

МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПЛЁНКИ

PACS numbers: 61.72.Ff, 62.50.Ef, 68.35.bd, 68.37.Lp, 81.40.Cd, 81.40.Lm

Особенности структурного состояния поверхностных слоёв сплава АД-31 после ультразвуковой ударной обработки

А. Л. Березина, Т. А. Монастырская, Г. И. Прокопенко,
О. А. Молебный, С. С. Полищук, А. В. Котко*

*Институт металлофизики им. Г. В. Курдюмова НАН Украины,
бульв. Акад. Вернадского, 36,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

**Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН
Украины,
ул. Кржижановского, 3,
03680, ГСП, Киев-142, Украина*

Исследование влияния ультразвуковой ударной обработки на структурное состояние поверхности сплава АД-31 показало, что исходное структурное состояние сплава существенно влияет на механизм релаксации внутренних напряжений, создаваемых ударно-циклическим нагружением. В предварительно гомогенизированном сплаве наблюдается формирование ориентационного хаоса: на поверхности образца образуется большое количество наноразмерных областей переориентации матрицы (шириной 20–50 нм и длиной до 80 нм) с произвольной ориентировкой. После старения сплава с образованием метастабильной β' -фазы релаксация происходит за счёт образования полос некристаллографической ориентации с высокой плотностью дислокаций, с границами, образованными оборванными дислокациями. Показано, что при использованных режимах ультразвуковой ударной обработки в сплаве АД-31 не наблюдается измельчение зёрновой структуры. Упрочнение на уровне 24% достигается за счёт внутренних напряжений в матрице.

Дослідження впливу ультразвукового ударного оброблення на структурний стан поверхні стопу АД-31 показало, що вихідний структурний стан стопу істотно впливає на механізм релаксації внутрішніх напружень, що створюються ударно-циклічним навантаженням. У попередньо гомогенізованому стопі спостерігається формування орієнтаційного хаосу: на поверхні зразка утворюється велика кількість нанорозмірних областей переорієнтації матриці (завширшки у 20–50 нм і завдовжки до 80 нм) з довільним орієнтуванням. Після старіння стопу з утворенням метастабільної β' -фази релаксація відбувається за рахунок утворення смуг некриста-

лографічного орієнтування з високою густиною дислокацій, з межами, утвореними обірваними дислокаціями. Показано, що за використаних режимів ультразвукового ударного оброблення в стопі АД-31 не спостерігається подрібнення зерен структури. Зміцнення на рівні 24% досягається за рахунок внутрішніх напружень у матриці.

The study of the influence of ultrasonic impact treatment on the structure of the 6060 type Al–Mg–Si alloy surface shows that the initial structural state of the alloy significantly affected the mechanism of relaxation of internal stresses generated by shock-cyclic loading. The formation of orientation chaos is observed in pre-homogenized alloy. Many nanoscale areas (of 20–50 nm width and up to 80 nm length) of re-orientation matrix with random orientation are formed on the surface of the specimen. After ageing of the alloy with formation of a metastable β' -phase, relaxation is caused by the formation of non-crystallographic orientation bands with a high density of dislocations and with boundaries generated by ragged dislocation. As revealed, the fragmentation of matrix or grain refinement is not observed, during ultrasonic impact treatment of the 6060 type Al–Mg–Si alloy. Hardening by 24% is achieved due to the internal stresses in the matrix.

Ключевые слова: сплав АД-31, ультразвуковая ударная обработка, ориентационный хаос, полосы переориентации, унимодальная аксиальная текстура, полнопрофильный рентгенографический анализ.

(Получено 21 ноября 2013 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

В последние годы большое внимание уделяется вопросам наноструктурирования металлов и сплавов методами интенсивной пластической деформации (ИПД), что открывает возможности повышения их механических и функциональных свойств [1]. При этом свойства полученных наноматериалов определяются особенностями формирования субмикроструктурной (СМК) структуры (среднего размера зерен, структуры границ, выделений частиц упрочняющих фаз и т.п.). Развитие поверхностных методов ИПД позволяет существенно улучшать механические свойства и коррозионную стойкость материалов за счет формирования нанокристаллических поверхностных слоев [2]. Одним из способов создания поверхностно упрочненных слоев с наноструктурой деформационного происхождения является ультразвуковая ударная обработка (УЗУО). В отличие от объемной ИПД, при которой на материал действуют статические нагрузки, при УЗУО происходит импульсное нагружение материала. При обработке металла давлением скорость деформации составляет 10^{-2} – 10^3 с⁻¹, а при импульсном нагружении скорость деформации — на порядок выше. Локализация пластической деформации при УЗУО в тонких поверхностных слоях в усло-

виях относительно высоких температур и давлений при ударе способствует протеканию различных структурно-фазовых превращений в металлах и сплавах [3–6]. В то же время влияние структурных и фазовых превращений, вызываемых ультразвуковым воздействием, на прочностные характеристики изучено недостаточно.

Алюминиевые сплавы с СМК-структурой, полученные методом интенсивной пластической деформации, представляют особый интерес из-за уникального сочетания физических и механических свойств. Для материалов с СМК-структурой характерна повышенная статическая прочность при комнатной температуре и «сверхтекучесть» при низких температурах и высоких скоростях деформирования. Формирование СМК-структуры в относительно дешевых промышленных алюминиевых сплавах, получаемых технологией литья, является наиболее перспективным для промышленного использования этих технологий.

В данной работе исследована возможность изменения структуры и свойств деформируемого, малолегированного дешевого сплава Al–Mg–Si типа АД-31 за счет интенсивной пластической деформации. Сплавы на основе системы Al–Mg–Si являются наиболее распространенными среди всех алюминиевых сплавов, они широко применяются при строительстве транспортных средств, в том числе в самолето-, вагоно-, автомобилестроении и других отраслях промышленности. Сплав АД-31 хорошо термически упрочняется, отличается высокой технологической пластичностью, способностью к горячей экструзии, имеет повышенную коррозионную стойкость, однако является малопрочным. Необходим поиск дополнительных методов упрочнения сплава как за счет измельчения зеренной структуры, так и за счет образования дисперсных частиц упрочняющей фазы в процессе распада пересыщенного твердого раствора.

2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе в качестве объекта исследования был выбран деформируемый сплав АД-31. Сплавы типа АД составляют основу важного класса термически упрочняемых деформируемых сплавов. При получении этих сплавов не используются дефицитные материалы, сплавы дешевы, малолегированы, суммарное содержание легирующих элементов колеблется в пределах от 1 до 2%, что значительно меньше, чем в широко используемых дюралюминах.

Сплав был выплавлен на Киевском заводе алюминиевых строительных конструкций. Состав сплава приведен в табл. 1.

Для поверхностной обработки материалов была использована энергия мощных ультразвуковых колебаний. Были подготовлены цилиндрические образцы сплава АД-31 диаметром 20 мм и высотой 0,8 мм, торцы которых подвергался ультразвуковой ударной обра-

ТАБЛИЦА 1. Состав исследованного сплава.

| Марка | Концентрация элементов, % масс. | | | | | | |
|-------|---------------------------------|------|------|------|-------|-------|------|
| | Mg | Si | Fe | Cu | Ti | Mn | Zn |
| АД-31 | 0,59 | 0,50 | 0,31 | 0,06 | 0,032 | 0,037 | 0,06 |

ботке при комнатной температуре на установке УЗГ-300 [7]. Была осуществлена контактно-сдвиговая схема ударной обработки. При этом образец помещался в стальную специальную оправку, которая колебалась с частотой 15 Гц в горизонтальном направлении. На выходном конце концентратора ультразвуковых колебаний, установленного вертикально, размещалась многобойковая ударная головка с семью стержневыми бойками из стали ШХ15 диаметром 5 мм. Бойки совершают вынужденные колебания между торцом концентратора и образцом с частотой 1–2 кГц и производят ударный наклеп его поверхности. Длительность обработки варьировалась от 25 до 50 с, амплитуда ультразвуковых колебаний была выбрана равной 23 мкм.

Исследования выполнялись как на образцах в гомогенизированном состоянии, так и после старения с использованием просвечивающей электронной микроскопии на электронном микроскопе JEM-100СХII, рентгеновского и дюротрического анализов. Для электронно-микроскопического исследования фольги готовились методом односторонней полировки для изучения структуры поверхности и двусторонней полировки для изучения структуры сплава на глубине до 80 мкм. Электролитом служил 30% раствор HNO_3 в метиловом спирте. Рентгеноструктурные исследования выполнялись на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ДРОН-4 в CuK_α -излучении. С помощью метода скользящего рентгеновского пучка выполнен анализ структурного состояния поверхностных слоёв сплава. Угол наклона исследуемой поверхности образца к направлению первичного пучка был выбран равным 4° . Толщина слоя, поглощающего 75% излучения, при данной геометрии съёмки составила $\cong 4$ мкм. Для исследования текстуры образцов использовался рентгеновский дифрактометр ДРОН-УМ1 с текстурной приставкой.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. Влияние УЗУО на структуру и свойства поверхности сплава АД-31

После УЗУО поверхность образца стала блестящей, с высокой от-

ТАБЛИЦА 2. Изменение микротвердости сплава АД-31 после УЗУО.

| Режим предварительной термообработки | H_c , МПа | |
|--|-------------|------------|
| | до УЗУО | после УЗУО |
| Гомогенизация при 560°C в течение 12 ч | 535 | 662 |
| Закалка на воздухе от 480°C + старение при 185°C в течение 6 ч | 678 | 745 |

ражательной способностью. Степень осадки образца составила 80%. Значения микротвердости в исходном состоянии и после УЗУО приведены в табл. 2.

3.2. Влияние УЗУО на структуру гомогенизированного сплава АД-31

В соответствии с металлографическими данными, после гомогенизации сплав характеризуется равноосной зеренной структурой, с размерами зерен 200–500 мкм. Рентгенографические исследования выявляют наличие в сплаве текстуры рекристаллизации. В гомогенизированном состоянии в сплаве присутствуют грубые частицы равновесной β -фазы стержнеобразной формы длиной 200–600 нм и толщиной \cong 50–60 нм. Плотность выделения частиц составляет $\sim 10^8 \text{ см}^{-3}$, частицы некогерентны матрице и связаны с дислокациями (рис. 1, а).

3.2.1. Структура поверхности

В процессе УЗУО высокая циклическая скорость деформации создает сжимающие напряжения в матрице, что препятствует пластическим сдвигам. Как показали электронно-микроскопические исследования, основным механизмом релаксации внутренних напряжений на поверхности образца является переориентация матрицы и образование вакансий. Типичным элементом субструктуры становятся дипольные конфигурации экстинкционных контуров, которые характеризуют формирование полос переориентации (рис. 1) шириной 20–50 нм и длиной до 80 нм (рис. 1, в). Помимо этого, в матрице развивается высокая пористость, размеры пор достигают 10–30 нм (рис. 1, г). Частицы избыточной β -фазы Mg_2Si , присутствующей в исходном состоянии (рис. 1, а), отсутствуют вследствие деформационно индуцированного растворения этой фазы.

Направление полос переориентации не имеет выраженного кристаллографического направления (рис. 1, б). Полосы являются зонами локализованного сдвига и их можно рассматривать как мик-

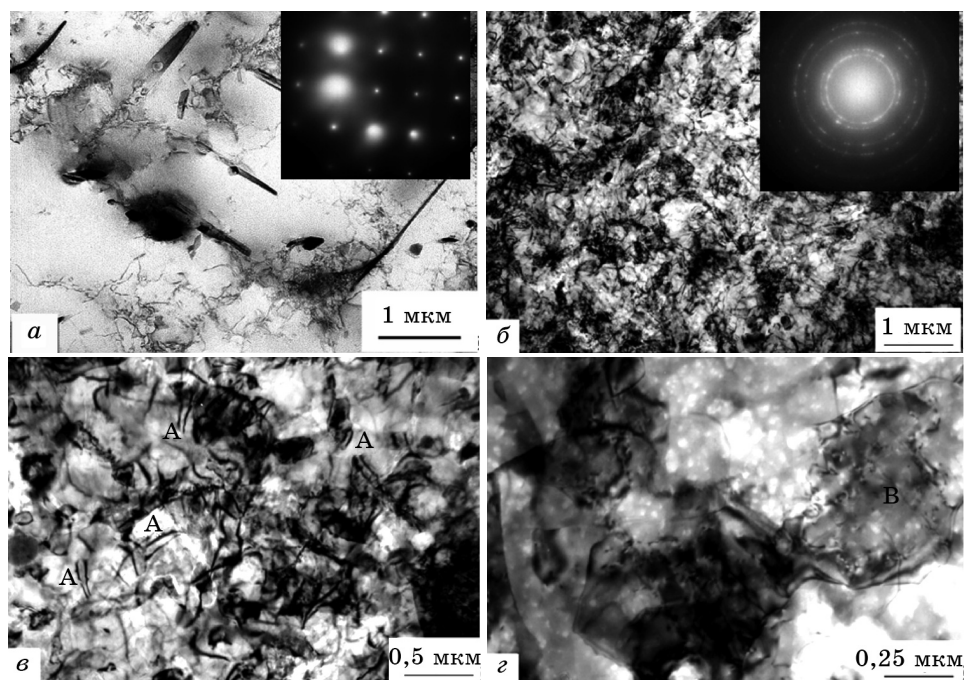


Рис. 1. Структура сплава: гомогенизированное состояние, структура и соответствующая микродифракция (а), структура и дифракция поверхности после УЗУО (б), экстинкционные диполи А (в), пористость и незавершенная полоса переориентации с оборванными краями В (г).

росбросы. Схема такой полосы представлена на рис. 2.

Некристаллографический сдвиг в направлении, указанном стрелками, осуществляется путем разделения дислокационных зарядов, что сопровождается переориентацией решетки внутри полосы, ориентировка матрицы не изменяется. Полосы микросброса располагаются хаотически и способствуют формированию субструктуры с высокой кривизной кристаллической решетки. Эти области дают сплошные диффузные кольца на электронограмме, т.е. формируется ориентационный хаос (рис. 1, г).

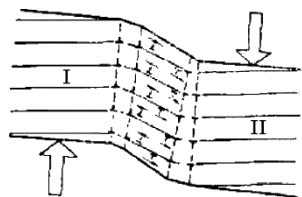


Рис. 2. Схема образования полосы переориентации [8].

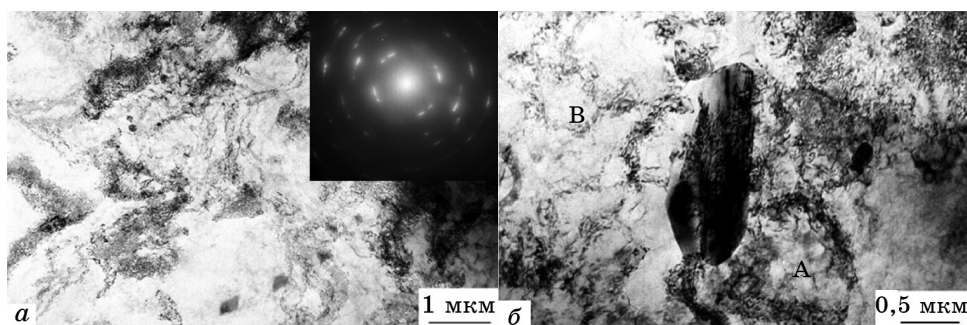


Рис. 3. Средина гомогенизированного образца после УЗУО: структура и соответствующая микродифракция (*а*), взаимодействие частиц β -фазы с зонами «течения» и образование петлеобразных конфигураций оборванных дислокационных границ А и ячеистой структуры В (*б*).

3.2.2. Структура на расстоянии ≈ 70 мкм от поверхности после УЗУО

С увеличением расстояния от поверхности происходит полная смена структурного состояния сплава. Полностью исчезают экстинкционные диполи и появляются области с, так называемым, «кряпчатым» контрастом (рис. 3). Эти локальные зоны характеризуются большой плотностью сплетений дислокаций, в отдельных местах наблюдается сетчатая дислокационная субструктура. Границы областей представляют собой оборванные дислокационные конфигурации. Полагают, что появление таких локальных метастабильных структур (зон «течения») — результат пластической релаксации напряжений в области высокой кривизны решетки [9]. Появление зон «течения» не приводит к фрагментации и измельчению зерна (рис. 3). Однако на дифрактограмме наблюдается диффузное азимутальное размытие матричных рефлексов, что свидетельствует о наличии внутренних напряжений в матрице. Ячеистая структура так же, как и петлеобразные замкнутые конфигурации оборванных дислокационных границ [10] наблюдаются лишь в отдельных местах, примыкающих к частицам β -фазы (рис. 3, б). В матрице активно идут процессы коагуляции частиц: если коэффициент формы $k = l/h$ (отношение длины к толщине частиц) в исходном состоянии составлял $\approx 20-60$, то после УЗУО k уменьшается на порядок и составляет 4–6.

3.3. Влияние УЗУО на структуру состаренного сплава АД-31

После распада пересыщенного твердого раствора в матрице образуются мелкодисперсные игольчатые частицы длиной ≈ 20 нм и толщиной $\approx 5-6$ нм метастабильной β' -фазы (рис. 4, а). Они имеют высо-

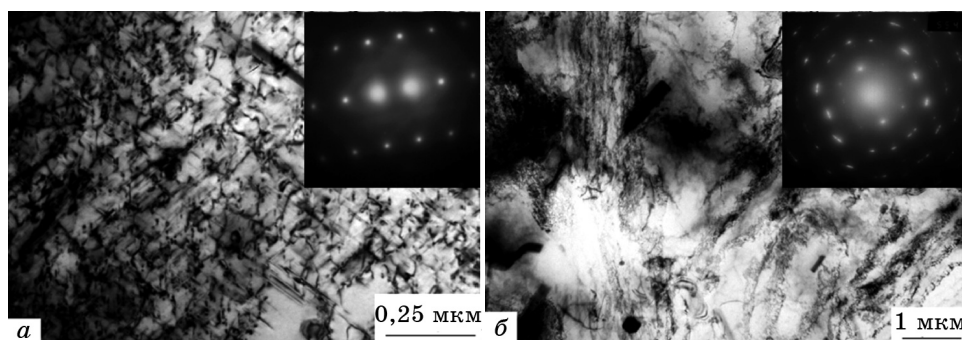


Рис. 4. Структура сплава: состаренное состояние (а), поверхность состаренного сплава после УЗУО (б).

кую плотность выделения (10^{14} – 10^{15} см $^{-3}$), когерентно связаны с матрицей, являются упрочняющими. Размеры зерна, как и после гомогенизации, составляют 400–500 мкм. При использовании УЗУО состаренного образца происходит взаимодействие ударной волны с системой частиц β' -фазы. Метастабильная β' -фаза заменяется стабильной, ускоряются процессы коалесценции. Появляются области «течения», как параллельные (рис. 4, б), так и такие, которые огибают частицы. Измельчение зерен не происходит, в матрице присутствуют внутренние напряжения, судя по азимутальному уширению матричных рефлексов на электронограмме. Качественно структурные состояния на поверхности и внутри образца однотипны, количественно — на поверхности больше объемная доля зон «течения»; в середине образца увеличена объемная доля равновесной β -фазы.

3.4. Рентгенографическое исследование

С целью определения среднего размера областей когерентного рассеяния (ОКР) и величины микроискажений кристаллической решетки в работе были выполнены рентгеноструктурные исследования сплава АД-31 в исходном состоянии и после УЗУО. Образцы были сняты при фокусировке по Брэггу–Врентано, что с учетом глубины проникновения дает усредненную характеристику слоя глубиной ≈ 30 мкм, а также в скользящем пучке (grazing incidence X-ray diffraction (GIXRD)) для определения структурных характеристик поверхностного слоя глубиной ≈ 4 мкм. Для анализа полученных экспериментальных профилей рентгеновских линий был использован метод Лэнгфорда [11, 12]. Метод Лэнгфорда предполагает описание экспериментальных профилей рентгеновских линий функцией Фойгта. Причем считается, что присутствующие в образце микронапряжения дают вклад только в Гауссову составляющую

функции Фойгта, а размеры ОКР влияют исключительно на Лоренцеву составляющую.

Согласно методу Лэнгфорда, размеры областей когерентного рассеяния D связаны с присутствующими в материале микронапряжениями следующим отношением:

$$\Delta K^2 = \frac{\varepsilon^2}{4} + \frac{1}{D} \frac{\Delta K}{K^2}, \quad (1)$$

где D — размер кристаллитов, ε — величина микронапряжений в образце, $K = 2\sin(\theta/\lambda)$, θ — угол дифракции, λ — длина волны рентгеновского излучения, $\Delta K = \cos\theta[\Delta(2\theta)]/\lambda$, где $\Delta(2\theta)$ — интегральная ширина дифракционного пика.

Таким образом, построив графики зависимости $\Delta K^2/K^2$ от $\Delta K/K^2$ и аппроксимировав их линейно, мы сможем рассчитать величины D и ε из коэффициентов уравнения полученной прямой. Информацию о размерах кристаллитов D несет в себе коэффициент наклона прямой, а по координате пересечения прямой с осью ординат можно судить о величине микронапряжений ε в образце (рис. 5). В таблице 3

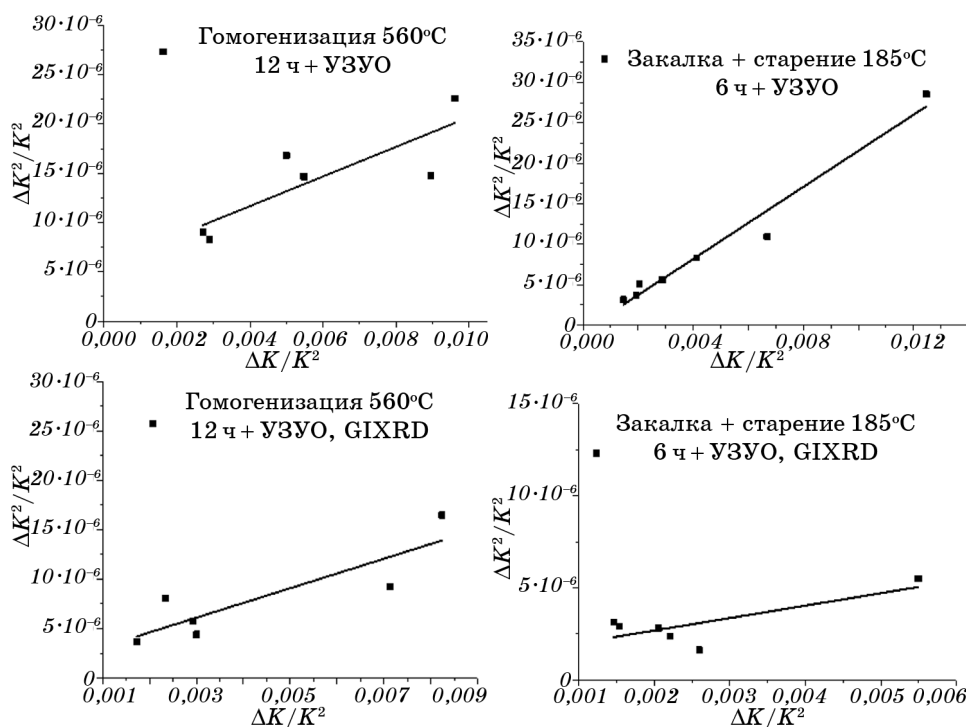


Рис. 5. Графики для определения ОКР и микронапряжений методом Лэнгфорда для сплава АД-31 после УЗУО.

ТАБЛИЦА 3. Структурные характеристики сплава АД-31 после УЗУО.

| Образец | D , нм | ϵ |
|----------------------|----------|------------|
| Гомогенизация | 66 | 0,005 |
| Старение | 67 | 0,002 |
| Гомогенизация, GIXRD | 67 | 0,003 |
| Старение, GIXRD | 148 | 0,002 |

приведены значения областей когерентного рассеяния D и величины микроискажений кристаллической решетки ϵ , определенные рентгенографически.

Средние размеры областей когерентного рассеяния на поверхности и в середине гомогенизированного образца после УЗУО составили около 70 нм. Увеличение среднего размера ОКР на поверхности состаренного образца может быть связано с процессами динамической рекристаллизации, протекающими в процессе УЗУО.

Выполненный фазовый анализ зафиксировал двухфазное состояние: α -твердый раствор + стабильная Mg_2Si -фаза для образцов без УЗУО и после УЗУО состаренного образца. После УЗУО гомогенизированного образца изменился фазовый состав — получены отражения только от α -твердого раствора.

Сравнительный анализ профилей и интенсивностей рефлексов (400) α -твердого раствора на дифрактограммах показал, что после УЗУО K_α -дублет размывается и сильно уменьшается интенсивность отражений, что может указывать как на большие упругие искажения в матрице, так и на измельчение областей когерентного рассеяния. Поскольку электронно-микроскопически измельчение зеренной структуры, как и блочной структуры не было обнаружено, правомерно предположить, что падение интенсивности отражений связано с большими внутренними напряжениями в матрице.

Неправильное соотношение интенсивности рефлексов от матрицы указывает на присутствие текстуры, рост интенсивности рефлекса (220) после УЗУО свидетельствует о появлении новой текстурной составляющей. Для образцов после УЗУО был выполнен

ТАБЛИЦА 4. Результаты исследования текстуры.

| Образец | Текстура |
|--|---|
| Гомогенизация при 560°C в течение 12 ч | 65% $\langle 110 \rangle$ + 35% $\langle 100 \rangle$ |
| Закалка на воздухе от 480°C + старение при 185°C в течение 6 ч | 85% $\langle 100 \rangle$ + 15% $\langle 111 \rangle$ |

детальный текстурный анализ.

Текстура в образцах была исследована с помощью прямых полюсных фигур (ППФ) (см. табл. 4). Для обоих образцов (гомогенизированного и состаренного) распределение полюсной плотности по стереографической проекции неоднородно (рис. 6), что свидетель-

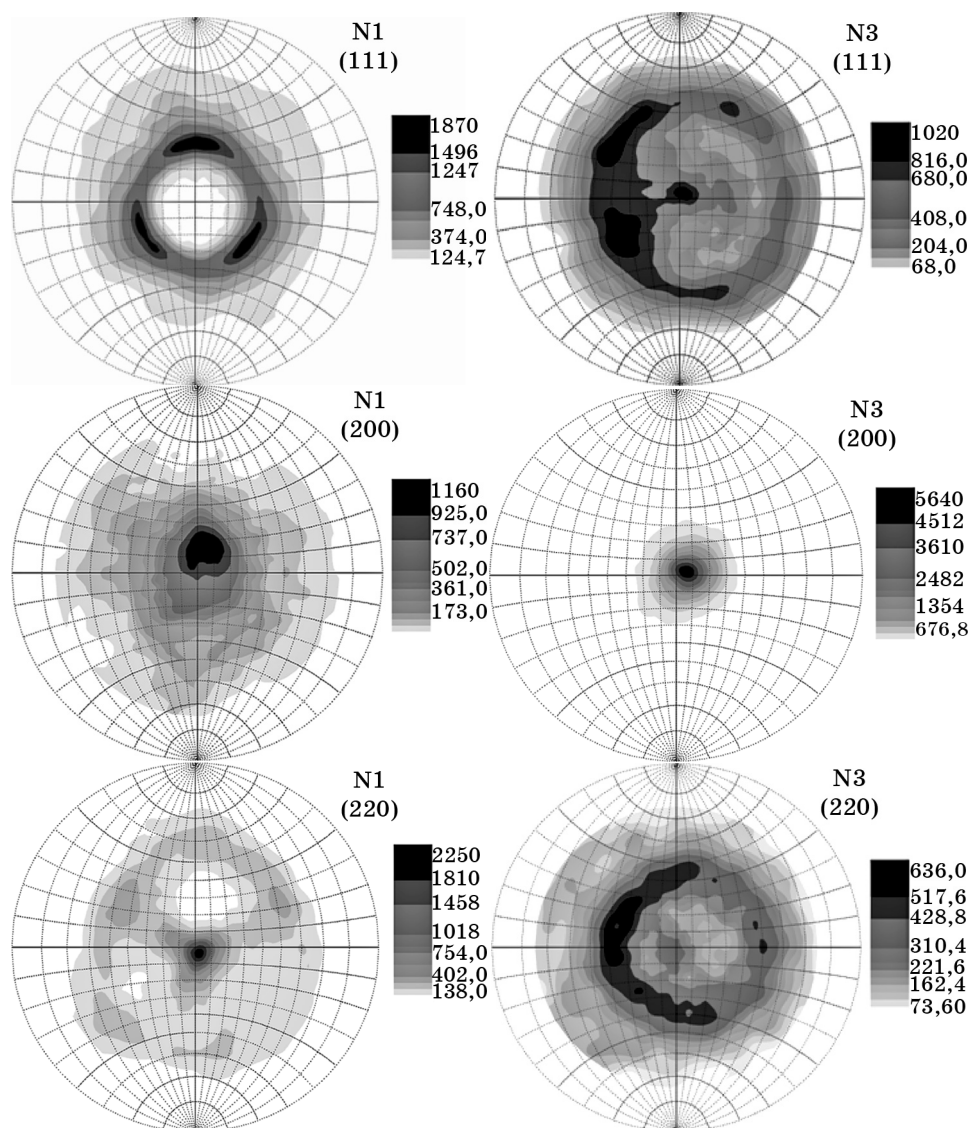
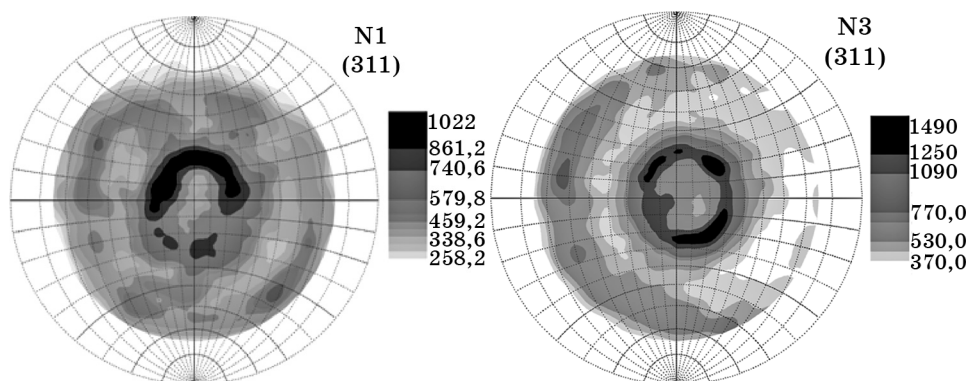


Рис. 6. Полюсные фигуры (111), (200), (220) и (311) для образцов N1 (гомогенизация при 560°C в течение 12 часов + УЗУО) и N3 (закалка на воздухе от 480°C и старение при 185°C в течение 6 часов + УЗУО).



Продолжение рис. 6.

существует о наличии преимущественных ориентаций зерен в этих образцах.

Распределение полюсной плотности на ППФ (200) и (220) в случае гомогенизированного образца указывает на наличие двойной аксиальной текстуры $\langle 100 \rangle + \langle 110 \rangle$. На ППФ, построенных для полюсов (111) и (311), наблюдается повышение полюсной плотности в виде колец, расположенных в диапазоне углов, соответствующих углу между направлениями $\langle 110 \rangle$ (или $\langle 100 \rangle$) и направлениями $\langle 111 \rangle$ ($\langle 311 \rangle$). Соотношение интенсивностей полюсов (220) и (200) позволяет определить содержание соответствующих текстур $\langle 110 \rangle$ и $\langle 100 \rangle$ (табл. 4).

4. ВЫВОДЫ

1. Существует зависимость механизмов релаксации внутренних напряжений, создаваемых ударно-циклическим нагружением в процессе УЗУО, и исходным структурным состоянием сплава:

а) в отсутствии когерентной метастабильной β' -фазы основным механизмом релаксации напряжений на поверхности образца является образование большого числа наноразмерных областей переориентации матрицы с произвольной ориентировкой, т.е. реализуется ориентационный хаос. Процесс сопровождается порообразованием.

б) метастабильная β' -фаза, образованная в процессе старения, подавляет процессы переориентации матрицы на поверхности. Релаксация происходит за счет образования полос (вытянутых областей) некристаллографической ориентировки с высокой плотностью дислокаций, с границами из оборванных дислокаций. Этот же процесс наблюдается в приповерхностных слоях.

2. УЗУО в зависимости от глубины слоя залегания способствует

растворению избыточных фаз, ускоряет процессы коагуляции, коалесценции, метастабильную фазу заменяет стабильной.

3. При использованных режимах УЗУО в сплаве АД-31 не наблюдается измельчение зеренной структуры. Упрочнение достигается за счет внутренних напряжений в матрице. Максимальный эффект прироста микротвердости в результате УЗУО для сплава АД-31 составил 24%.

Работа выполнена по материалам исследований в рамках бюджетной темы 022/11-Б при частичной финансовой поддержке конкурсного проекта «Влияние термосилового обработки на структуру, термическую стабильность, физические и механические свойства алюминиевых и железных сплавов» 92/12-Н, ИМФ им. Г. В. Курдюмова НАН Украины.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. R. Z. Valiev and T. G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **51**: 881 (2006).
2. М. А. Васильев, Г. И. Прокопенко, В. С. Филатова, *Успехи физики металлов*, **5**, № 2: 345 (2004).
3. А. А. Мазилкин, В. В. Страумал, С. Г. Протасова и др., *Физика твердого тела*, **49**: 824 (2007).
4. Н. И. Носкова, Н. Ф. Вильданова, Р. В. Чурбаев, *Физика металлов и металловедение*, **99**: 46 (2005).
5. P. Szczygiel, H. J. Roven, and O. Reiso, *Mater. Sci. Eng. A*, **410–411**: 261 (2005).
6. J. Gubicza, I. Schiller, N. Q. Chinh et al., *Mater. Sci. Eng. A*, **460–461**: 77 (2007).
7. В. Н. Мордюк and Г. И. Прокопенко, *J. Sound Vib.*, **308**: 855 (2007).
8. А. Д. Коротаяев, А. Н. Тюменцев, В. Ф. Суховаров, *Дисперсное упрочнение тугоплавких металлов* (Новосибирск: Наука, Сибирское отделение: 1989).
9. *Структурные уровни пластической деформации и разрушения* (Ред. В. Е. Панин) (Новосибирск: Наука, Сибирское отделение: 1990).
10. В. В. Рыбин, *Большие пластические деформации и разрушение металлов* (Москва: Металлургия: 1986).
11. J. I. Langford, *J. Appl. Crystallogr.*, **11**: 10 (1978).
12. J. I. Langford, *NIST Proceeding of Accuracy in Powder Diffraction (May 26–29, 1992, Gaithersburg, USA)*, p. 110.

REFERENCES

1. R. Z. Valiev and T. G. Langdon, *Prog. Mater. Sci.*, **51**: 881 (2006).
2. M. A. Vasylyev, G. I. Prokopenko, and V. S. Filatova, *Uspehi Fiziki Metallov*, **5**, No. 2: 345 (2004) (in Russian).
3. A. A. Mazilkin, V. V. Straumal, S. G. Potasova et al., *Fiz. Tverd. Tela*, **49**: 824 (2007) (in Russian).
4. N. I. Noskova, N. F. Vildanova, and R. V. Churbaev, *Fizika Metallov i*

- Metallovedenie*, **99**: 46 (2005) (in Russian).
5. P. Szczygiel, H. J. Roven, and O. Reiso, *Mater. Sci. Eng. A*, **410–411**: 261 (2005).
 6. J. Gubicza, I. Schiller, N. Q. Chinh et al., *Mater. Sci. Eng. A*, **460–461**: 77 (2007).
 7. B. N. Mordyuk and G. I. Prokopenko, *J. Sound Vib.*, **308**: 855 (2007).
 8. A. D. Korotaev, A. N. Tyumencev, and V. F. Sukhovarov, *Dispersnoe Uprochnenie Tugoplavkih Metallov* (Novosibirsk: Nauka, Sibirskoe Otdelenie: 1989) (in Russian).
 9. *Strukturnyye Urovni Plasticheskoy Deformatsii i Razrusheniya* (Ed. V. E. Panin) (Novosibirsk: Nauka, Sibirskoe Otdelenie: 1990) (in Russian).
 10. V. V. Rybin, *Bol'shie Plasticheskie Deformatsii i Razrushenie Metallov* (Moscow: Metallurgiya: 1986) (in Russian).
 11. J. I. Langford, *J. Appl. Crystallogr.*, **11**: 10 (1978).
 12. J. I. Langford, *NIST Proceeding of Accuracy in Powder Diffraction (May 26–29, 1992, Gaithersburg, USA)*, p. 110.