

01,11

## Анизотропия термического расширения поликристаллического сплава системы Ni–Mn–Ga, подвергнутого пластической деформации ковкой

© И.И. Мусабилов<sup>1</sup>, И.М. Сафаров<sup>1</sup>, Р.М. Галеев<sup>1</sup>, Р.А. Гайсин<sup>1</sup>, В.В. Коледов<sup>2</sup>, Р.Р. Мулюков<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов РАН,  
Уфа, Россия

<sup>2</sup> Институт радиотехники и электроники РАН,  
Москва, Россия

E-mail: irekmusabirov@mail.ru

В работе исследовали формирование острой кристаллографической текстуры в сплаве Гейслера системы Ni–Mn–Ga после всесторонней изотермическойковки сплава. Анализ термического расширения в области температур мартенситного превращения в исходном литом и кованном состояниях сплава показал, что деформационная обработка приводит к возрастанию анизотропии скачкообразного изменения геометрических размеров в процессе фазового превращения, способствуя повышению функциональных характеристик исследуемого материала. Структурные исследования показали, что структура сплава после всесторонней изотермическойковки имеет бимодальное распределение размера зерен. Предполагается, что формирование бимодальной структуры методомковки позволит повысить стабильность функциональных свойств материала при многократных циклах фазового превращения.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-32-60159 мол\_а\_дк (для И.И.М.). Исследование микроструктуры и деформационная обработка сплава выполнены на базе ЦКП ИПСМ РАН „Структурные и физико-механические исследования материалов“.

DOI: 10.21883/FTT.2018.06.45975.28M

### 1. Введение

Сплавы Гейслера относят к классу перспективных функциональных материалов благодаря ферромагнитному эффекту памяти формы (ФЭПФ), магнитокалорическому эффекту (МКЭ) и др., которые наблюдаются в сплавах в области существования мартенситного превращения [1–13]. Наиболее сильно данные эффекты проявляются в монокристаллических состояниях сплавов. Например, необратимый ферромагнитный эффект памяти формы на монокристалле сплава Ni<sub>2</sub>MnGa достигает величины 11% в магнитном поле до 1Т [14]. В поликристаллическом состоянии величина эффектов, как правило, на порядок меньше, но даже в этом случае возможность практического применения данного эффекта не снижает своей актуальности [15–17]. Меньшее значение ФЭПФ в поликристаллических образцах в основном связывают с изотропностью зеренной структуры, что дает возможность для повышения эффекта путем усиления кристаллографической текстуры в исследуемом материале. Также, не менее важным фактором, способствующим повышению величины ФЭПФ, является наличие в структуре внутренних напряжений [6,18].

В металлах и сплавах основным способом усиления анизотропии физических свойств, в том числе и кристаллографической текстуры, является деформационно-термическая обработка (ДТО) материала такими методами как, например, прокатка [19–24], интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК) [25,26],

всесторонняя изотермическаяковка (ВИК) [27–30] и др. Существенным преимуществом деформационно-термической обработки (ДТО) перед другими методами получения текстурированного материала, например, направленной кристаллизацией расплава сплавов [31,32], является одновременное повышение механических свойств. При этом большинство методов ДТО, применяемых для получения новых материалов с требуемыми свойствами, не лишены некоторых недостатков. Например, прокатка и ИПДК ограничены в размерах конечных заготовок материала, получаемых в виде тонких пластин. При деформации сжатием (осадке) модифицированная структура заготовки получается неоднородной по объему. С этих позиций наибольшую практическую значимость имеет метод ВИК, позволяющий добиться формирования требуемой микроструктуры в объемной заготовке без присущей другим методам неоднородности.

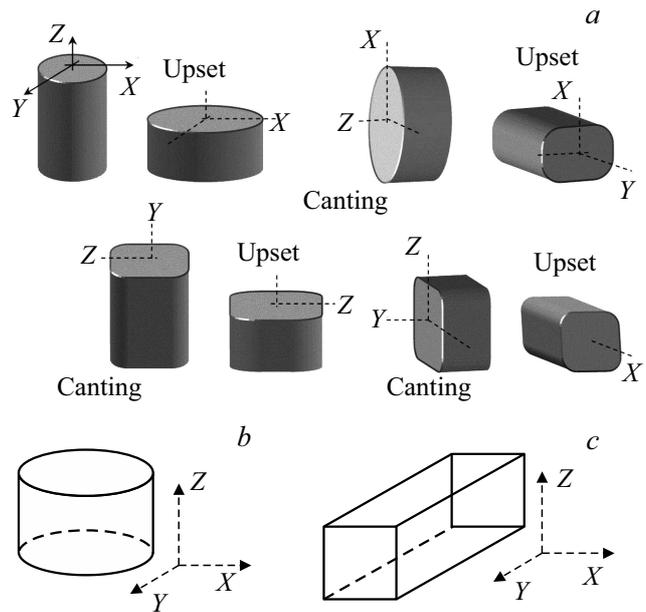
Стоит отметить, что в литературе достаточно широко представлены результаты исследований по ДТО сплавов Гейслера методами прокатки [33–37], ИПДК [38–42], сжатием при осадке [43,44], экструзии [45]. Однако, несмотря на несомненную актуальность исследований по обработке сплавов Гейслера методом ВИК, публикации по этому направлению отсутствуют. Исходя из вышесказанного, в цели данной работы входило установление закономерностей влияния ДТО методом ВИК сплавов системы Ni–Mn–Ga на анизотропию физических свойств сплава, в частности на анизотропию термического расширения сплава в области мартенситного превращения.

## 2. Материал и методы исследований

Сплав Гейслера системы Ni–Mn–Ga выплавляли аргоно-дуговой плавкой из металлов высокой чистоты, после чего проводили дополнительную вакуумную переплавку. Усложнение метода получения сплава дополнительной переплавкой обусловлено спецификой дуговой плавки, заключающейся в том, что при кристаллизации расплава в медном водоохлаждаемом тигле кристаллы растут от стенок тигля, формируя достаточно крупные зерна столбчатой формы. В области температур мартенситного превращения, под действием деформаций (внутренних напряжений), вызванных фазовым превращением, резко возрастает вероятность зарождения по границам таких зерен микро- и макротрещин. В слитках наблюдали, как правило, несколько макротрещин и множество микротрещин. При этом в приповерхностном слое слитка также присутствуют микропоры, образование которых обусловлено избыточным газонасыщением сплава при выплавке. Такие дефекты сильно снижают и без того не высокую пластичность сплава, приводя к преждевременному разрушению деформируемого образца. Кроме того, форма получаемого данным методом плавки слитка в виде „таблетки“ сильно затрудняет проведение деформационной обработки сплава методом ВИК. Наиболее подходящей для этого случая является заготовка в форме цилиндра. С целью повышения целостности структуры слитка и получения подходящей формы заготовки после выплавки сплава его расплав заливали в цилиндрический кварцевый стакан. После чего проводили дополнительный вакуумный переплав полученного слитка в вакууме  $10^{-3}$  Pa с нагревом до  $1300^{\circ}\text{C}$  для дегазации сплава и выведения пор, которые формируются из-за градиента температур при заливке расплава в стакан. В результате был получен слиток сплава Гейслера с минимальным количеством микропор и отсутствием микротрещин. Размеры цилиндрического слитка составляли  $\varnothing 16.3 \times 13.3$  mm.

Анализ элементного состава сплава, проведенный с помощью энерго-дисперсионного спектрометра X-Act (Oxford Instruments), показал, что полученный сплав имеет состав  $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ . В пределах точности рентгеноспектрального метода исследований установлено, что во всем слитке отсутствует ликвация химического состава. Присутствие кремния в составе сплава обусловлено тем, что в процессе вакуумной переплавки из кварцевого стакана в расплав диффундировали атомы Si. При этом, как показал рентгеноспектральный анализ, распределение атомов кремния равномерно по объему слитка.

Анализ анизотропии термического расширения сплава в области мартенситного превращения проводили с использованием дилатометра с датчиком перемещения на основе дифференциального трансформатора. Этот метод позволяет также оценить и потенциально возможную величину ферромагнитного эффекта памяти



**Рис. 1.** Схема пластической деформации методом ВИК (a), схематическое изображение и выбранные направления заготовки поликристаллического сплава  $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$  в исходном литом состоянии (b) и послековки (c).

формы, поскольку изменение геометрических размеров образца в процессе мартенситного превращения говорит о наличие в материале текстуры (металлографической и кристаллографической), которая играет основную роль в величине эффекта. Измерения проводили в интервале температур от  $-150^{\circ}\text{C}$  до  $+300^{\circ}\text{C}$  со скоростью нагрева–охлаждения  $5\text{--}10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Образец для исследований размерами  $1 \times 1 \times 7$  mm вырезали электроискровым способом. Измерение термического расширения во всех случаях проводили вдоль длинной стороны образца.

Деформационная обработка сплава методом ВИК осуществлялась на испытательной машине Schenck Trebel RMC 100. Схема деформации методом ВИК представлена на рис. 1, a. Метод ВИК состоит из последовательных деформаций образца осадкой на  $15\text{--}35\%$  с кантовкой образца на  $90^{\circ}$  на каждом следующем переходе, по крайней мере, в трех ортогональных направлениях, для изменения направления деформирования материала. На заключительном этапе ВИК выполняли операцию вытяжки образца, в процессе которой деформацию образца проводили только в двух направлениях с целью формирования в материале кристаллографической текстуры.

Деформационную обработку сплава методом ВИК выполняли в интервале температур  $660\text{--}680^{\circ}\text{C}$  и скоростей деформации  $10^{-4}\text{--}5 \cdot 10^{-4}$  с $^{-1}$ . Соответствующие температуры деформации выбраны исходя из анализа температурно-скоростных условий пластической деформации для сплавов данной системы [46–48]. Деформацию сплава проводили без защитной оболочки, учитывая

то, что процессы окисления в сплавах с памятью формы при температурах 600–700 °С, не столь интенсивны и не приводят к существенному изменению микроструктуры образца [49,50].

Согласно исследованиям оптимальной температурой пластической деформации сплавов Гейслера является интервал фазового превращения упорядоченной фазы  $L2_1$  в разупорядоченную фазу  $B2$ . Для исследуемого сплава этот интервал имеет значение 650–800 °С. Из-за переплавки сплава в кварцевом стакане и удаления части слитка с усадочной раковинной цилиндрический образец для деформационной обработки имеет форму цилиндра диаметром 16.3 mm и высотой 13.3 mm. Выбор схематических направлений образца представлен на рис. 1, *b*. После 6-ти переходов осадки и заключительной вытяжки был получен деформированный образец в виде прямоугольного параллелепипеда  $11 \times 11 \times 24 \text{ mm}^3$  (рис. 1, *c*).

Исследование микроструктуры сплава проводили на микроскопе высокого разрешения Tescan Mira 3 LMN в режиме регистрации обратно-отраженных электронов. С помощью данного метода возможно проведение анализа структуры материала на сравнительно большой площади с разрешением зерен до нескольких десятков нанометров. Образцы для исследований вырезали из слитка сплава электроискровым способом. После этого плоскость среза подвергалась шлифованию на абразивной бумаге и электрополировке в растворе электролита с составом 90% бутанол + 10% HCl.

### 3. Термическое расширение сплава в исходном литом состоянии

Для исследования анизотропии термического расширения поликристаллического сплава в исходном литом состоянии вырезали образцы в двух взаимно перпендикулярных направлениях в плоскости XOY размерами  $1 \times 1 \times 7 \text{ mm}$ . Необходимо отметить следующий момент. Как было указано выше, вакуумная переплавка сплава проводилась в кварцевом стакане. Кристаллизация сплава (рост кристаллов) шла от стенок стакана к его центру. В этом случае направления OX и OY являются эквивалентными. Поэтому первый образец вырезан длинной стороной параллельно радиусу, или параллельно росту кристаллов ( $\parallel OX, \parallel OY$ , поскольку эти направления эквивалентны). Второй образец вырезан в той же плоскости что и первый, но уже длинной стороной перпендикулярно росту кристаллов (перпендикулярно радиусу заготовки).

Результаты записи термического расширения обоих образцов при нагреве и охлаждении в интервале температур от –100 до –20 °С представлены на рис. 2. Масштаб рисунков по осям абсцисс и ординат одинаков. Измерение термического расширения во всех случаях проводили вдоль длинной стороны образца.

При охлаждении первого образца практически во всем интервале происходит линейное сокращение его

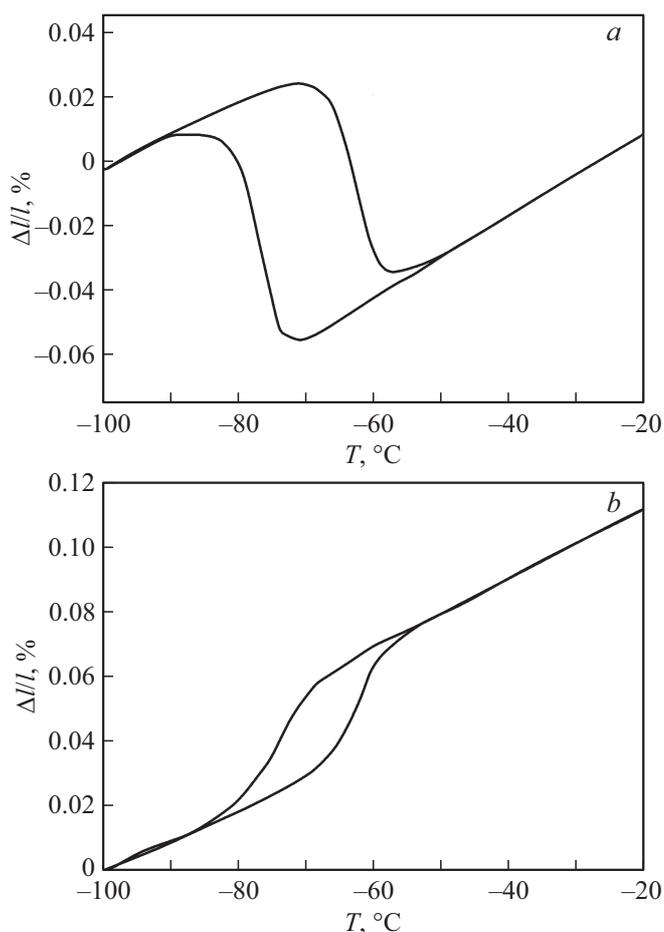


Рис. 2. Кривая температурной зависимости термического расширения поликристаллического сплава  $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$  в исходном литом состоянии: *a* — вдоль радиальной составляющей заготовки ( $\parallel OX, \parallel OY$ ); *b* — перпендикулярно радиальной составляющей заготовки.

длины по ангармоническому закону. Однако в интервале температур от –73 до –81 °С на кривой наблюдается скачкообразное удлинение образца на 0.06%. Это говорит о протекании в сплаве прямого мартенситного превращения. При нагреве образца в исследуемом интервале температур аналогичное отклонение от ангармонического изменения длины образца наблюдается в интервале от –66 до –59 °С. В этом случае образец скачкообразно сокращается на ту же величину 0.06%.

В случае второго образца в области мартенситного превращения также наблюдается скачкообразное изменение геометрических размеров образца. Величина скачка составляет 0.04%, но его направление в отличие от предыдущего образца имеет противоположный знак. То есть в процессе прямого мартенситного превращения в интервале –69 до –79 °С образец скачкообразно сокращается, а в процессе обратного превращения в интервале от –66 до –59 °С он удлиняется.

Исходя из данных о характерных температурах мартенситного превращения гистерезис в сплаве в исходном

состоянии составляет около  $14.5^{\circ}\text{C}$ . Наличие такого относительно небольшого гистерезиса в процессе фазового превращения говорит о достаточно однородной структуре сплава и отсутствии ликвации состава. Таким образом, необходимость проведения стандартной для данных сплавов процедуры гомогенизационного отжига отпадает.

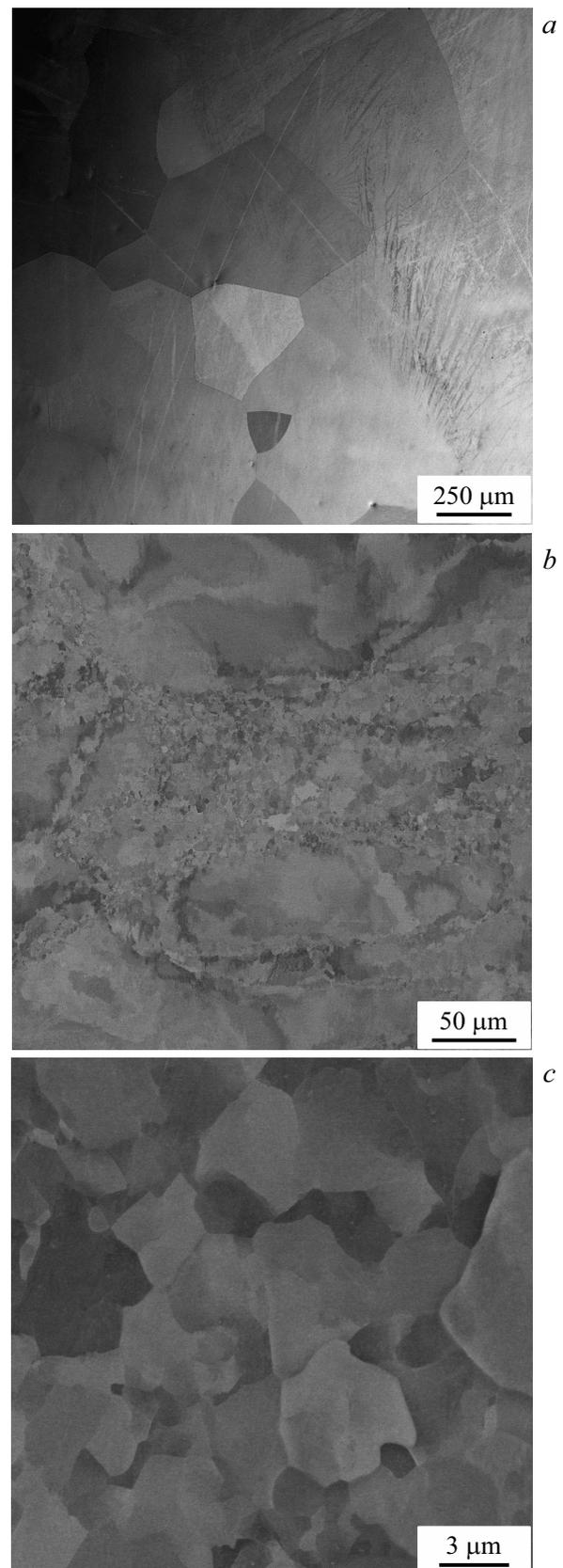
Таким образом, в результате кристаллизации расплава в кварцевом стекле, в сплаве формируется слабая кристаллографическая текстура роста кристаллов, которая приводит к анизотропии термического расширения в области мартенситного превращения.

#### 4. Микроструктура сплава в исходном литом состоянии и послековки

Исследование микроструктуры сплава в исходном литом состоянии проведено на микрошлифе в плоскости  $XOY$ . Соответствующие результаты представлены на рис. 3, *a*. Общий анализ микроструктуры сплава в литом состоянии показывает, что в ней отсутствуют микропоры и микротрещины, сопутствующие традиционной выплавке сплавов Гейслера. В структуре наблюдаются равноосные зерна  $100\text{--}400\ \mu\text{m}$ .

Как сказано выше, в процессе ДТО после шести переходов осадки и заключительной вытяжки был получен деформированный образец в виде прямоугольного параллелепипеда. Вытяжка на последнем этапе ВИК (последние два перехода) проводилась с целью формирования в материале кристаллографической текстуры. В результате первоначальные оси заготовки выглядят, как представлено на рис. 1, *c*. Оси  $OX$  и  $OZ$  перпендикулярны оси вытяжки и должны быть эквивалентны друг другу. Для исследования микроструктуры сплава после ВИК был изготовлен шлиф в плоскости  $XOZ$ . На рис. 3, *b* представлено изображение микроструктуры сплава. Ось  $OZ$  расположена горизонтально рисунку. В результате деформации в структуре сформировалась бимодальная структура типа „ожерелье“. Достаточно крупные зерна размером  $100\text{--}200\ \mu\text{m}$  окружены мелкими зернами размером  $1\text{--}10\ \mu\text{m}$ . Наличие размытого контраста в крупных зернах говорит о том, что в них сформировалась неравновесная субструктура с высоким уровнем внутренних напряжений. Изображение мелкозернистой структуры при большем увеличении представлено на рис. 3, *c*. Видно, что зеренный контраст достаточно четкий, что говорит о большеугловых разориентировках зерен, сформированных в результате динамической рекристаллизации.

Предполагается, что такой тип структуры будет способствовать повышению стабильности функциональных свойств поликристаллических сплавов Гейслера. Для подтверждения этого предположения необходимо провести эксперимент по исследованию свойств сплава при многократных циклах нагрева и охлаждения через температуру мартенситного превращения.



**Рис. 3.** Микроструктура поликристаллического сплава  $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$ : *a* — в исходном литом состоянии; *b, c* — после пластической деформации методом ВИК.

## 5. Термическое расширение сплава после пластической деформации ковкой

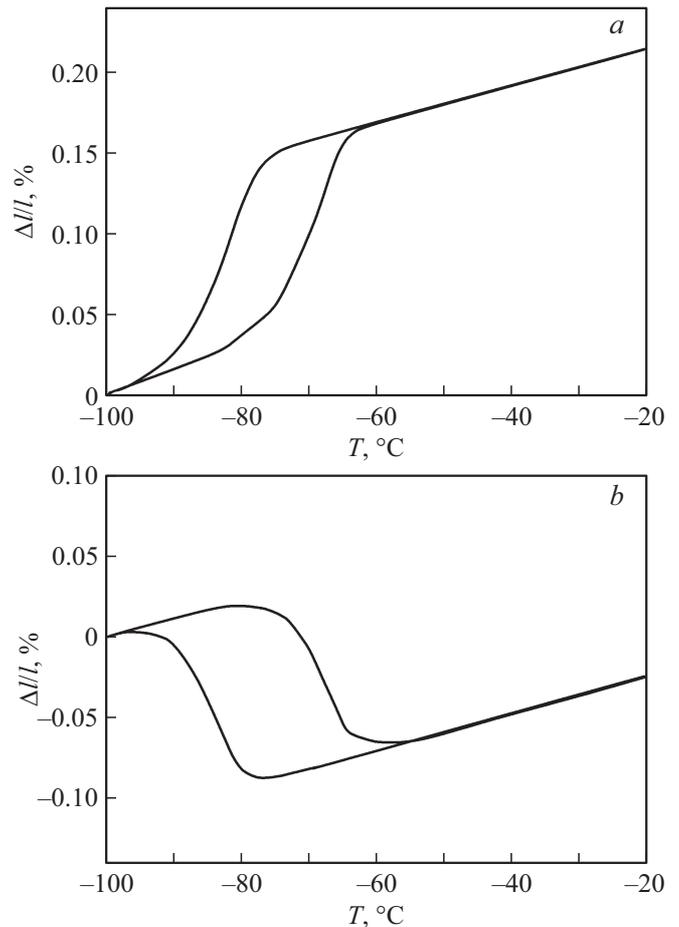
Как указано выше, в процессе пластической деформации ковкой на последнем этапе проведена так называемая вытяжка с целью формирования в заготовке кристаллографической текстуры. В заготовке в форме вытянутого прямоугольного параллелепипеда ось вытяжки совпадает с направлением  $OY$ . В деформированной заготовке оси  $OX$  и  $OZ$  перпендикулярны оси вытяжки и должны быть эквивалентны друг другу ( $OX \sim OZ$ ). Поэтому для исследования анизотропии термического расширения были вырезаны два образца с длинной стороной вдоль осей  $OX$  и  $OY$ . Запись температурной зависимости термического расширения при нагреве и охлаждении образцов в интервале температур от  $-100^\circ\text{C}$  до  $-20^\circ\text{C}$  представлена на рис. 4. Масштаб рисунков по осям абсцисс и ординат одинаков. Однако по сравнению с исходным состоянием (рис. 2), по оси ординат он грубее в два раза.

На рис. 4, *a* представлены кривые нагрева и охлаждения образца, вырезанного поперек оси вытяжки ( $\parallel OX$ ).

Как и в случае образца сплава в литом состоянии вне интервала температур мартенситного превращения изменение длины образца происходит по ангармоническому закону. В процессе прямого мартенситного превращения образец скачкообразно сокращается на 0.13% и удлиняется на эту величину при обратном превращении. Характерные температуры превращения имеют следующие значения:  $M_S = -78^\circ\text{C}$ ,  $M_F = -90^\circ\text{C}$ ,  $A_S = -76^\circ\text{C}$ ,  $A_F = -65^\circ\text{C}$ . В случае второго образца, вырезанного вдоль оси вытяжки в области прямого мартенситного превращения, он наоборот скачкообразно удлиняется и сокращается в процессе прямого и обратного превращения на 0.12%. Характерные температуры превращения имеют следующие значения:  $M_S = -79^\circ\text{C}$ ,  $M_F = -92^\circ\text{C}$ ,  $A_S = -75^\circ\text{C}$ ,  $A_F = -63^\circ\text{C}$ . Гистерезис фазового превращения при этом составляет  $15^\circ\text{C}$ .

В результате пластической деформации сплава методом всесторонней изотермическойковки наблюдается смещение характерных температур мартенситного превращения в область более низких температур на  $6\text{--}11^\circ\text{C}$ . Такое поведение характерно для данного объекта исследований, поскольку оно обусловлено затруднением движения в деформированной структуре дислокаций превращения, которые представляют собой мартенситные ступени атомных размеров на межфазных границах.

В исходной заготовке направление  $OX$  совпадало с радиальной составляющей заготовки и образец, вырезанный вдоль этого направления, в процессе прямого мартенситного превращения удлинялся. В результате деформационной обработки сплава ковкой, первоначальная текстура роста кристаллов была подавлена и заменена текстурой деформации. Теперь в процессе прямого



**Рис. 4.** Кривая температурной зависимости термического расширения поликристаллического сплава  $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$  после пластической деформации ковкой: *a* — поперек оси вытяжки ( $\parallel OX$ ); *b* — вдоль оси вытяжки ( $\parallel OY$ ).

превращения образец, в отличие от литого состояния, наоборот, сокращается. В образцах, вырезанных вдоль направления  $OY$ , в обоих структурных состояниях (исходном и ковном) характер скачкообразного изменения длины одинаков. Однако на деформированном образце наблюдается двукратный рост величины самого скачка.

Таким образом, деформационно-термическая обработка поликристаллического сплава Гейслера методом всесторонней изотермическойковки приводит к формированию анизотропии физических свойств, в частности, анизотропии термического расширения в области мартенситного превращения. Стоит отметить, что увеличение анизотропии и абсолютная величина скачкообразного изменения геометрических размеров кованого образца в процессе фазового превращения не столь значительны. В ряде случаев текстура роста кристаллов в слитках сплавов Гейслера дает чуть большие значения величины удлинения. Поскольку это первые эксперименты по обработке сплавов Гейслера методом всесторонней изотермическойковки, количество переходов в процессе

ковки было минимизировано с целью изучения микроструктуры на начальных этапах деформации. Поэтому формирование текстуры на последнем этапе деформации (вытяжка) проведено однократно. В дальнейших экспериментах при увеличении количества переходов при вытяжке и формировании все более вытянутой заготовки возможно значительное увеличение текстуры и повышении анизотропии.

## 6. Выводы

В поликристаллическом сплаве  $\text{Ni}_{54.1}\text{Mn}_{19.6}\text{Ga}_{24.6}\text{Si}_{1.7}$  после литья и последующей вакуумной переплавки в кварцевом стакане в результате преимущественного роста кристаллов от стенок стакана к его центру в сплаве формируется слабая текстура. Это приводит к анизотропии термического расширения сплава в области мартенситного превращения. В направлении роста кристаллов в процессе прямого мартенситного превращения наблюдается скачкообразное удлинение образца. В поперечном направлении удлинение сменяется на скачкообразное сокращение длины.

Применительно к сплавам Гейслера впервые применена всесторонняя изотермическая ковка. В результате пластической деформации ковкой формируется бимодальная структура, которая представляет собой крупные зерна размером  $100\text{--}200\ \mu\text{m}$ , окруженные мелкозернистой структурой с размером зерен  $1\text{--}10\ \mu\text{m}$ . Предполагается, что такой тип структуры будет способствовать повышению термостабильности функциональных свойств сплава в результате многократных циклов мартенситного превращения.

С целью формирования в исследуемом материале кристаллографической текстуры и повышения уровня внутренних напряжений на последнем этапековки проводили вытяжку. Это привело к изменению вектора анизотропии и усилению эффекта. Анализ термического расширения в области мартенситного превращения показал, что образец, вырезанный поперек оси протяжки, в результате прямого мартенситного превращения скачкообразно сокращается, а образец, вырезанный вдоль оси — скачкообразно удлиняется.

## Список литературы

- [1] E. Pagounis, R. Chulist, M.J. Szczerba, M. Laufenberg. *Appl. Phys. Lett.* **105**, 052405 (2014).
- [2] V.A. Chernenko, J.M. Barandiaran, V.A. Lvov, J. Gutierrez, P. Lazpita, I. Orued. *J. All. Comp.* **577**, 1, S305 (2013).
- [3] V.D. Buchelnikov, V.V. Khovailo, T. Takagi. *J. Magn. Magn. Mater.* **300**, 1, e459 (2006).
- [4] U. Gaitzsch, J. Romberg, M. P?tschke, S. Roth, P. Müllner. *Scripta Mater.* **65**, 8, 679 (2011).
- [5] A. Sozinov, A.A. Likhachev, N. Lanska, K. Ullakko. *Appl. Phys. Lett.* **80**, 10, 1746 (2002).
- [6] И.И. Мусабилов, Х.Я. Мулюков, В.В. Коледов, В.Г. Шавров. *ЖТФ* **81**, 3, 108 (2011).
- [7] Ю.В. Калетина, Е.Г. Герасимов. *ФТТ* **56**, 8, 1583 (2014).
- [8] Х.Я. Мулюков, И.И. Мусабилов, А.В. Маширов. *Письма о материалах* **2**, 4, 194 (2012).
- [9] V.D. Buchelnikov, V.V. Sokolovskiy. *Phys. Met. Metallography* **112**, 7, 633 (2011).
- [10] A.P. Kamantsev, V.V. Koledov, A.V. Mashirov, E.T. Dilmieva, V.G. Shavrov, J. Cwik, A.S. Los, V.I. Nizhankovskii, K. Rogacki, I.S. Tereshina, Yu.S. Koshkidko, M.V. Lyange, V.V. Khovaylo, P. Ari-Gur. *J. Appl. Phys.* **117**, 16, 163903 (2015).
- [11] A. Zhukov, V. Rodionova, M. Ilyn, A.M. Aliev, R. Varga, S. Michalik, A. Aronin, G. Abrosimova, A. Kiselev, M. Ipatov, V. Zhukova. *J. All. Comp.* **575**, 73 (2013).
- [12] V.V. Sokolovskiy, R.R. Fayzullin, V.D. Buchelnikov, M.O. Drobosyuk, V.V. Khovaylo. *J. Magn. Magn. Mater.* **343**, 6 (2013).
- [13] R. Fayzullin, V. Buchelnikov, M. Drobosyuk, A. Mashirov, A. Kamantsev, B. Hernando, M. Zhukov, V. Koledov, V. Shavrov. *Solid State Phenomena* **233–234**, 183 (2015).
- [14] E. Pagounis, M.J. Szczerba, R. Chulist, M. Laufenberg. *Appl. Phys. Lett.* **107**, 152407 (2015).
- [15] M. Potschke, S. Weiss, U. Gaitzsch, D. Cong, C. Hurrich, S. Roth, L. Schultz. *Scripta Mater.* **63**, 383 (2010).
- [16] F. Albertini, L. Morellon, P. A. Algarabel, M.R. Ibarra, L. Pareti, Z. Arnold, G. Calestani. *J. Appl. Phys.* **89**, 10, 5614 (2001).
- [17] U. Gaitzsch, J. Romberg, M. Potschke, S. Roth, P. Mullner. *Scripta Mater.* **65**, 679 (2011).
- [18] I.I. Musabirov, R.R. Mulyukov, V.V. Koledov. *IOP Conf. ser.: Mater. Sci. Eng.* **82**, 1, 012064 (2015).
- [19] S. Taskaev, V. Buchelnikov, M. Ulyanov, D. Bataev, V. Khovaylo, A. Usenko, M. Lyange, K. Skokov, O. Gutfleisch, A. Pellenen, D. Karpenkov. *J. Appl. Phys.* **117**, 12, 123914 (2015).
- [20] Д.Р. Нугманов, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев. *Письма о материалах* **7**, 2, 198 (2017).
- [21] С.Н. Сергеев, И.М. Сафаров, А.В. Корзников, Р.М. Галеев, С.В. Гладковский, Д.А. Двойников. *Письма о материалах* **5**, 1, 48 (2015).
- [22] Р.Я. Лутфуллин, М.Х. Мухаметрахимов, П.А. Классман, В.В. Астанин. *Перспективные материалы* **15**, 66 (2013).
- [23] Е.В. Автократова, О.Э. Мухаметдинова, О.Ш. Ситдилов, М.В. Маркушев. *Письма о материалах* **5**, 2, 129 (2015).
- [24] Р.А. Гайсин, В.М. Имаев, Р.М. Имаев, Э.Р. Гайсина. *Письма о материалах* **5**, 2, 124 (2015).
- [25] С.В. Крымский, Д.К. Никифорова, М.Ю. Мурашкин, М.В. Маркушев. *Перспективные материалы* **12**, 387 (2011).
- [26] И.Ш. Валеев, А.Х. Валеева, Р.Р. Мулюков, Р.Х. Хисамов. *Письма о материалах* **6**, 4, 347 (2016).
- [27] Р.Р. Мулюков. *Российские нанотехнологии* **2**, 7–8, 38 (2007).
- [28] О.Ш. Ситдилов. *Перспективные материалы* **9**, 5 (2015).
- [29] О.Э. Мухаметдинова, Р.Н. Гарипова, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдилов. *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* **13**, 2, 249 (2016).
- [30] Р.М. Галеев, О.Р. Валиахметов, Г.Ф. Хасанова, Р.Р. Мулюков. *Перспективные материалы* **15**, 40 (2013).
- [31] Y. Dai, L. Hou, Y. Fautrelle, Z. Li, C. Esling, Z. Ren, X. Li. *Mater. Design* **134**, 469 (2017).
- [32] J. Liu, J. Wang, H. Zhang, C. Jiang, H. Xu. *J. All. Comp.* **541**, 477 (2012).

- [33] B. Lu, H.B. Wang, Y. Liu, J.X. Liu, H.L. Wang. Transactions Nonferrous Met. Soc. China **16**, 843 (2006).
- [34] S. Besseghini, E. Villa, F. Passaretti, M. Pini, F. Bonfanti. Mater. Sci. Eng. A **378**, 1–2, 415 (2004).
- [35] R. Chulist, M. Potschke, A. Boehm, H.-G. Brokmeier, U. Garbe, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki. MRS Proc. **1050**, BB09-03 (2007).
- [36] A. Böhm, S. Roth, G. Naumann, W.G. Drossel, R. Neugebauer. Mater. Sci. Eng. A **481–482**, 266 (2008).
- [37] H. Morawiec, T. Goryczka, A. Drdzen, J. Lelatko, K. Prusik. Solid State Phenomena **154**, 133 (2009).
- [38] Н.И. Коуров, А.В. Королёв, В.Г. Пушкин, Е.В. Марченкова. ФТТ **54**, 10, 1999 (2012).
- [39] R. Chulist, W. Skrotzki, C.-G. Oertel, A. Böhm, T. Lippmann, E. Rybacki. Scripta Mater. **62**, 9, 650 (2010).
- [40] R. Chulist, A. Bohm, E. Rybacki, T. Lippmann, C.-G. Oertel, W. Skrotzki. Mater. Sci. Forum **702–703**, 169 (2012).
- [41] И.И. Мусабилов, И.З. Шарипов, Р.Р. Мулюков. Изв. вузов. Физика **58**, 6, 5 (2015).
- [42] И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, И.З. Шарипов, Р.Р. Мулюков, А.В. Маширов, В.В. Коледов. Журн. радиоэлектроники **1**, 11 (2015).
- [43] D.Y. Cong, Y.D. Wang, R.L. Peng, P. Zetterström, X. Zhao, P.K. Liaw, L. Zuo. Metallurg. Mater. Transactions A **37**, 5, 1397 (2006).
- [44] D.Y. Cong, Y.D. Wang, P. Zetterström, R.L. Peng, R. Delaplane, X. Zhao, L. Zuo. Mater. Sci. Technology **21**, 1412 (2005).
- [45] R. Chulist, W. Skrotzki, C.-G. Oertel, A. Böhm, H.-G. Brokmeier, T. Lippmann. Int. J. Mater. Res. **103**, 5, 575 (2012).
- [46] И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, М.И. Нагимов, И.З. Шарипов, В.В. Коледов, А.В. Маширов, А.И. Рудской, Р.Р. Мулюков. ФТТ **58**, 8, 1552 (2016).
- [47] И.И. Мусабилов, И.М. Сафаров, И.З. Шарипов, М.И. Нагимов, В.В. Коледов, В.В. Ховаило, Р.Р. Мулюков. ФТТ **59**, 8, 1547 (2017).
- [48] I. Musabirov, I. Safarov, M. Nagimov, I. Sharipov, V. Koledov, V. Khovailo, R. Mulyukov. Mater. Today: Proc. **4**, 4851 (2017).
- [49] M. Kök, G. Pirge, Y. Aydogdu. Appl. Surf. Sci. **268**, 136 (2013).
- [50] M. Kök, K. Yildiz. Appl. Phys. A **116**, 4, 2045 (2014).