

반응소결법 및 통전가압소결법에 의한 Ti_5Si_3 계 금속간화합물의 합성 및 치밀화

윤호준 · 양승호 · 조동수* · 김목순 · 황선근

인하대학교 공과대학 금속공학과

*인하대학교 공과대학 기기분석실

The Synthesis and Densification of Ti_5Si_3 -base Intermetallic Compounds by Reactive Sintering and Electro-Pressure Sintering

H. J. Yoon, S. H. Yang, D. S. Cho*, M. S. Kim and S. K. Hwang

Dept. of Metallurgical Engineering, Inha University, Inchon 402-751, Korea

*Instrument Analysis Laboratory, Inha University

(Received September 22, 1997)

ABSTRACT Ti_5Si_3 intermetallics containing 0~6 wt% of Cu were made by reactive sintering (RS) under vacuum using elemental powder mixtures (Process 1), electro-pressure sintering (EPS) using RS'ed materials (Process 2), and EPS using elemental powder mixtures (Process 3). Relatively low dense titanium silicides were gained by Process 1, in which porosity decreased with increasing Cu content. For example, porosity changed from 42 to 19.4% with the increase in Cu content from 0 to 6 wt%, indicating that Cu is a useful sintering aid. The titanium silicides fabricated by Process 2 had a higher density than those by Process 1 at given composition, and porosity decreased with increasing Cu content. For example, porosity decreased from 38 to 6.8% with the change in Cu content from 0 to 6 wt%. A high dense titanium silicides were obtained by Process 3. In this Process, porosity decreased a little by Cu addition, and was almost insensitive to Cu content. Namely, about 9 or 7% of porosity was shown in 0 or 1~6 wt%Cu containing silicides, respectively. The hardness increased by Cu addition, and was not changed markedly with Cu content for the silicides fabricated by Process 3. This tendency was considered to be resulted from porosity, hardening of grain interior by Cu addition, and softening of grain boundary by Cu-base segregates. All these results suggested that EPS using elemental powder mixtures (Process 3) is an effective processing method to achieve satisfactorily dense titanium silicides.

1. 서 론

Ti_5Si_3 금속간화합물은 용융점(2130°C)이 높고, 밀도(4.3 g/cm^3)가 낮으며, 고온에서도 강한 원자간 결합력을 유지하여 고온 크리프 특성이 우수하다.^{1,6)} 또한 구성원소 중 Si의 산화물인 SiO_2 의 보호막이 표면에 형성되어 고온 내산화성이 우수하므로,^{7,8)} 항공·우주 분야, 자동차 엔진 분야 및 발전기용 가스터빈 분야 등의 고성능화·경량화의 요구에 응답할 수 있는 신소재로 기대되고 있다. Ti_5Si_3 금속간화합물의 제조 방법은 크게 용제법과 분말야금법으로 나눠진다. 용제법에 있어서는 C. T. Liu 등⁹⁾이 Cr, Zr, Nb, Al, C,

B을, Y. Murata 등⁷⁾이 V, Nb 등을 첨가하여 Ti_5Si_3 금속간화합물을 제조 하였으나, 본 화합물의 구성원소가 활성이고, 융점이 높아 전전한 시편을 얻지 못하였다. 한편, 분말야금법에 있어서는 G. Frommey 등³⁾이 Ti과 Si의 원소분말을 열간정수압성형(HIP: Hot Isostatic Pressing)장치 중에서 화합물반응을 이용하여 Ti_5Si_3 금속간화합물을 제조하였다. 이 방법으로 용제법에 있어서의 문제점을 해결할 수 있었으나, 고가의 HIP장비를 10시간 이상이나 장시간 사용해야 하므로 많은 시간과 비용이 수반된다.

본 연구에서는 먼저 통상의 진공로 중에서 성분원소들의 화합물 반응에 의한 발열반응으로 합성이 이

루어지는 반응소결법(RS: Reactive Sintering)을 적용하여 Ti_5Si_3 계 금속간화합물을 제조하였다. 또한, Ti_5Si_3 금속간화합물이 전기전도성을 갖는점에 착안하여 반응소결체에 전류를 부가(통전)하여 열을 발생시킴과 동시에 프레스를 이용한 가압을 행하는 통전가압 소결(EPS: Electro-Pressure Sintering)법을 적용하여 반응소결체의 치밀도 향상을 꾀하였다. 마지막으로, 화합물의 성분원소가 전기전도성이 양호한 물질이므로, 공정의 단순화와 치밀도 향상을 위해 성분분말의 혼합체에 직접 통전가압소결법을 적용하여 Ti_5Si_3 계 금속간화합물을 제조하였다. 이 방법은 통전에 의해 얻어진 열이 화합물반응을 유도하여 소결이 이루어지며, 소결과정이 가압하에서 진행되므로 소결과 치밀화가 하나의 공정에서 단시간내에 이루어 질 수 있을 것을 기대한 것이다. 이러한 각 제조방법에 의해 제조된 소결체의 기공율, 미세조직 및 경도특성을 조사하였다.

2. 실험방법

2-1. 합금조성 및 분말의 혼합

Ti-37.5 at%Si을 기본 조성으로 하여 감도지수이론¹⁰⁾에 의하여 선택한 소결조제인 Cu의 함량을 변화시켜 표 1과 같은 목표조성의 합금을 설계하였다. 본 실험에 사용된 원료분말은 미국 CERAC사 제품으로서 Ti은 입경 37 μm 이하, Si은 입경 10 μm 이하, 그리고 Cu는 평균입경 3 μm 의 것을 사용하였으며, 그림 1에 원료분말의 형상을 SEM사진으로 나타내었다. 이러한 원료분말을 표 1의 합금조성이 되게 청량한 후, 분말의 균일한 혼합을 위해 어트리터(attritor)를 사용

Table. 1. Nominal compositions of experimental alloys (wt. %)

Alloys	Ti	Si	Cu
Ti_5Si_3	74.0	26.0	0
Ti_5Si_3 -1% Cu	73.2	25.8	1.0
Ti_5Si_3 -3% Cu	71.8	25.2	3.0
Ti_5Si_3 -6% Cu	69.5	24.5	6.0

하였다. 이와 같은 기계적 혼합은 볼과 분말의 무게비를 30:1로 하고, 고순도의 해산을 함께 장입하여 습식으로 행하였다. 이 후 용기의 덮개를 뜯은 후, 혼합중에 대기중의 불순물을 차단하고 산화를 방지하기 위하여 고순도의 아르곤 가스를 계속 흘려주었다. 용기의 중앙에 위치한 회전막대의 회전수는 250 rpm, 회전시간은 12시간으로 하였다. 혼합이 끝난 분말과 볼을 함께 건조기에 장입하여 24시간 이상 건조하여 해산을 완전히 제거한 후 채(sieve)를 이용하여 볼과 분말을 분리하였다.

2-2. 반응소결법(RS)에 의한 Ti_5Si_3 계 금속간화합물의 합성

2-1절에서 기술한 방법으로 기계적 혼합을 행한 분말을 스텐레스 금형을 이용하여 지름 11 mm, 두께 6 mm의 pellet type으로 냉간성형하였다. 이때 성형압은 580 MPa로, 유지시간은 30초로 설정하였다. 냉간성형된 시편을 고순도 알루미나 관에 장입한 후 전기 저항로에 의하여 5×10^{-4} torr 이하의 진공분위기중에서 탈가스 및 반응소결을 행하였다. 탈가스 처리는 100°C, 250°C 및 550°C에서 각각 1시간, 1시간 및 3시간 유지하는 조건으로 실시하였다. 탈가스 처리가 끝난 다음, 10°C/min의 승온속도로 1450°C까지 가열

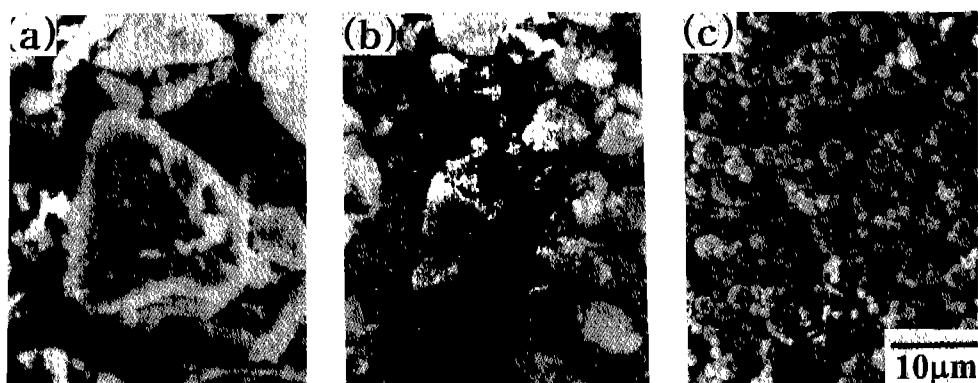


Fig. 1. SEM microphotographs of elemental powders. (a) Ti, (b) Si and (c)Cu

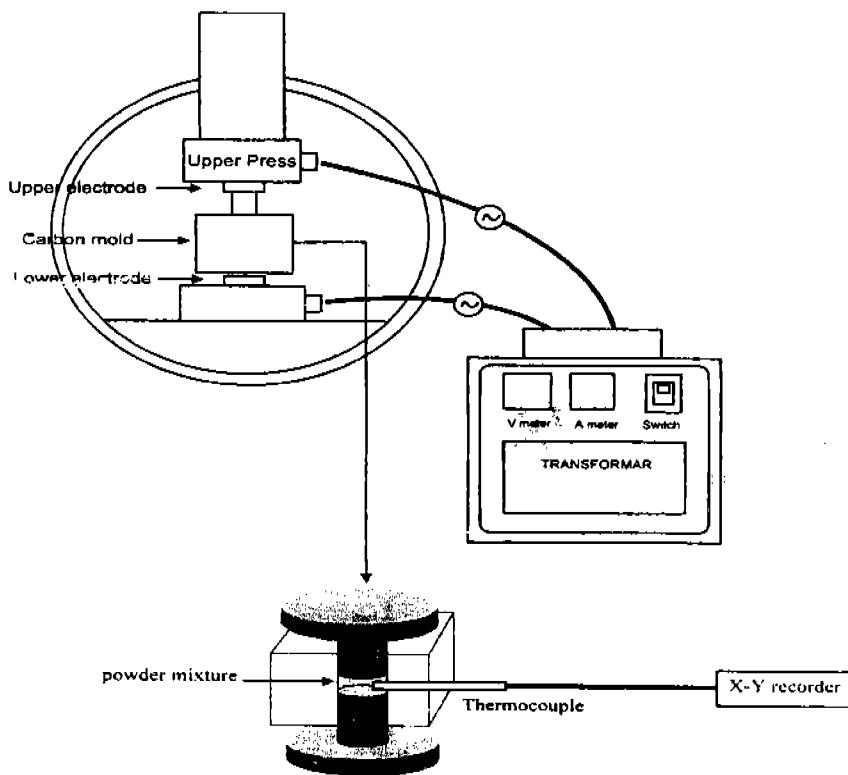


Fig. 2. Schematic view of EPS apparatus.

하여 7시간 유지한 후 노내하는 조건으로 반응소결을 행하였다. 이러한 제조공정을 이 후 Process 1이라 명하겠다.

2-3. 통전가압소결법(EPS)에 의한 Ti_xSi_y계 반응소결체의 치밀화

본 공정에서는 2-2절의 반응소결법에 의해 제조된 소결체의 치밀도 향상을 위해 반응소결체를 그림 2에 나타낸 장치를 이용하여 통전가압소결하였다. 통전가압소결장치의 구성은 대전류를 공급하기 위한 전력공급장치와 압력의 부가를 위한 일축 유압프레스, 상·하부 전극과 온도측정장치 및 몰드로 구성되어 있다. 몰드는 고온에서의 내구성이 강하고, 사용이 편리하며, 가공이 쉬운 carbon 몰드를 사용하였다. 또한 전류의 부가(통전)시 큰 점화면적을 갖고 열 손실을 방지하며, 압력전달이 용이하도록 시편의 상·하부에 carbon 펀치를 사용하였다. 시편을 carbon 몰드에 장입하여 압력을 가한 상태에서 전류를 부가하여 통전가압소결을 행하였다. 이때 정확한 온도측정을

위하여 열전대가 몰드를 통과하여 직접 시편에 닿도록 하였다. 이를 위해 시편의 한 부분에 드릴로 2 mmΦ의 구멍을 만들어 B-type 열전대를 삽입하였으며, 측정 결과는 정밀 X-Y레코더를 이용하여 기록하였다. 유지온도는 1600°C, 유지시간은 8분, 가압력은 100 MPa로 설정하였는데, 이와 같은 온도를 얻기 위해 최고 약 1600 A의 대전류를 부가하였다. 이와 같은 제조공정을 이 후 Process 2라 명하겠다.

2-4. 원소분말의 직접 통전가압소결법에 의한 Ti_xSi_y계 금속간화합물의 제조

2-2절의 앞부분에서 기술한 pellet type의 냉간성형체(원소분말의 혼합체)를 그림 2의 통전가압소결장치내의 carbon몰드에 장입하였다. 압력의 부가 및 온도측정방법은 2-3절에서 언급한 바와 같으며, 화합물 반응개시온도, 연소온도 및 유지온도의 측정결과를 그림 3에 도시하였다. 화합물반응개시온도는 1050°C 부근이며, 최고연소온도는 열전대로 측정가능한 상한온도인 1800°C 이상이었다. 유지온도는 1600°C, 유-

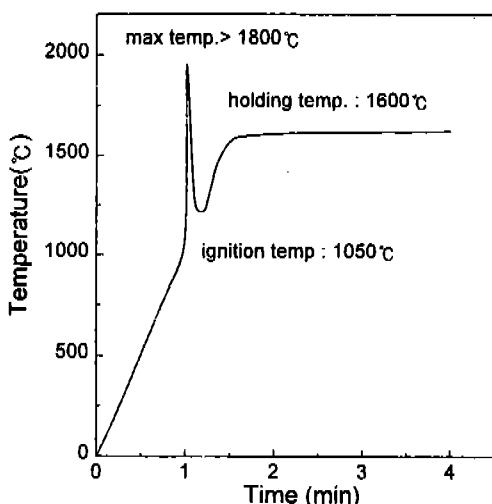


Fig. 3. Temperature profile of Ti_5Si_3 during EPS process.

지시간은 4~12분, 가압력은 100 MPa로 설정하였다. 이와 같이 혼합분말의 성형체에 직접 전류를 부가하여 통전가압소결을 행하는 공정을 이 후 Process 3으로 명하겠다.

2-5. 소결체의 조사

위와 같은 각 Process에 의해 제조된 소결체의 생성상을 조사하기 위하여 X-선 회절분석을 실시하였다. X-선 회절은 주사선 $Cu-K\alpha$, 주사속도 $0.04^{\circ}/sec$, 2θ 는 $20\sim80^{\circ}$ 의 조건으로 행하였다. 소결체의 미세조직관찰을 위해서 광학현미경 및 주사전자현미경(SEM)을 사용하였으며, 미소영역의 분석이 필요한 경우에는 EPMA(Electron Probe Micro Analyzer)를 사용하였다. 또한, 화상분석기(Image Analyzer)를 사용하여 소결체의 기공율을 측정하였으며, 필요한 경우 Vickers경도시험기(하중: 1 Kg 및 50 g)를 사용하여 경도값을 조사하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1. Process 1에 의해 제조된 소결체

Process 1(반응소결)에 의해 제조된 소결체의 X-선 회절 분석결과, 모든 합금조성에 있어서 Ti_5Si_3 상만이 관찰되어(예를들어 그림 4-(a)), 본 반응소결조건으로 Ti_5Si_3 금속간화합물이 합성되었음을 알 수 있다. 그림

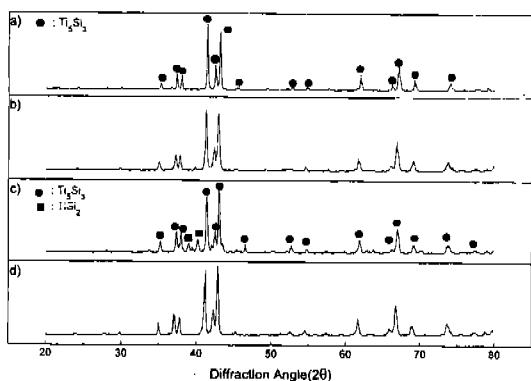


Fig. 4. X-ray diffraction spectrum of titanium silicides.

- (a) 6%Cu, Process 1,
- (b) 3%Cu, Process 3 (holding time: 4 min),
- (c) 0%Cu, Process 3 (holding time: 12 min),
- (d) 0%Cu, Process 3 (holding time: 12 min), followed by heat treatment at 1200 °C for 10 h.

5(a)-(d)에 Process 1에 의해 제조된 소결체의 광학현미경 사진을 나타내었다. 그림에서 백색으로 보이는 부분은 기자이며, 검게 보이는 부분이 기공이다. Cu

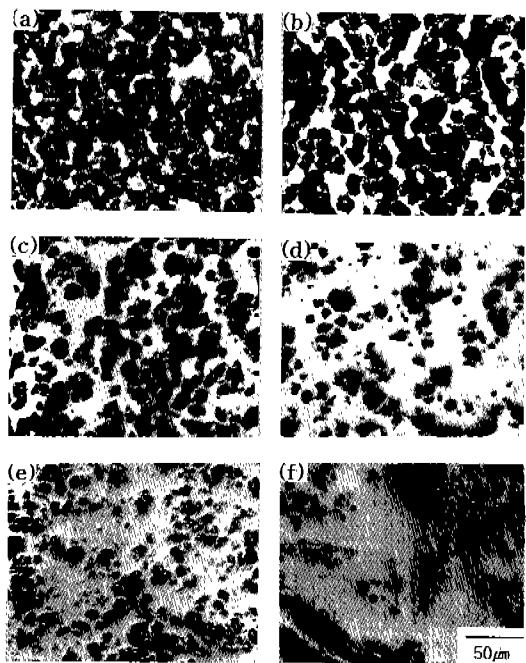


Fig. 5. Optical micrographs of titanium silicides.

- (a) Ti_5Si_3 -0%Cu (Process 1), (b) Ti_5Si_3 -1%Cu (Process 1)
- (c) Ti_5Si_3 -3%Cu (Process 1), (d) Ti_5Si_3 -6%Cu (Process 1)
- (e) Ti_5Si_3 -3%Cu (Process 2), (f) Ti_5Si_3 -6%Cu (Process 2)

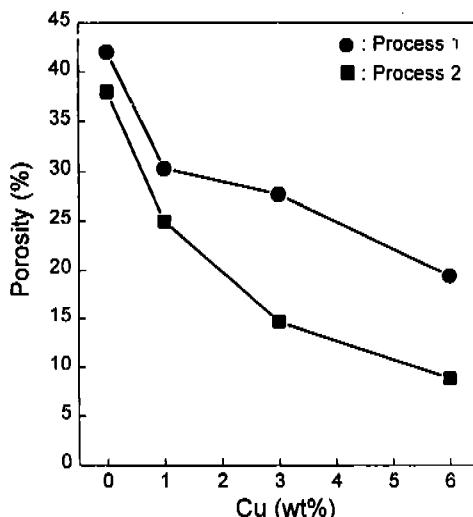


Fig. 6. Variation of porosity with Cu content for titanium silicides.

무첨가재의 경우 기공이 다량 존재하고 있으나, Cu 첨가에 의해 기공이 감소함을 볼 수 있다. 화상분석기를 이용하여 기공율을 측정한 결과를 그림 6에 나타내었다. Cu무첨가재의 경우 42%의 높은 기공율을 보이며, 1%Cu 첨가에 의해 30.3%로 기공율이 감소한다. 또한 첨가량이 증가함에 따라 기공율이 계속적으로 감소하여, 6%Cu 첨가에 의해 19.4%의 기공율을 보였다. 이는 소결조재로 첨가된 Cu가 고상인 상태에서는 기지금속 상호간의 고상확산을 증진시키는 확산연계 역할을 하며, 용융상태에서는 액상의 pool을 형성하여 모세관력에 의해 기지금속분말간의 좁은 통로를 통하여 빠르게 퍼져나가서 기지금속분말간의 빈공간을 채워주고 밀집도를 증가시키는 결과 치밀도가 향상된다는 K.J. Park 등의 제안¹⁰⁾으로 설명 될 수 있다.

3-2. Process 2에 의해 제조된 소결체

Process 2(반응소결 후 통전가압소결)에 의해 제조된 소결체의 X-선 회절 분석 결과에서도 Process 1의 경우와 같이 모든 합금조성에서 Ti_xSi₃상만이 관찰되었다. 또한, Process 2에 의해 제조된 소결체의 기공율은 그림 6에 나타낸 바와 같이 Cu첨가량이 증가할수록 감소하며, 동일한 합금 조성에 있어서 Process 1의 경우에 비해 낮은 기공율을 갖는다. Cu무첨가재와 1%Cu첨가재에서는 각각 38%와 25%의 비교적

큰 기공율을 보이고 있으나, Process 1의 경우에 비해 Cu무첨가재는 4%, 1%Cu첨가재는 약 5%의 기공율 감소를 보이고 있다. 한편, 3%Cu첨가재의 기공율은 14.7%로(그림 5-(e) 참조) Process 1의 경우에 비해 13%의 현저한 기공율 감소를 보이고 있다. 또한, Cu 첨가량이 6%인 경우에 가장 치밀한 8.8%의 기공율을 보였으며(그림 5-(f) 참조), 이것도 Process 1의 경우에 비하면 기공율이 약 13% 감소된 것이다. 이와 같이 통전가압소결법은 반응소결법에 의해 합성된 다공질의 Ti_xSi₃계 금속간화합물의 치밀도를 향상시키는데 있어 유용한 방법임을 알 수 있다.

3-3. Process 3에 의해 제조된 소결체

Process 3(원소분말의 직접통전가압소결)에 의해 제조된 소결체의 X-선 회절 시험결과에 의하면 Cu무첨가재의 유지시간 4~12분의 경우와 1%Cu첨가재의 유지시간 4~8분의 경우에는 Ti_xSi₃상외에 TiSi₂상이 관찰되었으며(그림 4-(c) 참조), 이외의 경우에는 Ti_xSi₃ 단상만이 관찰되었다(그림 4-(b) 참조). K. Pischang 등¹¹⁾은 Ti와 Si의 상호 확산에 있어서 Ti내의 Si의 확산속도에 비해 Si내에서의 Ti의 확산속도가 더 빠르므로 반응 초기에 Ti이 Si내로 확산해 들어가면서 TiSi₂상이 먼저 생성된다고 보고하였다. 이 보고를 근거로 한다면 본 공정에 의한 TiSi₂상의 생성은 확산이 아직 충분히 진행되지 않았음을, 즉 소결이 아직 완전히 이루어지지 않았음을 시사하고 있다고 볼 수 있다. 또한 Cu의 첨가량이 3%이상일 때에는 유지시간이 4분인 경우에도, Cu첨가량이 1%일 때에는 유지시간이 12분인 경우에 TiSi₂상이 존재하지 않았다. 이것은 Cu가 Ti과 Si입자 사이의 계면에서 단속의 확산경로를 제공한다¹⁰⁾는 사실을 고려해 볼 때, Cu의 첨가량이 증가함에 따라 보다 많은 확산경로가 제공되어 Ti와 Si의 확산이 촉진된 결과 소결성이 향상되었기 때문이라고 말할 수 있다. 또한, Process 1에서는 앞에서 언급한 바와 같이 Cu의 첨가량에 관계없이 TiSi₂상은 관찰되지 않았으므로, Process 1에서의 반응소결조건이 Process 3의 통전가압소결조건에 비해 소결성이 중대됨을 알 수 있다. Process 3에 의해 제조된 소결체의 기공율을 Cu농도와 유지시간을 함수로하여 그림 7에 나타내었다. 유지시간이 4분인 경우 Cu무첨가재는 23.5%의 기공율을 갖는 반면, 1%Cu첨가재는 13.6%, 3%Cu 첨가재는 11.3%, 그리고 6%Cu 첨가재는 10.1%의 기

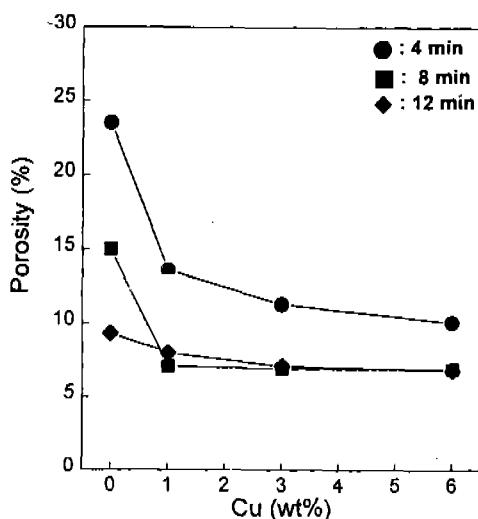


Fig. 7. Variation of porosity with Cu content for titanium silicides fabricated by process 3.

공율을 보이고 있어, Cu첨가에 의해 기공율은 감소하는 한편, Cu첨가량의 증가에 따른 기공율의 감소 정도는 크지 않음을 알 수 있다. 유지시간이 8분으로 길어짐에 따라 전 조성에서 기공율이 감소하였다. Cu무첨가재의 경우 15%의 기공율을 보이며, Cu가 1~6%첨가된 경우 약 7%의 낮은 기공율을 나타내었다. 본 실험(Process 3-유지시간 8분) 결과를 앞에서 언급한 Process 2의 결과와 비교해 보면, 같은조성의 소결체에 있어서 Process 3에 의해 제조된 경우가 Process 2에 의해 제조된 경우보다 낮은 기공율을 보이고 있다. 이 사실로부터 반응소결체를 통전가압하여 치밀화시키는 공정(Process 2)보다 원소분말의 혼합체를 직접통전가압하여 합성과 동시에 치밀화 시키는 공정(Process 3)이 치밀화에 더욱 효과적임을 알 수 있다. 또한, 이러한 경향은 Cu 첨가량이 적을수록, 특히 Cu무첨가재의 경우에 더욱 뚜렷이 나타나, Process 3의 공정을 채택하면 Cu첨가 없이도 치밀한 소결체를 얻을 수 있는 가능성이 제시되었다. 실제로, Process 3에 있어서 유지시간을 12분으로 늘리면, 그림 7 및 그림 8에 나타낸 바와 같이 Cu무첨가재의 기공율은 9.3%까지 낮아져, Cu첨가재의 기공율(약 7~8%)과 유사한 값을 갖기에 이른다. 이러한 사실로부터, 원소분말의 통전가압소결시에 고온에서 압력을 충분시간 부여하면, 입자간 충진도의 증가와 입자상호간의 접촉면적의 증가에 의해 시편내의 기공이 효

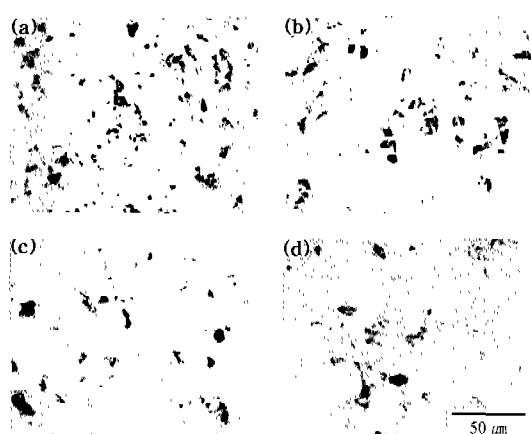


Fig. 8. Optical micrographs of titanium silicides fabricated by process 3 (holding time: 12min). (a) Ti₃Si₂-0% Cu (b) Ti₃Si₂-1% Cu (c) Ti₃Si₂-3% Cu (d) Ti₃Si₂-6% Cu.

과적으로 제거됨을 알 수 있다. 그럼 9-(a)는 Process 3(유지시간: 12분)에 의해 제조된 6%Cu첨가재의 부식후의 SEM미세조직사진으로, 평균결정입경은 10 μm정도이며, 입계상에 침상조직이 존재하고 있는 것을 볼 수 있다. EPMA 분석결과, 입계상의 침상조직에서는 Cu가 높게 나타나, 이러한 침상조직이 Cu주체의 상임을 알 수 있었다. 그림 9-(b)에 Cu에 대한 line profile 결과의 예를 나타내었다. 그림 중앙부근의 백색직선(횡선)이 선분석을 행한 부위이다.

3-4. 경도특성

Process 3에 의해 제조된 소결체 중에서, 유지시간 12분의 조건으로 합성된 서편에 대하여 비커스 경도를 측정하였다(하중: 1 kg). Cu무첨가재의 경우에 있어서는, Ti₃Si₂상이 경도에 미치는 영향을 살펴보기 위해 공정온도(1330°C) 하인 1200°C에서 10시간의 진

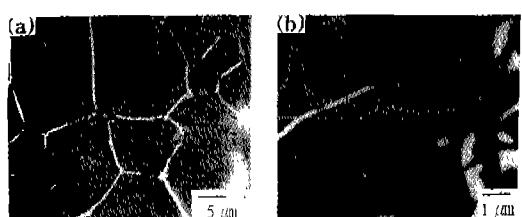


Fig. 9. SEM image (a) and EPMA line profile of Cu (b) for Ti₃Si₂-6%Cu specimen fabricated by process 3 (holding time: 12 min)

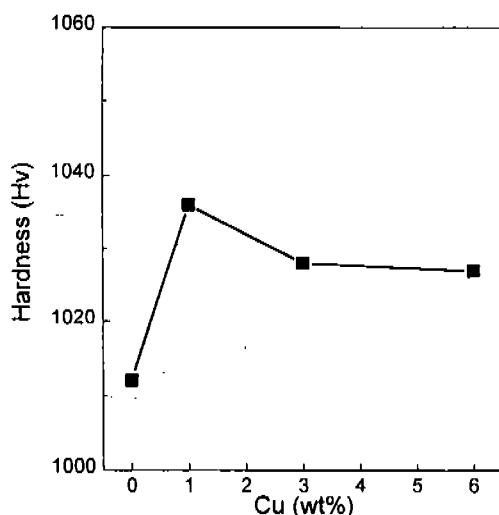


Fig. 10. Variation of hardness with Cu content for titanium silicides fabricated by process 3 (0% Cu: heat treated at 1,200 °C for 10 h under vacuum)

공열처리를 행한 후에도 경도를 측정하였다. 이러한 진공열처리에 의해, 그림 4-(d)에 나타낸 바와 같이 Ti_5Si_3 상은 소멸되었으나, 열처리 전후의 경도값에는 차이가 거의 없었다. 경도시험 결과를 그림 10에 나타내었다. Cu첨가에 의해 경도가 증가하나, 첨가량에 따라 경도값은 크게 변하지 않았다. 또한, Micro-Vickers경도시험(하중: 50 g) 결과 입내경도값은 Cu무첨가재에서는 약 1010 Hv를 보이고, Cu첨가량이 증가함에 따라 점차 증가하여 6%Cu첨가재에서는 약 1070 Hv를 나타내었다. 또한, Cu첨가재에 있어서 침상조직을 포함하는 입계에서는 입내보다 낮은 경도값(910 Hv)을 보였다. 따라서, Cu첨가재에 있어서는 Cu 첨가량에 따른 입내경화효과와 입계상의 침상조직에 의한 연화효과가 복합적으로 반영되어, Cu첨가량과 경도값의 관계가 그림 10과 같은 경향을 보이는 것으로 생각된다.

4. 결 론

(1) Ti과 Si의 원소분말혼합체에 소결조제로 Cu를 0~6 wt%첨가하여 진공분위기 중에서 유지온도 1450 °C/유지시간 7시간의 조건으로 반응소결을 행한 결과(Process 1), Ti_5Si_3 계금속간화합물을 합성 할 수 있었으며, Cu첨가량의 증가에 따라 기공율이 42%(Cu

무첨가재)에서 19.4%(6% Cu첨가재)까지 감소하였다.

(2) Process 1의 방법으로 합성한 반응소결체에 유지온도 1600°C/유지시간 8분/가압력 100 MPa의 조건으로 통전가압소결을 행한 결과(Process 2), 모든 조성에서 기공율이 감소하였으며, Cu첨가량의 증가에 따라 기공율이 38%(Cu 무첨가재)에서 6.8%(6% Cu첨가재)까지 감소하였다.

(3) 원소분말의 혼합체에 직접 통전가압소결을 적용하여 합성과 동시에 치밀화를 위한 결과(Process 3), Cu를 1%이상 첨가한 경우에는 8분의 유지시간으로 비교적 치밀한(기공율 약 7%) Ti_5Si_3 계소결체를 얻을 수 있었으며, 유지시간을 12분으로 늘려도 기공율에는 거의 변화가 없었다. 한편, Cu를 첨가하지 않은 경우에는 유지시간을 8분에서 12분으로 늘리면 따라 기공율을 15%에서 약 9%까지 낮출 수 있었다.

(4) Process 3의 방법(유지시간 12분)으로 제조된 Ti_5Si_3 계 소결체의 경도는 Cu첨가에 의해 증가하나, Cu첨가량에는 크게 의존하지 않았다. 이러한 결과는 기공율, Cu첨가량에 따른 입내경화 및 입계상에 존재하는 Cu주체의 침상조직에 의한 입계연화 등에 기인하는 것으로 간주되었다.

후 기

본 연구는 1995년도 교육부 학술연구조성비(신소재분야) 지원으로 수행되었으며, 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. J. J. Nickl and H. Sprenger: *Z. Metallkde.*, **60** (1969) 136.
2. P. J. Meschter and D. S. Schwartz: *JOM*, **11** (1989) 52.
3. G. Frommeyer, R. Rosenkranz and C. Ludeke: *Z. Metallkde.*, **81** (1990) 307.
4. R. Rosenkranz, G. Frommeyer and W. Smarsly: *Mater. Sci. Eng.*, **A152** (1992) 288.
5. D. M. Shah, D. Berczik, D. L. Anton and R. Hch: *Mater. Sci. Eng.*, **A155** (1992) 45.
6. A. J. Thom, M. K. Meyer, Y. M. Kim, and M. Akinc: *Processing and Fabrication of Materials III*, TMS, (1994).
7. Y. Murata, T. Higuchi, Y. Takeda, M. Morinaga, and N. Yukawa: *Proc. Inter. Symp. on Intermetallic Compounds(JIMIS-6)*, (1991) 627.

8. A. J. Thom, Y. M. Kim and M. Akinc: Mater. Res. Soc. Symp. Proc., **288** (1992) 1037.
9. C. T. Liu, E. H. Lee, and T. J. Henson: Rep. ORNL No. 6435 (1988).
10. 박경재, 황선근: 대한금속학회지, **34** (1996) 296.
11. K. Pischang and E. Friedrick: *Sintering Advanced in Powder Metallurgy & Particulate Materials*, (1992) 73.