

3 次元アトムプローブによる鉄鋼材料中の水素集積挙動の局所解析

研究代表者 国立研究開発法人物質・材料研究機構 グループリーダー 佐々木 泰祐

共同研究者 国立研究開発法人物質・材料研究機構 ポストドクター Li Zehao

共同研究者 国立研究開発法人物質・材料研究機構 副拠点長 大久保 忠勝

1. 緒言

水素脆性とは、環境から侵入した ppm オーダーの水素により材料が著しく脆化し、使用開始から一定時間が経過後に突然破壊に至る現象である。水素脆化は、これまでは高強度ボルトなどの特殊な高強度部材に限定された問題であった。ところが、カーボンニュートラルや水素社会の実現のために、大気環境下でも水素脆性の生ずる 1.5GPa 超級の強度を有する超高強度鋼の適用範囲が、自動車の車体材料をはじめとした民生品にまで拡大し、さらに、燃料電池自動車の普及にむけた水素インフラの整備が求められる現在では、水素脆性は解決せねばならない重要な社会問題となったと言っても過言ではない。

たとえば、マルテンサイト鋼の一つの水素脆性破壊様式である粒界破壊では、材料の中に侵入した水素が、旧オーステナイト (旧 γ) 粒界に集積し、クラックが発生・伝播して破壊が生じる。そのため、クラックの発生源となる組織にどの程度の水素が集積するとクラックが発生、伝播するかを解明することや、その組織への水素の集積の抑制が可能な水素のトラップサイトとなる組織を提案することができれば、優れた耐水素脆性特性の付与が可能な微細組織を設計する上で有用な知見となると期待される。

水素分布の可視化には、現在は水素マイクロプリント法などの手法が用いられている。これら従来の手法によって可視化できるのはミクロスケールの組織で、ナノスケールで組織を制御した鉄鋼材料の水素集積サイトの決定や集積量の定量化は難しい。より高い空間分解能や定量性を有する水素分布の解析手法の開発は、詳細な水素の分布の理解をもとにした特性発現メカニズムの理解に迫ることにつながる。このような背景から、我々は高い分解能で水素をマッピングする手法として 3 次元アトムプローブ (3DAP) に着目した。3DAP は飛行時間型質量分析によって元素を同定するので、検出効率に質量依存性がない。よって、原理上は汎用的な元素分布解析法の EDS や EELS などの分光学的手法では分析できない水素まで分析することができる。

そこで本研究では、3DAP を水素脆性の克服に向けた有用な知見を得るためのツールとして発展させるため、3DAP を用いて水素の分布をナノスケールかつ 3 次元で精緻に解析するための手法を開発する。さらに、特定の領域における水素の分布を明らかにする手法開発にも取り組む。そして、開発した手法を用いて鉄鋼材料の水素脆性特性との関連を議論することを目的とした。

2. 3DAP による水素の解析手法の構築

2.1 3DAP による水素分析の問題点とその解決法

高い濃度で水素を含む水素化物などは、3DAP により容易に水素分布を解析できる。一方、水素脆化の原因となる微量な水素の分布を解析する場合、解析の難度が飛躍的に上昇する。例として、本助成を受ける前に予備実験として進めた、水素を拡散させた 7000 系アルミニウム合金 (Al-Zn-Mg 合金) の 3DAP 解析結果を図 1 に示す。図中の黒丸が水素を示している。一見、水素の分布が見事にマッピングされているかのように見え、水素は析出物内部や析出物と母相の界面などの特定の箇所には偏在せず、均一に分布していると解釈することができる。しかし、このデータをもとに上述の議論をすることは、正しくない結論を導き出しかねない。その原因は分析チェンバ内部に残存した水素にある。

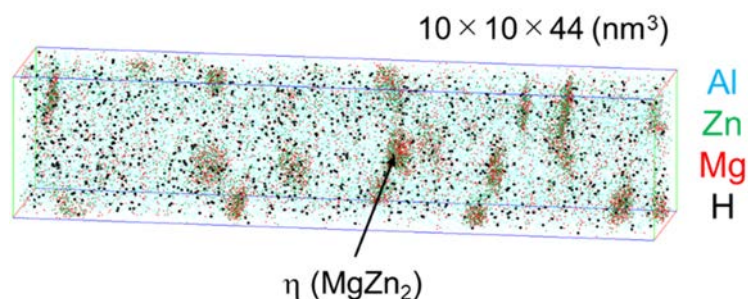


図 1 水素をチャージした 7000 系アルミニウム合金より得た 3 次元アトムマップ

3DAP 分析では試料を ~ 50 K 程度まで冷却し、 10^{-11} Torr 程度の超高真空雰囲気下で行う。この超高真空雰囲気の形成に用いるターボ分子ポンプは、分子量の小さな水素を完全には排気できない。そのため、水素は残留ガスとして分析チェンバ内部に残存する。この残留水素は、3DAP 分析中、試料の先端付近に形成する電界に引き寄せられ、材料中の水素同様、あたかも針状試料表面から電界蒸発したかのようにふるまい、検出器に到着する。その結果、残留水素ガスはアーティファクトとして 3 次元アトムマップ上に表示される。よって、材料中の微量な水素を含む試料を分析する際、チェンバ内の残留水素ガスと試料の内部に存在する水素とを区別する必要がある。

本研究ではこの問題を解決するため、水素に代えて水素の天然同位体である重水素を拡散させ (チャージし) た。質量電荷比 (m/n) が 1 (Da) の水素に対して、重水素の質量電荷比は 2 (Da) であることから、質量電荷比の違いによって水素と重水素は区別できるためである。この手法は、3DAP の元となる 1 次元アトムプローブ (1DAP) で、TiC 析出物を分散させた鉄鋼材料中の重水素分布を解析した 1984 年の Spitznagel らの研究に端を発する [1]。そして、3DAP で初めてナノスケールで水素分布を 3 次元解析するのに成功した Takahashi らが 2010 年に行った研究 [2]、Sydney 大学や Oxford 大学、Max-Planck Institute をはじめとする世界の 3DAP グループが、今も 3DAP で水素分布を解析する際に用いる標準的な手法である [3–6]。

2.2 3DAP による微量な水素分析手法の構築

材料中に含まれる微量な水素の分析を難しくするもう一つの原因は、水素が室温でも材料中を高速で拡散する点にある。試料に重水素をチャージしても、分析前に試料から脱離すると、重水素を含むデータは取得できない。よって、微量な水素を解析する際は、試料にチャージした重水素が脱離することを防ぐ工夫が必要となる。本研究では、3DAP 解析用の針状試料に「陰極チャージ法」により重水素をチャージした後、直ちに試料を真空雰囲気中で 100 K 程度の低温を維持して試料が搬送できるスーツケース（VCTM: Vacuum cryo-transfer module）に試料を移動して 3DAP まで試料を搬送し、分析に供する方法を構築した。一連の実験の過程を図 2 に示した後、実験手法の詳細を示す。

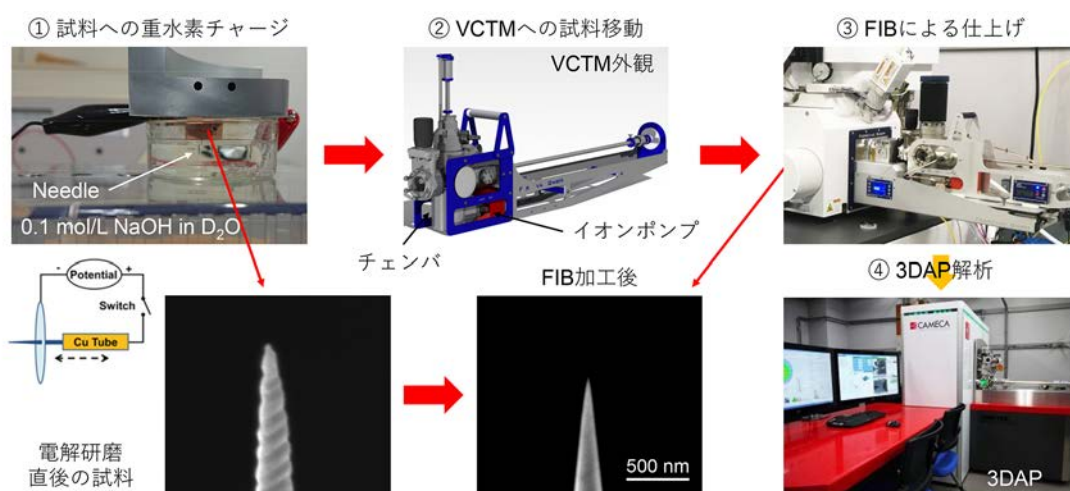


図 2 物質・材料研究機構 磁性・スピントロニクス材料研究拠点
ナノ組織解析グループ内で進める、3DAP 試料への重水素チャージから
3DAP 実験に至る実験手順のまとめ

① 試料への重水素チャージ

電解研磨によって針状試料を作製し、電解質として水酸化ナトリウムを加えた重水を用いて重水素をチャージする。電解液として、重水のみを用いただけでも十分に水素がチャージされるという報告例もあり、電解液の選択には検討の余地がある [4]。

② VCTM への試料移動

重水素チャージした試料を予備排気チェンバに入れ真空引きを行った後、VCTM に試料を移動する。試料冷却までの時間を短くするため、一連の操作を素早く行うことが重要となる。

③ FIB による仕上げ

材料によっては電解研磨で 3DAP 分析に適切な形状の試料が作製できない場合や、重水素チャージ中に試料表面に汚れや霜が付着する場合がある。これらは分析中の試料破壊の原因となるので、FIB 加工により除去する。その際、試料ステージは 100 K 程度の低温を

保持できる低温ステージを用いて、低加速電圧かつ短時間で加工することが重要となる。

④ 3DAP 解析

試料を再び VCTM に移動して 3DAP に搬送し、分析を行う。

上述の実験手法は、シドニー大学が確立した実験手法を参考にして確立したものである [7]。本研究ではこれを発展させて、特定の領域の水素の分布を解析する手法の検討も進めた。上述の①において、電解研磨に代えて、FIB/SEM により特定の箇所から試料をリフトアウトして 3DAP 解析用試料を作製した後、重水素をチャージすることで、図 3 に示す通り、鉄鋼材料中の特定の結晶粒界の水素の分布を明らかにすることができた。

この水素の分布を明らかにするための実験手法については、各グループ独自の実験手順を確立している。シドニー大学では、陰極チャージによりチャージした重水素が試料からの脱離することを防ぐため、重水素チャージ直後に液体窒素に試料を浸漬して急冷し、VCTM に搬送する。その際、急冷後の試料表面への霜の付着を防ぐため、湿度を制御したグローブボックス内で一連の過程を行っている。このように、水素の観察のための実験手法には確立された手法はなく、今後も簡便かつ高い確率で実験を成功させるための改良の余地がある。

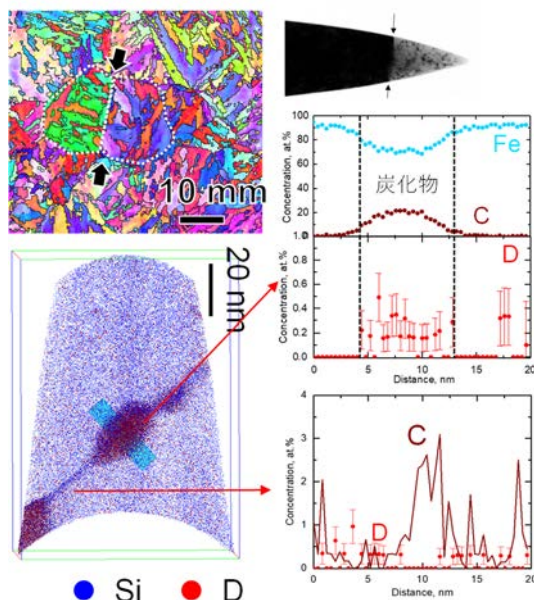


図 3 FIB/SEM を用いて特定の結晶粒界より 3DAP 解析試料を作製し、重水素をチャージした後に 3DAP 解析を行った結果

3. 変形パーライト鋼中の水素トラップサイトの解析

本助成を受けて構築した手法を用いて水素の分布を解析した成果の一例として、パーライト鋼中の水素のトラップサイトの解析に関する結果を下記に述べる。

3.1 パーライト鋼の水素脆性特性

パーライト鋼は、薄い板状のフェライトとセメンタイトが交互に並んで析出する共析反応により形成した層状組織を有する。現在量産される鉄鋼材料の中で最も強度が高い鉄鋼材料であるピアノ線は、このパーライト鋼に伸線加工を加えたものである。

パーライト鋼の有する特徴の一つに、冷間加工を施すことで、同じ組成を有するマルテンサイト鋼に比べて優れた耐水素脆性特性を発現することがあげられる [8]。この変形パ

パーライト鋼の有する優れた耐水素脆性特性は、フェライトとセメンタイトの異方性の強いラメラ構造や旧 γ 粒界の存在しない結晶粒組織など、変形パーライト鋼特有の微細構造に起因すると報告されている [8]。また、変形中に導入されるひずんだフェライトとセメンタイトの界面、またはセメンタイト内部の炭素空孔などは水素の強いトラップサイトとして機能する可能性がある。このような水素の強力なトラップサイトは、亀裂発生部位への水素集積を阻害し、耐水素脆性特性向上に寄与するため、強い水素のトラップサイトの同定は極めて重要である [9–12]。昇温脱離分析 (TDS) を用いた研究から、パーライト鋼に冷間加工を施すと、低温の水素の脱離ピークに加えて、高温でも水素の脱離ピークが発現することから、冷間加工により水素の強力なトラップサイトが導入されることが報告されている [10]。水素マイクロプリント法による解析から、変形パーライト鋼中の強力な水素トラップサイトは、フェライトとセメンタイトの界面の周辺に存在する可能性が示唆されているが [13,14]、水素のトラップサイトをナノ～原子スケールで可視化できれば、変形パーライト鋼の優れた耐水素脆性特性の微細組織の起源に関する知見が得られる。

そこで本研究では、TDS と 3DAP による解析から、パーライト鋼の冷間加工に伴い導入される水素トラップサイトの同定を試みた。加えて、走査透過電子顕微鏡 (STEM) による組織解析を行うことで、変形パーライトの強い水素トラップサイト出現の起源について議論した。

3.2 実験方法

本研究では、供試材として、Fe-0.53C-1.48Si-0.70Mn-0.76Cr (wt.) の組成を有する中炭素鋼 (SAE9254) を用いた。直径 40 mm、長さ 100 mm の丸棒を 850 °C で 30 分のオーステナイト化処理を施した後空冷し、パーライト組織を得た。その後、溝ロール圧延により断面寸法が $\sim 14\text{ mm} \times 14\text{ mm}$ の角柱を得た。以降、熱処理した試料を未変形材、溝ロール圧延した試料を変形材と表記する。

TDS 分析では、まず、試料から $15 \times 5 \times 1\text{ mm}^3$ の板状試料を切り出し、0.1 mol/L NaOH 水溶液中で電流密度 25 A/m^2 の条件で 48 時間のチャージを行い、その後、昇温速度 100、200、および 300 K/h で TDS 分析を行った。

TEM による観察は、FEI Titan G2 80-200 TEM を用いて行った。解析用の試料は、集束イオンビーム (FIB、FEI Helios 5 UX) を用いて作製した。一方、3DAP 解析は 2.2 節に示した方法を用いて、CAMECA LEAP5000XS を用いて行った。

3.3 結果

図 4 (a) に、水素チャージ後の未変形材と変形材から得た、異なる昇温速度における代表的な TDS プロファイルを示す。未変形材は、100~150 °C (370~420 K) 付近に、非常に小さな水素の脱離ピークを示し (以降、ピーク 1 と称する)、少量の水素が脱離したことを示す。

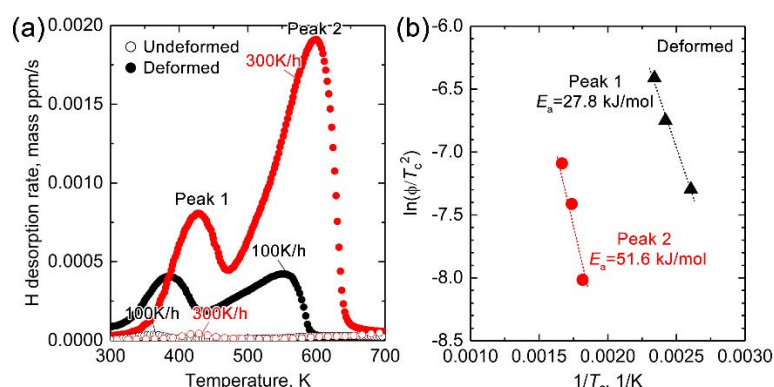


図 4 (a) 水素チャージ後の未変形材と変形材から得られた TDS プロファイル、
(b) 変形材の TDS 曲線から計算された $\ln(\phi/T_c^2)$ と $1/T$ の関係 [15]

一方、変形材にみられるピーク 1 の高さは未変形材よりもはるかに高く、先行研究 [8,10] でも報告されている通り、変形材では 300~350 °C (570~620 K) 付近にも明瞭なピーク（以降、ピーク 2 と称する）が見られる。脱離ピークの位置は熱活性化効果によって昇温速度の増加とともに高温側にシフトし、水素トラップの活性化エネルギー E_a は、下記の Kissinger の式で評価できる[16]。

$$\frac{\partial \ln(\phi/T_c^2)}{\partial (1/T_c)} = -\frac{E_a}{R}$$

ここで、 ϕ 、 T_c 、 R はそれぞれ加熱速度、脱離ピーク温度、気体定数である。図 4 (b) は、変形材より得た $\ln(\phi/T_c^2)$ と $1/T_c$ の関係を示す。直線の傾きから推定される水素トラップの活性化エネルギー (E_a) の値は、ピーク 1 とピーク 2 でそれぞれ ~27.8、~51.6 kJ/mol である。得られた E_a の値を報告値と比較すると、ピーク 1 は空孔、転位、整合なフェライト/セメンタイト界面などの弱いトラッピングサイトでの水素の脱離に起因する[17–19]。一方、変形材にのみ観測されるピーク 2 は、ひずんだフェライト/セメンタイト界面やセメンタイト内の欠陥などの強い水素トラップに起因すると考えられている [10,20–22]。

図 5 (a)、(b) は、未変形材と変形材の重水素未チャージ材、重水素チャージ材を 3DAP 解析した結果得たマススペクトルである。なお、これらのマススペクトルは、1 (Da) に観測される $^1_1\text{H}^+$ (H^+) のピークにより規格化したものである。1 (Da) に観測される $^1_1\text{H}^+$ (H^+) のピークは、変形や重水素チャージの有無にかかわらず見られるため、おもに分析チャンバ内の残留水素ガスの検出に起因すると考えることができる。2 (Da) にピークが検出されるのは重水素をチャージした試料のみであることから、このピークは $^2_1\text{H}^+$ (D^+) で、針状試料に重水素がチャージされていることを示している [2]。一方、変形材は高い重水素のピークが観察され、水素に対する重水素のピーク比は ~0.4 で、未変形材のそれ (~0.1) の 4 倍であり、変形材には高い濃度の重水素が含まれる、つまり強いトラップサイトが存在することを示唆している。

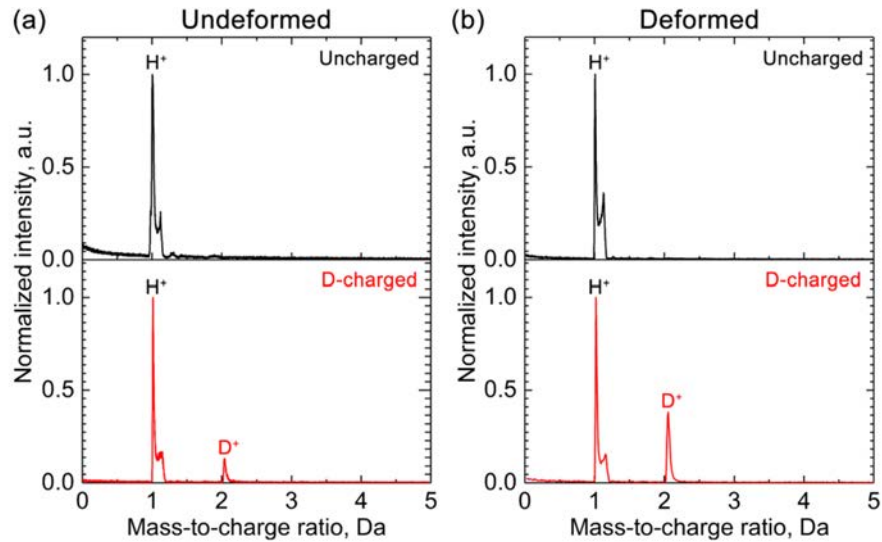


図5 (a) 未変形材、と(b) 変形材の重水素未チャージ材、重水素チャージ材を3DAP解析して得られたマスペクトル [15]

図6(a)に、重水素をチャージした未変形材を3DAP解析して得た炭素(C)、シリコン(Si)、クロム(Cr)、マンガン(Mn)、重水素(D)の3次元アトムマップを示す。セメントaitにはC、Cr、Mnが濃化している。一方、重水素はセメントaitの周囲や内部に濃化する様子は見られない。この様子は、破線で示した領域を拡大した3次元アトムマップを見ても明らかで、セメントaitとフェライトの両方で重水素がランダムに分布する様子を示している。セメントait周辺の濃度プロファイルから、セメントaitの炭素濃度は、 Fe_3C の化学量論組成(～25 at.%)と良く一致しており、平均の重水素濃度はわずか～0.06 at.%である。これらの結果は、未変形材には強い水素のトラップサイトが存在しないことを示唆する。また、濃度プロファイルは、セメントaitにおいて重水素の濃度Dがわずかに減少していることを示している[23]。

未変形材とは対照的に、変形材ではセメントaitの周辺に明確な重水素の濃化が見られるが、他の元素の分布は未変形材と同様である(図6(b))。拡大した3次元アトムマップを見ると、フェライトとセメントaitの界面における重水素の濃化が明らかである。セメントaitの片側の重水素の濃度は～0.8 at.%で、反対側の重水素の濃度(～0.6 at.%)よりもわずかに高い。これは、フェライトとセメントaitの界面の両側において、欠陥密度、またはひずみ場が異なるためと考えられる。セメントait全体の炭素含有量は、約20 at.%であり、変形によりセメントaitがわずかに分解した可能性があることを示唆している[23]。

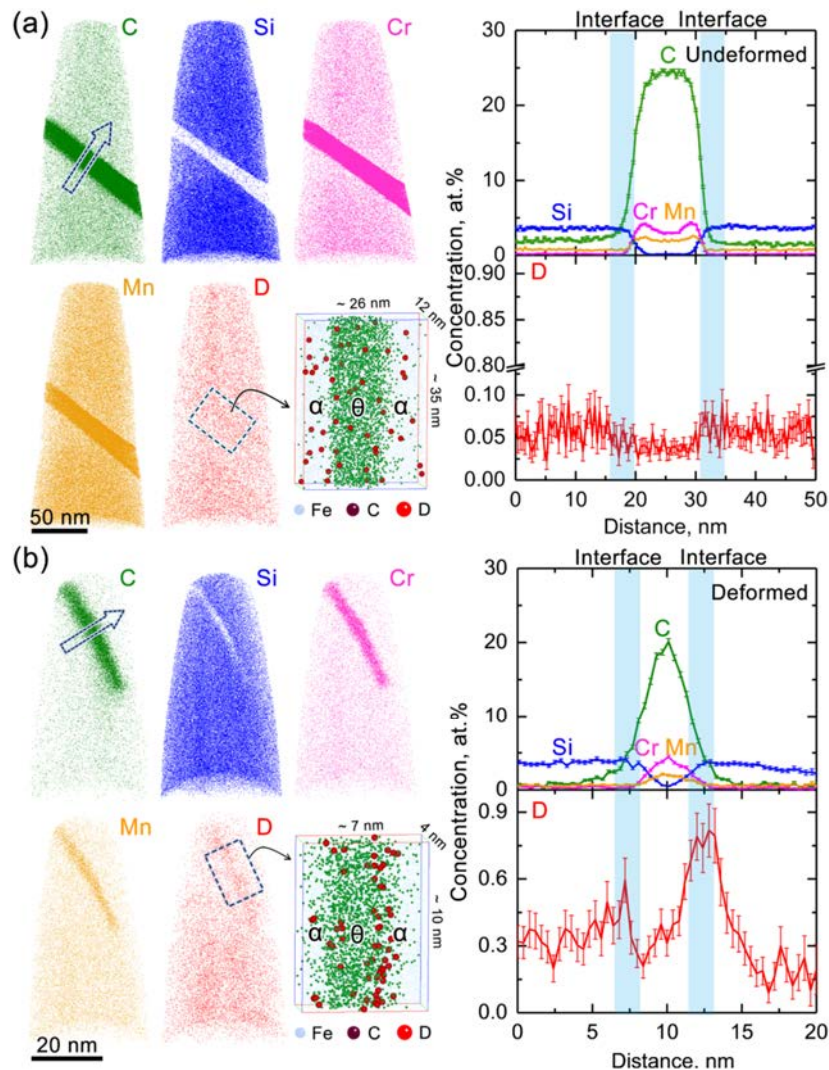


図6 重水素をチャージした(a)未変形材、及び(b)変形材より得た各元素の3D アトムマップとCマップ中の矢印で示した領域から得た1次元濃度プロファイル (図中Dは重水素 (deuterium)を示す) [15]

図7 (a)に未変形材の $[111]_{\alpha}$ 方向より観察した明視野STEM像を示す。暗いコントラストを有するセメンタイトは、平均厚さが ~ 10 nmで、フェライト母相とは、 $(103)_{\theta} // (101)_{\alpha}$ 、 $[010]_{\theta} // [111]_{\alpha}$ で記述される Isaichev の方位関係 (OR) を有する [24,25]。図7 (b)に示した高倍の高角度環状暗視野走査透過型電子顕微鏡 (HAADF-STEM) 像では、フェライト母相は、C含有量が低いためにセメンタイトに比べてフェライトが明るく結像され、原子レベルでシャープかつ整合性の高いフェライトとセメンタイト界面が形成していることがわかる。

一方、冷間加工によりセメンタイトの幅は平均 5 nm 程度まで薄くなり、図7 (c) に示すようにフェライト中に多数の転位が導入される。また、変形材では、セメンタイトラメ

ラの変形と分断によって、セメンタイトとフェライトの間の方位関係は消失する。加えて、図 7 (c) に示す原子分解能 HAADF-STEM 像には、セメンタイト内部と比較してコントラストが暗い起伏のある界面構造が観察される。これは、フェライトとセメンタイトの界面の周辺に導入された欠陥によって電子チャネリングが抑制されたためと考えられる [26,27]。

一連の解析から、変形パーライト鋼では、フェライトとセメンタイトの界面が水素の強いトラップサイトとなることが明らかになった。冷間加工によって、フェライト内の転位密度が増加し、フェライトとセメンタイトの界面に転位が蓄積する (図 7)。しかし、これらの転位に水素がトラップされ

たとしても、それは TDS スペクトルのピーク 1 (図 5(a)) に対応する弱い水素のトラップサイトであることから、フェライトとセメンタイト界面に蓄積した転位は強い水素トラップサイトになるとは考えにくい。一方、格子ひずみはフェライトとセメンタイトの強度の差に起因する変形により誘起される [28]。界面転位が格子ひずみの形成に寄与しているか否かは明らかではないが、強い水素のトラップサイトの起源は、転位コアよりもむしろ格子ひずみによりもたらされると結論づけるのが妥当であろう。3DAP 分析によると、冷間変形によりセメンタイト中の炭素濃度も ~ 20 at.% (図 6) まで減少しており、強い水素トラップサイトとして働く可能性のある炭素サイトに空孔が形成されていることが示唆される [2,6,9,22]。しかし、もし空孔が強力な水素トラップサイトとなるのであれば、熱平衡空孔の存在により、未変形試料の TDS スペクトルにもピーク 2 が現れるはずである。未形成材の TDS スペクトル (図 5 (a)) にピーク 2 が現れないことを考慮すると、セメンタイト表面の空孔が強い水素のトラップサイトになるとは考えにくい。

これまでに提案されている水素脆化メカニズムに共通する特徴は、拡散性水素が潜在的な亀裂核発生部位である応力集中領域に蓄積して、界面の剥離や、局所的な塑性変形を介して破壊を促進するという点である。本研究で明らかになったひずんだフェライトとセメンタイトの界面における強い水素トラップは、冷間加工を施した変形パーライト鋼の優れた耐水素脆性の理由の一つであることを示す。

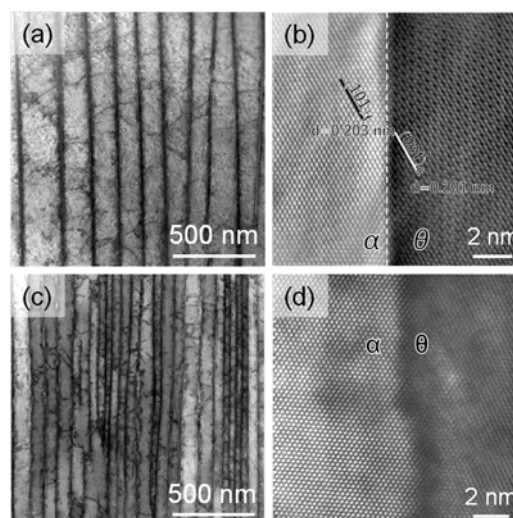


図 7 未変形材より得た(a) 明視野 STEM 像と(b) HAADF-STEM 像、および変形材より得た(c) 明視野 STEM 像と(d) HAADF-STEM 像 [15]

4. まとめ

本助成を通して、3DAP を用いて水素の分布をナノスケールかつ 3 次元で精緻に解析するための手法を開発することができた。電解研磨により作製した試料では、解析する領域を指定することができなかったが、FIB を使用することで特定の組織からの解析も可能となった。

さらに、この手法を用いていくつかの鉄鋼材料の解析に取り組んだ結果、パーライト鋼においては、冷間加工により導入される強い水素のトラップサイトがひずんだフェライトとセメンタイトの界面付近に存在することを見出し、冷間加工を施したパーライト鋼が同じ組成を有するマルテンサイト鋼に比べて優れた耐水素脆性特性を有する原因の一端を明らかにすることができた。

謝辞

本研究の一部は、「公益財団法人 JFE21 世紀財団」の研究助成による支援を受けて実施したものです。ここに深く感謝の意を表します。

参考文献

- [1] J.A. Spitznagel, S.S. Brenner, M.K. Miller, W.J. Choyke, J. Nucl. Mater. 122 (1984).
- [2] J. Takahashi, K. Kawakami, Y. Kobayashi, T. Tarui, Scr. Mater. 63 (2010) 261–264.
- [3] Y.-S. Chen, D. Haley, S.S.A. Gerstl, A.J. London, F. Sweeney, R.A. Wepf, W.M. Rainforth, P.A.J. Bagot, M.P. Moody, Science 355 (2017) 1196–1199.
- [4] Y.-S. Chen, P.A.J. Bagot, M.P. Moody, D. Haley, Int. J. Hydrogen Energy. 44 (2019) 32280–32291.
- [5] A.J. Breen, L.T. Stephenson, B. Sun, Y. Li, O. Kasian, D. Raabe, M. Herbig, B. Gault, Acta Mater. 188 (2020) 108–120.
- [6] Y.S. Chen, H. Lu, J. Liang, A. Rosenthal, H. Liu, G. Sneddon, I. McCarroll, Z. Zhao, W. Li, A. Guo, J.M. Cairney, Science 367 (2020) 171–175.
- [7] Y.-S. Chen, D. Haley, S.S.A. Gerstl, A.J. London, F. Sweeney, R.A. Wepf, W.M. Rainforth, P.A.J. Bagot, M.P. Moody, Science 355 (2017) 1196–1199.
- [8] R. Ueji, Y. Kimura, T. Inoue, ISIJ Int. 62 (2022) 429.
- [9] K. Takai, G. Yamauchi, M. Nakamura, M. Nagumo, J. Japan Inst. Met. 62 (1998) 267–275.
- [10] T. Doshida, K. Takai, Acta Mater. 79 (2014) 93–107.
- [11] S.M. Myers, M.I. Baskes, H.K. Birnbaum, J.W. Corbett, G.G. DeLeo, S.K. Estreicher, E.E. Haller, P. Jena, N.M. Johnson, R. Kirchheim, S.J. Pearton, M.J.

- Stavola, *Rev. Mod. Phys.* 64 (1992) 559–617.
- [12] M.L. Martin, M. Dadfarnia, A. Nagao, S. Wang, P. Sofronis, *Acta Mater.* 165 (2019) 734–750.
 - [13] W.C. Luu, J.K. Wu, *Corros. Sci.* 38 (1996) 239–245.
 - [14] S.-H. Yu, S.-M. Lee, S. Lee, J.-H. Nam, J.-S. Lee, C.-M. Bae, Y.-K. Lee, *Acta Mater.* 172 (2019) 92–101.
 - [15] Z.H. Li, T.T. Sasaki, R. Ueji, Y. Kimura, A. Shibata, T. Ohkubo, K. Hono, *Scr. Mater.* 241 (2024) 115859.
 - [16] H.E. Kissinger, *Anal. Chem.* 29 (1957) 1702–1706.
 - [17] J. Kim, T. Kim, S. Song, *Tsinghua Sci. Technol.* 14 (2009) 105–110.
 - [18] G.-W. Hong, J.-Y. Lee, *J. Mater. Sci.* 18 (1983) 271–277.
 - [19] M. Nagumo, K. Takai, N. Okuda, *J. Alloys Compd.* 293–295 (1999) 310–316.
 - [20] D.G. Enos, J.R. Scully, *Metall. Mater. Trans. A.* 33 (2002) 1151–1166.
 - [21] K. Takai, R. Watanuki, *ISIJ Int.* 43 (2003) 520–526.
 - [22] K. Kawakami, T. Matsumiya, *ISIJ Int.* 53 (2013) 709–713.
 - [23] K. Hono, M. Ohnuma, M. Murayama, S. Nishida, A. Yoshie, T. Takahashi, *Scr. Mater.* 44 (2001) 977–983.
 - [24] D.S. Zhou, G.J. Shiflet, *Metall. Trans. A.* 23 (1992) 1259–1269.
 - [25] Y.T. Zhou, S.J. Zheng, Y.X. Jiang, T.Z. Zhao, Y.J. Wang, X.L. Ma, *Philos. Mag.* 97 (2017) 2375–2386.
 - [26] Y.T. Zhou, X.H. Shao, S.J. Zheng, X.L. Ma, *J. Mater. Sci. Technol.* 101 (2022) 28–36.
 - [27] P.-Y. Tung, X. Zhou, D. Mayweg, L. Morsdorf, M. Herbig, *Acta Mater.* 216 (2021) 117144.
 - [28] T. Shimokawa, T. Niiyama, M. Okabe, J. Sawakoshi, *Acta Mater.* 164 (2019) 602–617.