

Influence of the temperature of equal-channel angular pressing on fine-grain structure formation in the alloy Al-3% Cu

O. Sh. Sitdikov[†], E. V. Avtokratova, R. R. Zagitov, M. V. Markushev

[†] sitdikov.oleg@imsp.ru

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa, 450001, Russia

The effect of the temperature of equal channel angular pressing (ECAP) on the microstructural changes in a model alloy Al-3% Cu was investigated. ECAP of the as-homogenized and preliminary overaged alloy with an initial grain size ranging from 200 to 400 μm was performed by route A up to effective strains 8–12 under isothermal conditions in the temperature range 150–400°C ($0.45 - 0.75 T_m$). ECAP at 150°C led to the significant refinement of the grain structure of the alloy. New fine grains were predominantly formed due to fragmentation of the original grains by the development of mutually intersected deformation-/microshear bands, which initially had the medium-angle misorientations (from 5 to 15°). The number of bands, as well as their boundary misorientations, gradually increased during deformation, leading to the development of crystallites surrounded by high-angle boundaries in accordance with the mechanism of continuous dynamic recrystallization. After 8 ECAP passes, a partially recrystallized structure was obtained in the material, containing regions of (ultra)fine grains with an average size of about 1.2 μm and arrays of the fragmented structure. The average misorientation angle in such the structure was as high as 23.2° and the fraction of high-angle boundaries was about 50%. Precipitates of Θ (Al_2Cu)-phase present in the alloy hindered the dynamic and static recovery and grain growth at the elevated ECAP temperature, and so stabilized the forming grain structure. The increase of the ECAP temperature to 400°C postponed the formation of the fine-grain structure to higher strains and resulted in increase in the average size of new grains to 15 μm , as well as decreased the fraction of high-angle boundaries to 30% and the average misorientation angle of intercrystallite boundaries to 16.2°. The main reasons for the suppression of the fine-grain structure formation with increasing the ECAP temperature were the occurrence of a more uniform deformation in the earlier stages of processing and the gradual dissolution of the Θ -phase that stabilized the alloy structure.

Keywords: aluminum alloy, equal channel angular pressing, microstructure, grain refinement, secondary precipitates.

УДК: 669.715:621.77.016.2:620.18

Влияние температуры равноканального углового прессования на формирование мелкозернистой структуры в сплаве Al-3% Cu

Ситди́ков О. Ш.[†], Автокрáтова Е. В., Загитов Р. Р., Маркушев М. В.

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа, 450001, Россия

Исследовано влияние температуры равноканального углового прессования (РКУП) на изменение структуры в модельном сплаве Al-3% Cu. РКУП литого сплава в предварительно перестаренном состоянии с исходным размером зерен 200–400 мкм проводили по маршруту А в изотермических условиях в интервале температур 150–400°C ($0.45 - 0.75 T_{пл}$) до эффективных степеней деформации 8–12. РКУП при 150°C приводило к значительному измельчению зеренной структуры сплава. Новые мелкие зерна преимущественно формировались в результате фрагментации исходных зерен при развитии взаимно пересекающихся деформационных полос/полос микросдвига, которые первоначально имели среднеугловую разориентировку (от 5 до 15°). Количество полос и разориентировка их границ постепенно увеличивались в процессе деформации, приводя к образованию кристаллитов, окруженных высокоугловыми границами в соответствии с механизмом непрерывной динамической рекристаллизации. После 8 проходов РКУП в материале формировалась частично рекристаллизованная структура, содержащая

области (ультра)мелких зерен с размером около 1.2 мкм и области фрагментированной структуры. Средний угол разориентировки в такой структуре составил 23.2° при доле высокоугловых границ около 50%. Частицы $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ — фазы, присутствующие в материале, сдерживали протекание динамического и статического возврата и рост зерен при повышенной температуре РКУП и стабилизировали формирующуюся структуру. Повышение температуры РКУП до 400°C смещало формирование мелкозернистой структуры в область более высоких степеней деформации и приводило к увеличению среднего размера новых зерен до 15 мкм, снижению доли высокоугловых границ до 30% и среднего угла разориентировки межкусталлитных границ до 16.2° . Основными причинами подавления процессов формирования мелкозернистой структуры при повышении температуры РКУП являлись развитие более однородной деформации на начальных стадиях обработки и постепенное растворение частиц Θ -фазы, стабилизирующих структуру сплава.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, равноканальное угловое прессование, микроструктура, измельчение зерен, вторичные фазы.

1. Введение

Наряду с решением практических задач, направленных на получение ультрамелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов (материалов с размером зерна менее 1 мкм) и повышение комплекса их механических и физических свойств [1], равноканальное угловое прессование (РКУП) целесообразно также рассматривать как эффективный метод реализации интенсивных (больших) пластических деформаций (ИПД), для изучения процессов деформационного структурирования металлов и сплавов [1–4]. Так, с применением РКУП на сегодняшний день проведено и опубликовано значительное количество исследований, посвященных анализу процессов измельчения зерен в промышленных сплавах, в том числе и на алюминиевой основе, в широком интервале температур (например, [2–15]). Однако, всего лишь несколько работ было посвящено эволюции микроструктуры в чистом алюминии и бинарных (модельных) сплавах при повышенных температурах РКУП [5,16–19]. В результате в настоящее время отсутствует четкая интерпретация структурных изменений и закономерностей формирования в этих материалах новых зерен, особенно в области высоких температур и больших степеней деформации.

Целью данной работы являлось представление целостной картины структурных изменений, протекающих в литом сплаве Al-3%Cu при РКУП в интервале температур от 0.45 до $0.75T_{\text{пл}}$. Результаты микроструктурных исследований этого сплава при различных температурах [18–22] были дополнены новыми данными и проанализированы в сопоставлении с результатами исследований аналогичных сплавов при комнатной температуре [23–26].

2. Материал и методы исследования

Слиток сплава Al-3%Cu перед РКУП гомогенизировали при 520°C в течение 4 часов с последующим охлаждением с печью. Это позволило достичь минимальной концентрации меди в твердом растворе (около 0.1% Cu при комнатной температуре) и сформировать равновесные выделения $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ -фазы [27] с целью избежать каких-либо эффектов от выделения неравновесных вторичных фаз в процессе РКУП. Вырезанные из центральной части слитка прутки $\varnothing 20 \times 100$ мм

прессовали по маршруту А [3,4] в изотермических условиях в интервале температур $150\text{--}400^\circ\text{C}$ до суммарных степеней деформации $\epsilon=12$. Детали и режимы обработки заготовок подробно описаны в [9,11,18].

Структуру сплава исследовали в центре продольного сечения прутков, параллельного оси прессования (ОП), с помощью оптического микроскопа (ОМ) Nikon L-150, сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) «TESCAN MIRA 3 LMN» (с анализом картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) [28]) и просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL 2000EX. На EBSD картах восстановленных структур разница в кристаллографической ориентировке зерен и субзерен показана различными оттенками серого цвета. Малоугловые границы (с углами разориентировки $2\text{--}5^\circ$) обозначали белым, среднеугловые ($5\text{--}15^\circ$) — серым, а высокоугловые (более 15°) — черным цветом. Размер мелких зерен рассчитывали методом «эквивалентного диаметра» [28].

3. Результаты экспериментов

Исходная структура сплава перед прессованием характеризовалась крупными, преимущественно равноосными, зернами размером 200–400 мкм и неоднородно распределенными в них частицами избыточных и вторичных $\Theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ -фаз с размерами 0.02–0.5 мкм [18,22]. В процессе РКУП при $T=150^\circ\text{C}$ (Рис. 1 и 2а) исходные зерна изменяли форму в соответствии со схемой, реализуемой при маршруте А [3,4]. Из Рис. 1а, б также следует, что в каждом проходе в зернах развивались деформационные полосы/полосы микросдвига, подобные наблюдавшимся в сплавах Al-4%Cu и Al-0.13%Mg в процессе РКУП при комнатной температуре [23–25]. Изначально данные полосы вносились параллельно плоскости пересечения каналов, т.е. под углом около 45° к ОП [20,22]. При дальнейшей деформации исходные зерна и формирующиеся в них деформационные полосы постепенно вытягивались вдоль ОП и образовывали волокнистую структуру (Рис. 2а), которая фрагментировалась новыми полосами, вносимыми в материал в следующем проходе РКУП (Рис. 1с, д). С увеличением степени деформации плотность полос постепенно увеличивалась, а расстояние между их границами и границами зерен уменьшалось. Одновременно возрастала разориентировка полос,

приводя к образованию кристаллитов, окруженных высокоугловыми границами в соответствии с механизмом *in-situ* или непрерывной динамической рекристаллизации [18]. После 8 проходов РКУП в сплаве формировалась частично рекристаллизованная структура (Рис. 2а), содержащая около 60% областей (ультра) мелких зерен размером около 1.2 мкм и области фрагментированной структуры с ультрамелкими субзернами. Средний угол разориентировки в такой структуре составил 23° при доле высокоугловых границ около 50% (см. Рис. 3).

Таким образом, можно утверждать, что структурные изменения, протекающие в сплаве при РКУП при $0.45T_{пл}$, были близки по типу к структурным изменениям в сплавах систем Al-Cu и Al-Mg, подвергнутых РКУП

при комнатной температуре [23–25]. Это означает, что даже при теплом РКУП в условиях повышенной скорости динамического возврата накопленной энергии деформации было достаточно для формирования гетерогенных дислокационных структур и их трансформации в новые мелкие зерна. При этом важную роль в формировании УМЗ структуры сплава, вероятно, играли частицы Θ -фазы [7–13]. Как видно на Рис. 1d, эти выделения интенсивно взаимодействовали с дислокациями и границами (суб)зерен. Стабилизация частицами дислокаций и дислокационных границ препятствовала их перестройке и аннигиляции, замедляя динамический возврат. Частицы также сдерживали миграцию высокоугловых границ за счет зинеровских сил торможения. В результате, оба эти фактора в

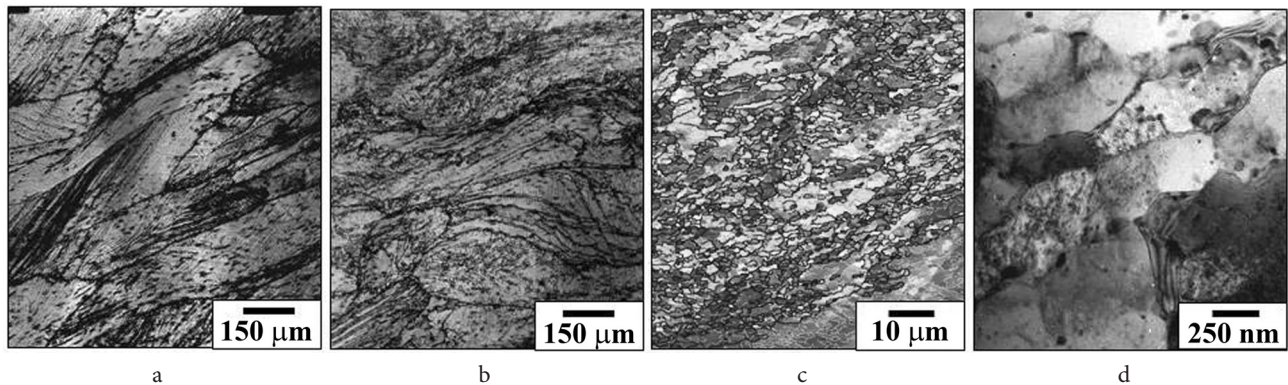


Рис. 1. Изменения микроструктуры в сплаве Al-3%Cu в процессе РКУП при 150°C: $e=1$, оптическая микроскопия (a); $e=2$, оптическая микроскопия (b); $e=8$, EBSD анализ (c); $e=8$, ПЭМ (d) [22].

Fig. 1. Microstructural changes in the Al-3%Cu alloy during ECAP at 150°C: $e=1$, optical microscopy (a); $e=2$, optical microscopy (b); $e=8$, EBSD analysis (c); $e=8$, transmission electron microscopy (d) [22].

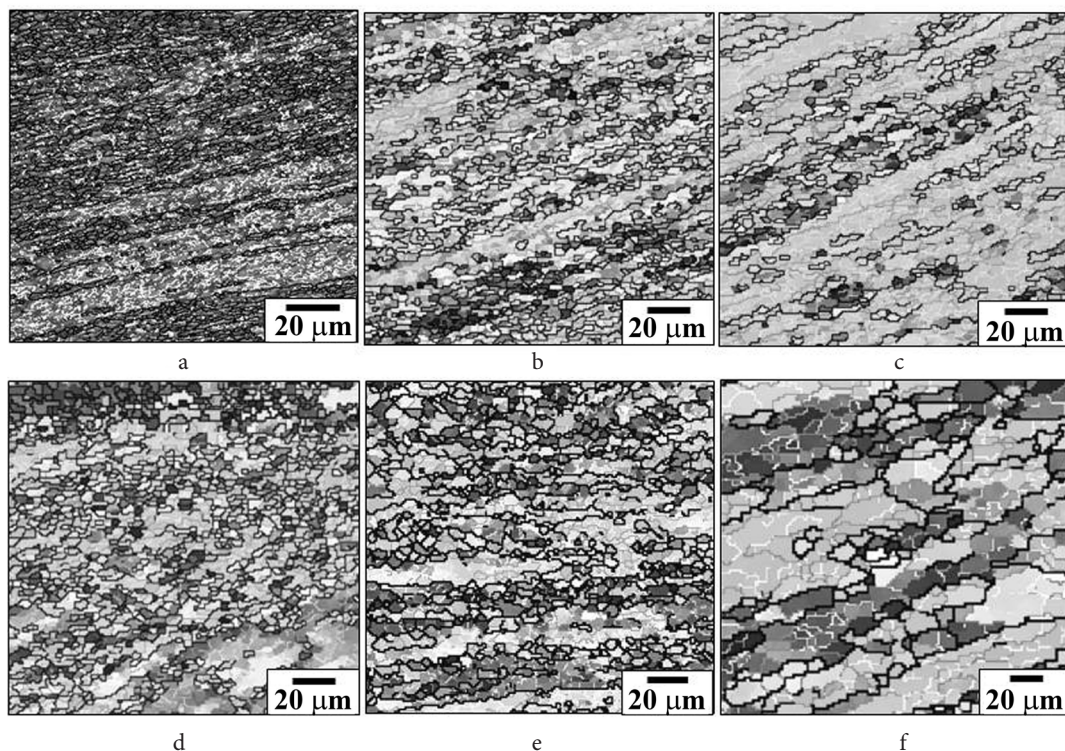


Рис. 2. Типичные микроструктуры, развивающиеся в сплаве Al-3%Cu при РКУП: 150°C, $e=8$ (a), 250°C, $e=8$ (b), 300°C, $e=8$ (c), 250°C, $e=12$ (d), 300°C, $e=12$ (e), 400°C, $e=12$ (f) [18, 22].

Fig. 2. Typical microstructures developed in the Al-3%Cu alloy during ECAP at: 150°C, $e=8$ (a), 250°C, $e=8$ (b), 300°C, $e=8$ (c), 250°C, $e=12$ (d), 300°C, $e=12$ (e), 400°C, $e=12$ (f) [18, 22].

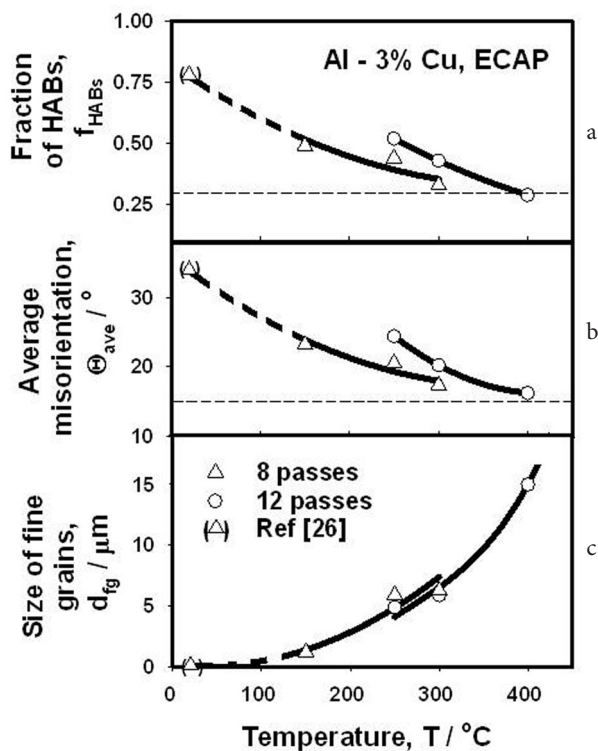


Рис. 3. Влияние температуры на долю высокоугловых границ (a), среднюю разориентировку межкристаллитных границ (b) и размер мелких зерен (c), развивающихся в процессе РКУП.

Fig. 3. Temperature dependences of fraction of HABs (a), average misorientation of intercrystallite boundaries (b) and size of fine grains (c) developed during ECAP.

значительной мере отвечали за эволюцию деформационных полос и измельчение зерен при высокотемпературном РКУП [7,10,11,18].

С повышением температуры РКУП до 250°C и 300°C при той же степени $\epsilon=8$ наблюдали увеличение размеров новых зерен и уменьшение доли мелкозернистых областей соответственно до 40–50% и 20–30% (Рис. 2b,c). При этом структура сплава характеризовалась увеличением количества малоугловых границ [18,21]. Таким образом, динамическая рекристаллизация подавлялась при более высоких температурах РКУП.

Так как при дальнейшем повышении температуры суммарная деформация, достигаемая при 8 проходах, была уже недостаточной для анализа формирования рекристаллизованной структуры, образцы при температурах 250–400°C были подвергнуты дополнительному прессованию до суммарной степени $\epsilon=12$ (Рис. 2d–f) [18]. Видно, что с повышением ϵ до 12 РКУП при температурах 250°C и 300°C приводило к формированию более однородной мелкозернистой структуры (Рис. 2d,e) с объемом рекристаллизованных зерен, близким к значениям, полученным при $\epsilon=8$ при 150°C и 250°C, соответственно. Это свидетельствовало о том, что повышение температуры ИПД смещало процесс формирования новых зерен в сторону более высоких степеней деформации. Однако, с дальнейшим повышением температуры пресс-

сования до 400°C даже после 12 проходов (Рис. 2f) фиксировали сравнительно большой размер новых зерен и их небольшую долю, не превышавшую 20%.

Зависимости параметров формирующейся микроструктуры сплава от температуры и количества проходов РКУП представлены на Рис. 3. Для сравнения здесь же приведены значения среднего угла разориентировки межкристаллитных границ, доли высокоугловых границ и среднего размера новых зерен, полученные в литом гомогенизированном сплаве Al-3%Cu после РКУП по маршруту А до $\epsilon=8$ при комнатной температуре, которые составили 34°, 76% и 120 нм соответственно [26]. Большая разница между угловыми параметрами структуры, полученными после РКУП при комнатной и повышенных температурах (Рис. 3a,b), свидетельствует о том, что наиболее благоприятные условия для измельчения зерен в данном сплаве реализуются при холодной ИПД, тогда как процессы возврата, активирующиеся с ростом температуры, оказывают сильное влияние на формирование мелкозернистой структуры, подавляя образование новых зерен. Зависимость среднего размера новых зерен от температуры РКУП (Рис. 3c), в свою очередь, показала, что с ростом температуры от комнатной до 400°C размер новых зерен увеличивался на два порядка.

Следует также отметить, что с повышением температуры прессования до 400°C средний угол разориентировки и доля высокоугловых границ стремились к 15° и 30%, соответственно (обозначены пунктирными линиями на Рис. 3). Такое поведение, видимо, характерно для перехода от измельчения зерен, связанного с фрагментацией, к так называемой геометрической динамической рекристаллизации, когда исходные зерна, экстремально вытянутые в направлении течения материала, успевают утониться до размеров, соответствующих двум размерам субзерен, без существенного преобразования субструктуры внутри них [15]. В пользу последнего свидетельствуют и данные работы [19], в которой сообщалось о развитии геометрической динамической рекристаллизации в сплаве Al-3%Cu при РКУП при более высокой температуре — 475°C.

4. Обсуждение результатов

Представленные результаты свидетельствуют о том, что основной механизм измельчения зерен сплава Al-3%Cu в исследованном интервале температур РКУП обусловлен неоднородностью пластической деформации с формированием деформационных полос/полос микросдвига, приводящих к фрагментации исходных зерен [18,21,22]. Последняя реализовалась за счет развития и взаимного пересечения полос с постепенным увеличением их числа и разориентировки их границ. Для объяснения влияния температуры РКУП на измельчение зерен были проанализированы структуры, формирующиеся на ранних стадиях деформации (после первого прохода РКУП) при температурах 150–400°C (Рис. 4). Видно, что уже после первого прохода РКУП имело место образование деформационных полос, причем наиболее отчетливо этот процесс был выражен

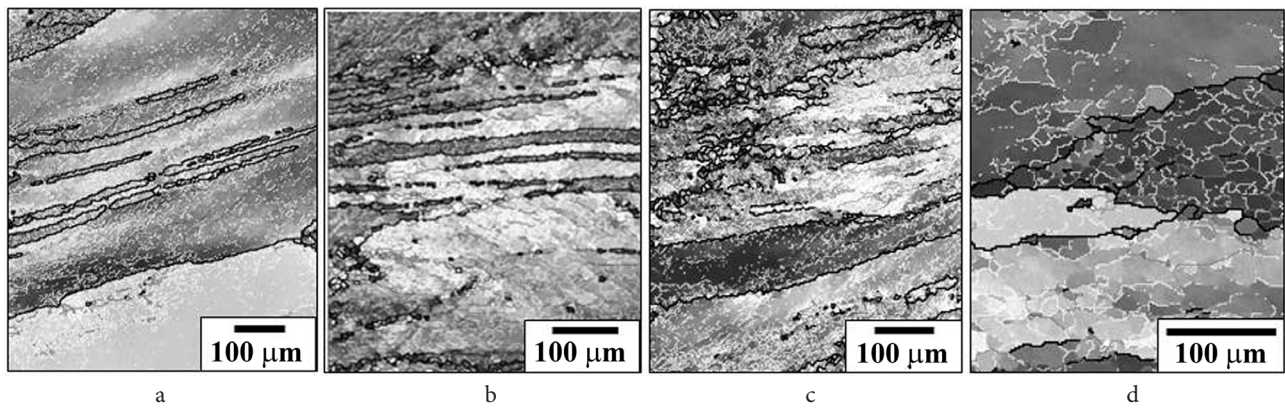


Рис. 4. Типичные микроструктуры, формирующиеся в сплаве Al-3%Cu после первого прохода РКУП: 150°C [22] (a); 250°C [18] (b); 300°C (c); 400°C (d), EBSD анализ.

Fig. 4. Typical microstructures developed in the Al-3%Cu alloy after 1st ECAP pass at: 150°C [22] (a); 250°C [18] (b); 300°C (c); 400°C (d), EBSD analysis.

до 300°C (Рис. 4a – c). При больших температурах образование полосовых структур подавлялось, и деформационная структура становилась более однородной (Рис. 4d). Причина — гомогенизация дислокационного скопления с ростом температуры, вызванная увеличением количества действующих систем скольжения за счет уменьшения разницы в величинах критических касательных напряжений для первичных и вторичных систем [15]. Одновременная активизация нескольких систем скольжения делала высокотемпературную деформацию близкой к «идеально однородной», протекающей в соответствии с «тейлоровской» моделью пластичности [15,16,19]. Кроме того, известно [3,4], что нестабильность плоскости сдвига при РКУП, вызванная адиабатическим разогревом заготовки, может привести к ее нестационарному пластическому течению и локализации деформации в микро- и мезомасштабах, которая устраняется повышением температуры деформирования [3]. При гомогенной деформации снижается уровень дальнедействующих градиентов разориентировок и, таким образом, в материале формируется преимущественно динамически равновесная субзеренная структура (Рис. 4d). Другими словами, с повышением температуры РКУП исследуемого сплава начинала превалировать деформация, носящая однородный характер на мезоскопическом уровне. Это снижало вероятность формирования деформационных полос / полос микросдвига, которые являлись основными элементами дислокационной структуры, ведущими к формированию новых зерен. Соответственно, с ростом температуры появлялась необходимость подвергать сплав большим деформациям для измельчения зерен, так как процессы образования деформационных полос и фрагментации зерен затруднялись и смещались в сторону больших степеней деформации [18,19]. Кроме того, повышение температуры способствовало облегчению миграции деформационно-индуцированных границ, что приводило к росту новых (суб)зерен (Рис. 3c).

Однако, даже если гетерогенные дислокационные структуры, ведущие к формированию новых зерен, могли бы вноситься в материал при высокой температуре из-за локализованной сдвиговой деформации,

реализуемой РКУП [2–4], то они должны были быстро релаксировать вследствие высокой скорости динамического возврата, протекающего при повышенных температурах. Частицы Θ -фазы, присутствовавшие в сплаве при деформировании, стабилизировали его дислокационную структуру (Рис. 1d), что сдерживало развитие динамического возврата и способствовало измельчению зерен. Повышение температуры РКУП закономерно приводило к растворению части вторых фаз. Это дополнительно ускоряло развитие динамического возврата и уменьшало долю мелкозернистой структуры. Согласно диаграмме состояния, количество Θ -фазы, рассчитанное по «правилу рычага» [27], составляло при комнатной температуре 5.6%, при 150°C — примерно 5.4%, при 300°C — 5.2%, и при 400°C — 3.6%.

Стоит также отметить, что с ростом температуры РКУП повышалась интенсивность процессов статического возврата и рекристаллизации [15], которые дополнительно снижали накопленную энергию деформации. По нашим оценкам, до 90% от общего времени обработки материала приходилось на его статический отжиг (выдержку при повышенных температурах) [9,19]. Во-первых, невозможно было охладить заготовку сразу после ее прохождения через зону деформирования: пока одна часть заготовки деформировалась, другая ее часть находилась в выходном канале при высокой температуре. Во-вторых, процессы статического возврата и рекристаллизации развивались, когда материал нагревали и выдерживали перед следующим проходом. Таким образом, при повышении температуры РКУП статические процессы составляли возрастающую конкуренцию динамическим процессам разупрочнения.

5. Выводы

Исследовано влияние температуры РКУП в интервале 150–400°C на процессы измельчения зерен в сплаве Al-3% Cu. Получены следующие основные результаты.

1. При теплом ($T=150^\circ\text{C}$) РКУП имело место измельчение зеренной структуры, связанное с фрагментацией исходных зерен деформационными полосами / полосами микросдвига с последующим увеличением

их числа и разориентировки. При $e=8$ формировалась частично рекристаллизованная структура с размером зерен 1.2 мкм, средним углом разориентировки 23° и долей высокоугловых границ около 50%.

2. Повышение температуры РКУП до 400°C приводило к увеличению размера новых зерен, снижению доли высокоугловых границ и среднего угла разориентировки межкристаллитных границ и смещало формирование мелкозернистой структуры в область более высоких степеней деформации.

3. Основными причинами подавления процессов формирования мелкозернистой структуры при повышении температуры РКУП являлись развитие более гомогенной деформации на начальных стадиях обработки и растворение частиц Θ -фазы, стабилизирующих структуру сплава.

Благодарности / Acknowledgements. Работа выполнена по государственному заданию ИПСМ РАН (AAAA-1919-119021390107-8). / The work was accomplished according to the state assignment of IMSP RAS (AAAA -1919-119021390107-8).

Литература / References

1. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. *Progr. Mater. Sci.* 45, 103 (2000).
2. V. Segal. *Materials*. 11, 1175 (2018). [Crossref](#)
3. V.M. Segal. *Mater. Sci. Eng. A*. 271, 322 (1999). [Crossref](#)
4. I.J. Beyerlein, L.S. Tóth. *Progr. Mater. Sci.* 54, 427 (2009). [Crossref](#)
5. A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng. A*. 287, 100 (2000). [Crossref](#)
6. A. Gholinia, P.B. Prangnell, M. V. Markushev. *Acta Mater.* 48, 1115 (2000). [Crossref](#)
7. A. Goloborodko, O. Sitdikov, T. Sakai, R. Kaibyshev, H. Miura. *Mater. Trans.* 44, 766 (2003). [Crossref](#)
8. Y.C. Chen, Y.Y. Huang, C.P. Chang, P.W. Kao. *Acta Mater.* 51, 2005 (2003). [Crossref](#)
9. O. Sitdikov, T. Sakai, E. Avtokratova, R. Kaibyshev, K. Tsuzaki, Y. Watanabe. *Acta Mater.* 56, 821 (2008). [Crossref](#)
10. I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov, R. Kaibyshev. *Mater. Sci. Eng. A*. 486, 662 (2008). [Crossref](#)
11. O. Sitdikov, E. Avtokratova, R. Babicheva. *Phys. Met. Metallogr.* 110, 153 (2010). [Crossref](#)
12. M. Gazizov, R. Kaibyshev. *J. Alloys Compd.* 527, 163 (2012). [Crossref](#)
13. O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai. *J. Alloys Compd.* 648, 195 (2015). [Crossref](#)
14. M. Suresh, A. Sharma, A.M. More, R. Kalsar, A. Bisht, N. Nayan, S. Suwas. *J. Alloys Compd.* 785, 972 (2019). [Crossref](#)
15. F.J. Humphreys, M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd ed. Elsevier, Amsterdam (2004) 658 p. [Crossref](#)
16. U. Chakkingal, R.F. Thomson. *J. Mater. Process. Technol.* 117, 169 (2001). [Crossref](#)
17. S. Subbarayan, H.J. Roven, Y.J. Chen, P.C. Skaret. *Int. J. Mater. Res.* 104 (7), 630 (2013). [Crossref](#)
18. I. Mazurina, T. Sakai, H. Miura, O. Sitdikov, R. Kaibyshev. *Mater. Trans.* 50, 101 (2009). [Crossref](#)
19. O. Sitdikov. *Fizicheskaya Mezomekhanika*. 20, 95 (2017). (in Russian) [O. Ситди́ков. Физическая мезомеханика. 20 (2), 95 (2017).] [Crossref](#)
20. R. Kaibyshev, I. Mazurina, I. Denisova, O. Sitdikov. *TMS Annual Meeting Hot Deformation of Aluminum Alloys III*. San Diego, CA (2003) p. 151.
21. O. Sitdikov. *Book of Abstracts of the 6th International Symposium Bulk Nanomaterials: from fundamentals to innovations BNM-2019*. Ufa, Russia (2019) p. 056.
22. R.R. Zagitov. The effect of equal-channel angular pressing on the formation of a fine-grained structure in an Al-3% Cu alloy. Diploma Thesis. Ufa State Aviation Technical University (2021). (in Russian) [Р.Р. Загитов. Влияние равноканального углового прессования на формирование мелкозернистой структуры в сплаве Al-3% Cu. Дипломная работа. ФГБОУ ВО Уфимский государственный авиационный технический университет (2021).]
23. P.J. Apps, M. Berta, P.B. Prangnell. *Acta Mater.* 53, 499 (2005). [Crossref](#)
24. Y. Huang, J.D. Robson, P.B. Prangnell. *Acta Mater.* 58, 1643 (2010). [Crossref](#)
25. Y. Huang. *Metals*. 6, 158 (2016). [Crossref](#)
26. M.I. A. E. Aal. *Mater. Sci. Eng.* 528, 6946 (2011). [Crossref](#)
27. *Metals Handbook: Metallography, Structures and Phase Diagrams*, ed. by T. Lyman. American Society of Metals, 8 (1973) pp. 163–168.
28. Channel 5, User Manual, Instruments HKL (2007). [Electronic resource](#)