zr}_{55}\text{Al}_{10}\text{Ni}_5\text{Cu}_{30}$ 非晶合金中, 其中的 Zr 原子可置换出 SiC 中的一部分 C 原子使其进入非晶基体中, 增加合金的 ΔT_x 值^[9]. 在 $\text{SiC}/\text{Cu}_{47}\text{Ti}_{34}\text{Zr}_{11}\text{Ni}_8$ 铜基非晶复合材料中也有类似现象^[10].

本研究中 TiC 颗粒是通过 TiC 的分解、Zr 与 C 的合成等过程而获得的. 虽然经过严格配料, 但由于高温反应的复杂性, 很有可能造成基体组元成分的偏离而影响基体非晶的形成能力和热稳定性. 但 DSC 结果表明, TiC 之加入并未降低基体的 GFA, 反而有所提高. 一方面是由于 $\text{Zr}_{41}\text{Ti}_{14}\text{Cu}_{12.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22.5}$ 合金非晶形成能力强, 对成分的波动不敏感; 另一方面为 C 原子熔入基体所起的作用. 关于小原子 C 在非晶中的作用早已引起人们的关注. Wang 等^[11] 发现, 在非晶合金中加入小于 4% 的 C 可使 ΔT_x 增加. 由此推测, 本研究中的 C 原子除与 Zr 形成 ZrC 外, 仍可能残留一小部分在基体中, 使基体 ΔT_x 提高. 能谱定性分析证明基体中确实存在一部分 C 原子. C 原子提高 ΔT_x 值可能是通过与熔体组元原子 Zr 形成原子对实现的. Zr-C 原子对的混合焓为 109 kJ/mol, 比其它组元原子与 C 原子形成原子对的混合焓都大^[5], 说明 Zr 与 C 原子间存在强烈的化学结合力, 在非晶液中形成原子团簇. 在凝固过程中绝大部分析出形成 ZrC, 剩余的保留在基体中, 提高 ΔT_x 值, 扩大液相过冷区, 使基体的形成能力、热稳定性得以提高.

TiC 粉末加入到 $\text{Zr}_{41}\text{Ti}_{14}\text{Cu}_{12.5}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{22.5}$ 合金中可原位形成稳定的 ZrC 颗粒, 克服了纯石墨不易添加、成分不稳定的缺点, 并且通过成分的合理调整, 可获得稳

定的非晶基体.

3.2 ZrC 颗粒强化机理

非晶合金断口的脉纹状是由其不均匀塑性流变形成的. 在单向载荷作用下, 这种流变被局限在非常薄的剪切带(局域剪切带)中, 而合金其他部分则呈现刚性状态, 仅产生弹性变形. 局域剪切带是非晶合金变形的重要特征. 如同位错在晶态金属或合金变形中所起的作用一样, 局域剪切带在非晶合金的变形中起着关键作用, 它的大小、数量及方向直接影响合金的变形特点及力学性能. 第二相硬点(颗粒)引入非晶基体将影响剪切带的形成和发展, 但影响程度取决于颗粒的大小、体积分数、形状及本身性质等因素. 当颗粒较小或体积分数较少并且形状近球状时, 在试样受压过程中, 剪切带首先在基体中形成并与颗粒发生交互作用, 在这种情况下, 颗粒对剪切带的形成和发展起阻碍作用, 断口呈更细小的脉纹状(图 6b), 这种变形方式仍为非晶基体的变形方式. 当颗粒体积分数达最佳值($V_f=15\%$)时, 在保证非晶基体变形方式的前提下, 断口仍以脉纹为主, 但由于颗粒对剪切带的阻碍作用加大, 以致出现较多的“液滴”(图 6c). 颗粒造成非晶合金脆性变形有以下几种情况: (1) 颗粒较大、形状不规整, 变形初期在颗粒周围基体中造成的应力集中极易使这种颗粒产生裂纹, 成为变形中的“弱点”^[12]; (2) 颗粒体积分数较大. 在这种情况下即使是纳米晶, 合金也表现为脆性变形^[13]. 这是因为颗粒数量较多, 剪切带很难在非晶基体中形成和扩展, 颗粒成为主要受载体, 因其本身具有脆性, 过早形成裂纹, 导致提前形成断裂; (3) 前两种情况同时存在. 本研究当颗粒 $V_f > 18\%$ 时就属于这种情况. 因颗粒较多、较大、形状不规整, 受力时极易产生裂纹. 试样压缩断裂后断口存在较多的类似图 7 的二次裂纹就证明了这一点. 虽然 ZrC/非晶复合材料发生上述的脆性变形, 但发生这种变形颗粒的体积分数要比由非晶组元析出的淬态晶的体积分数大得多. 许多研究表明, 上述淬态晶当 V_f 仅为 5%—8% 时就表现出脆性^[12,14]. 这是因为 ZrC 虽然硬度 HV 高达 2890, 但属于 B1-NaCl 面心立方结构, 在同等受力条件下, 比非晶淬态晶表现出较小的脆性. 另外, 前已提及, Zr 与 C 间存在极强的结合力, 形成的 Zr-C 原子团簇均匀地分布在液体中, 易保持很大的体积分数以细小点状原位析出而不聚集长大. 所以, ZrC/非晶复合材料在受力时可以保持很大体积分数而不产生脆性.

由以上的断口形貌及变形方式可以很好地解释 ZrC 颗粒/非晶基复合材料的力学性能. 当 ZrC 颗粒体积分数 $V_f \leq 15\%$ 时, 颗粒数量相对较少、形状规整且分布均匀, 基体变形仍能非晶变形方式进行. 由于颗粒对剪切带只起阻碍作用, 不产生早期裂纹, 加之 ZrC 的高硬度, 使合金断裂强度 σ_f 提高; 当 $V_f > 18\%$ 时, 复合材料以颗粒变形方式为主, 一部分颗粒在受力初期产生裂纹, 随后

迅速扩展, 导致 σ_f 下降. 由图 4 可知, 具有一定体积分数的 ZrC 颗粒的非晶复合材料的塑性变形增加. 图 8 为受压缩后含 15%ZrC 颗粒复合材料断口附近外表面的 SEM 图像. 可看到有许多与主剪切带(断裂面)平行或相交的细小一次及二次剪切带(箭头所指). 这是由于 ZrC 颗粒对单一剪切带有效的阻碍作用, 诱发了多重剪切带的产生. 在 WC 等颗粒复合锆基非晶合金中同样观察到了类似现象^[15]. 多重剪切带的形成, 减小了塑性变形的不均匀程度, 使合金的塑性得以提高.

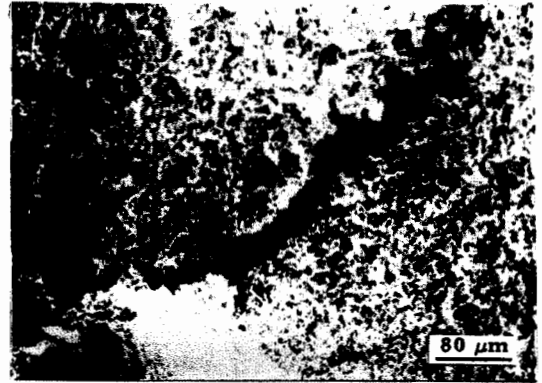


图 7 含 23%ZrC 复合材料断口的裂纹

Fig.7 Morphology of a crack on the fracture surface of the composite containing 23% ZrC



图 8 含 15%ZrC 复合材料断口侧表面的多重剪切带

Fig.8 Multiple shear bands of fracture side surface of the composite containing 15%ZrC

4 结论

(1) 利用 Zr 与 TiC 粉末之间的原位反应经铜模铸造方法制备出 ZrC 颗粒增强锆基非晶复合材料. 原位 ZrC 颗粒细小、形状规整且均匀分布在非晶基体上.

(2) TiC 粉末的添加使非晶基体的形成能力和热稳定性略有提高.

(3) ZrC 颗粒的体积分数等参数影响复合材料的变形及断裂方式, 从而影响其力学性能.

(4) 最佳 ZrC 颗粒含量复合材料的力学性能有较大提高, 压缩断裂强度和塑性变形率分别提高 12% 和 0.31%.

参考文献

- [1] Inoue A, Zhang T, Masumoto T. *Mater Trans JIM*, 1990; 31: 177
- [2] Peter A, Johnson W L. *Appl Phys Lett*, 1993; 63: 2342
- [3] Choi-Yim H, Johnson W L. *Appl Phys Lett*, 1997; 71: 3808
- [4] Kato H, Inoue A. *Mater Trans JIM*, 1997; 38: 793
- [5] Wang W H, Bai H Y. *Mater Lett*, 2000; 44: 59
- [6] Szuacs F, Kim C P, Johnson W L. *Mater Sci Forum*, 2001; 360-362: 43
- [7] Choi-Yim H, Conner D R, Johnson W L. *Mater Sci Forum*, 2001; 360-362: 55
- [8] Ye D L. *Handbook of Thermodynamic Data for Inorganic Substance*. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1981: 120
- (叶大伦. 实用无机物热力学数据手册. 北京: 冶金工业出版社, 1981: 120)
- [9] Qiu K Q. *PhD Thesis*, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2002: 56
(邱克强. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2002: 56)
- [10] Choi-Yim H, Busch R, Johnson W L. *J Appl Phys*, 1998; 83: 7993
- [11] Wang W H, Bai H Y. *J Appl Phys*, 1998; 84: 5961
- [12] Leonhard A, Xing L Q, Heilmair M, Geber A, Eckert J, Schultz L. *Nanostruct Mater*, 1998; 10: 805
- [13] Xing L Q, Bertrand C, Dallas J P, Cornet M. *Mater Sci Eng*, 1998; A241: 216
- [14] Bian Z, He G, Chen G L. *Scr Mater*, 2000; 43: 1003
- [15] Choi-Yim H, Busch R, Johnson W L. *Acta Mater*, 1999; 47: 2455