

2024 Al 합금의 ECAP 공정에 따른 미세조직 변화와 강도특성

김선화 · 최용락[†]

순천향대학교 신소재공학과

Microstructures and Mechanical Behavior of 2024 Al Alloys Deformed by Equal Channel Angular Pressing

Seon-Hwa Kim and Yong-Lak Choi[†]

Department of Materials Engineering, Soonchunhyang University, Asan 336-745, Korea

(2005년 12월 2일 접수, 2005년 1월 6일 최종수정문 제출)

Abstract 2024 Al alloys were severely deformed by equal channel angular pressing(ECAP) to obtain an ultra-fine grain structure. The more deformation amount increased, the more grain size decreased. Most of the grain structure were changed from elongated to equiaxed shape with increasing pass number. The morphology of S' phases was also changed from rod-type to spherical type. The grain size of 6 passed specimen was 100 to 200 nm, and the size of S' phases was about 10 nm in the microstructure. XRD measurements have revealed that the texture formed by plastic deformation disappeared in the 6 passed specimen. SP test results described that the start of crack propagation occurred at the transition zone between plastic bending and membrane stretching because of small elongation. The maximum strength of ECA pressed specimen increased 1.9 GPa to 2.9 GPa with increasing pass number.

Key words ECAP, 2024 Al alloy, S' phase, small punch test, microstructure.

1. 서 론

재료의 강도와 인성을 동시에 향상시키고, 초소성, 고효율 성장 등과 같은 기계적 특성을 증가시키기 위하여 결정구조를 submicron 이하로 미세화 시키는 여러 방법들이 개발되어져왔다. 재료내의 결정구조를 미세화 시키는 방법으로는 가공열처리법, 분만야금법, 규칙용고법, 소성가공법, 기계적 압축법 등이 있는데, 기계적 압축법을 제외한 다른 방법으로는 결정구조를 submicron 까지 미세화 시키기 어렵으며,^{1,2)} 가공량이 증가함에 따라 재료의 단면적이 감소되고, 대량생산이나 공정 중 불순을 제거 문제 때문에 상용화에 어려움이 따르는 단점이 있다.³⁻⁶⁾

이러한 문제점을 해결하기 위하여 재료에 신한 소성변형을 통하여 초미세결정구조를 만드는 강소성가공(severe plastic deformation)법이 개발되었다. 강소성가공법 중 구속전단가공(ECAP: Equal Channel Angular Pressing)법은 기존의 결정구조미세화 방법에서 발생하였던 단점을 개선한 방법으로⁷⁻¹⁰⁾ 두 개의 재널이 일정한 각을 이루고 있는 금형에 재료를 통과시킴으로서 높은 전단변형을 통하여 소성변형을 발생시켜 미세결정구조를 얻을 수 있는

가공법이다.^{11,12)} ECAP법은 반복적인 변형을 통하여 가공량이 증가하여도 재료의 단면적 감소가 없으며, 공정 후에 재료 내에 기공의 발생이 없고, 고강성재의 입체형상을 축소하여 submicron이나 nanometer 수준으로 결정구조를 미세화 시킬 수 있는 방법으로 알려져 다양한 금속 및 합금에 이 공정을 적용하여 미세조직을 개선하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다.^{13,14)}

2024 Al 합금은 Al-Cu-Mg 세의 대표적인 시호강화형 합금으로, 중량당 강도가 매우 커서 비행기나 자동차 등의 구조재로 사용되는 고강도 재료이다.¹⁵⁾ 일반적으로 Al 합금은 상대적으로 높은 저중열화 에너지를 가져 전위의 회복이 쉽게 일어나 재설정에 필요한 구동력이 감소되기 때문에 기존의 소성가공법으로는 미세결정구조를 제조하기 어려웠다. 이러한 이유로 Al 합금의 결정구조를 미세화 하기 위하여 주로 가공열처리법이 사용되어지고 있다.^{16,17)} ECAP 공정이 Al 합금에 대하여 적용되기 시작하면서 소성변형에 의한 결정구조미세화 연구가 진행되고 있으나,¹⁸⁾ 2024 Al 합금과 같은 시호강화 합금에 대하여 어떻게 미세조직이 변형되는지에 대한 기초와 이러한 미세조직 변화에 따른 재료강도의 변화 연구는 미흡한 실정이다.

따라서, 본 연구에서는 2024 Al 합금을 선정하여 신

E-Mail : marriott@hanmail.net

한 소성변형을 유발하는 ECAP 공정을 사용하여 가공횟수 증가에 따른 결정립과 석출상의 변형을 조사하였으며, 소량의 재료로부터 일축 인장 강도값을 간접적으로 평가할 수 있는 소형편치시험(Small Punch Test, SP시험)을 하여 ECAP 공정에 의한 미세조직과 강도 특성과의 관계를 조사하고, ECAP 의한 강도의 변화를 규명하고자 하였다.

2. 실험 방법

2.1 표준시료제작

본 연구에 사용된 재료는 상용 Al 2024로서, 화학조성을 Table 1에 나타내었다. 시험재료는 먼저 495°C에서 2.5 시간 동안 고용화 처리하였으며, 290°C에서 1시간 동안 시효 처리 후 담금질(ice-quenching) 하였다.

2.2 ECAP 가공

가공횟수는 1회에서 6회까지 수행하였으며, ECAP에 대한 공정을 Fig. 1에 나타내었다. 다이의 두 채널 사이각은 각각 $\Phi=90^\circ$, $\Psi=20^\circ$ 로 하였다. ECAP 성형 가공은 Route Bc 공정법(90° 회전)을 사용하여, 압력 200 ton, 온도 200°C, strain rate는 0.04/s로 하였다. 시편이 채널을 통과한 가공횟수를 N이라 할 때 시료에 가해지는 유효변형량 ϵ 은 식 (1)로 나타내어질 수 있으며, 식 (1)에 의하여 계산한 결과 유효변형량의 크기는 가공횟수와 거의 일치하는 값을 갖는다.

$$\epsilon_N = N \left[\frac{2 \cot\left[\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right] + \Psi \cosec\left[\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right]}{\sqrt{3}} \right] \quad (1)$$

2.3 ECAP 시편의 미세조직 관찰

ECAP 가공에 의한 미세조직의 변화를 관찰하기 위하여 XRD(D/Max-220PC, RIGAKU)를 사용하여 ECAP 가공횟수에 따른 상변화 및 집합조직의 영향을 조사하였으며, 투과전자현미경(JEM-2010, JEOL)으로 미세조직과 생성되는 석출상의 상화인 및 크기변화를 관찰하였다.

2.4 소형편치 시험

ECAP 가공에 의해 얻은 봉재의 길이방향 및 횡방향에 대해 SP 시험에 의한 강도 특성을 평가하기 위해서 길이방향 L-시편과 횡방향 T-시편을 준비하였다. 시편면은 와이어 절단으로 $10 \times 10 \times 0.7$ (mm)로 가공한 후 두께는 0.5 mm까지 표면 연마하였다. 표면 조도의 영향을 최소화하기 위해 최종 연마는 1200 Grit 연마지를 사용하여 마무리 하였다. 특히, 강도 이방성을 갖는 L-시편의 경우는 연마 흠집이 강도에 미치는 영향을 최소화하기 위해 최종 연마에 의한 연마 흠집 방향을 횡방향과 일치하도록 하였다. SP시험은 MTS Sintech 5/G 30kN 용량의 소형 재료시험기를 사용하여 추정하였으며, ASTM E643-84 (2000)에 준하여 변위속도를 0.5 mm/min로 하였다. 이때, 하중을 가한 불의 직경은 2.4 mm, 하부 다이의 내경은

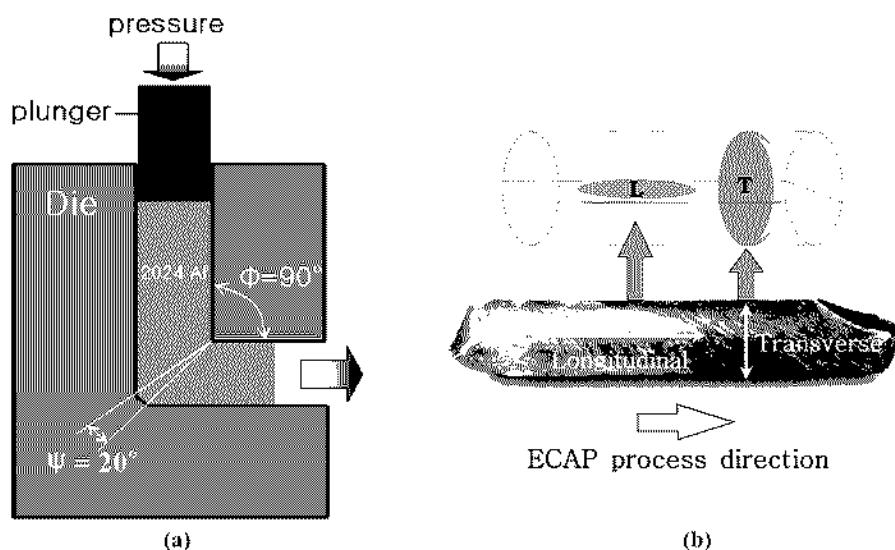


Fig. 1. (a) Schematic diagram of ECAP die (b) Plane nomination of the specimen.

Table 1. Chemical composition of Al 2024 by AISI(wt%).

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ni	Al
0.50	0.50	3.80~4.90	0.30~0.90	1.20~1.80	0.10	0.25	1.7~2.3	Bal.

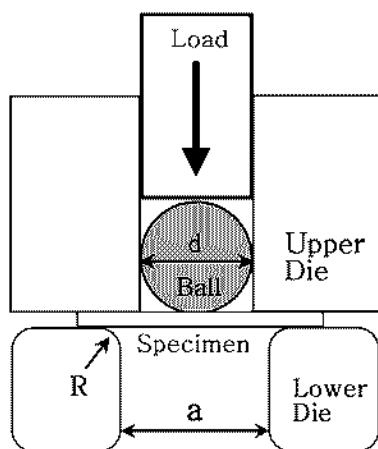


Fig. 2. Schematic diagram of small punch tester.

4 mm, 모서리 곡률반경은 0.2 mm 이었다. Fig. 2에 시험에 사용된 SP시험기의 단면 개략도를 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

ECAP 가공을 행한 재료는 소성변형 시 일어나는 slip에 의하여 가공방향으로 이방성을 가지게 되는데, 이러한 이방성 조직으로 인하여 L 방향 및 T 방향이 서로 다른 강도특성을 가질 것이라고 예상된다.^{19,22)} 이에 따라서 소량의 재료로 일축 인장시험으로부터 측정되는 강도값을 간접적으로 평가할 수 있는 SP시험법²³⁾을 사용하여 L 방향과 T 방향에 대하여 강도특성을 평가하였다.

ECAP 공정을 거친 2024 Al 합금재료의 L 및 T 방향에 대한 SP실험 결과로 얻은 편치하중-변위 곡선 그래프를 Fig. 3에 나타내었다. SP 시험의 전형적인 하중-변위 곡선의 형상은 초기 탄성영역(elastic bending), 소성굽힘영역(plastic bending), 멤브레인 신장영역(plastic membrane stretching) 및 최대하중 점 및 파단영역(plastic instability)으로 구분되지만, 일반적으로 Al 합금은 재료의 연성이 높아 멤브레인 신장 후에 파단이 발생하는 경우에 적용이 가능하다.²⁴⁾ 그러나 ECAP 된 2024 Al 합금에서는 연성이 적기 때문에 소성굽힘이나 멤브레인 신장 영역에서 균열이 발생하게 되므로 하중-변위 곡선의 형상이 달라지게 된다. SP 시험 결과를 보면 모든 시편에서 하중-변위 곡선에 천이영역인 A점이 나타났으나, 이것은 소성굽힘 영역과 멤브레인 신장 영역의 경계 영역이 아닌, 가공 경화에 의한 재료의 이방성의 영향으로 나타난 것으로 보여진다. 즉, 연성재료에서 SP 시험을 행할 때 나타나는 멤브레인 신장의 천이 영역과는 다른 현상으로, 2024 Al 합금의 ECAP 재료는 연성이 낮기 때문에 소성굽힘 발생 단계에서 이미 시편 하부에 균열이 생성되어 멤브레인 신장 영역 현상이

나타나기 전에 이미 파손이 발생하는 것에 기인한 것으로 보여진다. 이러한 빠른 균열의 발생은 재료가 가진 이방성에 의해 소성변형이 심한 L 방향과 일치하는 균열이 소성굽힘 변형 초기에 우선적으로 발생하게 된 원인도 있을 것이라 생각된다.

Fig. 4에 ECAP 공정을 거친 2024 Al 재료의 가공횟수 증가에 따른 SP 시험의 최대 하중의 변화를 시편이 받는 압력으로 변환하여 나타내었다. 여기서 ΔP 는 최대 하중 P_{max} 이며, t 는 시편의 두께 0.5 mm이다. 표준시료의 L 방향에서는 최대 편치하중 시 받았던 압력이 1.9 GPa였으며, 3회 가공 후 약 2.23 GPa로 증가하였고, 6회에서는 2.73 GPa로 증가하였다. T 방향에서도 표준시료는 1.82 GPa였으나 3회 가공 후 2.5 GPa로 증가하였고, 6회에서는 2.87 GPa의 값을 나타내어 가공횟수가 증가한수록 강도가 상승하고 있는 것을 알 수 있다. 또한 Fig. 3의 SP 시험 결과 표준시료에서는 L 방향과 T 방향에서 모두 천이영역 A 점의 최대하중이 거의 같은 것으로 나타났으나, ECAP 가공을 행한 시료에서는 모두 T 방향의 시료에서 A 점이 늦게 나타나고 최대하중도 더 높은 것으로 나타났다. 이것으로 보아 T 방향으로의 연신율이 더 큰 것을 알 수 있었고, ECAP 공정의 영향으로 길이방향인 L 방향과 횡방향인 T 방향의 기계적 강도가 서로 다른 이방성 재료거동 특성을 나타내었다. 그러나 Fig. 4에서 보여주는 바와 같이 최대 편치하중에 의한 강도는 1회 가공 후에는 L 방향과 T 방향이 큰 차이를 나타내었지만, 6회 가공 후에는 서로 근접하고 있는 것으로 보아, 이방성 특성이 감소하고 등방성 조직으로 미세조직이 변화하고 있는 것을 추론할 수 있다.

Fig. 5에 ECAP 가공된 2024 Al 합금을 Fig. 1(b)의 T면과 L면에 대하여 각각 측정한 X-선 회절 실험 결과를 나타내었다. 모든 시편에서 α -Al과 석출상인 Al_2CuMg 의 피크가 나타났음을 알 수 있다. 표준시료에서도 Al_2CuMg 상이 나타난 것으로 보아 Al_2CuMg 상은 ECAP 공정을 행하기 전 290°C에서 1시간동안 행한 시효처리에 의하여 이미 생성된 것으로 여겨지며, ECAP 공정 후에도 석출상의 상변화는 소성변형에 의한 내부에너지에 의하여 일어나지 않았다. 1회 가공 후의 X-선 회절 결과를 보면, 표준시료에 비하여 기지조직의 피크강도가 매우 크게 감소하였는데, 이것은 ECAP 가공에 의하여 결정체의 크기가 급격히 미세화 되고, 시편 내부에 생성된 전위 및 변형에 의한 결합의 증가에 기인한 것으로 여겨진다. 또한 가공횟수가 증가함에 따라 (111) 회절피크의 강도가 점차 감소하고 (200)의 겹출강도가 증가하여, ECAP 가공 시 소성변형에 의하여 T 방향에서 (200)의 집합조직이 형성되고 있음을 알 수 있다. 6회 가공 미만에서의 회절강도는 T 및 L 면 방향에서 (111)과 (200)

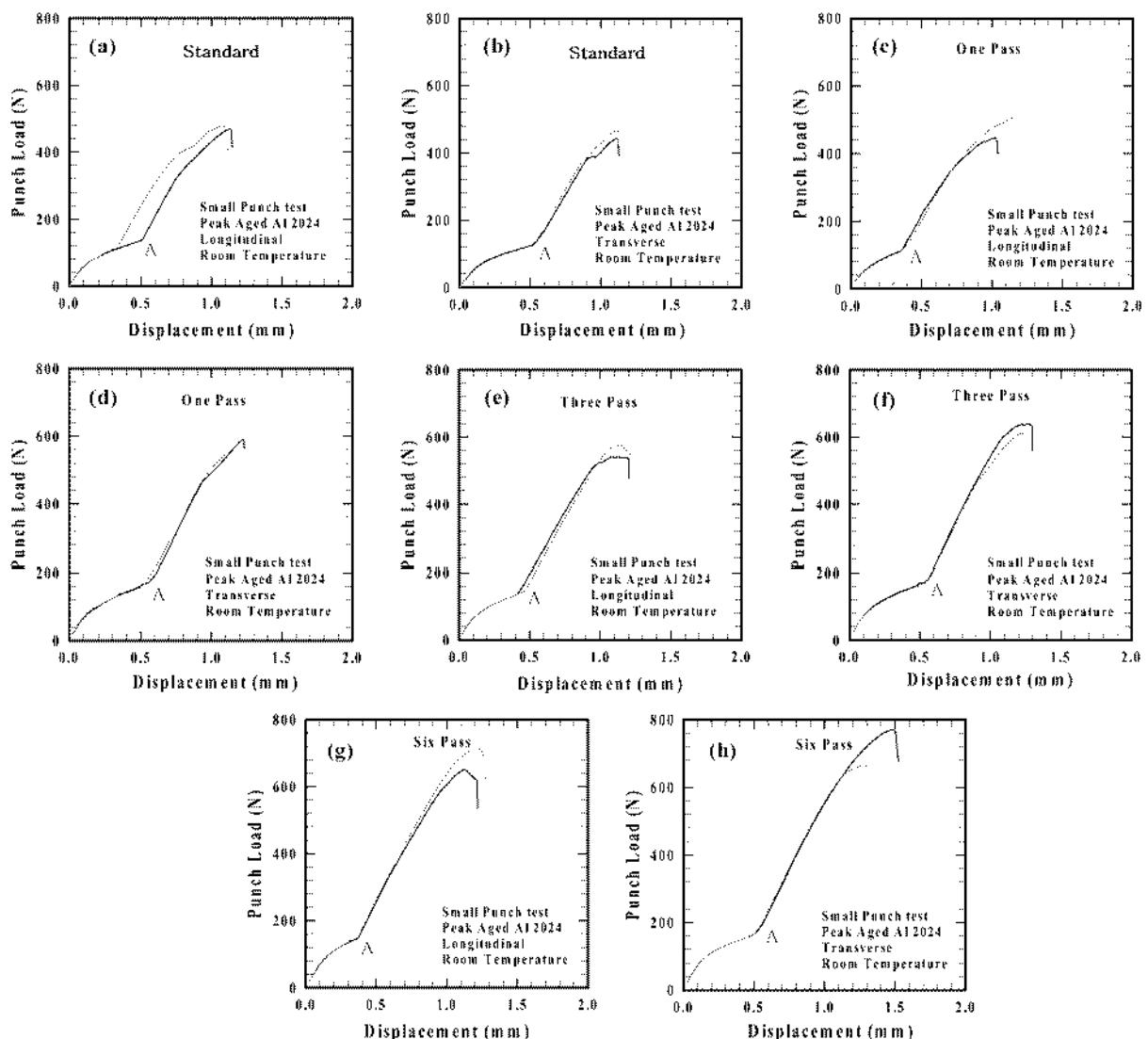


Fig. 3. Punch load vs. displacement measured by SP test for 2024 Al alloys processed by ECAP. (a) Standard L direction, (b) Standard T direction, (c) 1 pass L direction, (d) 1 pass T direction, (e) 3 pass L direction, (f) 3 pass T direction, (g) 6 pass L direction and (h) 6 pass T direction

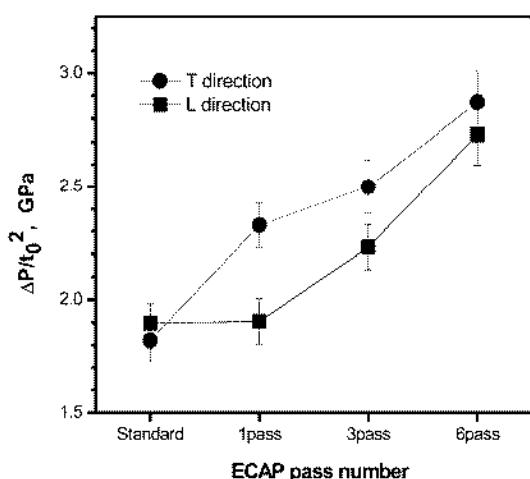


Fig. 4. Constituents of normalized maximum SP load.

의 겹출강도 크기 비가 서로 변갈아가며 달라지는 것으로 나타났으며, 이것은 ECAP 가공에 의하여 재료 내에 집합조직이 형성되어 이방성 특성을 나타내기 때문으로 여겨진다. 그러나, 6회 가공 후에서 T와 L 방향의 회절 피크의 형태가 분말시료에 의한 데이터와 같은 결과를 나타내어 등방성 조직으로 변화하고 있음을 나타내었다. 이에 따라 2024 Al 합금의 ECAP 공정에서 등방성 조직을 갖기 위해서는 6회 이상의 가공이 필요하다는 것을 알 수 있었으며, 뒤의 TEM 미세조직 결과에서도 이를 확인 할 수 있었다. 이와 같이 2024 Al 합금은 ECAP에 의하여 강도의 증가가 6회 가공의 경우 1.9 GPa에서 2.9 GPa로 매우 큰 증가를 보였다. 이러한 결과로 보아 ECAP 공정은 Al 합금의 강도증가에 매우 효과적인 방법으로 판단되었다.

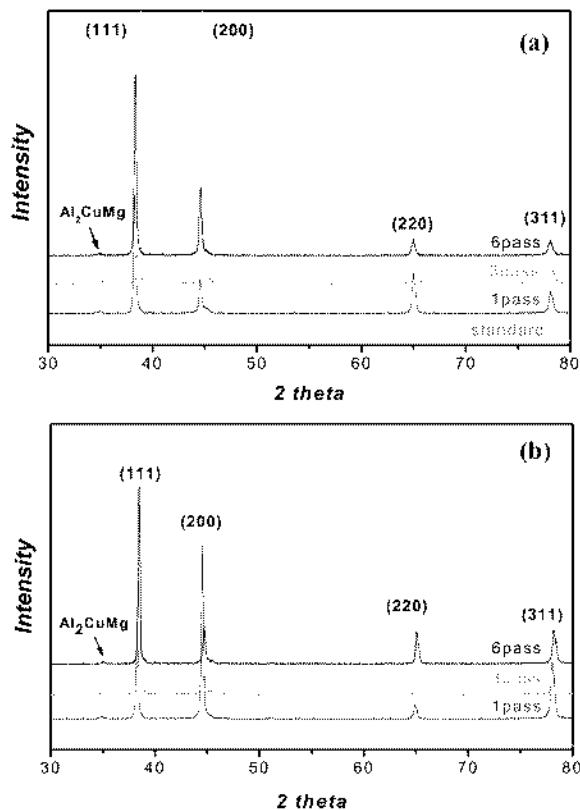


Fig. 5. X-ray Diffraction patterns of ECAPed 2024 Al alloy.
(a) T direction and (b) L direction

ECAP 가공 시 발생하는 2024 Al 합금의 미세조직과 석출물의 변화를 알아보고자 투과전자현미경을 사용하여 관찰하였다. 표준 시료를 비롯한 모든 시편에서 석출상이 나타났는데, 이것은 앞의 XRD 결과에서 확인하였던 Cu:Mg의 비가 2.2:1일 때 형성되는 orthorhombic 구조의 Al_2CuMg 상이며, 투과전자현미경의 SAD pattern 분석 결과 S' 상으로 확인되었다(Fig. 6). 일반적으로 S' 상은 lath 형태로 많이 나타나는데, 표준시료에서의 S' 상은 입계를 따라 평균 길이 30~45 nm, 폭 10 nm 크기

의 rod 형태로 석출되었다. Al-Cu-Mg 합금이 시효경화 될 경우에 석출물의 상변화는 일반적으로 고용체 \rightarrow GPB zones $\rightarrow \text{S}'' \rightarrow \text{S}' \rightarrow \text{S}$ 의 순서로 진행되며, Cu/Mg-rich 인 GPB zone이 재용해 됨에 따라 S' 상을 석출시켜 과시효가 발생하게 된다. 그러나 GPB zone은 S' 상의 핵으로서 역할을 하지 못한다는 연구결과도 있다.^{25,26)} Fig. 7에 가공량이 증가함에 따라 변화하는 미세조직과 SAD pattern을 나타내었으며, SAD pattern 관찰 시 aperture size는 500 nm로 하였다. 표준시편에서는 약 4 μm 크기의 결정립을 가진 미세조직이 관찰되었으며, 석출상은 주로 입계에 존재하였다. 그러나 1회 가공 후 전단변형에 의하여 결정립이 미세화되어 폭 100~200 nm, 길이는 약 400~600 nm의 연신된 형태의 결정립이 관찰되었다. 석출물은 표준시료와는 달리 입계에서 많은 양이 관찰되기 시작하고, 입내에서도 석출상이 나타나기 시작하였다. Fig. 7의 (d)와 (e)를 보면, 6회 가공에서는 큰 가공량에 의하여 결정립의 크기는 평균 약 100 nm 정도로 미세화 되었으며, 1회 가공된 시편에서 나타난 방향성을 가진 연신조직이 사라지고, T 및 L 방향 모두 등축의 결정립을 형성하였다. 이것은 Route Bc 공정에 의해 매회 가공 시마다 시편이 90°로 회전하여 각 방향에서 동일한 전단변형을 받았기 때문이다. 또한, 표준시료에서는 입계에서만 석출되던 S' 상이, 1회 가공 이후에는 입내에서도 S' 상이 석출되는 것이 관찰되었다. 이것은 ECAP 가공에 의한 전단변형에 의하여 결정립 내에 많은 전위들이 발생하고, 이러한 결합이 S' 상의 핵생성 자리로 쓰용하기 때문으로 여겨진다. ECAP 가공이 진행됨에 따라 S' 상의 크기는 감소하고 분율은 증가하였으며, 형태는 초기의 rod 모양에서 지름 10 nm 정도의 미세한 구형의 형태로 입내 및 입계에 모두 분포하고 있음을 확인 할 수 있었다. 이와같이 S' 상은 다양한 모양으로 결정구조를 가지는 석출상으로 기지내와 입계에 존재하였다.

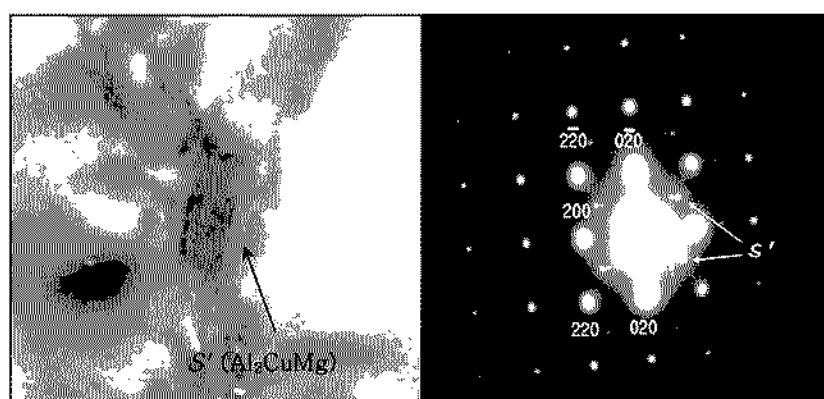


Fig. 6. TEM image and SAD pattern of 2024 Al alloy.

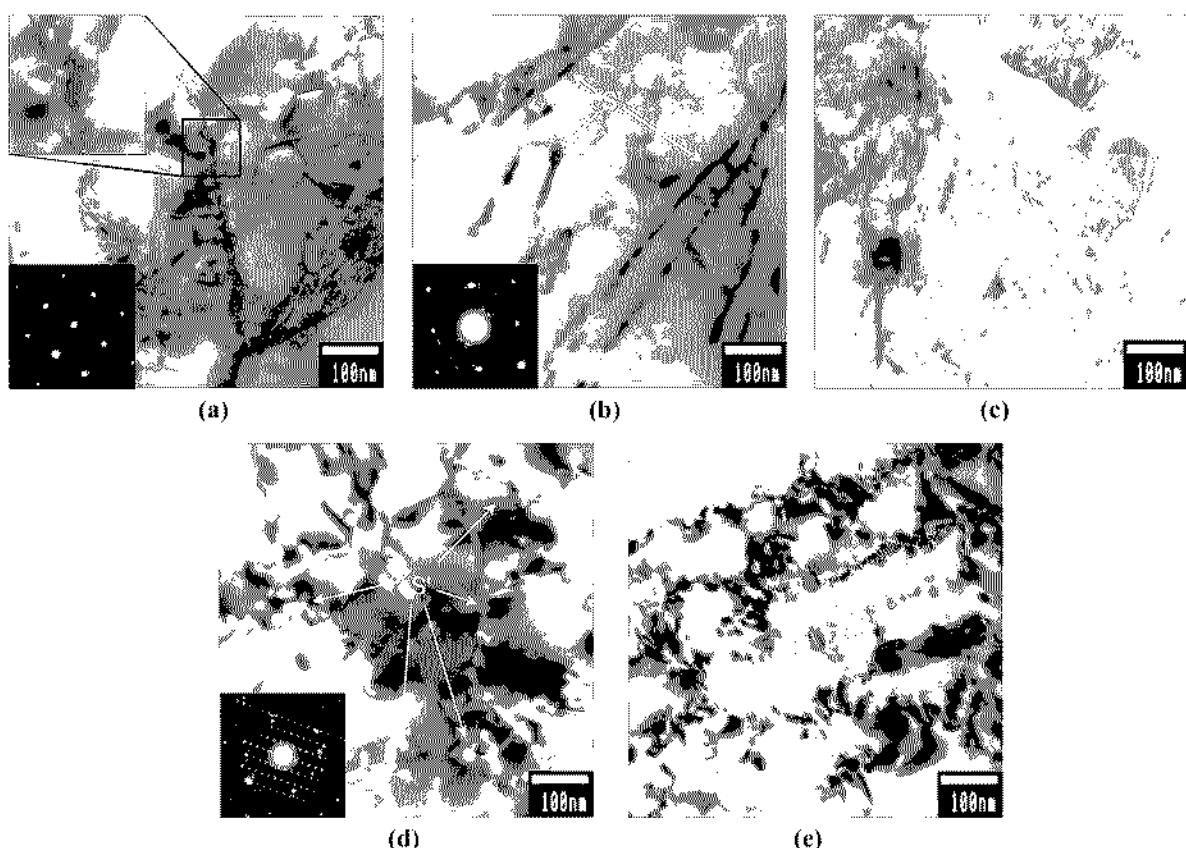


Fig. 7. TEM analysis for microstructures of ECAPed Al 2024 alloy. (a) standard, (b) 1 pass, (c) 3 pass, (d) 6 pass, T-direction and (e) 6 pass, L-direction

4. 결 룬

Al-Cu-Mg 계의 시효경화 합금인 2024 Al 합금을 사용하여 재료 내에 초미세립 조직을 용이하게 얻을 수 있는 ECAP 공정을 행하고, 시편에 가해진 변형량의 증가에 따른 SP 특성과 S'상의 모양 및 크기 변화를 조사한 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. SP 시험결과, ECAP 공정을 거친 2024 Al 재료는 가공량의 증가에 따라 최대변형하중 강도가 1.9 GPa에서 2.9 GPa로 증가하였다. 1회 가공된 시편에서는 L 방향과 T 방향의 강도가 서로 큰 차이를 보여 이방성 특성을 보였으나, 변형량이 증가함에 따라 값이 서로 근접하여 6회 가공 후에는 등방성조직으로 변화하여 L 방향과 T 방향의 강도 편차가 감소하였다.

2. T와 L 방향의 X선 회절실험 결과와 SP 시험결과로부터, 본 실험에 사용된 시편의 경우는 등방성 조직을 얻기 위해서 6회 이상의 가공이 필요하다는 것을 알 수 있었다.

3. 투과전자현미경 관찰결과, 표준시편의 경우 약 $4 \mu\text{m}$ 의 크기의 결정립이 1회 가공 후 전단변형에 의하여 폭 100 nm, 길이 약 400 nm의 연신편 결정립을 나타내었으

며, 가공량이 증가함에 따라 6회 가공된 시편에서는 약 100 nm 크기의 등축 결정립을 갖는 미세조직으로 변형되었다.

4. 표준시료에서 입계를 따라 길이 35-40 nm, 폭 10 nm의 S'상이 rod 형태로 석출되었으나, ECAP 가공이 진행됨에 따라 초기의 rod 모양에서 지름 10 nm 정도의 미세한 구형의 형태로 입내 및 입계에 모두 분포하였고, 석출상의 분율이 매우 증가하였다.

5. ECAP 가공에 의하여 변형된 미세한 결정립과 석출상의 분율 증가가 2024 Al 합금 강도증가에 결정적 인자라는 것을 확인할 수 있었다.

6. ECAP 후 2024 합금의 강도 특성은 초기에는 이방성을 나타내고 6회 가공 후에는 등방성을 갖는다는 것을 확인하였다.

감사의 글

본 연구과제는 2004년 순천향대학교 산업기술연구소 학술연구조성비 일반연구과제로 지원을 받아 수행하였습니다. 본 연구에 도움을 주신 한국기계연구원 강석봉 박사님께 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. Q. Jining, J. H. Han, Z. Guoding and J. C. Lee, *Scripta Materialia*, **51**, 185 (2004).
2. N. A. Akhmadeev, N. P. Kobelev, R. R. Mulyukov, M. Soifer and R. Z. Valiev, *Acta Metall. et Mater.*, **41**, 1041 (1993).
3. V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe and R. Z. Valiev, *Mater. Sci. Eng.*, **A299**, 59 (2001).
4. D. Owen, A. H. Chokshi, Y. Ma and T. G. Langdon : *Brit. Ceram. Proc.*, **51**, 61 (1993).
5. H. Nagahama, K. Ohtera, K. Higashi, A. Inoue and T. Masumoto, *Philos. Mag. Lett.*, **67**, 225(1993).
6. D. H. Shin, K. H. Oh, W. J. Kim, S. W. Lee and W. Y. Choo, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **37**, 1048 (1999).
7. V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskiy and V. I. Kopylov, *Russian Metall.*, **1**, 99 (1981).
8. S. Komura, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon, *Journal of Materials Research*, **14**, 4044 (1999).
9. V. M. Segal , *Mater. Sci. Eng. (A)*, **197**, 157 (1995).
10. M. H. Hong, H. S. Kim and S. I. Hong, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **38**, 136 (2000).
11. R. Z. Valiev, *Mater. Sci. Eng.*, **A234**, 59 (1997).
12. Y. Wu and I. Baker, *Scripta Met. Mater.*, **37**, 437 (1997).
13. V. A. Pavlov, *Phys. Metal. Metall.*, **67**, 924 (1989).
14. R. Z. Valiev, E. V. Kozlov, Yu. F. Ivanov, J. Lian, A. A. Nazarov and B. Baudelet, *Acta Metall. et Mater.*, **42**, 2467 (1994).
15. S. P. Ringer, K. Hono, I. J. Polmear and T. Sakurai, *Applied Surface Science*, **94/95**, 253 (1996).
16. Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto and T. G. Langdon, *Journal of Materials Processing Technology*, **117**, 288 (2001).
17. K. Kannan, J. S. Vetrano and C. H. Hamilton : *Metall. Trans. A*, **27**, 2947 (1996).
18. J. G. Lee, C. W. Seo, S. Y. Chang, K. T. Park and D. H. Shin, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **39**, 158 (2001).
19. H. K. Kang, L. Bachelard, H. W. Kim and S. B. Kang, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.*, **39**(5), 553 (2001).
20. V. Patlan, K. Higashi, K. Kitagawa, A. Vinogradov and M. Kawazoe, *Material Science and Engineering*, **A319**, 589 (2001).
21. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G.Langdon, *Acta Materialia*, **45**(11), 4733 (1997).
22. Y. Y. Wang, P. L. Sun, P. W. Kao and C. P. Chang, *Scripta Materialia*, **50**(5), 613 (2004).
23. K. B. Yoon, T.G.Park, S.H.Shim and I.S.Jeong, *Transactions of the KSME A*, **25**(9), 1493 (2001).
24. E. Fluery and J. S. Ha, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, **75**, 699 (1998).
25. P. Ratchev, B. Verlinden, P. De Smet and P. Van Houtte, *Acta Mater.*, **46**(10), 3523 (1998).
26. M. J. Starink and P. J. Gregson, *Mater. Sci. Eng.*, **A211**, 54 (1996).