

Pure-Zirconium 의 ECAP 공정에서 금형의 교차각과 만곡각에 따른 재료의 변형거동해석

권기환* · 채수원** · 권숙인*** · 김명호**** · 황선근****

Analysis of Deformation Behavior due to Die Angles during Equal Channel Angular Pressing (ECAP) with Pure-Zirconium

G.H. Kwon, S.W. Chae, S.I. Kwun, M.H. Kim, S.K. Hwang

Key Words : severe plastic deformation (SPD) (극심한 소성변형), ultra-fine grains (UFG) (초립자), equal-channel angular pressing (ECAP) (등통로각압축), FEM (유한요소법), pure-Zirconium (순수 지르코늄).

Abstract

There has been a number of investigations in recent years reporting the results obtained on the structure and properties of metals deformed to severe plastic deformation (SPD). Being deformed to SPD, ultra-fine grains (UFG) are usually formed, and UFG structure exhibits fundamental differences in original physical properties. One method often used to obtain SPD is equal channel angular pressing (ECAP). In order for this technique to be exploited, it is important to understand the deformation behavior during the ECAP processing and relationship to the configuration of die. The finite element method (FEM) has been used to investigate this issue. It has been found that the plastic deformation is sensitive to the channel angle and material properties and is not uniform across the width of the specimen and the pressing load is relative to deformation during the ECAP processing

기호설명

Φ : 교차각(channel angle)

Ψ : 만곡각(corner angle)

1. 서론

초미립 결정을 갖는 재료들은 고강도(high strength), 초소성 변형(superplastic deformation), 고내식성(high corrosion resistance) 등과 같이 물리적,

또는 기계적으로도 아주 우수한 특징을 지닌 초금속(super metal)으로 알려져 있으며, 최근 전세계적으로도 이러한 초금속에 대한 관심이 증가되고 있는 추세이다. 이러한 초미립 재료들의 제조 방법은, 급속 응고법(rapid solidification), 기상 증착법(vapor deposition), 기계적 합금화법(mechanical alloying), 극저온 성형법(cryogenic metal forming), 극심한 소성변형법(severe plastic straining)과 같은, 특정한 공정기술의 도입에 의해서 가능한 것으로 알려져 있다. 그러나 이러한 방법들 중에서 분말을 이용한 제조 방법은 덩어리를 제조하는 과정에서 제품에 기공이 잔류해 있거나 이 기공을 제거하는 과정에서 결정립이 성장하는 등의 문제가 보

* 고려대학교 대학원 기계공학과

** 고려대학교 기계공학과

*** 고려대학교 금속공학과

**** 인하대학교 금속공학과

고 되고 있다. 따라서 덩어리 자체에서 결정을 미립화할 수 있는 극심한 소성변형법이 산업현장에서 실제 응용이 가능하고, 또 대량 생산에 적합한 공정으로 고려되고 있는 추세이다.⁽¹⁻⁵⁾

최근, 재료에 극심한 소성변형을 가할 수 있는 방법으로 CEC(Cyclic Extrusion Compression), TS (Torsion Straining under high pressure), ARB (Accumulative Roll-Bonding), ECAP(Equal Channel Angular Press)과 같은 극한 가공법이 알려져 있으며, 이들 중에서 ECAP 공정은 다른 공정들에 비해 다음과 같은 장점이 있다. 즉, TS 공정이 플란저에 접해 있는 시료 부위와 시료 내부 간의 소성 변형량이 크게 다름에 비해 ECAP 공정은 시료 내부까지 극심한 소성변형이 가능하며, 또 ARB 공정이 청정 상태를 유지하기 위한 분위기 및 청정 조건의 제어가 매우 까다롭다는 데 비해 ECAP 공정은 광범위한 온도 범위 안에서도 작업이 가능할 뿐만 아니라 공정 중에 정확한 온도 제어가 가능하므로 소성변형 시 온도의 제어도 용이하며, 또한 ECAP 공정은 여러 공정 변수들(온도, 압력, 분위기, 가공 수, 가공 방향 등)의 제어가 용이하고 이것들의 조합에도 용이하다.

그러나 ECAP 공정은 이러한 기술적 장점에도 불구하고 전세계적으로 아직 연구단계에 머물러 있기 때문에 이것을 실제 산업현장에 적용하기 위해서는 ECAP 공정에 대한 기초연구를 통하여 재료의 변형 거동 등에 대한 기초적인 고찰을 필요로 한다. 그런데 지금까지 ECAP 공정에 대한 연구는 주로 재료의 미세조직 변화에만 집중되었고, 최근에서야 ECAP 공정에 대한 유한요소 해석이 시도되었다. Prangnell 등⁽⁶⁾은 2 차원 강소성 평면 변형률 요소를 사용하여 알루미늄 시편에 대하여 만곡각을 0°로 하고 교차각 90°인 경우와 100°인 경우를 DEFROM[®]으로 마찰과 무마찰 조건에 대하여 해석하였다. 김희수 등⁽⁷⁾은 ABAQUS[®]로 2

차원 평면 변형률 요소를 사용하여 마찰과 재료의 가공 경화를 무시하고, 교차각 90°에서 만곡각의 변화에 따른 시편의 변형 거동을 살펴보았다. Bowen 등⁽⁸⁾은 2 차원 강소성 평면 변형률 요소를 사용하여 알루미늄 시편에 대하여 만곡각을 0°로 하고 교차각 90°인 경우와 120°인 경우를 DEFROM[®]으로 마찰과 무마찰 조건에 대하여 해석하였다. 서민홍 등^(9,10)은 2 차원 강소성 평면 변형률 요소를 사용하여 알루미늄 시편에 대하여 만곡각 90°, 교차각 90°인 경우를 DEFROM[®]으로 마찰과 무마찰 조건에 대하여 해석하였다. Liu 등⁽¹¹⁾은 H62(Cu-38%Zn)에 대하여 마찰을 고려하여 CCE(changing channel extrusion) 공정과 다단 ECAP 공정을 해석하였다. 이들의 연구는 ECAP 공정에 대한 많은 정보들을 제공하였다. 그러나 이들 논문들은 주로 알루미늄과 같은 연성 재료를 사용하여 해석하고, 얻어진 해석 결과와 이론치가 거의 일치하는 것으로 보고하였다. 그러나 물성치에 따라서 차이가 발생할 것으로 예상된다.

따라서 본 논문에서는 ECAP 공정에 대한 유한요소 해석에서 알루미늄보다 상대적으로 강성이 큰 pure-Zirconium 을 사용하여 ABAQUS[®]로 해석하고, 금형의 교차각과 만곡각에 따른 재료의 변형 거동과 전체 공정에서 가공력을 살펴보고 기존의 결과들과 비교하였다. 그리고 ECAP 을 교차각 135°, 만곡각 45°인 금형에 대하여 실험하고 유한요소 해석 결과와 비교해 보았다.

2. ECAP 공정

ECAP 가공은 Segal 등⁽¹²⁾에 의해 처음 제안된 방법으로, 다결정 금속을 특별히 고안된 금형을 통과시켜 재료에 극심한 소성변형을 가함으로써 재료의 결정립을 미세화시키는 방법이다.

ECAP 가공에 사용되는 금형은 Fig. 1에서 보는 바와 같이 거의 동일한 단면을 갖는 두 채널

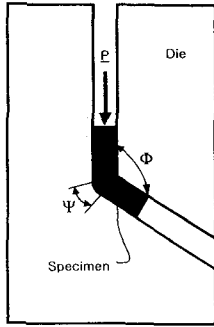


Fig. 1 Schematic diagram of ECAP.

(channel)을 일정한 각으로 교차하는 특수한 형태를 가진다. 두 채널이 교차하는 부분에는 Fig. 1에서 보는 바와 같이 두 개의 각을 정의할 수 있다. 이 중에서 ECAP 공정에서 가장 중요한 변수는 두 채널이 이루는 각이다. 이를 교차각(Φ)이라 정의하고, 두 채널이 교차하는 외벽 부분에 존재하는 원호를 정의하는 각을 만곡각(Ψ)이라 한다.

ECAP 공정에서 재료는 두 채널이 교차하는 부분을 통과하면서 극심한 소성변형을 한다. 이 때 발생하는 변형은 주로 단순 전단(simple shear) 변형으로 Segal 등⁽¹²⁾이 이에 대한 이론적 해석을 최초로 제시하였다. 그는 만곡각(Ψ)이 0° 인 금형에 대하여 금형과 재료의 마찰을 무시한 채 전단 변형률과 교차각(Φ)의 관계식을 유도한 바 있다. 그리고 Iwahashi 등⁽¹³⁾은 이 식을 보다 더 일반화하였다. 즉, Iwahashi 등은 ECAP 공정에서 마찰이 없다고 가정하여 교차각(Φ)과 만곡각(Ψ)에 따른 금형의 구조만 생각하고, 재료가 금형의 교차 부분을 통과할 때 발생하는 소성 변형량을 단순한 경로차에서 유도되는 전단 변형률로 수식화 하였다.

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad (1)$$

Iwahashi 등에 의하여 유도된 식(1)은 만곡각(Ψ)

이 0° 일 때 Segal 등에 의하여 유도된 결과와 동일하며, 식 (1)에서 알 수 있는 바와 같이 교차각(Φ)과 만곡각(Ψ)이 작을수록 전단 변형률이 증가한다. ECAP 공정에서 순수 전단 변형만 발생한다고 가정하여, 식 (1)에서 정의된 전단 변형률에서 유효 변형률(equivalent plastic strain)을 유도해 보면 식 (2)와 같이 된다. 또한 식 (2)에서 교차각(Φ)과 만곡각(Ψ)이 주어지면 유효 변형률을 계산할 수 있다.

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \left(2 \cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right) \quad (2)$$

그러나 위의 이론치들은 실제 ECAP 공정에서 얻는 결과와는 차이가 있다. 특히 소성변형은 재료 전체에 걸쳐 균일하게 발생하는 것이 아니고 특정 지역에서는 상이한 형태의 변형 거동이 발생한다.⁽⁷⁾ 따라서 보다 더 정확한 결과를 예측하기 위해서는 유한요소 해석이 필요하다.

3. 유한요소해석과 실험

유한요소 해석에서 시편을 2 차원 4 절점 평면 변형률 요소로 사용하였으며, 시편의 물성치는 pure-Zirconium 에 대한 압축시험에서 얻어진 결과를 사용하였다. pure-Zirconium 의 압축시험에서 프레스 속도는 1.5mm/min 이고, 공칭 변형률은 0.003/sec 이며, 상온에서 실시되었다. 이 시험에서 얻어진 응력과 변형률의 관계는 Fig. 2 에서 보여 주고 있다.

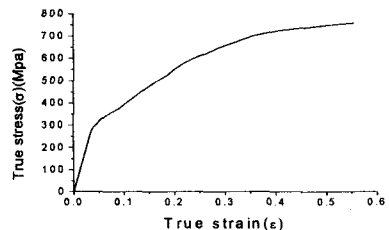


Fig. 2 Material property of pure-Zirconium

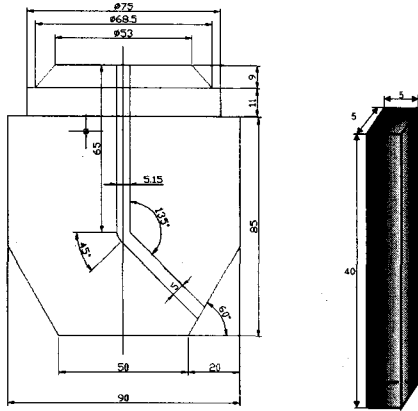
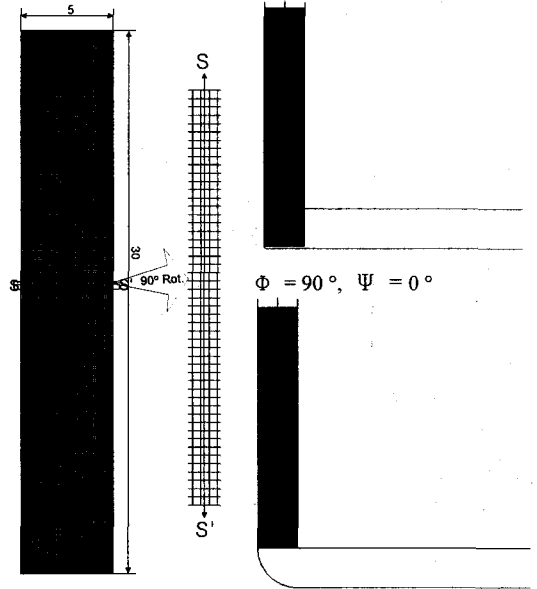


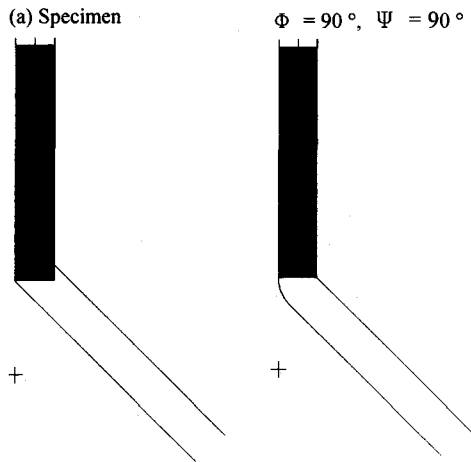
Fig. 3 Experimental model of ECAP.

ECAP 공정 실험은 Fig. 3 에서 보는 바와 같이 교차각(Φ)이 135° 이고 만곡각(Ψ)이 45° 이며, 입구 쪽 채널(channel)의 면적이 $5.15\text{mm} \times 5\text{mm}$ 이고 출구 쪽 채널의 면적이 $5\text{mm} \times 5\text{mm}$ 인 금형과, pure-Zirconium 로 제조되고 크기가 $5\text{mm} \times 5\text{mm} \times 40\text{mm}$ 인 시편을 사용하였다. 가공 조건은 물성치를 얻을 때 사용된 조건과 동일하다. 금형은 SK11 종을 사용하였다.

유한요소 해석에서 금형의 교차각과 만곡각에 따른 변형 거동의 차이를 보기 위하여, Fig. 4 에서 보는 바와 같이 금형을 모두 강체 요소로 사용하여 네 가지 금형에 대하여 해석하였다. 이들 금형 내부 교차부에 0.1mm 정도의 필렛(fillet)을 주었다. 이것은 접촉 해석 시 각진 부분에서 발생할 수 있는 수치적 불안정성을 해결할 뿐만 아니라, ECAP 공정 실험에서 내부 교차부의 각진 모서리는 컷히 가공 후에 관찰하면 마모나 소성 변형에 의하여 둥글게 된다. 따라서 수치적으로나 실제 ECAP 공정과 비교해도 약간의 필렛을 내부 교차부에 주는 것이 합리적인 것으로 사료된다. 해석에 사용된 시편의 크기는 Fig. 4 에서 보는 바와 같이 가로 5mm , 세로 30mm 이고, 이 때 사용된 요소의 개수는 가로 50 개, 세로 300 개, 총 15000 개이다. 해석 조건으로는 플랜저를 아래로 30mm 만큼



(a) Specimen



$\Phi = 135^\circ, \Psi = 0^\circ$ $\Phi = 135^\circ, \Psi = 45^\circ$

Fig. 4 FE model with rigid ECAP die

변위를 주고 플랜저에 작용하는 힘과 변위의 관계와 Fig. 4(a)에 표시된 단면 S-S'에서의 유효 변형률을 살펴보았다. 실험에 사용된 시편의 길이와 유한요소 해석에 사용된 시편의 길이 차이는 ECAP 공정해석에서 시편의 길이가 시편 폭의 5 배 이상이면 충분한 정보를 제공할 수 있기 때문이다. 그리고 유한요소 해석에서 평면 변형률 요소를 사용함으로써 두께가 단위길이(1mm)인 것을

주지하고 실험 자료와 비교시 주의하여야 한다.

4. 해석결과에 대한 고찰

4.1 시편 폭으로의 변형 특성

Fig. 5 는 단면 S-S'에서의 유효 변형률을 보여 주고 있다. Fig. 5 에서 보는 바와 같이 단면 S-S'에서 S 쪽에서 S'으로 갈수록 유효 변형률의 증가가 교차각이 작을수록 크다는 사실을 알 수 있다. 이와 같은 차이는 시편의 변형 특성에서 그 원인을 찾을 수 있다. Iwahashi 등⁽¹³⁾은 교차부에서 발생하는 변형을 순수 전단 변형으로 가정하고 시편이 교차부를 지날 때 속도가 일정하다고 가정하고 유효 변형률을 유도하였다. 그러나 ECAP 공정에 대한 해석에서 교차부를 지날 때 S 쪽에서 인장 응력이 작용하고 이 응력에 의하여 S 쪽에서 변형 속도가 증가하기 때문에 균일한 속도 분포를 유지할 수가 없다. 이와 같은 내용은 Fig. 6 에서 단면 S-S'에서의 변형률 분포를 보면 알 수 있다.

Fig. 6 에서는 교차각 90°, 만곡각 0°인 금형과 교차각 135°, 만곡각 45°인 금형에 대하여 소성 변형률을 보여주고 있다. 교차각이 90°인 경우와 교차각이 135°인 경우 전단 변형률에도 차이가 발생하지만, 시편 길이 방향의 소성변형이 교차각이 90°인 경우는 S 쪽에서 S'으로 갈수록 증가하여 모든 영역에 걸쳐 인장 변형이 발생하는데 비하여, 교차각이 135°인 경우에 S 쪽의 양의 값에서 S'으로 갈수록 감소하여 음의 값이 된다. 이것은 교차각이 90°인 경우는 시편에 작용하는 힘이 일직선에 작용하지만, 교차각 135°인 경우는 플랜저의 가공력과 출구쪽 외부면에서 작용하는 힘이 45°로 기울어져 있기 때문에 시편이 교차부를 지날 때 굽힘 모멘트가 작용하여 S 쪽에는 인장, S' 쪽에는 압축 변형을 발생시키는 것으로 사료된다. 이와 같은 변형 거동 때문에 교차각이 클수록 단면 S-S'을 따라서 속도 차이가 증가한다.

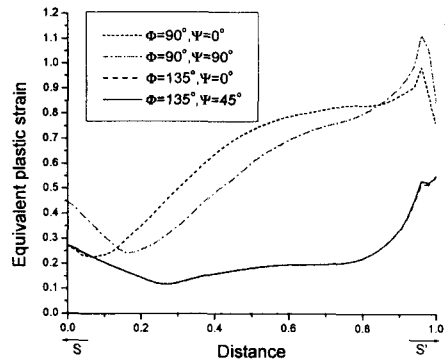


Fig. 5 Equivalent plastic strain at section S-S'

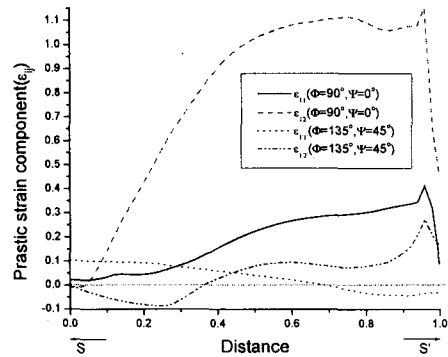


Fig. 6 Prastic strain components at section S-S'

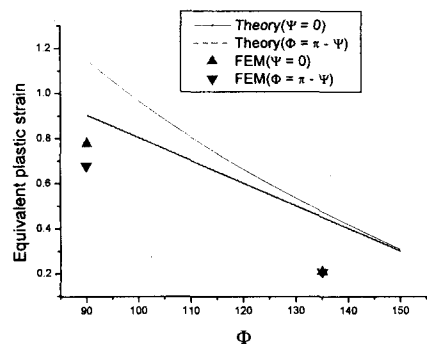


Fig. 7 Comparison between theoretical and FE solutions of equivalent plastic strain

따라서 시편의 소성 변형량은 Fig. 7 에서 보는 바와 같이 이론치보다 적은 값을 가진다. 그리고 이

론치와 유한요소 해석 결과의 비가 교차각 90° 에서는 약 70% 정도이며, 교차각 135° 에서는 약 45% 정도이다. 이와 같은 사실에서 시편의 길이 방향의 변형량은 ECAP 공정에 발생하는 전단 변형량에 영향을 주는 것으로 사료된다. 그 외 다른 두 금형에서도 만곡각에 따라서 약간의 차이는 발생하지만 교차각이 같으면 거의 같은 형태의 변형을 분포를 관찰할 수 있었다. 이와 같은 사실에서 만곡각은 강성이 큰 재료에서 변형 거동에 큰 영향을 주지 못한다는 것을 알 수 있다.

4.2 변위와 가공력에 따른 분류

서민홍 등^(9,10)은 교차각 90° , 만곡각 90° 인 ECAP 공정에 대한 해석에서 변위와 가공력 관계에 따라서 5 구간으로 나누었다. 그러나 교차각 90° , 만곡각 0° 에서는 서민홍 등의 구간 분류방식에 의하여 분류하기가 곤란하며, 네 가지 해석 결과를 비교해 본 결과, 구간 II와 구간 III을 하나의 구간으로 취급하기로 한다. Fig. 8은 변위와 가공력 관계를 보여주고 있다. 본 해석에서는 금형과 시편의 접촉면에 마찰을 무시하였기 때문에 플랜저에 의한 일은 모두 시편의 변형에 사용된다. 따라서 임의의 순간의 가공력과 그 순간의 변형량은 밀접한 관계를 유지할 것으로 사료된다. 이와 같은 사실은 Fig. 9의 시편의 유효 변형률 분포와 Fig. 8에서 나타나는 가공력의 이력 곡선이 거의 일치하는 사실에서 더욱 분명해진다. 가공력의 이력 곡선을 기준으로 ECAP 공정을 다음과 같이 네 구간으로 나누었다. 구간 I은 Fig. 8의 변위-가공력 그래프에서 초기 가공력 증가하는 부분이다. 구간 II는 가공력이 변동하면서 정상 상태가 되기까지의 단계이다. 구간 III은 거의 가공력이 일정한 구간이다. 구간 IV는 다시 가공력의 변하는 구간이다. 이와 같은 가공력의 변화는 교차각과 시편이 교차부를 지날 때의 형상에 밀접한 관계를 가진다. 즉 시편이 교차부를 지날 때,

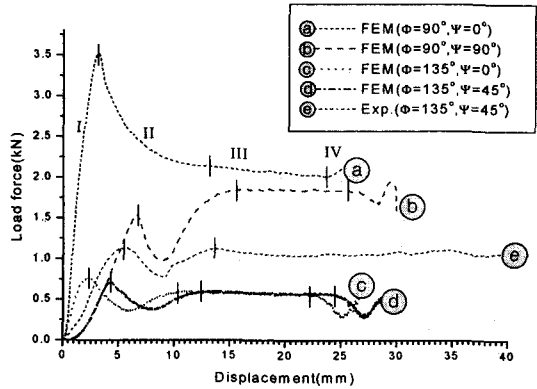


Fig. 8 Displacement-Load graph

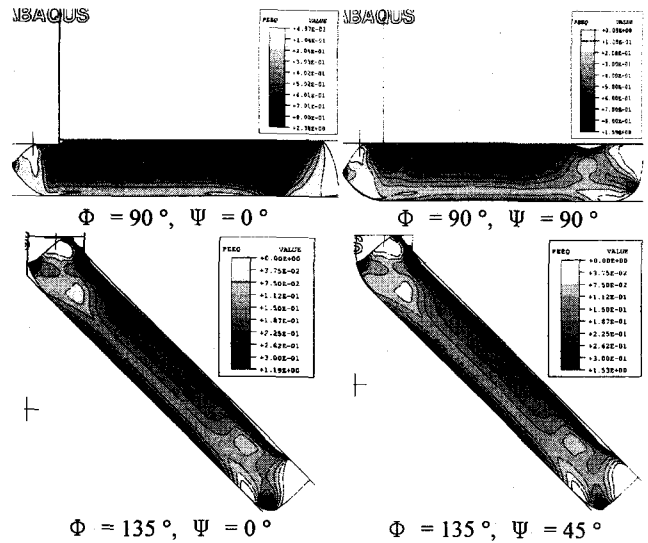


Fig. 9 Contour of equivalent plastic strain

시편은 정확히 금형의 형상을 따라가지 못하고 틀이 발생하며, 원호를 그리며 변형한다. 이 원호의 길이에 따라서 동일한 교차각은 갖은 ECAP 공정의 가공력이 결정된다. 즉, 이 원호의 길이가 작을수록 동일한 교차각을 갖은 ECAP 공정에서 가공력이 증가한다. 이러한 원호의 발생은 시편의 물성치와 마찰에 따라서 차이가 발생할 것으로 생각된다. 이와 같은 사실은 기존의 알루미늄과 같은 연성 재료의 해석에서는 시편의 외부면, 즉 S 쪽의 무전단 영역을 제외하고는 이론치에 거의 일치하는데 비하여, 상대적으로 강성이 큰 재료인

pure-Zirconium에서는 Fig. 5 과 Fig. 7 에서 보는 바와 같이 이론치에 미치지 못한다. 또한 알루미늄 등과 같은 연성재료를 사용한 기존의 논문에서 볼 수 있는 뚜렷한 무전단역도 쉽게 관찰되지 않는다. 따라서 재료의 물성치도 변형 거동에 영향을 끼치는 것으로 사료된다. 해석의 신뢰성을 평가하기 위하여 실험 결과와 비교하면 가공력 패턴은 Fig. 8 에서 보는 바와 같이 유한요소 해석과 유사하다. 그런데 실제 실험과 해석 결과에서 가공력의 차이는 마찰 때문에 출구쪽 채널에서 발생하는 역압력 때문이라고 판단된다.

5. 결론

본 해석에서 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1. 강성이 큰 pure-Zirconium 에서 변형거동에 대한 만곡각의 영향은 알루미늄 등과 같은 연성재료에 비하여 줄어든다. 또한 교차각이 클수록 만곡각의 변형 거동에 대한 영향은 줄어든다. 이와 같은 현상은 강성이 큰 재료는 교차부에서 금형의 형상을 따라서 변형되지 못하고 시편의 외부면, 즉 S 쪽에서 큰 원호를 그리며 변형하기 때문으로 판단된다.
2. 교차각이 90° 이상이면 시편이 교차부를 지날 때 굽힘 모멘트를 받는다. 이와 같은 응력 분포는 교차부에서 균일한 변형 속도를 보장하지 못하다. 이런 이유들 때문에 유한요소 해석 결과와 이론치가 차이를 보이는 것으로 판단된다. 이러한 현상은 교차각이 클수록 증가한다.
3. 시편의 변형이 정상상태에 도달하기까지의 플렌저의 변위는 교차각이 클수록 감소한다.
4. 시편의 외부면, S 쪽에서는 전단 변형보다는 인장 변형에 의하여 주로 소성 변형이 발생한다.
5. 가공력으로 평균 변형량을 판단할 수 있다. 즉, 가공력과 변형량은 같은 이력을 보여준다.

후 기

본 논문은 원자력 기초 연구사업의 연구비 지원으로 이루어진 것으로서, 이에 관계자 여러분께 감사드립니다.

참고문헌

- (1) K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon, *Acta mater*, 1998, "Influence of Channel Angle on the Development of Ultrafine Grains in Equal-Channel Angular Pressing," Vol. 46, No. 5 pp. 1589~1599.
- (2) M. Kawazoe, T. Shibata, T. Mukai, and K. Higashi, 1997, "Elevated Temperature Mechanical Properties of a 5056 Al-Mg alloy Processed by Equal-Channel-Angular-Extrusion," *Scripta metall.*, Vol. 36, No. 6, pp. 699~705.
- (3) M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon, 1998, "The Shearing Characteristics associated with Equal-Channel Angular Pressing," *Mater. Sci. & Eng.(A)*, Vol. No.2, pp. 328~332.
- (4) 고흥석, 장주연, 최성규, 문인기, 1999, "고속전단가공법에서 전단 변형 특성," *대한금속학회지*, 제 37 권 제 4 호, pp. 441~447.
- (5) 신동혁, 오개희, 김우진, 이상우, 주용용, 1999, "ECAP 강가공에 의한 0.15% C 강의 결정립 미세화," *대한금속학회지*, 제 37 권 제 9 호, pp. 1048~1054.
- (6) P.B. Prangnell, C. Harris and S.M. Roberts, 1997, "Finite Element Modelling of Equal Channel Angular Extrusion," *Scripta Mater.*, Vol.37, No.7, pp. 983~989.
- (7) 김희수, 서유진, 박종우, 1999, "Equal-Channel Angular Pressing 에서의 변형거동해석," *대한금속학회지*, 제 37 권, 제 9 호, pp. 1064~1068.
- (8) J.R. Bowen, A. Gholinia, S.M. Roberts, P.B. Prangnell, 2000, "Analysis of the Billet Deformation Behavior in Equal Channel Angular Extrusion," *Mater. Sci. & Eng.*, Vol(A)287, pp. 87~99.
- (9) 서민홍, 김형섭, 홍순익, 2000, "등동로각압축(ECAP) 공정의 유한요소해석," *대한금속·재료 학회지*, 제 38 권 제 1 호, pp. 136~140.
- (10) 서민홍, 김형섭, 2000, "등동로각압축(ECAP) 공정에서 다이 마찰 효과에 대한 수치적 해석," *한국소성가공 학회지*, 제 9 권, 제 3 호, pp. 219~225.
- (11) Liu Zuyan, Liu Gang, Z.R. Wang, 2000, "Finite Element Simulation of a new Deformation Type Occurring in Changing-Channel Extrusion," *J. Mater. Processing Tech.*, Vol. 102, pp. 30~32.
- (12) V.M. Segal, V.I. Rezenikov, A.E. Drobyshevskiy, V.I. Kopylov, 1981, "Plastic Working of Metals by Simple Shear," *Metally(Eng. Trans. : Russian Metallurgy)* Vol.1, pp. 99~105.
- (13) Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto M. and T.G. Langdon, 1996, "Principle of Equal-Channel Angular Pressing for the Processing of Ultra-Fine Grained Metals," *Scripta Mater.*, Vol. 35, No.2, pp. 143~146.