

論 文

반응소결법에 의해 제조된 Fe-Al합금 예비성형체의 특성에 미치는 제인자의 영향

주형곤, 박성혁, 주성민, 최답천

Effects of Several Factors on the Characteristics of Fe-Al Alloy Preform Manufactured by Reactive Sintering Process

Hyung-Gon Joo, Sung-Hyuk Park, Sung-Min Joo and Dap-Chun Choi

Abstract

The main aim of the present study is to investigate the effects of several processing parameters on the characteristics of Fe-Al alloy preform manufactured by reactive sintering process. The processing parameters include preform composition of 25, 40, 50, 60 and 75at.% Al, compacting pressure of 10, 20 and 30kg/cm², and mean Al particle size of 29, 66 and 187μm. Mean Fe particle size was 39μm. The density of preform processed under same compacting pressure was not affected by changing Al composition. The preform with Al compositions of 25, 40, 50 and 60at.% Al swelled after reactive sintering process, thus having lower density than the green compacts. The preform with Al compositions of 75at.% Al, however, shranked after reactive sintering process, thus having higher density than the green compacts. Ignition temperature increased with increasing compacting pressure, and increased with increasing Al composition at the fixed compacting pressure. And adiabatic temperature decreased with increasing compacting pressure at the fixed Al composition, and increased with increasing Al composition at the fixed compacting pressure. The size of compound particles increased with increasing Al composition. Especially, The size of compound particles increased largely in the case of 75at.% Al. It was observed that 50at.% Al preform have three dimensional network structure having a homogeneous and fine decreasing Al particle size.

(Received September 25, 1996)

1. 서 론

최근 각광을 받고 있는 금속기 복합재료는 기존 금속재료의 결점을 대폭 보완할 뿐만 아니라 금속재료가 갖지 못하는 전혀 새로운 기계적, 물리적 성질을 부여할 수 있어 선진국에서 활발히 연구되고 있다. 금속기 복합재료에는 섬유강화 복합재료, 입자강화복합재료, 분산강화복합재료 등이 있고, 이들 중 입자강화 Al합금기지 복합재료는 Al, Mg합금기지에 의해 경량화 되고, 강화

입자에 의해 내마모성 및 내열성이 향상되므로 현재 자동차등 수송기계의 속크업소바 실린더, 엔진피스톤헤드, 실린더블럭, 푸쉬롯드등에 적용되고 있고, 브레이크 부품류 등에도 적용가능 하다는 보고도 있다.[1-2] 반응소결법(Reactive sintering process)은 목표조성으로 혼합한 혼합분말의 압분체를 로에 장입하고 일정한 속도로 가열하면 시편 전체가 동시에 균일하게 점화되고 매우 단시간에 소결반응이 진행되면서 수초 만에 목적화합물을 생성시키는 방법으로, 저렴하고

쉽게 성형이 용이하며, 가공온도가 저온이며, 단시간에 합성되고, 조성과 미세구조의 제어가 상당히 쉽다는 장점을 갖고 있어 금속기 복합재료 제조용 예비성형체의 제조방법으로 매우 유망하다[3-6]. 그러나 반응소결법은 금속간화합물처럼 상당히 낮은 생성열을 갖는 화합물의 합성에만 주로 사용되며, 반응소결법의 반응기구는 매우 간단하지만 반응에 영향을 미치는 변수들은 매우 많고 복잡하여 정확한 이론의 정립은 매우 힘든 편이다[7]. 지금까지의 연구결과에 의하면 반응조건들을 적당히 변화시킴으로서 반응온도와 생성물의 성질 등을 조정하는 것이 어느 정도 가능하다고 알려져 있다[8].

입자강화 Al합금기 복합재료의 제조방법으로는 용탕단조법, 분말야금법, 복합주조법, 용침법 등이 사용되고 있으며, 예열된 예비성형체에 용융금속을 주입하여 압력을 가한 상태에서 제품을 만드는 용탕단조법이 기계적 성질이나 제조단가면에서 우수한 방법으로 알려져 있다[9-12].

따라서 본 연구에서는 용탕단조에 의해 금속기 복합재료를 제조하는 경우 복합재료 강화용 Fe-Al계 금속간화합물 예비성형체의 제조방법으로 반응소결법의 가능성은 조사하기 위해 평균입도가 39 μm 인 Fe분말에 평균입도가 29, 66 및 187 μm 인 3종류의 Al분말을 25, 40, 50, 60 및 75at.%로 달리하여 첨가혼합한 후 성형압력을 10, 20 및 30kg/cm²로 변화시켜서 제조한 압분체를 반응소결시켜 예비성형체를 제조할 때 Fe와 Al분말의 입도, 혼합비 및 성형압력의 영향을 조사하고, 예비성형체의 미세조직, 밀도변화 및 팽창·수축정도 등을 조사하였다.

2. 실험방법

본 연구에서 Fe분말은 Quebec사에서 제조한 3N급의 Atomet 1001 고순도 분말을 체가름하여 얻은 평균입도 39 μm 인 분말을 고순도 수소가스 분위기 하에서 600°C, 1시간 동안 환원처리하였고, Al분말은 창성(주)에서 가스분무법으로 제조한 분말을 -100+140, -230+270 및 -325mesh로 체가름하였으며, 입도분석결과 평균입도가 각각 187, 66 및 29 μm 이었다. Table 1에 Fe와 Al의 화학적 조성을 나타낸다. 평균입도 39 μm 인

Table 1. Chemical composition of raw materials.

	Chemical Composition(wt.%)					
Fe	Mn	Mg	Ni	Cr	Zn	Fe
	0.174	0.0003	0.0812	0.0399	0.002	bal.
Al	Fe	Si	Pb	Zn	Cu	Al
	0.16	0.019	0.009	0.0025	0.002	bal.

Fe분말에 29, 66 및 187 μm 인 3종류의 Al분말을 25, 40, 50, 60 및 75at.%로 달리하여 알코올과 같이 첨가하고 습식혼합하였다. 혼합된 분말은 공기중에서 산화하기 쉬우므로 진공건조기로 약 70°C에서 24시간동안 건조시킨다음 스테인리스 강제 금형에 장입하고, 성형압력을 10, 20 및 30kg/cm²으로 다양하게 변화시켜서 지름 30mm, 높이 15~25mm의 압분체를 이론밀도의 50~60%로 제조하였다.

상기압분체를 Fig. 1과 같은 반응소결장치내에 장입하고, Ar분위기하에서 미세조직등 물성관찰용 시료는 로의 온도를 660°C로 고정한 후 바로 시료 boat를 밀어 넣어 20분 유지한 후 냉각시켰으며, 반응온도측정을 위한 시료는 발열반응이 일어나지 않는 온도인 570°C로 예열한 후 660°C 까지 1°C/min로 승온시키면서 소결하였고, 시료 하부중앙의 구멍에 장착된 K형 열전대로 점화온도와 단열반응온도를 측정하였다.

이상과 같이 반응소결하여 얻은 예비성형체는 연마시 입자의 분리와 기공의 변형을 방지하기 위해 폴리에스테르수지와 경화제의 혼합액이 성형체내에 침투되도록 진공처리하여 조직관찰용 시편을 제작하였다. 이어서 SiC연마지로 2000번 까지 조연마하고, 0.3 μm 까지 알루미나분말로 정연마한 후 광학현미경(Olympus Co. PMG3)으

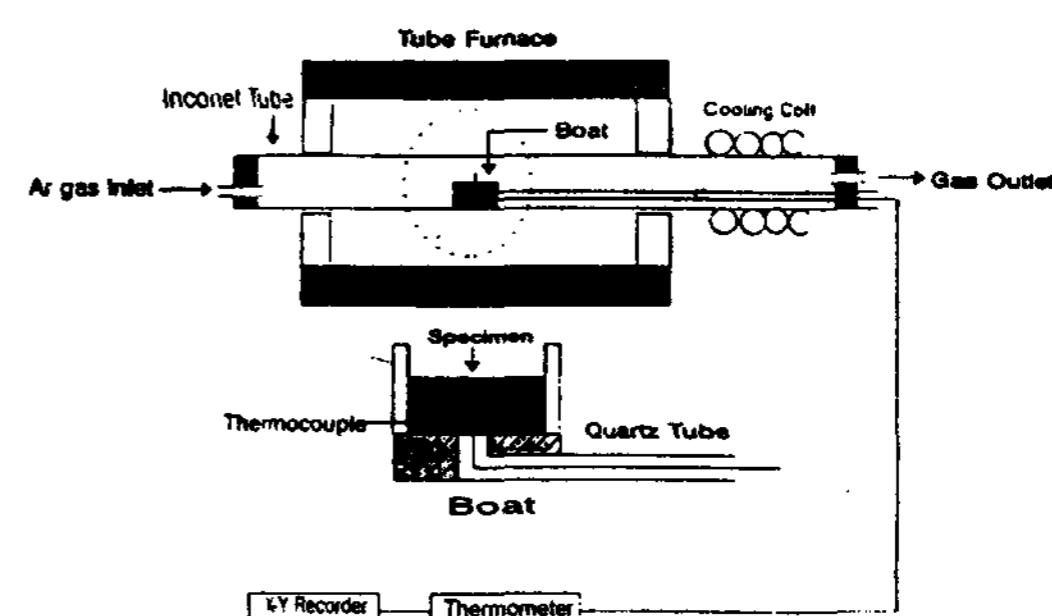


Fig. 1. The schematic view of reactive sintering equipment.

로 미세조직을 관찰하였다. 그리고 Fe와 Al분말의 입도, 혼합비, 가압력의 변화에 따른 반응소결시 생성상의 종류를 확인하기 위해 X선 회절시험(Rigaku Co. : RAD-2A)을 한 후 이들 결과는 JCPDS(Joint committee on powder diffraction standard) 카드를 사용하여 분석을 행하였다. 그리고 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 으로 DTA(Perkin-elmer Co.) 분석을 하여 반응시작온도를 측정하였다. 그리고 Fe와 Al분말의 입도, 혼합비, 성형압력의 변화에 따른 밀도의 변화를 측정하였다. 반응소결한 시편의 소결양상은 주사전자현미경(Jeol Co. JSM 6400)으로 관찰하였으며, EDS(Energy dispersive x-ray spectrometer)로 생성된 반응생성물의 성분원소를 정량분석 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 압분체 및 예비성형체의 밀도에 대한

Al혼합비, 성형압력의 영향

Fig. 2는 평균입도 $39\mu\text{m}$ 인 Fe와, $29\mu\text{m}$ 인 Al분말을 압축성형한 압분체의 밀도(green density)와 소결체의 밀도(sintered density) 변화에 대한 Al혼합비, 즉 조성과 성형압력의 영향을 나타낸 것이다. 그림에서 나타난바와 같이 압분체밀도의 변화는 Al분말 혼합비가 25, 40, 50, 60, 65 및 75at.% Al로 증가하면 성형압력이 $10\text{kg}/\text{cm}^2$

cm^2 인 경우 3.21에서 $1.99\text{g}/\text{cm}^3$ 로, $20\text{kg}/\text{cm}^2$ 인 경우에는 3.58에서 $2.22\text{g}/\text{cm}^3$ 로, $30\text{kg}/\text{cm}^2$ 인 경우 밀도는 3.64에서 $2.43\text{g}/\text{cm}^3$ 으로 거의 직선적으로 감소함을 알 수 있다. 그리고 소결체의 밀도(sintered density) 변화는 상술한바와 동일하게 Al혼합비가 변화하면 성형압력이 $10\text{kg}/\text{cm}^2$ 인 경우 밀도는 2.54에서 $2.19\text{g}/\text{cm}^2$ 로 변하고, $20\text{kg}/\text{cm}^2$ 인 경우에는 2.85에서 $2.65\text{g}/\text{cm}^3$ 로 변화하고, $30\text{kg}/\text{cm}^2$ 인 경우에는 2.75에서 $2.5\text{g}/\text{cm}^3$ 로 소결체의 밀도가 변화하였고, Al 혼합비가 25at.%에서는 성형압력이 $20\text{kg}/\text{cm}^2$ 일 때 소결체의 밀도가 가장 커졌으며, 65at.%에서는 성형압력이 $30\text{kg}/\text{cm}^2$ 일 때 가장 커다. 전체적으로 성형압력이 증가할수록 소결체의 밀도는 증가하는 경향을 나타내었으며, Al혼합비가 증가할수록 60at.% Al까지는 밀도가 감소하였다. 이것은 소결체의 밀도 값이 압분체의 밀도 값보다 더 작게 되어 시료가 팽창하는 것을 의미하고, 특히 60at.% Al에서는 소결체가 가장 크게 팽창하여 소결밀도가 가장 작은 값을 나타내었으며, 60at.% Al이상의 Al혼합비에서는 밀도 값이 다시 증가하였고, 시료가 수축하여 소결밀도가 압분체의 밀도보다 더 큰 값을 나타내었다. 이는 반응소결법으로 예비성형체를 제조할 때 팽창·수축을 조절시키기 위해서는 여러인자, 즉 예를들면 사용된 Fe와 Al분말의 입도와 혼합비, 성형압력, 승온속도 등을 고려해야 한다는 것을 의미한다.

3.2 반응온도에 미치는 혼합비와 성형압력의 영향

Fig. 3는 평균입도 $39\mu\text{m}$ 의 Fe분말과, $29\mu\text{m}$ 의 Al분말을 성형압력 $20\text{kg}/\text{cm}^2$ 으로 성형한 압분체를 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 으로 승온시키면서 실험한 DTA분석 결과로 Al혼합비가 25~75at.% Al로 변화함에 따른 반응시작온도의 변화를 나타내며, Al혼합비가 증가함에따라 Fe와의 반응이 지연되어 약간의 온도상승이 됐으리라 사료된다.

Fig. 4는 Fig. 3과 동일한 입도의 Fe와 Al혼합분말을 압축성형한 압분체를 반응소결했을 때 반응시작온도의 변화에 대한 Al혼합비와 성형압력에 따른 영향을 나타낸 것이다. 성형압력이 $10\text{kg}/\text{cm}^2$ 인 경우 Al 혼합비가 25, 40, 50, 60 및 75at.% Al로 증가하면 반응시작온도는 각각

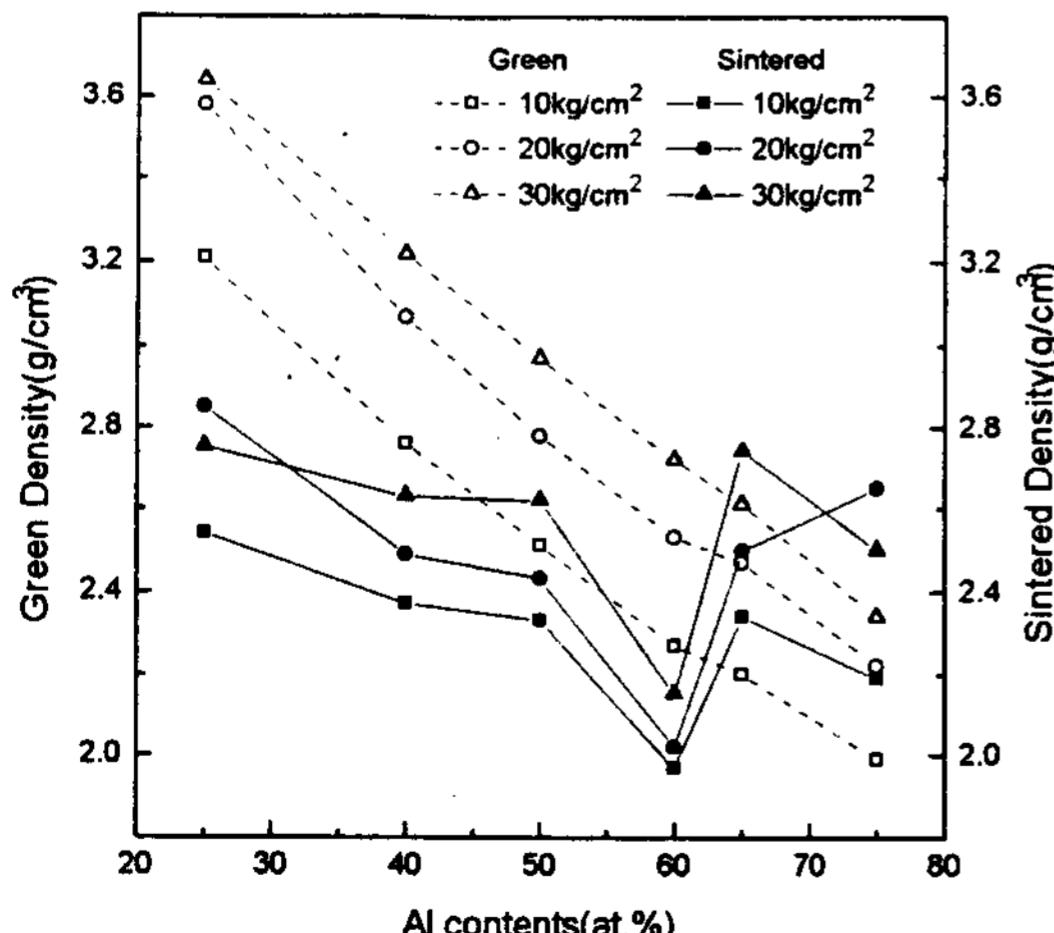


Fig. 2. Effects of Al contents and compaction pressure on the green density and sintered density.(Fe= $39\mu\text{m}$, Al= $29\mu\text{m}$)

643, 643, 648, 649 및 647°C로, 20kg/cm²인 경우에는 각각 643, 644, 643, 652 및 650°C이고, 30kg/cm²인 경우에는 각각 643, 645, 645, 653

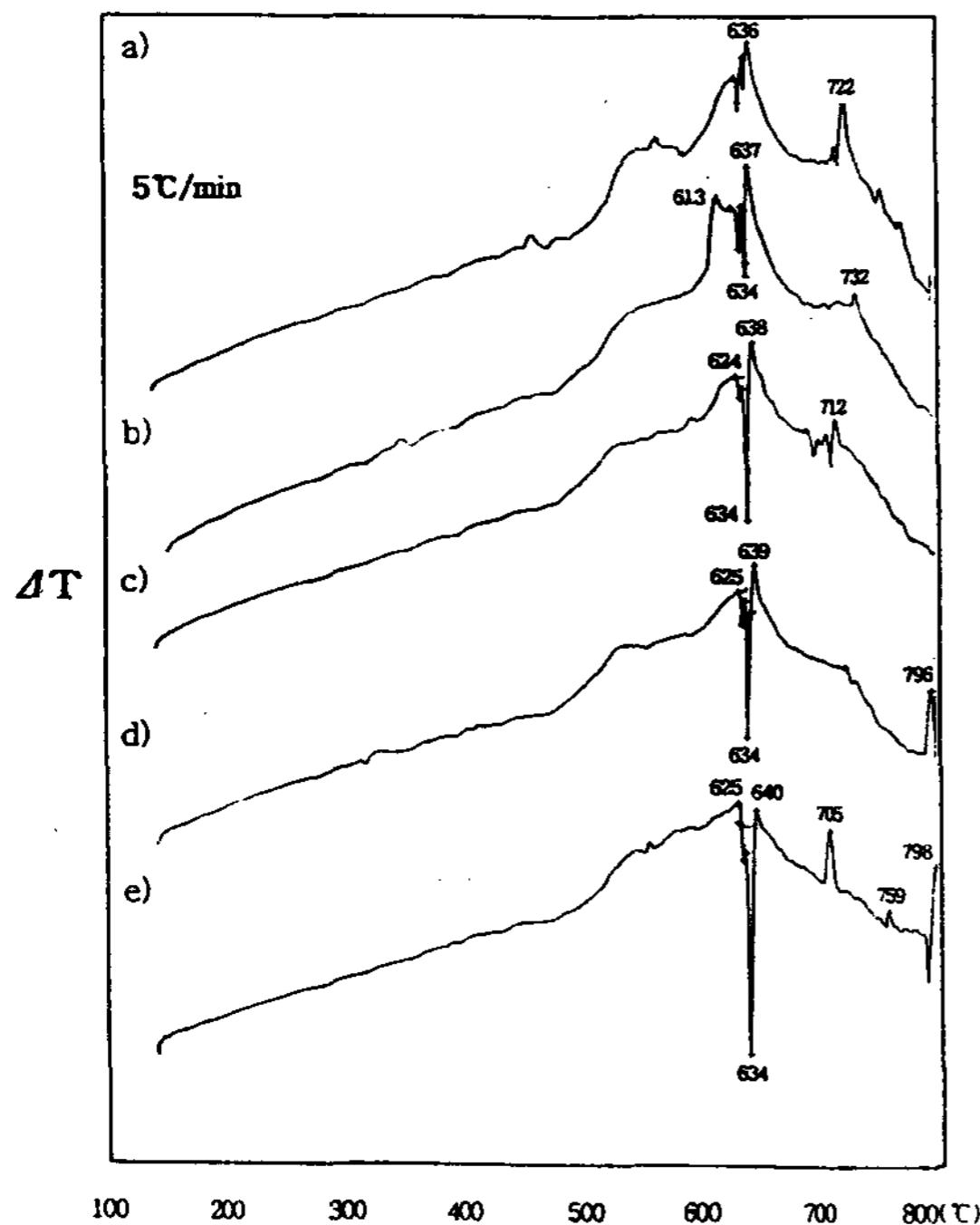


Fig. 3. The variation of DTA curve with Al contents(at.%) (Fe=39μm, Al=10μm, compacting pressure=20kg/cm²)
(a) 25 (b) 40 (c) 50 (d) 60 (e) 75

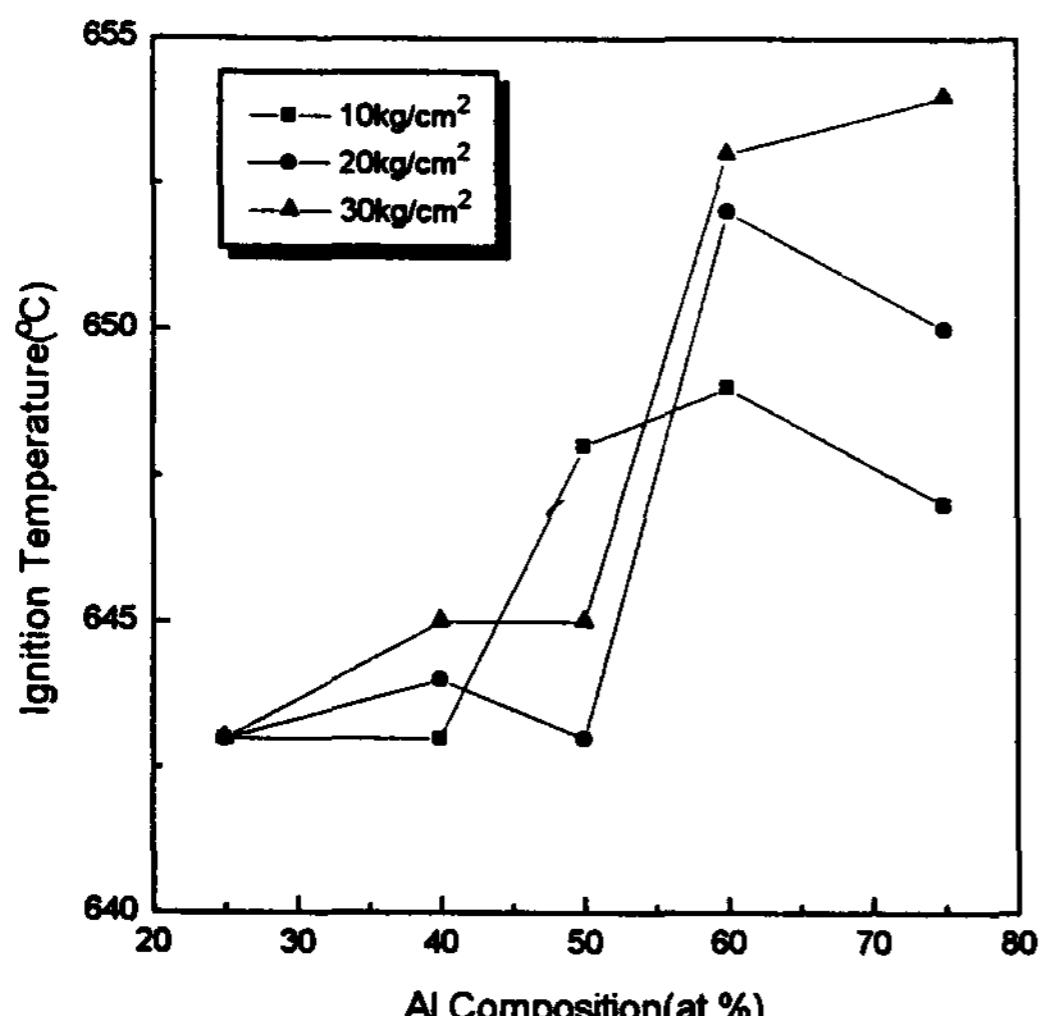


Fig. 4. Effects of Al contents and compaction pressure on the ignition temperatures.
(Fe=39μm, Al=29μm)

및 654°C로 변화하였으며, 상기 DTA분석결과와 유사하게 Al혼합비가 많아질수록 상승하는 경향을 나타내었다.

Fig. 5는 Fig. 4와 동일한 조건에서 실험하였을 때 단열반응온도의 변화에 대한 Al혼합비와 성형압력의 영향을 나타낸 것이다. 성형압력이 10kg/cm²인 경우에 Al혼합비가 25, 40, 50, 60 및 75at.%Al로 증가하면 단열반응온도는 각각 722, 804, 871, 940 및 1003°C로, 20kg/cm²인 경우에는 각각 716, 801, 858, 894 및 1010°C로, 30kg/cm²인 경우 Al혼합비가 증가할수록 단열반응온도는 각각 709, 781, 853, 882 및 1020°C로 변화하였다. 단열반응온도는 성형압력이 증가할 수록 감소하였고, 동일한 성형압력에서는 Al 혼합량이 증가할수록 증가되는 경향을 나타내었다. 그러나 75at.%Al에서는 성형압력이 증가함에 따라 단열반응온도도 증가하였다.

3.3 생성물의 미세구조 관찰

Photo. 1은 평균입도가 각각 39μm, 29μm인 Fe 와 Al분말을 성형압력 20kg/cm²으로 압축성형한 압분체를 반응소결하여 제조한 예비성형체의 Al 혼합비의 변화에 따른 미세조직사진을 나타낸 것이다. Al혼합비가 25at.%Al로부터 50at.%Al로 증가되면 화합물입자가 약간 조대해지지만, 60at.%Al에서는 화합물입자가 급격히 조대해지

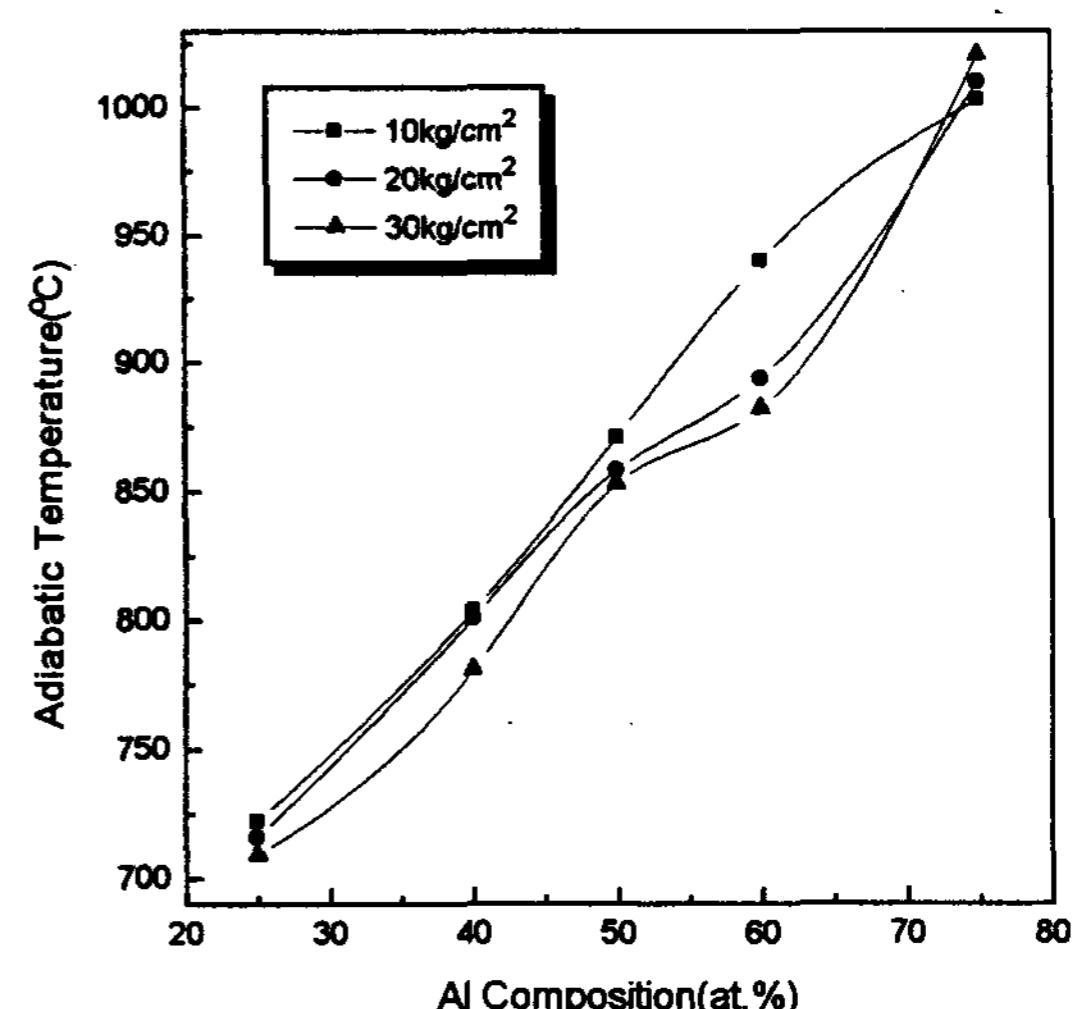


Fig. 5. Effects of Al contents and compaction pressure on the combustion temperatures.
(Fe=39μm, Al=29μm)

며, 시편의 팽창으로 인해 기공도 심하게 조대화 되었다. 그리고 75at.%Al에서는 60at.%Al과 마찬가지로 화합물입자는 매우 조대해지지만, 시편의 수축으로 인한 기공은 60at.%Al에 비해 크기가

작았다.

Fig. 6은 Photo. 1과 동일한 조건하에서의 각 시편의 XRD 결과를 나타낸 것이다. Al 혼합량이 25at.%Al일 때는 미반응 Fe가, 40at.%Al에서

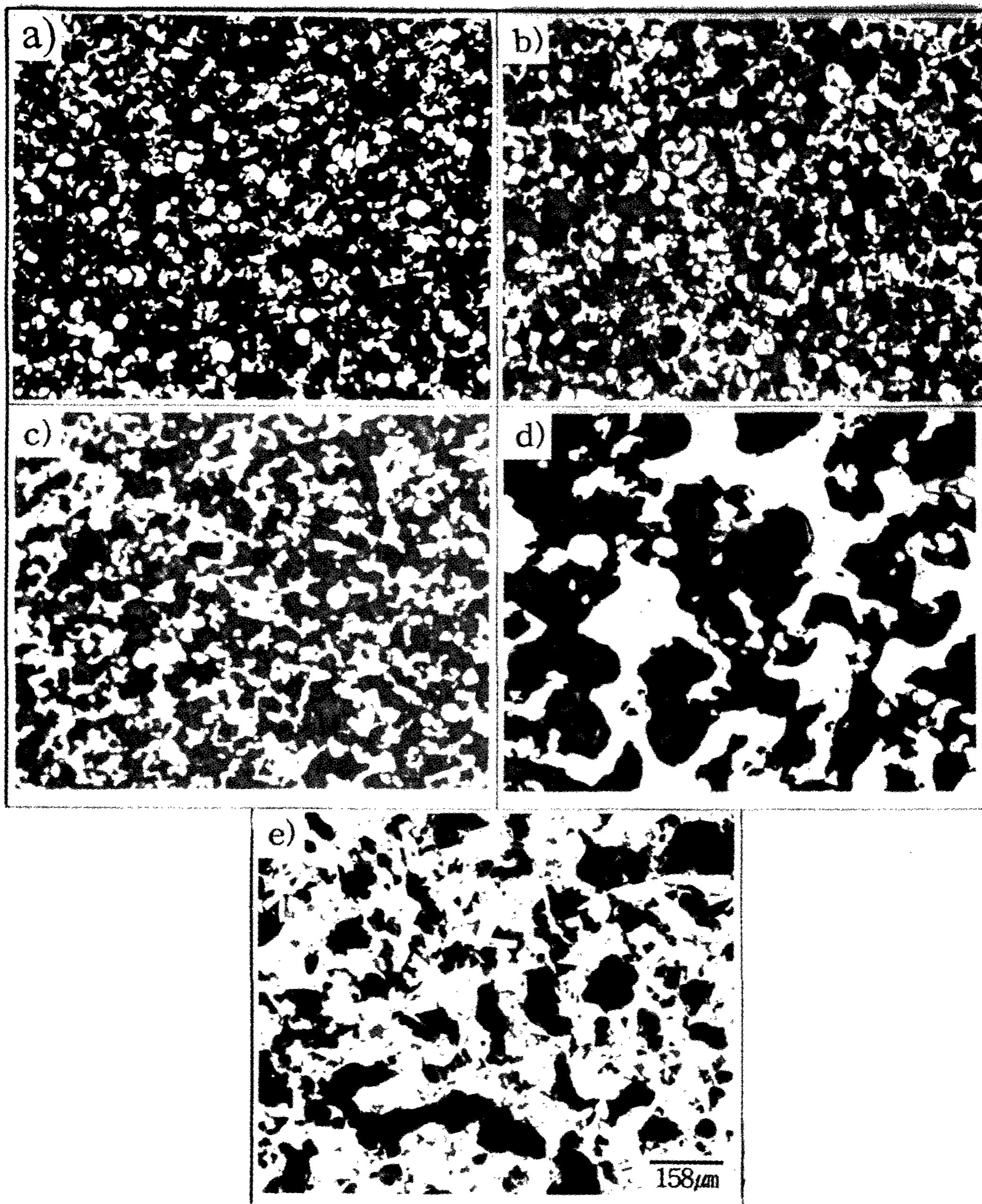


Photo. 1. Optical micrographs of the reactive sintered specimen with varying Al contents(at%).
(Fe=39μm, Al=10μm, compacting pressure=20kg/cm²)
(a) 25 (b) 40 (c) 50 (d) 60 (e) 75

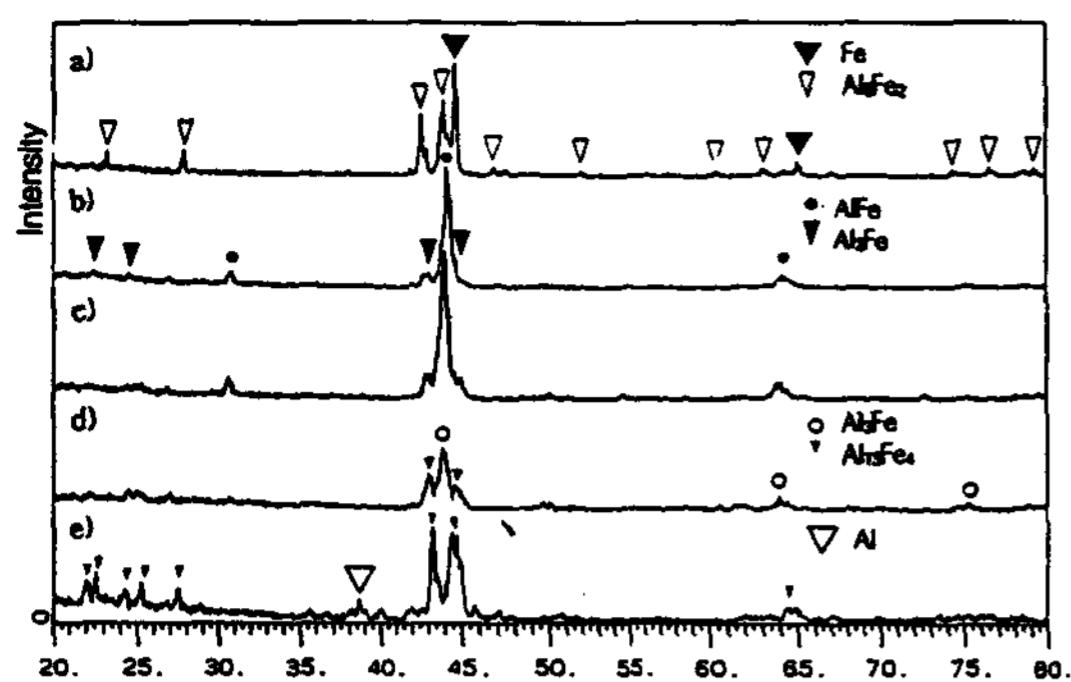


Fig. 6. XRD patterns of the reactive sintered specimen with varying Al contents(at%).(Fe=39μm, Al=29μm, compacting pressure=20kg/cm²)

는 FeAl, FeAl₂, 그리고 XRD 결과 검출되지는 않았지만 미약한 Fe₂Al₅상이 존재한다고 생각된다. 그리고 50at.% Al에서는 AlFe와 Al₂Fe상만이 존재하고, 60at.% Al에서는 FeAl₃와 Fe₄Al₁₃상이 나타나며, 75at.% Al에서는 Al상과 Fe₄Al₁₃, FeAl₃상이 나타남을 알 수 있다. 따라서 상기 Photo. 1과 Fig. 6의 결과를 고려시 50at.% Al의 경우가 반응소결후 시편이 약간 팽창하여 비교적 기공이 많고, 기공도 개방되어 있으며, dual phase인 FeAl과 FeAl₂ 상만이 나타나 상의 조절이 비교적 용이하기 때문에 용탕단조용 예비성 형체로서는 최적으로 생각된다.

Photo. 2는 평균입도가 39μm인 Fe분말에 평균

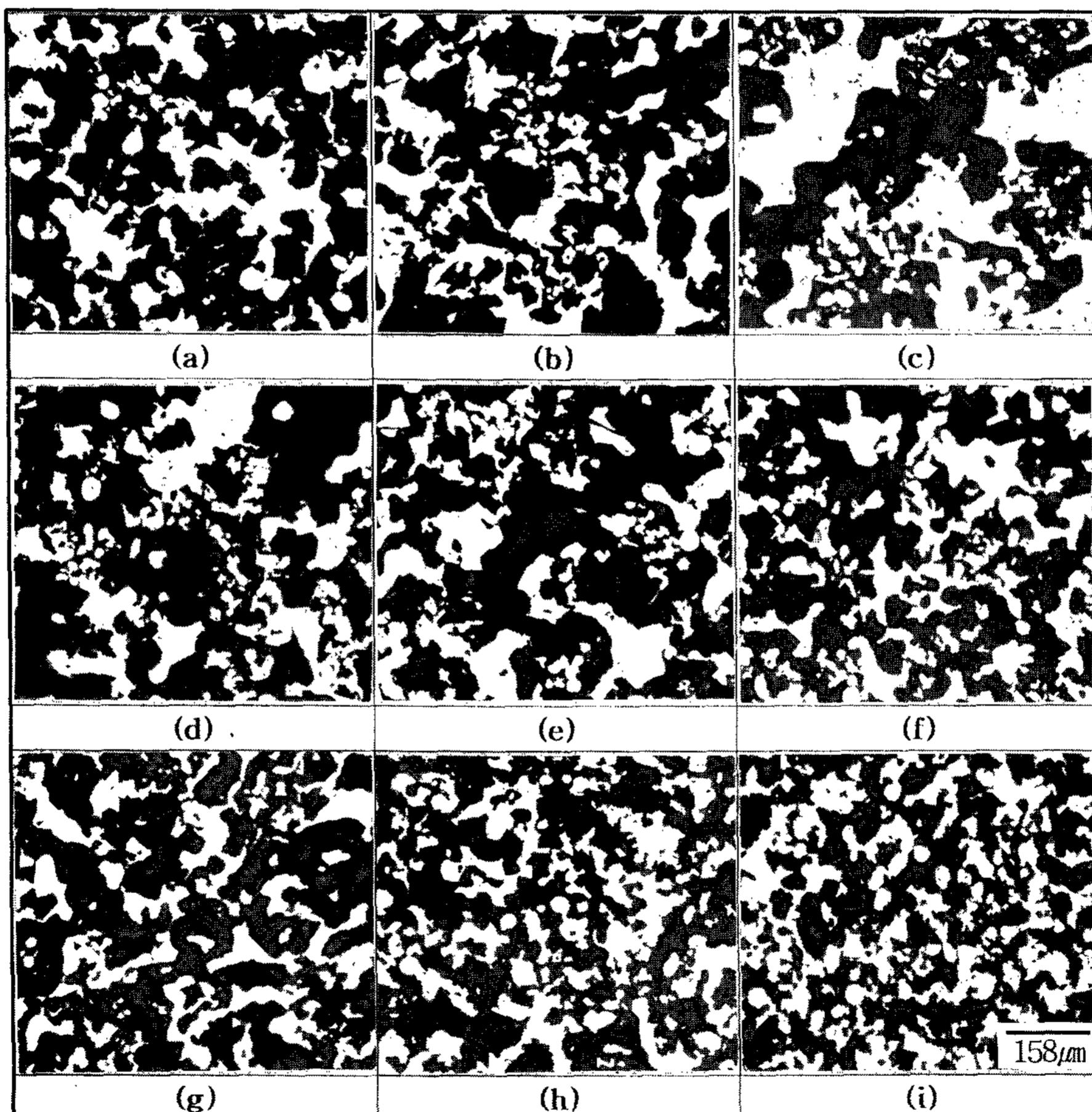


Photo. 2. Optical micrographs of 50at.% Al specimen with varying Al particle size and compacting pressure.

- | | | |
|----------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|
| (a) 187 μm, 10kg/cm ² | (b) 187 μm, 20kg/cm ² | (c) 187 μm, 30kg/cm ² |
| (d) 66 μm, 10kg/cm ² | (e) 66 μm, 20kg/cm ² | (f) 66 μm, 30kg/cm ² |
| (g) 29 μm, 10kg/cm ² | (h) 29 μm, 20kg/cm ² | (i) 29 μm, 30kg/cm ² |

입도가 187, 66 및 29 μm 인 Al분말을 혼합하고 성형압력을 10, 20 및 30kg/cm²으로 달리하여 압축성형한 후 반응소결하여 제조한 예비성형체의 미세조직의 변화에 대한 Al분말의 입도와 성형압력의 영향을 나타낸 것이다. (a), (b), (c)는 Al분말의 입도가 187 μm 이고 각각 성형압력이 10, 20 및 30kg/cm²일 때로 성형압력이 높을수록 Fe와 Al의 반응에 의해 생성된 화합물입자가 조대해짐을 알 수 있고, 이는 사용된 Al입자가 크기 때문으로 생각된다. (d), (e), (f)는 Al분말의 입도가 66 μm 일 때로 성형압력이 높을수록 화합물입자가 상대적으로 약간 미세해짐을 알 수

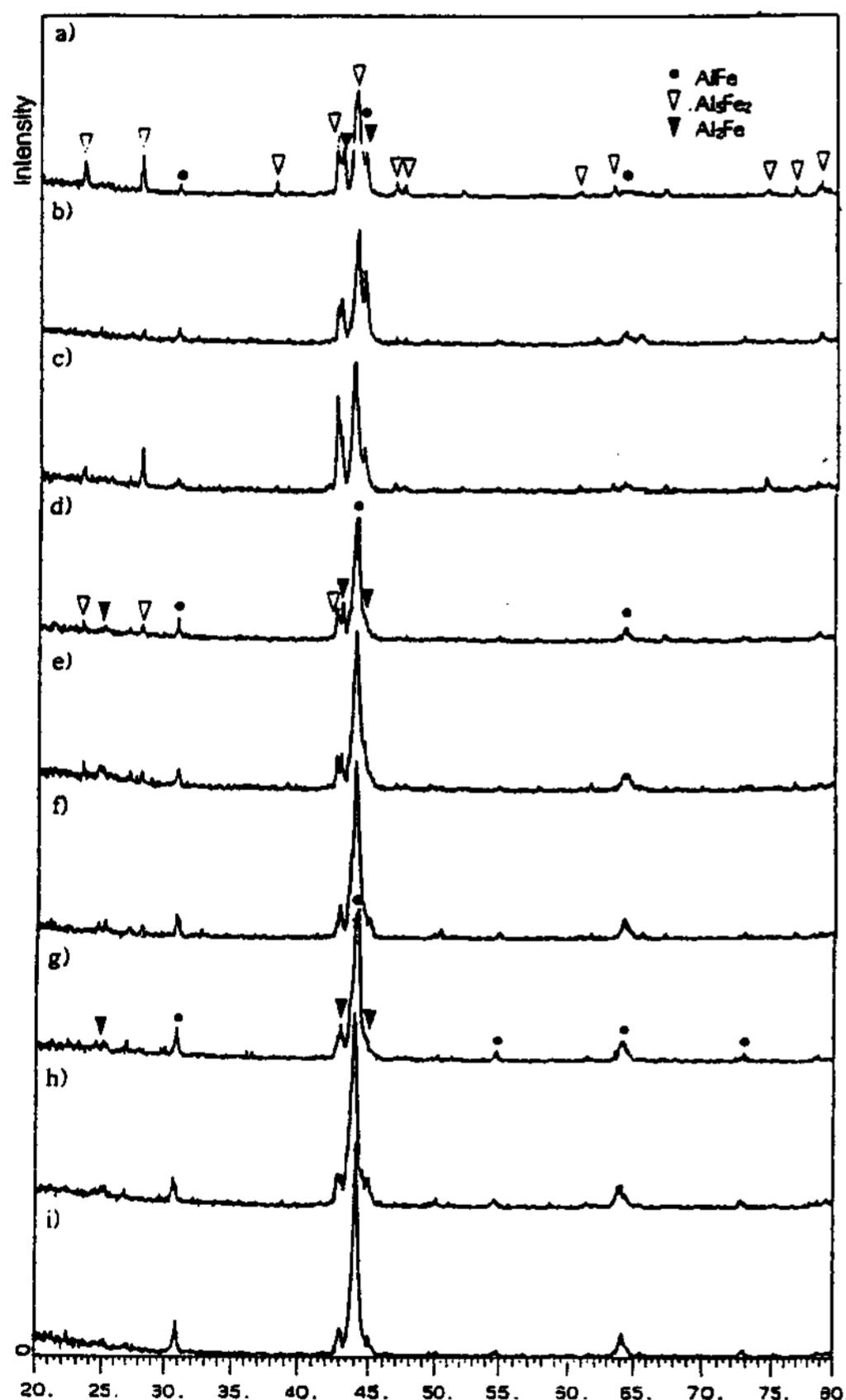


Fig. 7. XRD patterns of 50at%Al specimen with varying Al particle size and compacting pressure.

- (a) 187 μm , 10kg/cm²
- (b) 187 μm , 20kg/cm²
- (c) 187 μm , 30kg/cm²
- (d) 66 μm , 10kg/cm²
- (e) 66 μm , 20kg/cm²
- (f) 66 μm , 30kg/cm²
- (g) 29 μm , 10kg/cm²
- (h) 29 μm , 20kg/cm²
- (i) 29 μm , 30kg/cm²

있으며, (g), (h), (i)는 Al분말의 입도가 29 μm 로 미세해 졌을 때는 성형압력에는 큰 변화가 없었지만 생성된 화합물입자가 치밀해졌음을 알 수 있었다. 그리고 성형압력이 동일한 경우는 Al입자가 작을수록 생성된 화합물입자가 미세해지고 치밀해졌다.

Fig. 7은 Photo. 1과 동일한 조건에서의 XRD 결과를 나타낸 것이다. Al분말의 평균입도가 187 μm 이고, 성형압력이 10kg/cm²일 때는 Fe₂Al₅가 주된 상이고, 이외 FeAl과 FeAl₂상이 나타나, 성형압력이 높아 감에 따라 FeAl이 주된 상이 되고, 그외 Fe₂Al₅, FeAl₂상이 나타남을 알 수 있다. Al분말의 평균입도가 66 μm 일 때는 성형압력이 증가할수록 주된 상인 FeAl의 강도가 커지고, Fe₂Al₅와 FeAl₂상의 강도는 상대적으로 작어짐을 알 수 있다. 그리고 Al분말의 평균입도가 29 μm 이고 성형압력이 10kg/cm²일 때는 FeAl과 FeAl₂상이 나타나나, 성형압력이 증가할수록 주된 상인 FeAl상의 강도는 커지고, Fe₂Al₅상은 나타나지 않는다고 생각된다.

Photo. 3은 평균입도가 39 μm 인 Fe와 29 μm 인 Al의 혼합분말을 성형압력 20kg/cm²로 압축성형한 압분체를 반응소결하여 제조한 예비성형체의 Al혼합비의 변화에 따른 주사전자현미경사진을 나타낸 것이다. Al이 40~60at.%로 증가함에 따라 화합물이 조대해지고, Photo. 1과 동일한 결과를 나타냄을 알 수 있다.

Photo. 4는 Al 혼합비가 50at.%Al이고, Al분말의 입도가 187, 66, 29 μm 로 다른 혼합분말을 성형압력 20kg/cm²로 압축성형한 압분체를 반응소결하여 제조한 예비성형체의 주사전자현미경사진을 나타낸 것이다. Al입자가 미세해질수록 화합물입자가 미세해지고, 조직이 치밀해지며 균일하게 분포되어 있는 3차원 망상구조를 나타내어 Photo. 2의 (b), (e), (h)와 동일한 결과를 나타냄을 확인할 수 있었다.

Photo. 5는 Al혼합비가 50at.%인 평균입도 39 μm 인 Fe와, 29 μm 인 Al의 혼합분말을 성형압력 20kg/cm²로 압축성형한 압분체를 반응소결하여 제조한 예비성형체의 EDS결과를 나타낸 것이다. XRD상으로는 FeAl과 FeAl₂의 dual phase 형태로 나타났으나, EDS결과 미량의 미반응 Fe와 Fe₂Al₅상이 잔류함을 알 수 있고, 이를

용탕단조했을 때 Al 용탕과의 2차반응이 예상되나 시편에는 큰 영향을 미치지 못하리라 생각된다.

4. 결 론

반응소결법(Reactive sintering process)으로

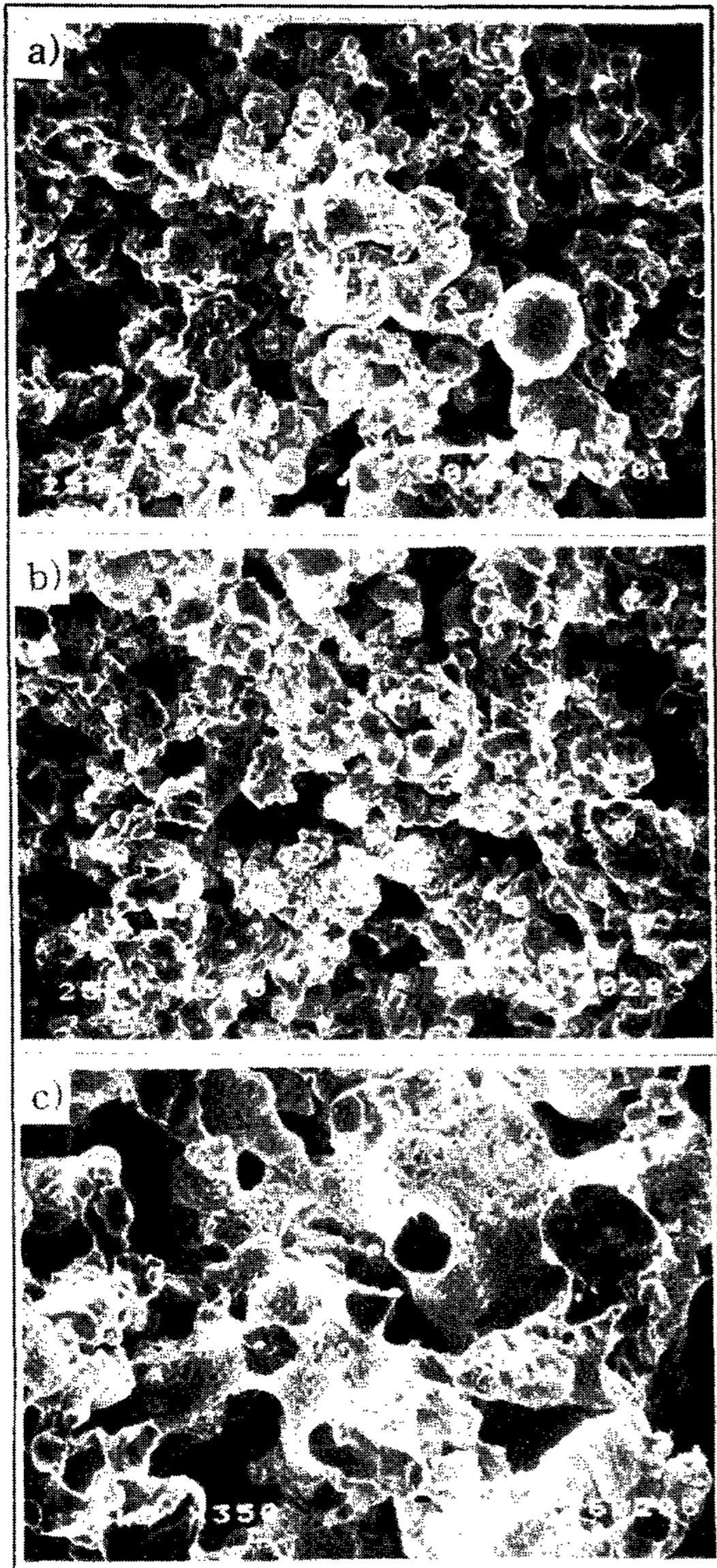


Photo. 3. SEM photomicrographs of reactive sintered specimen with varying Al contents (at.%) ($\text{Fe} = \mu\text{m}$, $\text{Al} = 29\mu\text{m}$, compacting pressure = 20kg/cm^2)
 (a) 40 (b) 50 (c) 60

Fe-Al계 금속간화합물의 예비성형체를 제조함에 있어서 다음과 같은 결론을 얻었다.

- 1) Al 혼합비에 따른 반응시작온도는 25at.% Al에서는 636°C 이나 75at.% Al에서는 640°C 로 약간 증가하며, Al 혼합량이 증가할수록 반응시작 온도가 증가한다.
- 2) 암분체밀도는 성형압력이 증가할수록 거의

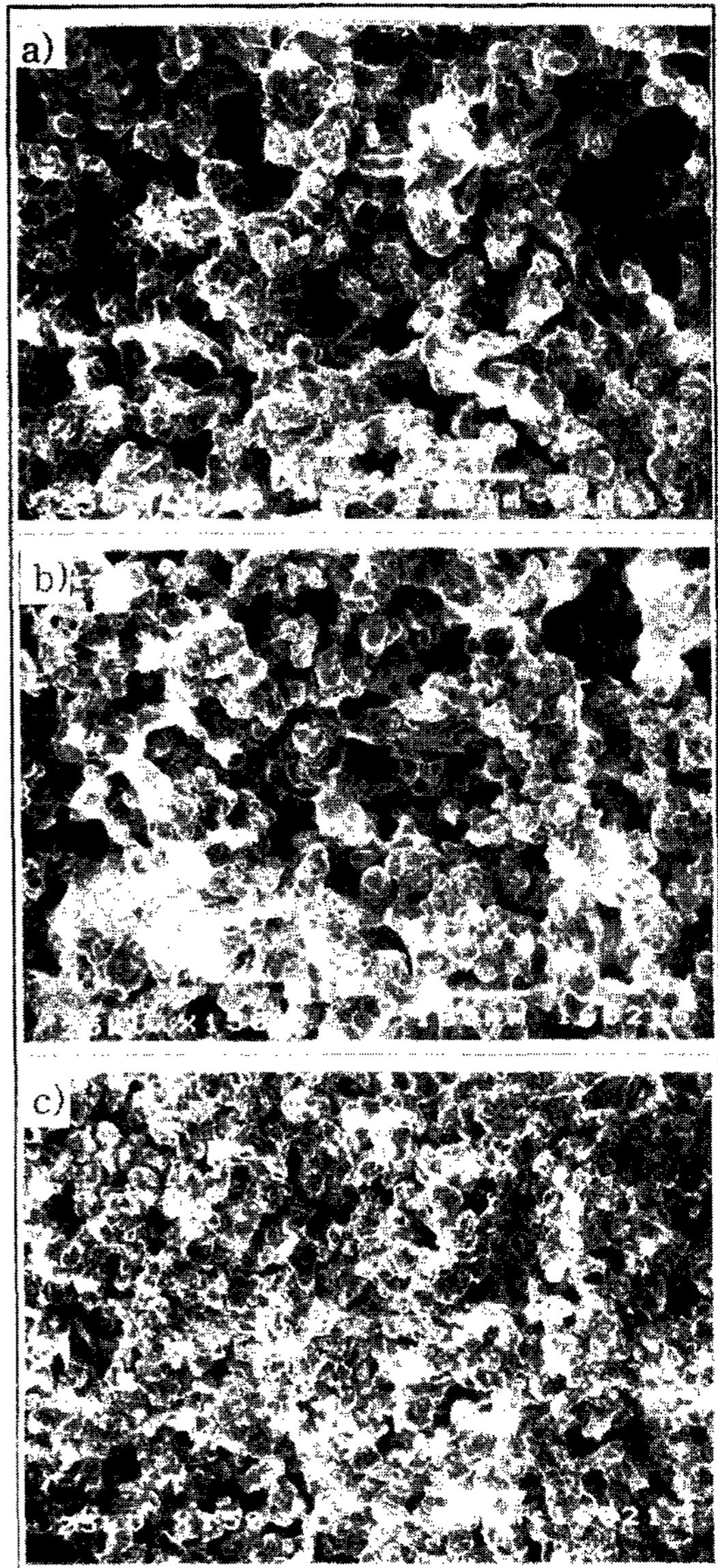
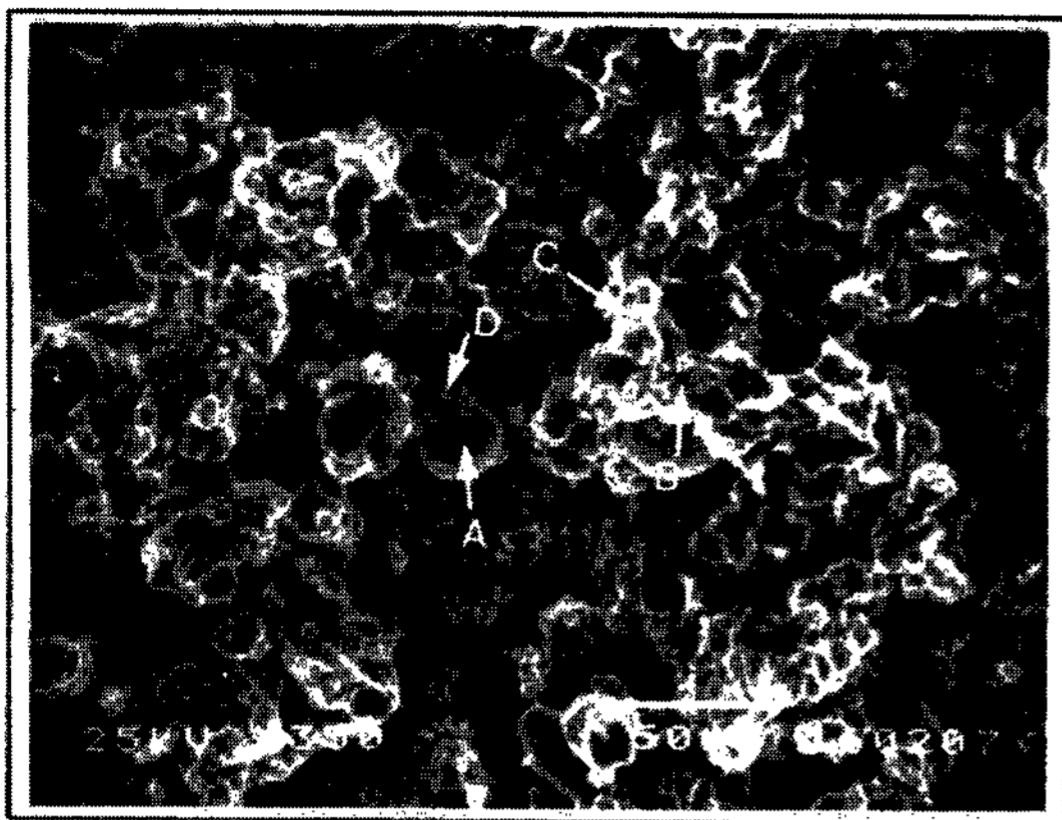


Photo. 4. SEM photomicrographs of 50at.% Al specimen with varying Al particle size(μm). (compacting pressure = 20kg/cm^2)
 (a) 187 (b) 66 (c) 29



	at. %	
	Fe	Al
A	96.69	3.31
B	46.05	53.95
C	28.69	71.31
D	78.97	21.03

Photo. 5. EDS results of 50at.% Al specimen.
(Fe=39 μm , Al=29 μm , compacting pressure=20kg/cm²)

직선적으로 증가하고, Al 혼합비가 증가할수록 거의 직선적으로 감소된다. 그리고 예비성형체의 밀도는 조성에 관계없이 성형압력이 증가할수록 대체적으로 증가하지만, 특히 Al 혼합량이 60at.%에서는 소결체가 팽창하여 밀도가 가장 작은 값을 나타내며, 그리고 오히려 75at.%에서는 수축을 일으킨다.

3) 반응시작온도는 성형압력이 증가할수록 높아지고, 동일한 압력에서 Al 혼합비가 증가할수록 상승한다. 그리고 단열반응온도는 동일한 조성에서는 성형압력이 증가함에 따라 감소하고, 동일한 성형압력에서는 Al 혼합비가 증가할수록 증가한다.

4) Al 혼합비가 증가할수록 화합물입자가 조대해지며, 특히 60at.%과 75at.% 혼합비에서는 화합물입자의 조대화가 현저하였다. 그리고 50at.% 혼합비에서는 Al분말의 입도가 미세할수록 균일하고 미세하게 분포된 3차원 망상구조를 나타낸다.

5) Al 혼합비가 50at.%인 경우 Al분말의 입도와 성형압력을 변화하였을 때 가장 입도가 조대한 187 μm 에서는 상의 변화와 함께 화합물입자

의 크기가 성형압력의 증가와 함께 조대해졌으나, 입도가 66 μm 과 29 μm 로 작아지면 그영향은 그다지 크지 않았다. 그리고 FeAl과 Al₂Fe상의 dual phase상만이 존재하여 상의 조절이 쉬우므로 용탕단조용 예비성형체의 제조조건으로 최적이라고 생각된다.

후 기

본 연구는 한국과학재단지정 급속응고신소재 연구소의 연구비지원에 의하여 수행된 연구로 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

- [1] T. Suganuma and A. Tanaka : *Tetsu-to-Hagane*, 75 (1989) 1790
- [2] A. Okura : *J. Jap. Compo. Mater. Soc.*, 11 (1985) 204
- [3] A. Varma and J. P. Lebrat, "Combustion Synthesis of Advanced Materials", *Chemical Eng. Sci.*, 47 (9~11), (1992) 2179-2914
- [4] R. L. Coble, "Sintering-Theory and Practice", Elsevier Scientific, Amsterdam, The Netherlands, (1982) 145-151
- [5] R. M. German, "Liquid Phase Sintering", Plenum Press, New York, NY, (1985) 172-174
- [6] Z. A. Munir : *Am. Ceram. Soc. Bull.*, Vol. 67(2) (1988) 342-349
- [7] W. C. Lee, S. L. Chung., *J. Mat. Sci.*, 30 (1995) 1487-1494
- [8] A. G. Merzhanov, "Method for Obtaining Refractory Compounds", USSR Pat. No. 584, 052, May (1975)
- [9] D. L. McDanels : *Metall. Trans.*, 16A (1985) 4077
- [10] T. T. Long and T. Aisaka : *J. of Tap. Metals*, 51 (1987) 864
- [11] M. C. Flemings, R. G. Riek and K. P. Young : *Mat. Sci. and Eng.*, 25 (1976) 103
- [12] A. Mizuta, T. Nakamura and K. Saka : *Tetsu-to-Hagane*, 75 (1989) 1783