

집속이온빔 가공 처리된 오스테나이트 스테인리스강의 표면 손상층 제어 방법

진형하* · 류이슬

한국원자력연구원

Effective Removal Method for Layer of FIB-Induced Surface Damage in Austenitic Stainless Steel

Hyung-Ha Jin* and I Seul Ryu

Material Safety Technology Development Division, Korea Atomic Energy Research Institute, 111,
Daedeok-daero 989 Beon-gil, Daejeon 34057, Republic of Korea

Abstract: There is substantial concern about the phase change to artificial ferrite or martensite in commercial austenitic stainless steels during intense focused-ion-beam milling. In this work, severe Ga ion milling to prepare microscale samples was found to produce thin transformed layers on the surface of austenitic stainless steel. The surface BCC phase transformation layer was clearly distinguished on the specimen processed with the focused ion beam using cross-sectional analysis. It was determined that Ga ions had accumulated in the surface BCC layer. However, it was also confirmed that the Ga ion accumulation was localized at the top of the surface. This is expected to be caused by the decrease in the formation energy of the body-centered crystalline phase, which may result from the considerable changes in chemical composition and stress state by the accumulation of implanted Ga atoms. We propose an effective method to overcome the phase change problem caused by FIB, by using low-energy Ar ion milling. It was determined that low-energy FIB milling was insufficient by itself to clear the phase transformation layer. High quality micro-scale experimental samples of austenitic stainless steels can be achieved by additional low-energy Ar ion milling at an energy of 1 keV or less after high-energy FIB milling.

(Received 29 August, 2022; Accepted 8 November, 2022)

Keywords: FIB-induced phase change, low-energy Ar ion milling, focused ion beam, transmission electron microscopy, austenitic stainless steel

1. 서 론

집속 이온 빔이 결합된 전자 현미경 시스템 (FIB)은 재료 내부의 나노스케일 미세 구조 특성화를 위한 마이크로 스케일 분석 시험편 시편 제작과 분석에 활발히 활용되고 있다. FIB의 도입으로 박판 형태의 투과 전자 현미경 (TEM) 분석 시험편을 원하는 위치에서 제작할 수 있으며 국부영역의 기계적 물성을 측정할 수 있는 마이크로 원기 등 압축시험/인장시험/벤딩시험편 등의 제작을 가능하게 만

들었다.

원자력 구조 재료와 핵연료 재료에 대한 조사손상 분야에서도 중성자, 중이온, 양이온 그리고 전자 등의 고에너지 입자가 조사된 재료의 조직과 기계적 물성 변화 연구에 FIB 시스템이 적극적으로 활용되어 왔다. 예를 들어 중성자 조사를 모사하는 가속기 조사 방법은 표면 영역에 마이크로 크기의 모사 손상층을 발생시키므로 FIB 등을 활용한 마이크로 영역에 대한 분석 평가 역량이 뒷받침 되어야 한다.

FIB를 활용한 마이크로 시험편 준비와 특성화 분석 평가 시 30 keV의 고에너지 Ga 이온 조사와 이에 상응하는 Ga 이온 주입에 따른 재료 표면에서 다양한 인위적인 변화의 발생 가능성을 고려해야 한다 [1-6]. 특히 표면층의

- 진형하: 책임연구원, 류이슬: 연구기술원

*Corresponding Author: Hyung-Ha Jin

[Tel: +82-10-9021-3891, E-mail: hhajin2@kaeri.re.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

비정질화와 나노 결함 발생 등으로 대표되는 인위적인 미세조직 변화는 구조재료의 기계적 물성 및 미세구조의 실제 상태 정보를 파악하는데 문제점으로 작용되어 왔다. 연구자들은 다양한 후처리 기법을 적용하거나 고성능 FIB 장비를 활용하는 방법으로 이러한 문제점을 해결하고자 하였다. 예를 들어, 저에너지 상태의 Ga 이온 밀링 [3,4] 으로 Si 재료에서 관찰되는 비정질층의 두께를 최소화하고 있으며 최근에는 플라즈마 Xe 이온을 사용하는 FIB [7,8]가 상대적으로 재료 표면 손상층을 효과적으로 제어할 수 있다고 보고되고 있다.

철계 합금 특히 변형 중 상변태 현상이 가능한 오스테나이트 스테인리스강에서 기지 상의 마르텐사이트로 대변되는 인위적인 상변화 현상은 FIB 분석 실험에서 주요하게 고려해야 할 사항 중 하나로 인식되고 있다 [9-11]. 특히 미세조직 상분석이 중요한 부분을 차지하는 재료 연구 분야에서 이러한 이차적인 상변화는 재료 상태를 조사하는 과정에서 예상치 못한 오류를 발생하므로 주의해야 한다. 다른 인위적인 변화에 비하여 제어 방법이 명확히 알려져 있지 않아 FIB 처리 후 본연의 재료 상태로 복귀할 수 있는 효율적인 방법이 필요하다.

본 연구에서는 적층 제조된 오스테나이트 스테인리스강에 대한 마이크로 조직 분석과 마이크로 기계적 물성 시험 등이 수행되는 과정에서 발생하는 FIB에 의한 인위적인 표면 상변화에 대한 분석 결과를 보여주고 이를 제어하는 방법으로 저 에너지 이온 밀링 방법을 선택하여 최적의 공정 방법을 제시하고자 한다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 오스테나이트계 스테인리스강은 18.4% Cr-9.7% Ni-1.4% Mn-0.67% Si-0.025% C의 화학 조성을 가지는 미세 금속 분말로 적층 제조되었다. 기본적인 미세구조 해석을 위해 적층 방향의 수직면을 관찰할 수 있는 판형 시편들을 준비하였다. 실험 샘플은 가로, 세로 그리고 두께가 각각 11 mm, 10 mm, 그리고 0.5 mm 인 사각 판 형태로 제조되었다. 판형 실험 시편들은 여러 단계의 실리콘카바이드 연마지 (#800, #1200, #2000)와 다이아몬드 현탁액 (3 mm, 1 mm)을 사용하여 Struers사의 Tegramin-30 장비로 단계적으로 정밀 연마되었다. 최종 단계에서 기계적 연마 과정의 변형 손상이 최소화된 깨끗한 분석 표면을 만들고자 0.025 μ m 크기의 콜로이드 실리카 현탁액을 이용한 표면 연마가 진행되었다.

Thermofisher Scientific사의 FIB SCIOS2에 설치된

Oxford Instruments의 전자 후방 산란 검출기 (Electron Backscattered Diffraction, EBSD)인 Symmetry 와 X-ray 에너지 분광기 (Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS)인 Ultim[®] 65를 이용하여 국부적인 영역에 대한 상 분석과 조성분석을 수행하였고 Oxford Instruments Aztec 프로그램을 사용하여 Ga 축적량 등의 화학적인 정보와 조직, 결정립 방향 및 결정립 크기와 같은 결정학적 정보를 분석하였다.

분석 영역은 마이크로 인장시편들이 제작된 사각 시편 가장자리이며, 마이크로 인장 시편 제작을 위한 FIB 가공은 총 6시간 이상의 시간이 소요되었다. 이온빔 가공에 사용된 FIB 장비는 SCIOS2이며 30 kV의 수 nA 이온빔을 활용하였다. SCIOS2의 FIB 장비는 또한 TEM 시편 생산의 과정에 동일하게 사용되었다. 마이크로 시편 제작 과정에서 집속 이온빔 가공 처리된 영역에서 채취된 얇은 박판 시험편이 자체적으로 준비한 반달형 TEM 그리드 위에 부착되었다 [12]. SCIOS2 집속 이온빔 장비로 제작된 TEM 샘플들의 Ga 이온 가공 손상층 제거를 위해서 자체 FIB 내에서 5 keV의 저 에너지 Ga 이온 가공이 추가적으로 진행되거나 저 에너지 Ar 이온 밀러에서 최종적으로 0.3 keV의 낮은 에너지의 Ar 이온을 활용하여 후 처리가 진행되었다. 각 추가적인 이온 밀링 가공 단계 후 FIB SCIOS2에 설치된 EBSD 시스템을 사용하여 TEM 박판 시험편 표면에 대한 상분석이 진행되었다. 저 에너지 Ar 이온 밀링의 경우 200 V의 낮은 가속 전압에서도 작동 가능한 Technoorg-Linda Ltd의 Gentle mill 저에너지 Ar 이온밀러를 활용하였다. Ar 이온 밀링은 약 15°의 시편 기울기 상태에서 900V ~ 300 V의 가속전압에서 진행하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 Ga 이온 표면 손상층 특성화

그림 1은 적층 제조 방식의 제조된 오스테나이트 스테인리스강 실험 샘플의 가장자리에서 마이크로 인장 시편들을 제작한 이후 Ga 이온 조사에 노출된 표면에서 측정된 EBSD와 EDS 분석 결과들을 보여주고 있다. 그림 1(a)와 같이 2~3개의 마이크로 인장 시험편들이 사각 시편 좌측 하단 모서리 부분에 제작되었다. 그림 1(b)는 동일영역에서 측정된 Ga 원소에 대한 EDS 분석 맵으로, Ga 원소 분석량이 증가함에 따라 스펙트럼의 적색 농도가 점차 짙게 표현되어 있다. 그림 1(b)의 Ga EDS 결과를 살펴보면 샘플 내부의 고 에너지 Ga 이온 조사에 의도적으로 노출

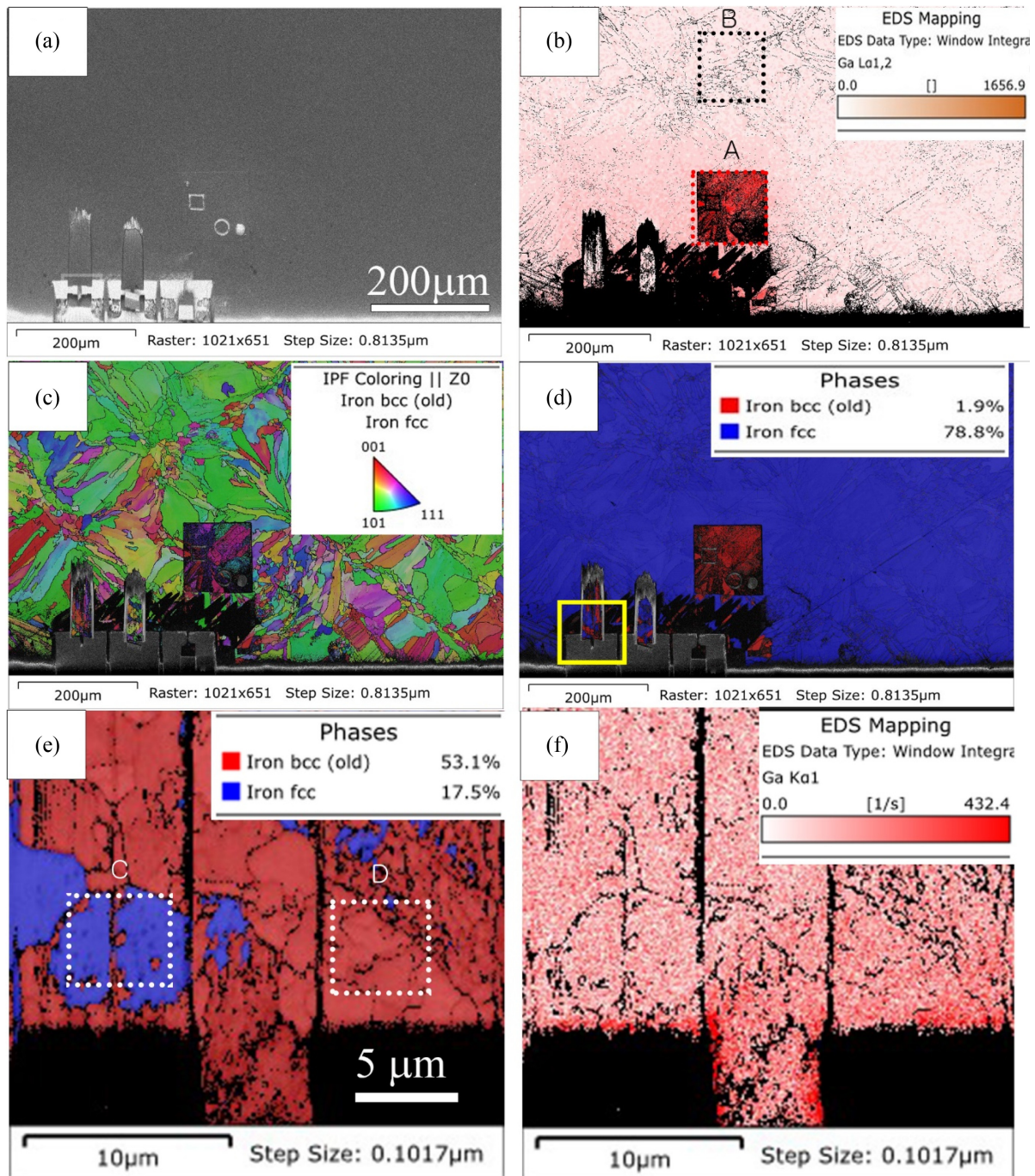


Fig. 1. (a) SEM images (b) Ga element maps and (c, d) EBSD results at the edges of the experimental samples including micro-tensile specimens. (e-f) Phase map (EBSD) and Ga element map (EDS) from the micro-tensile specimen as indicated with the rectangular region in Fig. 1(d).

된 사각 영역과 마이크로 인장 시험편들이 제작된 샘플 모서리 영역에 상당한 양의 Ga이 존재하는 것으로 파악된다. 그림 1(b)의 A 영역과 B 영역에 대한 조성 분석 결과 (표 1)에 따르면, A 영역에서 Ga 조성량이 ~6.9 wt%으로, B 영역에서 ~0.1 wt%으로 각각 평가되어 A 영역에

서의 Ga 축적이 정량적으로 확인되었다. 그림 1(c-d)의 EBSD 분석 결과를 살펴보면 Ga 이온이 축적되어 있는 A 영역 내부는 후방전자 회절패턴 인식정도는 상대적으로 낮았으며 빨간색으로 표시되는 체심입방결정 (BCC) 구조로 대부분 인식되었다. 또한 B 영역을 포함한 Ga 이온 가공

Table 1. Quantitative chemical composition results measured in specific areas of AM 304 type experimental sample (wt%)

	Si	V	Cr	Mn	Ni	Ga	Mo	Fe	
A	0.48	0.07	18.41	0.92	9.46	6.88	0.19	Bal.	Fig. 1(b)
B	0.63	0.09	19.96	0.92	9.95	0.14	0.14	Bal.	
C	0.44	0.09	20.13	1.08	9.51	0.56	0.15	Bal.	Fig. 1(e)
D	0.45	0.09	20.19	1.05	9.34	0.81	0.14	Bal.	

에 노출되지 않은 대부분 영역들은 파란색으로 표시되는 면심입방구조 (FCC) 오스테나이트 상으로 평가되었다. 따라서 FIB 가공으로 초기 미세 조직인 FCC 상 구조인 오스테나이트에서 BCC 구조의 페라이트로 또는 마르텐사이트로의 인위적인 상변화가 진행되었음을 의미한다. 그림 1(e-f)는 그림 1(d)의 노란색 사각 영역에서 측정된 마이크로 인장 시험편의 고배율 EBSD/EDS 분석 결과이며, 그림 1(b-d)의 저 배율 분석에서 관찰하기 어려웠던 마이크로 인장 시험편에서의 BCC 상으로 변태 양상과 표면에서의 Ga 축적 정도를 파악할 수 있었다. 그림 1(e)에서 알 수 있듯이 Ga 이온 가공에 노출된 마이크로 인장시험편 표면은 BCC 상과 FCC 상이 혼재되어 있었다. 그림 1(f)의 동일

영역에 대한 Ga 조성 맵을 살펴보면, 대부분 영역에서 Ga 조성량이 일정하게 분포되어 있는 것으로 분석되었다. 그림 1(e)의 기저 FCC 상 영역인 C 영역과 BCC 상 영역의 D 영역에 대한 Ga 조성량이 각각 0.6 과 0.8 wt% 로 평가되는 등 표면에 균일하게 축적되어 있는 것으로 판단된다. Ga 이온 가공에 노출되지 않은 기저 (B 영역)의 Ga 조성량보다는 높다는 점을 언급하고자 한다.

그림 2에 고 에너지 Ga 이온 가공이 진행된 마이크로 인장 시험편의 단면 시험편에 대한 TEM 회절 분석 결과와 조성 분석 결과를 각각 제시하고 있다. 그림 2(a)의 단면 시험편에 대한 TEM 회절패턴분석결과는 Pt 증착층 인접한 단면 시험편의 표면 일부가 약 100 nm 두께의 BCC 구조

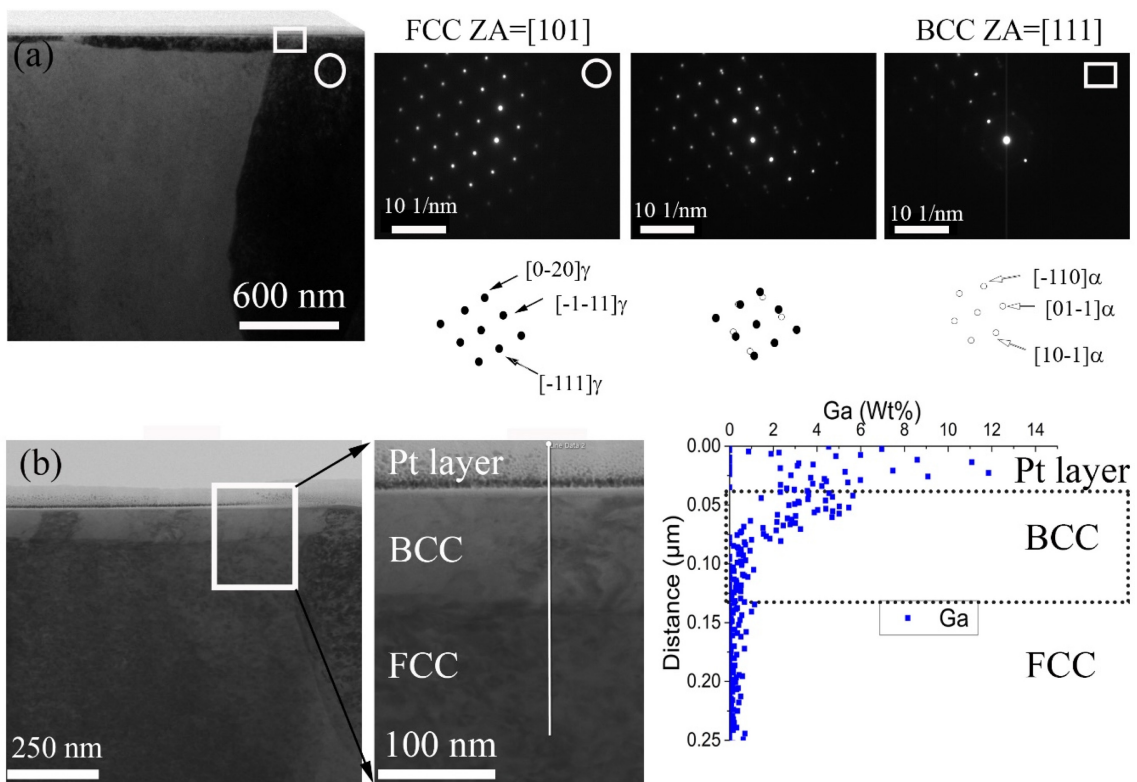


Fig. 2. (a) TEM image clearly showing the surface grain and diffraction patterns from the circular area, the rectangular area, and the overlapping region, revealing the evolution of the BCC phase on the surface. (b) STEM image and Ga composition analysis results showing that residual Ga elements are locally distributed from the surface to a depth of approximately 50 nm.

의 미세조직 층으로 존재하고 있음을 보여주고 있다. 그림 2(b)의 TEM-EDS 분석 결과로 부터 Ga 원소가 시험편 표면에서 형성된 BCC 층의 상부영역에 주로 축적되어 있음을 알 수 있었다. 즉 그림 1(f)의 마이크로 인장 시험편 표면의 Ga 원소 축적은 약 50 nm 깊이 이내에 국한됨을 예상할 수 있다. Fe-Ga 상태도 [13]에 따르면, Ga 함량이 증가하면 BCC 상경계가 확장되어 Ga이 Cr, Mo 및 Si와 같은 BCC 안정화 원소로 간주하고 있다. 즉 표면의 Ga 농도 증가는 FCC 구조의 오스테나이트에서 BCC 구조의 페라이트 또는 마르텐사이트로의 상변화를 분명히 가속화시킬 것이다. 다만 Ga 농축이 BCC 영역의 상부에 집중되어 있는 것으로 분석되어 BCC 변태 영역과 Ga 농축 영역은 엄격하게 일치하지 않았다. Ga가 침투하지 않은 영역에서 화학조성 효과 외에 다른 효과가 보완적으로 작용하고 있을 것으로 생각된다. Ga 이온 주입에 의해 유도된 표면 잔류 응력이 부분적으로 BCC 상으로 변태에 영향을 줄 것이다. 그림 2(b)에서 알 수 있듯이 표면 BCC 결정립은 Ga 농축 상부 영역과 Ga 미농축 하부 영역으로 구분할 수 있으며, 예를 들어 상부 표면의 Ga 원자의 농축으로 인접 아래 영역은 상대적으로 압축 응력 상태 일 수 있다. 압축 하중이 증가함에 따라 BCC 마르텐사이트 파괴 분율이 증가한다는 결과를 보여준 고탄소강에서 잔류 FCC 오스테나이트의 기계적 안정성 연구결과 [14]를 비추어 본다면 오스테나이트 스테인리스강에서는 장시간의 Ga 이온 밀링에 따른 Ga 이온 축적 효과뿐만 아니라 Ga 이온 조사에 의한 잔류응력 효과도 표면 상변태 현상에 영향을

줄 수 있을 것으로 예상된다. 다만 마이크로 XRD 등을 활용한 잔류응력 측정이나, 전산 모델링 연구가 진행되어 추가적으로 이를 뒷받침할 필요성이 있다.

3.2 Ga 이온 표면 손상층 제어방법

고 에너지 Ga 이온 가공으로 오스테나이트 스테인리스강 표면 부위가 BCC 상으로 변태될 수 있음을 확인하였다. 원래 재료 상태로 복구하고자 FIB 이온 가공 영향부를 제거하는 방법 중 하나인 저 에너지 이온 밀링 기법이 적용되었다. FIB를 이용한 박판 형태의 TEM 시편을 제작하는 과정 중 저 에너지 이온 밀링 기법들을 도입하여 제거 효율성을 비교하였다.

우선 마이크로 인장시험편에서 박판 단면 시험편을 FIB 가공으로 채취하여 자체적으로 준비한 반달형 TEM 그리드의 모서리 부분에 부착하였다. 그림 3(a)는 최초 TEM 그리드에 접합시킨 후의 박판 시험편 표면에 대한 EBSD 분석 결과이다. TEM 그리드 부착 후의 단면 분석 시편 표면의 대부분 영역이 BCC 상으로 분석되었으며 실험 재료가 FCC 구조의 지지상을 가지는 오스테나이트 스테인리스강이라는 점을 상기한다면 채취과정 중 FIB 가공으로 인하여 시편 표면 대부분이 FCC 상에서 BCC 상으로 변태되었음을 알 수 있다.

FIB 장비를 활용한 저 에너지 Ga 이온 밀링으로 인위적인 표면 손상층을 제어하고자 하였다. 그림 3(a)의 FIB로 제작된 초기 TEM 샘플을 대상으로 각각 30 keV 및 5 keV의 에너지에서 추가적인 이온 연마 가공을 두 차례 진

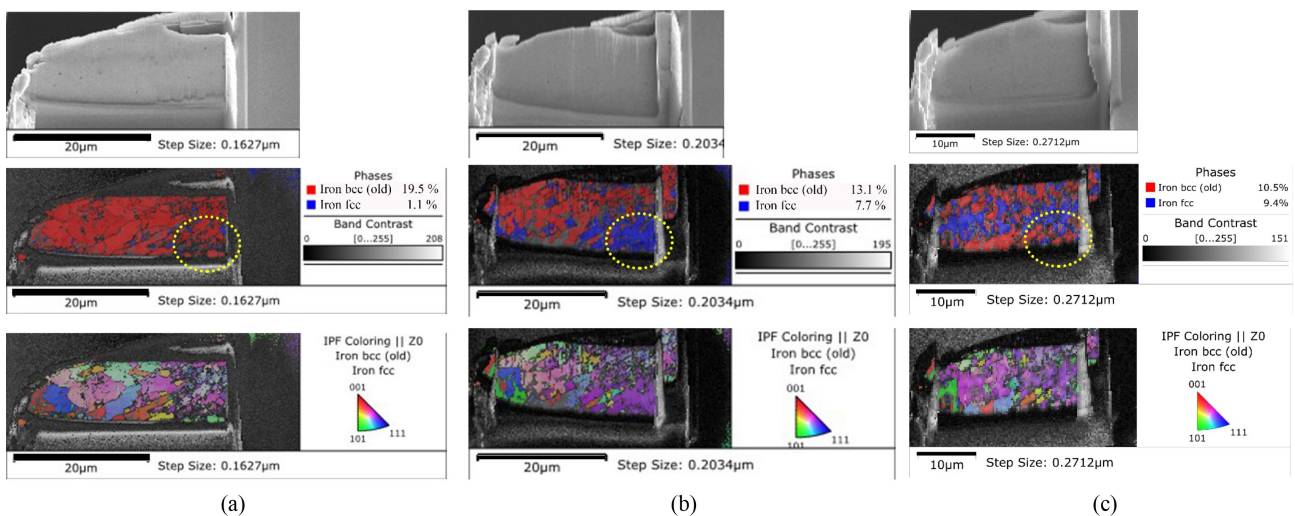


Fig. 3. SEM-EBSD results of the TEM lamellae before and after Ga ion milling. The TEM lamellae were collected close to the microtensile specimens (as in Fig. 1) and attached to a TEM grid. Low-energy (5 keV) Ga ion milling was used for treatment. From top to bottom, the images show an SEM image, phase analysis results and grain orientation distribution of the TEM lamellae (a) after attaching the sample to the TEM grid, (b) after first milling step, and (c) after second milling step.

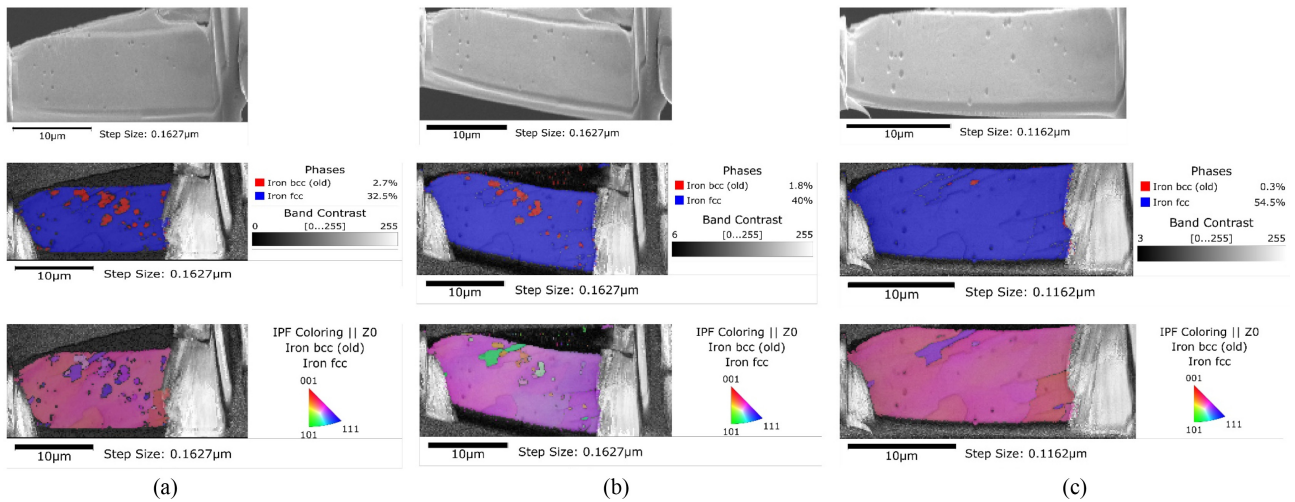


Fig. 4. SEM-EBSD results of the TEM lamellae after thickness reduction to approximately 200 nm by 30 keV Ga ion milling and subsequent low-energy Ar ion milling: (a) after 900 V Ar ion milling, (b) after additional 900 V Ar ion milling, and (c) after combining 900 Ar ion milling with 500 V Ar ion milling.

행되었다. 그림 3(b)에서 알 수 있듯이 30 keV 및 5 keV Ga 이온 밀링 후에 전체적인 BCC 상 분율이 95%에서 63%로 감소되었지만 여전히 많은 영역이 BCC 상으로 남아 있었다. 그림 3(c)의 두 번째 저 전압 FIB 이온가공 처리에도 절반 정도의 영역은 원래의 조직인 FCC 상 상태로 회복되지는 못하였다. 이러한 순차적인 Ga 이온 조사에 의해 BCC 상 분율이 95%에서 47%까지 감소하였다. 그림 3의 노란색 점선으로 표시된 영역을 살펴보면 TEM 그리드 접합 후 대부분의 영역이 BCC 상으로 측정되었고 첫번째 추가적인 FIB 이온 가공 효과로 인하여 많은 부분이 다시 FCC 상으로 회복되었다. 그러나 두번째 FIB 이온 가공으로 동일 영역에서 BCC 상이 국부적으로 증가하는 것으로 관찰되어 Ga 이온 가공 중 BCC 상으로의 재변태 가능성이 상존하는 것으로 분석되었다. 저 에너지 Ga 이온 가공 중 BCC 상변태 현상이 재현되어 Ga 이온 가공에 있어서 표면 손상층 제거를 위한 효율적인 핵심 조건을 도출하기가 어려웠다.

동일 시편을 대상으로 저 에너지 Ar 이온 밀링 효과를 살펴보고자 시편 두께를 200 nm 정도로 감소시켰다. 추가적인 30 keV Ga 이온 처리로 시편의 두께가 감소된 이후 TEM 샘플의 상단 및 하단 표면 모두에서 Ar 이온 밀링이 진행되었다. 그림 4는 저 에너지 Ar 이온 밀링 이후의 준비된 박판 단면 시험편의 표면에 대한 EBSD 분석 결과들이다. TEM 샘플에 대한 첫 번째 Ar 이온 밀링 처리는 샘플 위 아래 면을 대상으로 900 V에서 5 분 동안 수행되었다. 그림 4(a)는 첫번째 Ar 이온

밀링 처리 후의 EBSD 분석 결과이다. Ar 이온 밀링 이후 TEM 샘플 표면의 대부분의 상들은 FCC 구조의 오스테나이트로 분석되었고 일부 BCC 상들만이 기지 내 섬처럼 남아있는 것으로 관찰되었다. Ga 이온 밀링 보다 저에너지 Ar 이온 밀링에서 TEM 시편 표면에 현저한 상변화가 발생하는 것으로 확인되었다. 그림 4(a)에서 분석된 BCC 상의 비율은 약 8%로, BCC 상의 직경은 약 0.4 µm로 측정되었다. 저 에너지 Ga 이온 가공 후에도 50% 정도의 BCC 상이 잔류했음을 감안하면 Ar 이온 밀링 기법이 표면 손상층 제거에 있어서 높은 효율을 보이는 것으로 파악된다. 두 번째 저 에너지 Ar 이온 밀링 시도에서는 동일한 조건으로 이온 밀링 과정을 반복하였다. 그림 4(b)의 상분석 결과를 보면 두 번째 Ar 이온밀링 이후 남아있던 BCC 상들이 TEM 시편 표면에서 점차 작아지고 BCC 상 분율도 약 4%로 지속적으로 감소되고 있음을 알 수 있다. 세 번째 시도에서는 가속 전압을 500 V으로 낮추어 이온 밀링을 수행하였으며 그림 4(c)에서 알 수 있듯이 대부분의 BCC 상들이 표면에서 제거되었음을 확인하였다. Ga 이온 밀링과 다르게 Ar 이온 밀링에 의해 동일 영역에서 재변태된 BCC 상을 찾지 못했다는 점과 BCC 상분율의 지속적인 감소는 주목할 만한 관찰 결과이다. 결론적으로, 저 에너지 Ar 이온 밀링 방법이 Ga 이온 주입에 의한 FIB 샘플 가공손상층을 제거하기 위한 후처리 방법으로 적합한 것으로 일관되게 분석되었으며 특히 1 keV 이하 낮은 전압 하에서 큰 효과가 발생하는 것으로 평가되었다.

4. 결 론

변형 등에 의해 마르텐사이트 변태 현상을 보이는 오스테나이트 스테인리스 강에서 FIB 가공으로 표면 기지 FCC상이 BCC상으로 변태될 수 있음을 확인하였다. FIB 가공 처리된 시험편에 대한 단면 분석 결과는 표면 일부 영역에서 BCC 상변태 층 형성과 다량의 Ga 이온이 축적이 이루어짐을 보여주고 있다. 다만 BCC 상 안정화 원소인 Ga 원소의 축적은 표면 변태상의 상단영역에 국한되어 잔류응력 등과 같은 다른 변태 기구가 보완적으로 작용하고 있음을 유추할 수 있다.

TEM 시편 제작 과정 중 EBSD 분석을 통하여 FIB 손상층 제거를 위한 저 에너지 이온 밀링 방법을 비교하였다. 저 에너지 Ga 이온 밀링 방법은 밀링 중 재변태의 가능성 등으로 손상층 제거의 뚜렷한 효과를 보여주지 못했다. 반면 저 에너지 Ar 이온 밀링 방법은 표면 변화층 제거에 있어 일관된 효율을 보여줘 Ga 이온 가공과 연관된 표면 기지상 변화층 제거에 효과적임을 확인하였다. 따라서 FIB를 활용한 마이크로 규모 분석 샘플을 준비할 경우 표면 상변화 없는 고품질의 표면상태 구현하기 위하여 마지막 단계에서 저 에너지 Ar 이온 밀링을 추가하는 것을 권장한다.

ACKNOWLEDGEMENT

This work was supported by a Korea Institute of Energy Technology Evaluation and Planning (KETEP) grant funded by the Korea government (MOTIE) (20191510301140, Development of failure and degradation analysis technologies of reactor internal baffle former bolts from decommissioning NPP).

REFERENCES

1. J. Maye, L. A. Giannuzzi, T. Kamino, and J. Michael, *MRS Bulletin* **32**(5), 400 (2007).
2. D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, and G. Dehm, *Mater. Sci. Eng. A* **459**(1-2), 262 (2007).
3. S. Rubanov, P. R. Munroe, *J. Microsc.* **214**(3), 213 (2004).
4. Z. Wang, T. Kato, T. Hirayama, N. Kato, K. Sasaki, and H. Saka, *Appl. Surf. Sci.* **241**(1-2), 80 (2005).
5. J. A. El-Awady, C. Woodward, D. M. Dimiduk, and N. M. Ghoniem, *Phys. Rev. B* **80**(10), 104104 (2009).
6. T. L. Matteson, S. W. Schwarz, E. C. Houge, B. W. Kempshall, and L. A. Giannuzzi, *J. Electron. Mater.* **31**(1), 33 (2002).
7. J. Liu, R. Niu, J. Gu, M. Cabral, M. Song, and X. Liao, *Sci. Rep.* **10**(1), 10324 (2020).
8. X. Zhong, C. A. Wade, P. J. Withers, X. Zhou, C. Cai, S. J. Haigh, and M. G. Burke, *J. Microsc.* **282**(2), 101 (2021).
9. A. Basa, C. Thaulow, and A. Barnoush, *Metall Mater Trans A* **45**(3), 1189 (2014).
10. R. Prasath Babu, S. Irukuvarghula, A. Harte, and M. Preuss, *Acta Mater.* **120**, 391 (2016).
11. E. J. Seo, L. Cho, J. K. Kim, J. Mola, L. Zhao, S. Lee, and B. C. De Cooman, *J. Alloys Compd.* **812**, 152061 (2020).
12. H.-H. Jin, H.-D. Cho, S.-C. Kwon, C. Shin, and J. Kwon, *Mater. Lett.* **89**, 133 (2012).
13. H. Okamoto, *Binary Alloy Phase second ed*, ASM international: Materials park USA (1993).
14. R. Hossain, F. Pahlevani, M. Z. Quadir, and V. Sahajwalla, *Sci. Rep.* **6**, 34958 (2016).