

304 不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 块体非晶合金复合材料的制备与性能研究

马广财¹⁾ 付华萌¹⁾ 王峥²⁾ 徐庆亮³⁾ 张海峰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) 沈阳科金新材料有限公司, 沈阳 110016

3) 中国石油大庆石化分公司腈纶厂, 大庆 163724

摘要 采用渗流法成功制备出不同体积分数的 304 不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 块状非晶复合材料, 分析了该复合材料的性能和变形行为. 利用万能力学试验机进行性能测试, 利用白光干涉轮廓测量仪, X 射线三维成像和 SEM 观察样品表面及断口形貌. 结果表明: 复合材料的塑性得到显著改善, 其中毛细管体积分数为 34%时, 复合材料的压缩应变可达 22%, 同时伴有明显的加工硬化现象, 其加工硬化量与毛细管含量有关. 复合材料以近 45° 的剪切方式断裂, 表面较为平坦, 毛细管撕裂与界面脱粘形成裂纹扩展路径. 剪切带的数量随毛细管体积分数增加而增加, 毛细管包裹的非晶基体发生剪切变形滞后于毛细管外部的基体.

关键词 $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶合金, 304 不锈钢毛细管, 剪切带, 加工硬化

中图分类号 TG139.8 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2014)00-0000-00

STUDY ON FABRICATION AND PROPERTIES OF 304 STAINLESS STEEL CAPILLARY TUBES/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ BULK METALLIC GLASS COMPOSITES

MA Guangcai¹⁾, FU Huameng¹⁾, WANG Zheng²⁾, XU Qingliang³⁾, ZHANG Haifeng¹⁾

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

2) Shenyang Kejin Advanced Material Company Limited, Shenyang 110016

3) Petrochina Daqing Petrochemical Company Acrylic Fiber Plant, Daqing 163714

Correspondent: ZHANG Haifeng, professor, Tel: (024)23971783, E-mail: hfzhang@imr.ac.cn

Supported by National Basic Research Program of China (No.2011CB606301) and Program of "One Hundred Talented People" of The Chinese Academy of Sciences

Manuscript received 2014-04-16, in revised form 2014-05-19

ABSTRACT Different volume fractions of 304 stainless steel capillary tubes/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ metallic glass composites were prepared using infiltration method. Their properties and deformation behaviors were investigated systematically. The mechanical properties were performed on materials test machine. Surfaces and fracture morphologies were examined using white light interferometer, X-ray 3D imaging and SEM techniques. The results show that the ductility of composites was improved. Its compressive strain reaches 22% when the volume fraction is 34%. The deformation involves obvious work hardening. The amount of work hardening depends on the content of tubes. The composite fails in the shear mode along 45°. The split and debonding of tubes and interfaces act as the propagation way of crack. The amount of shear bands increase as the volume

fraction increases. The shear deformation of amorphous in tubes falls behind that out tubes. The work will enrich the ductility mechanisms of amorphous and promotes the application of amorphous.

KEY WORDS $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ bulk metallic glass, 304 stainless steel capillary tube, shear band, work hardening

*国家重点基础研究发展计划项目 2011CB606301 和中国科学院“百人计划”研究项目资助

收到初稿日期: 2014-04-16, 收到修改稿日期: 2014-05-19

作者简介: 马广财, 女, 1980 年生, 工程师, 博士生

DOI: 10.11900/0412.1961.2014.00187

Zr-Cu-Ni-Al 系非晶合金具有很强的非晶形成能力和较宽的过冷液相区, 能够制备出尺寸较大且性能优异的块体非晶合金^[1~4]. Zr-Cu-Ni-Al 系非晶合金中添加少量 Ag 能够大幅改善该系合金的非晶形成能力, 可制备出直径达 20 mm 的非晶棒^[5]. 这种玻璃形成能力很强的块体非晶合金, 具有高强度、高硬度、高断裂韧性、高耐磨性和高抗腐蚀能力^[6~10], 有望在实际中获得应用.

然而, 非晶合金室温受外力作用时容易产生高度局域化的剪切带并快速扩展, 导致材料发生灾难性断裂, 这严重制约了它作为结构材料的实际应用, 因而, 如何改善非晶合金的室温塑性成为非晶材料研究的重要课题. 大量研究^[11~16]表明, 在非晶基体上原位形成弥散分布的第二相枝晶或微/纳米颗粒可提高非晶合金的塑性. Hui 等^[17]通过在镁基非晶合金基体上获得均匀分散的微米级的 α -Mg, 使材料的压缩塑性应变提高到 18%. Hofmann 等^[18]制备出拉伸塑性达 13% 锆基非晶复合材料.

原位法制备内生相增韧非晶合金材料具有工艺流程简单的优势, 但相关内生相的种类、含量、大小与分布较难控制, 不易在实际中推广应用. 而向非晶合金中直接引入可控的第二相, 如单向丝或者纤维、骨架或者部分晶态颗粒等来阻止剪切带的扩展可以有效提高其室温塑性^[19~22], 并且在这方面已经取得了一定的成果. 然而金属颗粒的均匀分布以及金属丝体积分数过高(超过 50%)^[22~27]问题仍需进一步改善. 除了添加 W 丝的复合材料压缩应变超过了 10%, 而添加价格较低廉的 Fe 丝、Mo 丝的复合材料的压缩应变均较低. 近来 Deng 等^[28,29]报道了采用新型的增韧材料-不锈钢毛细管, 来制备锆基非晶复合材料, 得到了较好的增韧效果, 单向连续的毛细管体积分数为 38% 时复合材料压缩塑性就达到了 14%. 但是, 单向连续纤维增强金属基复合材料, 仅仅沿纤维方向具有高强度和高模量, 有一定的局限性. 因此, 本工作通过改变毛细管的长径比, 进而改变毛细管的体积分数, 引起非晶复合材料中连续界面的变化, 采用随机分布的添加方式达到密堆排布, 实现复合材料各向同性, 并系统研究了不锈钢毛细管体积分数对非晶复合材料的性能和变形行为的影响, 阐明其增韧机理.

1 实验方法

非晶基体选择具有高非晶形成能力的 $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$. 采用纯度不低于 99.9% 的 Zr, Cu, Ni, Al 和 Ag 按原子分数进行配置, 在高纯 Ar 气(纯度为 99.99%)保护下进行电弧熔炼, 合金铸锭翻转熔炼 4 次, 最后获得 $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 母合金锭. 利用 Netzsch404C 型差示扫描量热分析仪(DSC)测得母合金的熔点为 1132 K. 实验所用 304 不锈钢(0Cr18Ni9)毛细管外径为 0.5 mm, 壁厚 0.1 mm, 用线切割加工成长径比(l/d)分别为 1, 2, 4 和 6 的毛细管. 然后将加工好的毛细管放置在沸腾的 NaOH 溶液中, 以除去毛细管内外壁所附着的油污; 再用去离子水对毛细管进行反复蒸煮, 以除去附着在毛细管内外表面的 NaOH; 最后用无水乙醇进行超声清洗. 将清洁后的毛细管按照一定质量, 随机摆放在内径为 8 mm 的坩埚内. 将 $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 合金放于毛细管的上部, 然后将坩埚放在电阻炉中, 抽真空到 3×10^{-3} Pa, 加热到 1293 K. 当合金熔化后, 在 0.1 MPa 的压力下使熔化的 $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 合金熔体完全浸渗到不锈钢毛细管中, 随后水淬, 制备出 304 不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶复合材料. 采用无心磨将复合材料棒材磨到直径为 4.5 mm, 用线切割长 10 mm 的小圆柱, 将其两端面磨平并保证上下两端平行, 得到直径 4.5 mm,

长 9 mm 的压缩试样。

利用 Microxam 白光干涉轮廓测量仪、VersaXRM-500 透射 X 射线三维成像仪和 s-3400N 扫描电镜(SEM)对复合材料的界面、压缩试样的断口和侧面剪切带特征进行观察。在压缩样品的端部取直径 4.5 mm, 厚 1 mm 的样品, 制备成透射电镜样品, 利用 TECNAI G220 透射电镜(TEM)对复合材料的基体进行选取电子衍射(SAED)分析。压缩实验在 Instron 5582 万能力学试验机上进行, 应变速率为 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。部分压缩试样压缩前侧面磨出一个宽度为 2 mm 左右的小平台, 将小平台抛光, 方便通过 SEM 观察剪切带以及裂纹的萌生和扩展情况。

2 实验结果与讨论

2.1 复合材料结构

图 1a~d 为不同长径比的 304 不锈钢毛细管/ $\text{Zr}_{53.5}\text{Cu}_{26.5}\text{Ni}_5\text{Al}_{12}\text{Ag}_3$ 非晶复合材料截面的 SEM 像。从图中可以看出, 304 不锈钢毛细管均匀地分布于非晶基体之中, 毛细管和基体的界面上没有发现明显的孔洞、缝隙等缺陷, 从图 1e 和 f 局部放大的照片看, 304 不锈钢毛细管与基体结合良好, 界面连续均匀。利用面积法并结合添加的毛细管质量计算出, 长径比(l/d)为 1, 2, 4 和 6 时复合材料中毛细管体积分数分别为 34%, 30%, 24%和 18%。可见, 不锈钢毛细管的体积分数随着毛细管 l/d 的增加而减小, 引入的界面随之减少。但是长的毛细管会导致样品中引入的连续界面变长, 连续界面的变化会对复合材料的力学行为产生影响, 相同界面数量的情况下, 连续界面越短, 复合材料的塑性越好^[30]。

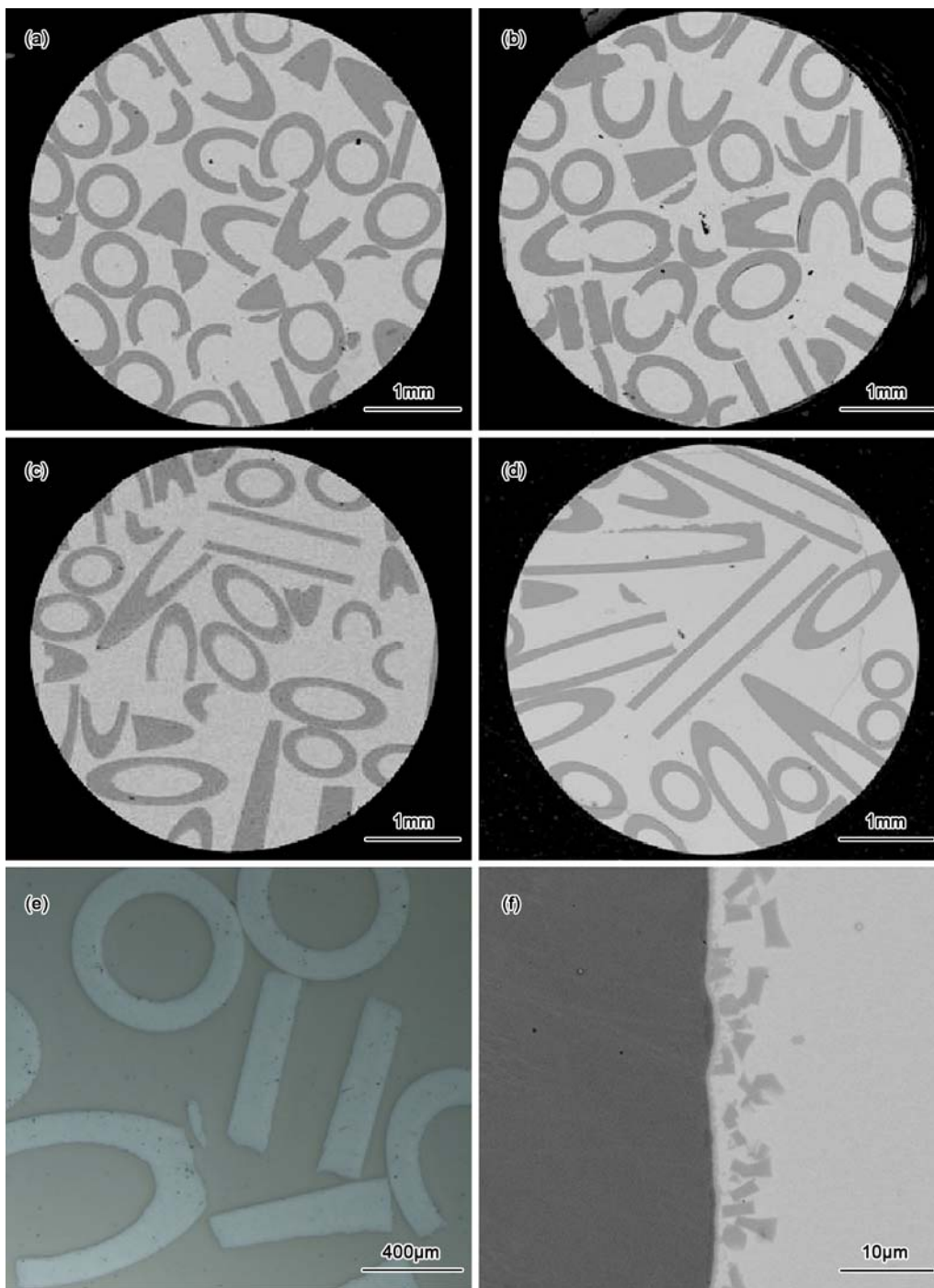


图 1 304 不锈钢毛细管/ Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ 非晶复合材料的 SEM 像

Fig.1 SEM images of 304 stainless steel capillary tube/Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ based composites with different volume fraction of 304 stainless steel capillary tube

(a) 34 % (b) 30 % (c) 24 % (d) 18 %

(e) side surface of sample in Fig.1a (f) interface of sample in Fig.1a

2.2 压缩性能

图 2 为 304 不锈钢毛细管/ Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ 非晶复合材料的室温压缩应力-应变曲线。可以看出, 材料变形过程主要包括 2 个阶段: I 弹性变形阶段; II 塑性变形阶段, 并伴有明显的加工硬化现象。表 1 列出了非晶复合材料的力学性能。可见, 复合材料的屈服强度随着毛细管体积分数的增加而降低, 压缩断裂强度和塑性变形量随着毛细管体积分数的增加而增加, 其中, 当毛细管体积分数达到 34%时, 材料的塑性变形量最大, 总应变达到约 20%。该性能优于 Deng 等^[28]报道的单向不锈钢毛细管非晶复合材料的性能(增

强相的体积分数低于已报道的 38%，而压缩变形量从报道的 14% 提高到约 20%，提高了 57%)。分析发现，塑性提高的原因主要是毛细管随机排列导致剪切带的数量增多且多向、分岔、曲折(如图 3a 所示)。由于毛细管的存在，在管内形成众多细小的“非晶丝”，而非晶具有明显的尺寸效应，尺寸越小，综合性能越好^[31~33]，“非晶丝”一定程度上起到改善复合材料性能的作用。体积分数越高，非晶丝数量越大，对性能的改善越大。而单向长 304 不锈钢毛细管/Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ 非晶复合材料产生的剪切带方向单一(如图 3b 所示)，且连续界面长，界面一旦开裂，裂纹很容易贯通，造成材料劈裂(如图 3c 所示)，而随机分布的毛细管/锆基非晶复合材料的连续界面短，能够更加有效的阻碍裂纹的扩展。

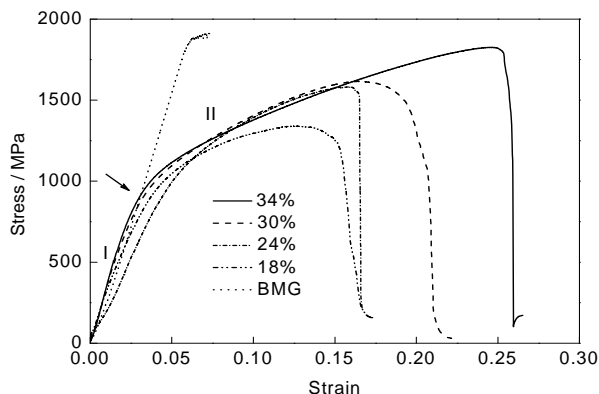


图 2 室温下 304 不锈钢毛细管/Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ 非晶复合材料准静态压缩应力-应变曲线

Fig.2 Quasistatic compressive stress-strain curves of the 304 stainless steel capillary tube/Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ based composites under room temperature (BMG—bulk metallic glass, arrow shows the division of I and II)

表 1 非晶合金、304 不锈钢毛细管/Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ 非晶复合材料的力学性能

Table 1 Mechanical properties of Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ based bulk metallic glass, 304 stainless steel capillary tube/Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni₅Al₁₂Ag₃ based amorphous composites

Material	V_f / %	R_{mc} / MPa	$R_{pc0.2}$ / MPa	ϵ_c / %
BMG	-	1911	-	-
BMG/Steel	34	1831±18	696±7	20±2
BMG/Steel	30	1619±16	723±7	15±2
BMG/Steel	24	1582±25	996±9	11±3
BMG/Steel	18	1340±26	1037±10	10±3

Note: V_f —volume fraction, R_{mc} —fracture strength, $R_{pc0.2}$ —yield strength, ϵ_c —compressive ductility

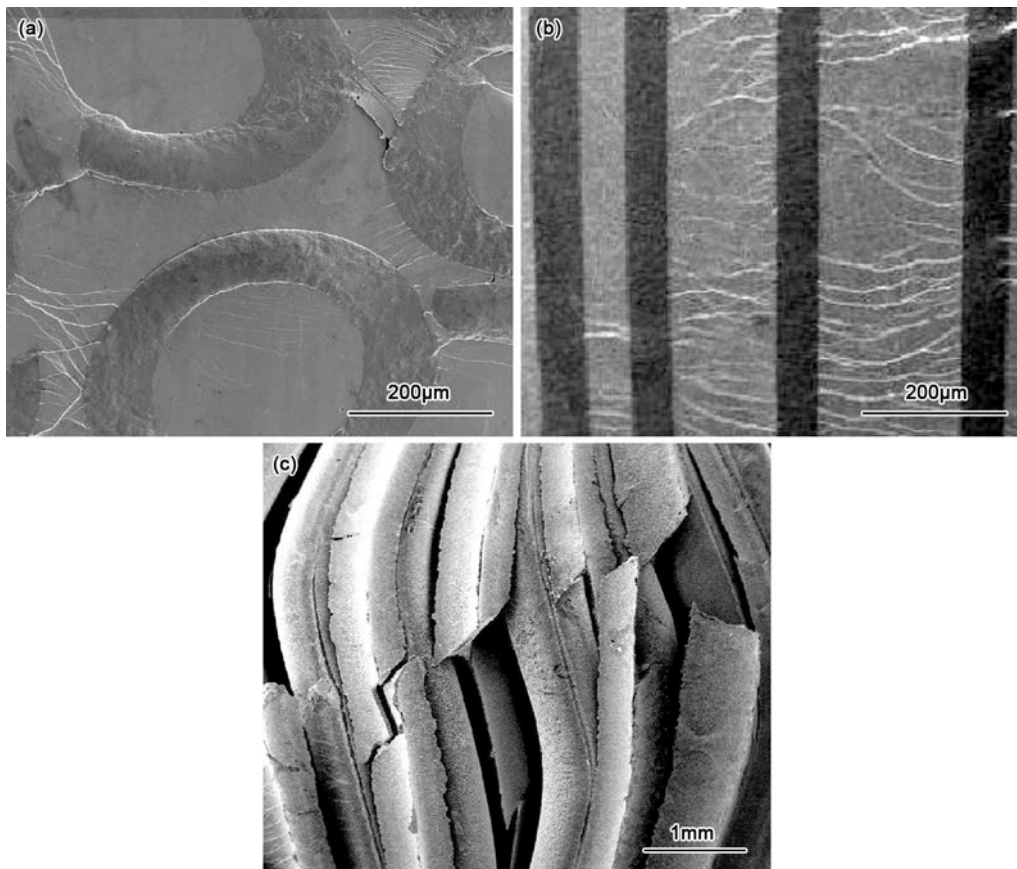


图 3 304 不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶复合材料变形后的 SEM 像

Fig.3 SEM images of the 304 stainless steel capillary tube/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ based composites after deformation

(a) randomly arrangement (b) unidirectional arrangement^[29] (c) compressed sample^[29]

2.3 毛细管在复合材料变形过程中的影响

图 4 为室温下, 经过 5% 压缩变形后不同体积分数 304 不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 基非晶复合材料侧面的 SEM 像. 由图 4 可以看出, 剪切带数量随毛细管体积分数增加而增加, 毛细管变形剧烈程度随体积分数的增加而增加, 剪切带首先出现于毛细管外部基体, 随着变形过程的进行, 逐渐过渡到毛细管内部非晶, 也就是说毛细管内部的非晶基体发生剪切变形要滞后于其外部的基体.

毛细管体积分数越大, 单位体积复合材料所包含的界面越多, 而界面是诱发剪切带生成的根源, 因而界面越多, 产生的剪切带越多, 体积分数越大剪切带密度越高. 此外, 界面数量增多, 更能有效阻碍剪切带的扩展, 剪切带的尖端止于毛细管的数量就越多, 这也意味着毛细管承受的应力更大, 因而随着剪切带作用的逐渐加强, 必然引起毛细管的变形, 使得应力得到释放. 只有当毛细管变形到一定程度的时候, 通过界面传递的方式, 才引起了内部非晶的变形. 因而毛细管内部非晶的发生变形和失效的时间要落后于外部非晶基体.

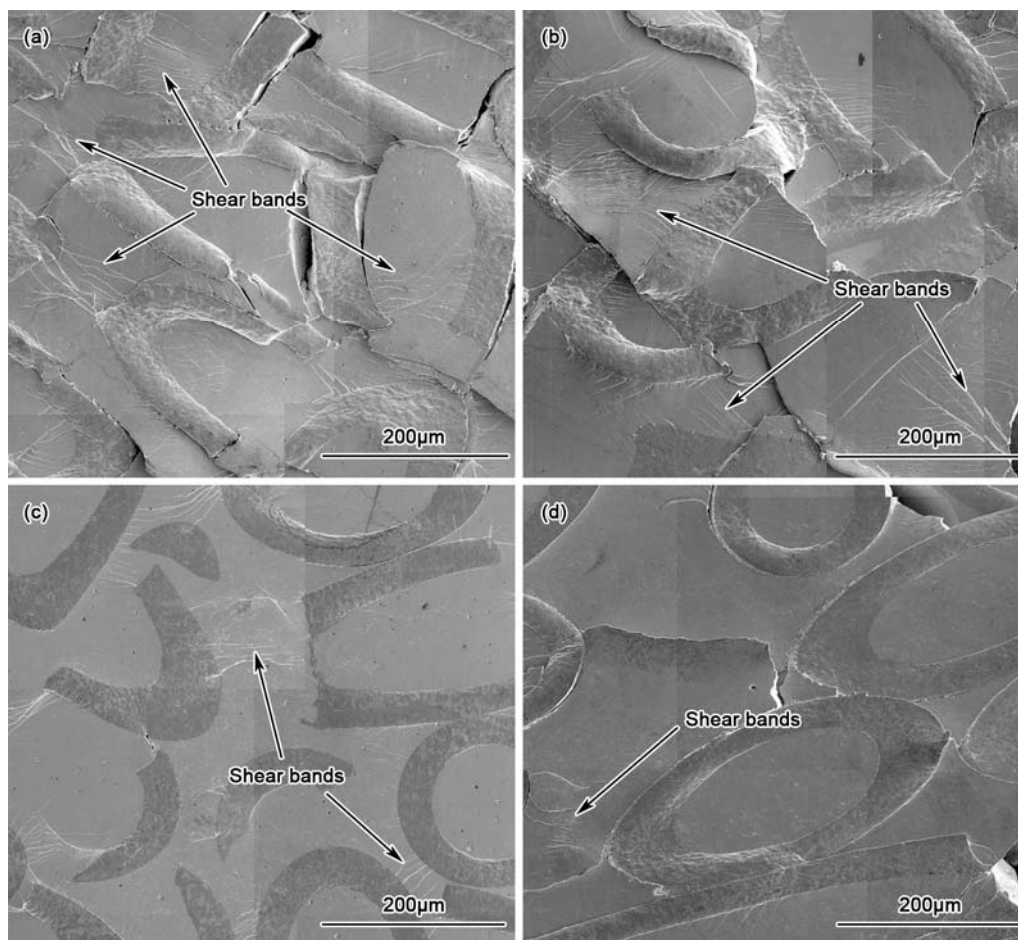


图4 室温下经历5%压缩变形后不同体积分数304不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 基非晶复合材料侧面的SEM像

Fig.4 SEM images of side surface of stainless steel capillary tube/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ composites containing 34% (a), 30% (b), 24% (c) and 18% (d) capillary tubes after compressive strain of 5% at room temperature

2.4 断裂过程及断口形貌

选取304不锈钢毛细管体积分数为34%时,材料不同变形阶段(0, 5%, 10%和断裂)的侧面形貌进行观察,如图5所示.从图中可以看出,随着载荷的增加,毛细管末端、毛细管变形最大处等容易产生应力集中的地方,界面处开始出现剪切带,在剪切带交互作用下,导致界面形成微孔,微孔的连接导致界面开裂(图5c),与此同时剪切带不断扩展,遇到毛细管时,呈现出两种途径,一是绕过毛细管(即形成界面开裂),二是通过毛细管(即毛细管发生撕裂).随着加载过程的不断进行,沿着最大剪切应力面,裂纹连接成一条贯穿试样横截面的主裂纹,复合材料最终发生断裂(图5d).

图6a为毛细管体积含量为34%的非晶复合材料典型的室温压缩断口,插图为断口的透射X射线三维成像(XRT)的截面像.可以看出,断口呈近 45° 剪切断裂,断面较为平坦,XRT像显示压缩样品内部没有孔洞、夹杂等缺陷,断口内部除主裂纹外,没有明显的次生裂纹,其断裂方式和纯非晶类似与单向排列的304不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶复合材料的断裂方式非常不同(图3c).由图6b可以看出 $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶基体发生的是脆性断裂、304不锈钢毛细管撕裂与界面脱粘形成裂纹路径;基体表面没有明显的脉纹形貌,SAED显示基体仍然是非晶合金(图6c),这与非晶合金的断裂形貌不同.这主要归因于复合材料在经历大变形的过程中,由于不锈钢毛细管的作用,消除了非晶相中的脉纹花样,该现象在双连续相复合材料中也被报道^[30].不锈钢毛细管内部滑移带、位错密度较高(图6d).用白光干涉轮廓测量仪分析了带有与压缩方向有贯通的小平台的304不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 复合材料压缩试样(其变形量为10%),可以发现小平台变得凸凹不平,304不锈钢毛细管变形严重(图6e).

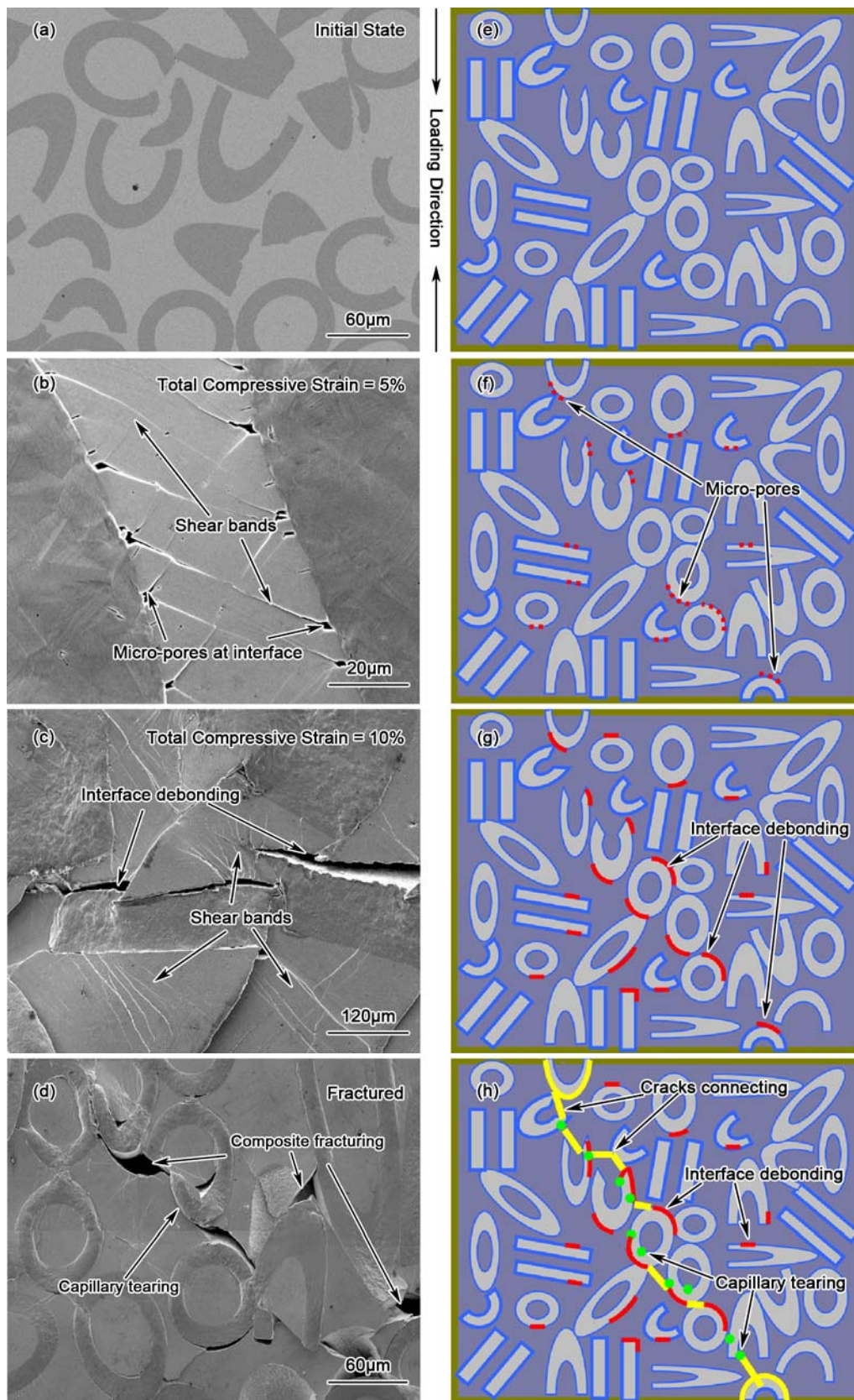


图 5 304 不锈钢毛细管/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶复合材料不同变形阶段下侧面形貌及其示意图

Fig.5 SEM images of side surfaces (left) and the corresponding schematics (right) of the 304 stainless steel capillary tube/ $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ based composites after different compressive strains of 0 (a) , 5% (b), 10% (c) and fractured (d)

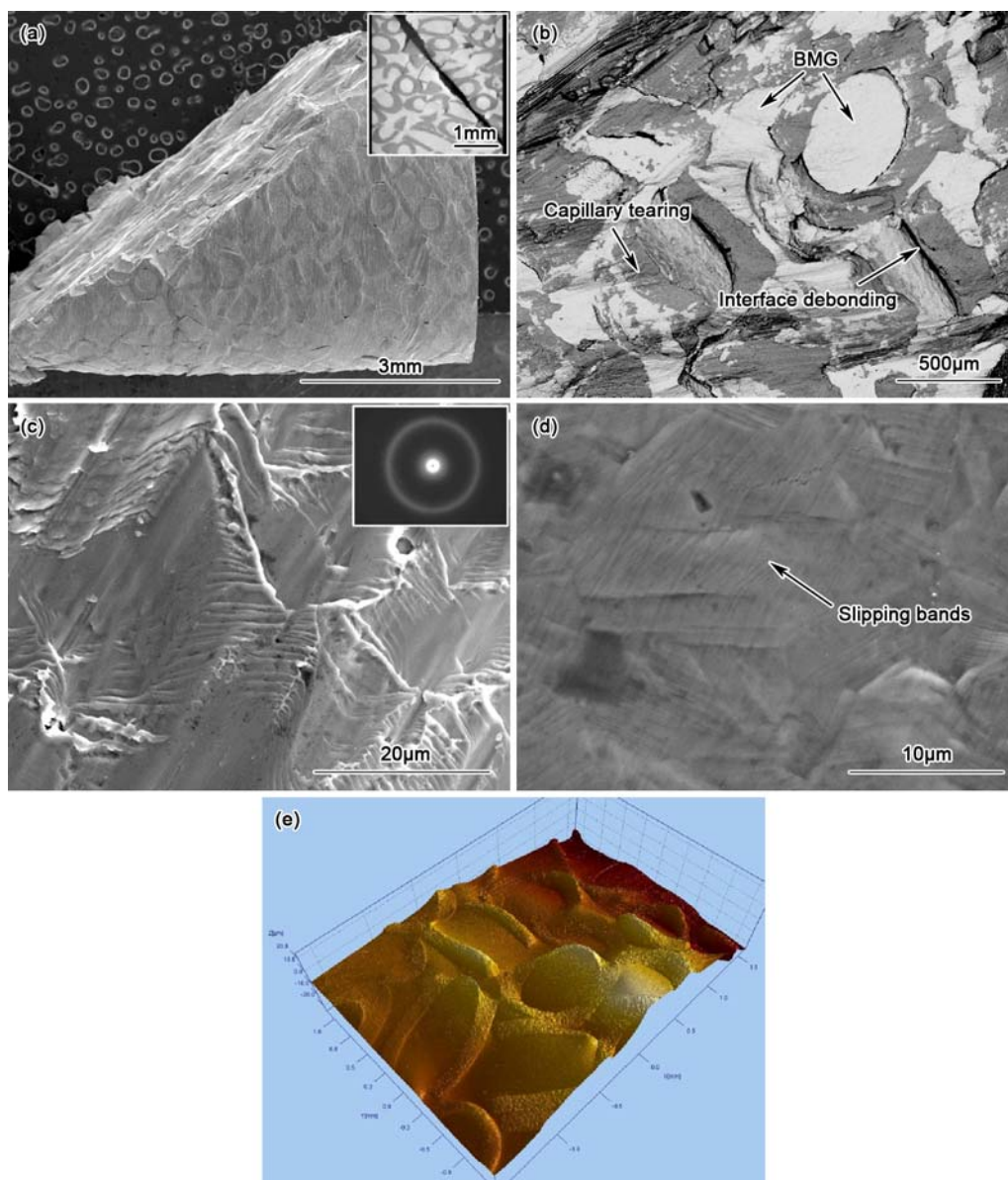


图 6 毛细管体积含量为 34% 的 304 不锈钢毛细管 / $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ 非晶复合材料的室温压缩断口形貌

Fig.6 SEM images of fracture surfaces of the 304 stainless steel capillary tube / $Zr_{53.5}Cu_{26.5}Ni_5Al_{12}Ag_3$ based composite containing 34 % capillary tube: (a) low magnified image (Inset is 3D transmission X-ray micrograph) (b) high magnified image (c) high magnified image of amorphous matrix (inset is SAED pattern) (d) high magnified image of tube (e) surface mapping

3 结论

(1) 成功获得了不同长径比(l/d)不锈钢毛细管/锆基非晶复合材料。随着毛细管 l/d 的减小(即随着毛细管体积分数的增多), 材料的塑性得到越多的改善, 当毛细管 l/d 为 1 时得到了最大的压缩应变 22%。这种性能的改变主要归因于复合材料中界面数目的增多, 也由于高性能“非晶丝”数量的增多。

(2) 剪切带的形成起源于毛细管外壁和非晶基体界面, 剪切带密度随着毛细管体积分数增加而增加。

(3) 毛细管内部非晶的变形落后于外部非晶的变形。

(4) 复合材料以近 45° 的剪切方式断裂, 表面较为平坦, 基体发生脆性断裂, 断口断面毛细管塑性变形严重, 毛细管内部滑移带密度较高, 毛细管撕裂与界面脱粘形成裂纹扩展路径。

参考文献

- [1] [1] Ashby M F, Greer A L. *Scr Mater*, 2006; 54: 3216
- [2] Gilbert C T, Ritchie R O, Johnson W L. *Appl Phys Lett*, 1997; 71: 476
- [3] Suzuki K, Kataoka N, Inoue A. *Mater Trans JIM*, 1990; 31: 743
- [4] Inoue A, Zhang T, Masumoto T. *Mater Trans JIM*, 1995; 36: 391
- [5] Deng S T, Zhang H F, Wang A M, Li H, Ding B Z, Hu Z Q. *J Alloys Compd*, 2008; 406: 182
- [6] Inoue A, Takeuchi A. *Acta Mater*, 2011; 59: 2243
- [7] Lottler J. *Intermetallics*, 2003; 11: 529
- [8] Szuecs F, Kim C P, Johnson W L. *Acta Mater*, 2001; 49: 1507
- [9] Zhang B, Zhao D Q, Pan M X. *Phys Rev Lett*, 2005; 94: 205502
- [10] Johnson W L. *Appl Phys Lett*, 1999; 24: 42
- [11] Zhu Z W. *PhD Dissertation*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2009
(朱正旺. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2009)
- [12] Zhu Z W, Zhang H F, Hu Z Q, Zhang W, Inoue A. *Scr Mater*, 2010; 62: 278
- [13] Kuhn U, Eckert J, Mattern N, Schultz L. *Appl Phys Lett*, 2002; 80: 2478
- [14] Fan C, Ott R T, Hufnagel T C. *Appl Phys Lett*, 2002; 81: 1020
- [15] Bian Z, Kato H, Qin C, Zhang W, Inoue A. *Acta Mater*, 2005; 53: 2037
- [16] Dong W B, Zhang H F, Sun W S, Wang A M, Li H, Hu Z Q. *J Mater Res*, 2006; 21: 1490
- [17] Hui X, Dong W, Chen G L. *Acta Mater*, 2007; 55: 907
- [18] Hofmann D C, Suh J Y, Wiest A. *Nature*, 2008; 451: 1085
- [19] Dandliker R B. *PhD Dissertation*, California Institute of Technology, 1998
- [20] Fan C, Li L, Kelskes J, Liu C T. *Phys Rev Lett*, 2006; 96: 145506
- [21] Kim C P. *PhD Dissertation*, California Institute of Technology, 2001
- [22] Conner R D. *PhD Dissertation*, California Institute of Technology, 1998
- [23] Lee S Y. *PhD Dissertation*, California Institute of Technology, 2007
- [24] Mathaudhu S N. *PhD Dissertation*, Texas A&M University, 2006
- [25] Wang G. *PhD Dissertation*, The University of Tennessee, 2006
- [26] Hofmann D C. *PhD Dissertation*, California Institute of Technology, 2009
- [27] Chen L Y, Fu Z D, Zhang G Q, Hao X P, Jiang Q K, Wang X D, Cao Q P. *Phys Rev Lett* 2008; 100: 075501
- [28] Deng S T, Diao H, Chen Y L. *Scripta Mater*, 2011; 64: 85
- [29] Deng S T. *PhD Dissertation*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2010
(邓胜涛. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2009)
- [30] Sun Y. *PhD Dissertation*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2010
(孙羽. 中国科学院金属研究所博士学位论文, 沈阳, 2009)
- [31] Zheng Q, Cheng S, Strader J H, Ma E, Xu J. *Scr Mater*, 2007; 56: 161
- [32] Park E S, Lee J Y, Kim D H, Gebert A, Schultz L. *J Appl Phys*, 2008; 104: 023520
- [33] Lee C J, Huang J C, Nieh T G. *Appl Phys Lett*, 2007; 91: 161963