

SiCp/6061Al 합금복합재료의 시효거동

안행근 · 유정희 · 김석원 · 우기도
전북대학교 신소재공학부, 공업기술연구소

Age-Hardening Behavior of SiCp Reinforced 6061 Aluminum Alloy Composites

H. K. Ahn, C. H. Yu, S. W. Kim and K. D. Woo

Division of Advanced Materials Engineering & RIIT, Chonbuk National University, Chonju 561-756

(2000년 8월 19일 받음, 2000년 10월 11일 최종수정본 받음)

초 록 석출경화형 6061Al 기지합금과 SiC 입자크기를 0.7 μ m 및 7.0 μ m로 변화시켜 강화한 SiCp/6061Al 합금복합재료의 시효 거동을 경도측정, DSC 시험 및 TEM 관찰을 통하여 조사하였다. 170 $^{\circ}$ C에서 등온시효시 6061Al 기지합금에 비하여 복합화한 0.7 μ mSiCp/6061Al 합금복합재료 및 7.0 μ mSiCp/6061Al 합금복합재료에서 최고경도에 도달하는 시간이 짧았으며, 또한 강화재의 크기가 큰 7.0 μ mSiCp/6061Al 합금복합재료에서 시효속진이 보다 크게 나타났다. 이것은 복합화 및 SiC 입자크기 증가에 따른 전위 밀도 상승에 기인한다. 6061Al 기지합금 및 복합재료에서 최고시효처리시의 주강화상은 붕상의 중간상 β (Mg₂Si)이며, β 상 생성의 활성화에너지는 복합화 및 SiC 입자크기의 증가에 따라 감소되었다.

Abstract The age-hardening behavior of unreinforced 6061Al alloy and SiCp/6061Al alloy composites reinforced with different size of SiC particle (average diameter; 0.7 μ m and 7.0 μ m) was investigated by hardness measurement, calorimetric technique and transmission electron microscopy. At 170 $^{\circ}$ C isothermal aging treatment, the peak aging time of 0.7 μ mSiCp/6061Al alloy composite and 7.0 μ mSiCp/6061Al alloy composite is shorter than that of unreinforced 6061Al alloy, and the aging of 7.0 μ mSiCp/6061Al alloy composite is accelerated more than that of 0.7 μ mSiCp/6061Al alloy composite. This acceleration is due to the increase of dislocation density by the compositeness with SiCp and the SiC particle size. In the peak aged condition, the major strengthening phase of these materials is intermediate β phase (Mg₂Si), and the activation energy for the formation of β phase is considerably decreased by the compositeness with SiCp and the increasing of SiC particle size.

Key words: 6061Al alloy, SiCp/6061Al alloy composite, SiC particle size, age-hardening behavior, activation energy.

1. 서 론

금속기복합재료에서 비강도, 비탄성률 및 내마모성 등 우수한 특성을 갖는 Al 합금기복합재료는 자동차나 항공기 등 수송기계산업에 많은 응용이 기대되고 있다. 그 중에서도 세라믹스 입자나 휘스커로 강화시킨 불연속강화복합재료 (discontinuously reinforced composites)에 대해서는 등방성에 가까운 재료로 하는 것이 가능하고, 성형이나 2차 가공도 비교적 용이한 점에서 실용화되고 있다.^{1,2)} 그러나 입자나 휘스커로 강화한 복합재료의 성질은 그 기지합금의 성질에 의해서 크게 좌우된다. 예를 들어 Arsenault³⁾에 의하면, 6061Al 합금에 SiC 입자로 강화시켰을 때의 강도증가는 약 100MPa 인데, 비강화 6061Al 합금을 T6 처리함으로써 약 200MPa 인 강도의 상승이 일어난다. 현재까지 2000系, 6000系, 7000系, AC4C, AC8A 등 많은 시효경화형 Al 합금이 복합재료의 기지합금으로 이용되고 있다. 즉, 복합재료중의 기지합금을 시효열처리에 의해 석출강화시켜 복합재료의 강도특성을 향상시키고자 하는 목적이 있는 것이다.

한편 종래의 강화이론(복합칙)에는 기지합금의 미세조직이 강화재의 존재에 의해서 영향을 받지 않는다고 하는 암묵의 가정이 내포되어 있다. 그러나 이것은 강화재의 체적률이 낮은 경우에는 타당한 가정이지만, 강화재의 체적률이 높고, 게다가 탄성률이나 열팽창 등의 물성이 강화재와 기지합금에서 다른 경우에는 타당치 못하다. 이에 대한 증거로 최근에 이르러, 금속기복합재료의 시효경화거동이 기지합금 단독의 경우와는 다르다는 것이 보고되고 있다.^{4~7)} 기지합금의 시효경화거동의 변화는, 복합화에 의해서 기지합금과 강화재가 반응하여 기지합금의 조성이 변화하는 것이 아니라고 가정한다면, 복합화에 따른 미세조직의 변화나 강화재-기지계면의 존재 등 금속기복합재료 특유의 미세조직에 기인하는 것이라고 생각된다. 복합화에 따른 시효경화속도의 변화에 대한 보고에 의하면, 기지합금의 시효응답은 강화재의 존재에 의해서 가속^{4,5)}되지만, 또한 그 역의 거동⁷⁾도 보고되고 있어서 단순하지 않으며, 강화상의 입경, 체적률, 복합재료의 제조공정 및 시효조건 등에 의해서도 영향을 받게 된다. 그래서 시효경화에 필요한 시간의 변화라고 하는 현상적인 측면을 조사하는데 그치지 않고, 여러

가지 변화요인에 따른 석출거동을 이해하는 것이 요구되는 것이다.

따라서 본 연구에서는 석출경화형 6061Al기지합금과 SiC입자크기가 0.7 μ m 및 7.0 μ m인 SiCp/6061Al합금복합재료의 시효경화거동을 시차주사열량측정에 의한 열역학적인 분석과 미세조직관찰에 의해 해석하고, 복합화에 따른 석출현상과 시효거동에 미치는 SiC입자크기의 영향을 조사하고자 하였다.

2. 실험 방법

본 연구에 사용된 복합재료는 석출경화형 6061Al합금 분말에 평균입자직경이 0.7 μ m 및 7.0 μ m인 α -SiC입자를 20% 첨가하여 혼합한 후, 100MPa의 압력으로 진공 열간프레스를 하여 Preform을 만들고, 6061Al합금의 반응용 온도인 570 $^{\circ}$ C에서 2mm/min의 속도로 열간압출하여 12 \times 45 \times 300mm의 압출괴로 제조하였다. 표 1에 6061Al기지합금과 SiC입자의 화학조성을 나타내었다.

제조된 압출괴는 약 4.5mm 입방체의 시험편으로 절단하고 530 $^{\circ}$ C에서 2시간동안 유지한 후 얼음물에 급냉하여 용체화처리 하였다. 용체화처리 후의 각 시험편은 170 $^{\circ}$ C의 실리콘 오일속에서 0~72시간 동안 시효처리하였다. 시효처리 직후 로크웰 경도시험에 의해 경도를 측정하여 시효경화곡선을 구하였다. 시효시간에 따른 석출물의 생성 및 소멸을 비교 분석하고 석출물들의 활성화에너지를 구하기 위하여 시차주사열량분석기(DSC: Dupont 2000)로 비열변화를 측정하였다. DSC시험은 직경 3mm, 두께 0.3mm의 디스크형상으로 시험편을 준비하고, N₂ Gas 분위기 중에서 승온속도 10 $^{\circ}$ C/min로 25~550 $^{\circ}$ C 온도범위에서 시험

을 실시하였다. 특히 각 석출물의 활성화에너지를 구하기 위한 DSC시험은 승온속도를 2, 5, 10 및 20 $^{\circ}$ C/min으로 변화시켜 시험하였다. 시료의 제조 및 시효조건에 따른 전위와 석출물의 분포 및 형상 등은 TEM (JEM-200CX)을 이용하여 관찰하였다. TEM 시험편은 기계 연마하여 두께를 약 50 μ m로 만든 다음, 30 μ m정도로 dimpling한 후, -25 $^{\circ}$ C로 유지된 1/3Nital+2/3methanol 용액속에서 15V전압을 사용한 twin-jet 연마기(Struers A/S)로 전해연마하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 광학현미경조직

그림 1은 본 연구에 사용된 0.7 μ mSiCp/6061Al합금복합재료 및 7.0 μ mSiCp/6061Al합금복합재료의 광학현미경조직이다. 평균입자직경이 0.7 μ m 및 7.0 μ m인 SiCp/6061Al합금복합재료에서 구상의 SiC입자들이 균일하게 분포되어 있음을 알 수 있다. 입자 크기가 평균입자직경인 0.7 μ m 및 7.0 μ m보다 작은 입자들의 일부는 복합재료 제조과정에서 SiC입자들 간의 충돌에 의해 파괴된 것으로 생각된다.

3.2. 시효경화곡선

그림 2는 6061Al합금과 SiC입자크기가 0.7 μ m 및 7.0 μ m인 SiCp/6061Al합금복합재료를 170 $^{\circ}$ C에서 등온시효 하였을 때 시효시간에 따른 경도변화를 나타낸 것이다. 기지합금에서는 시효시간의 증가에 따라 경도가 급격히 상승하다가 9hr에서 HR_B 68로 최고경도를 나타낸 후 연화하는 거동을 보이고 있다. SiC입자크기가 0.7 μ m 및 7.0 μ m SiCp/6061Al합금복합재료에서도 시효시간의 증가에 따라 경도가 완만히 상승하며, 각각 시효시간 7hr에서 HR_B 78,

Table 1. Chemical compositions of 6061Al alloy and α -SiC particle(wt%).

6061Al alloy	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Al
	0.86	0.28	0.24	0.21	0.15	0.13	bal.
SiCp	SiC	SiO ₂	C	Al	Fe	-	-
	99.0	0.1	0.3	0.01	0.02	-	-

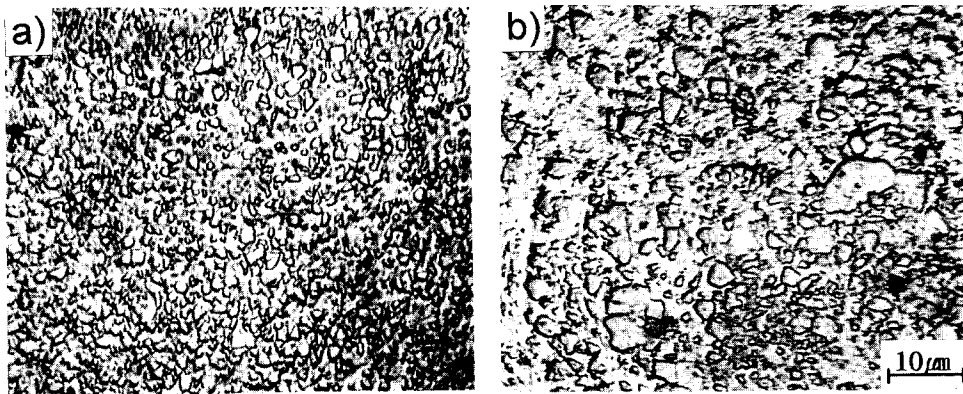


Fig. 1. Optical micrographs of (a) 0.7 μ m SiCp/6061Al (b) 7.0 μ m SiCp/6061Al alloy composites solutionized at 530 $^{\circ}$ C.

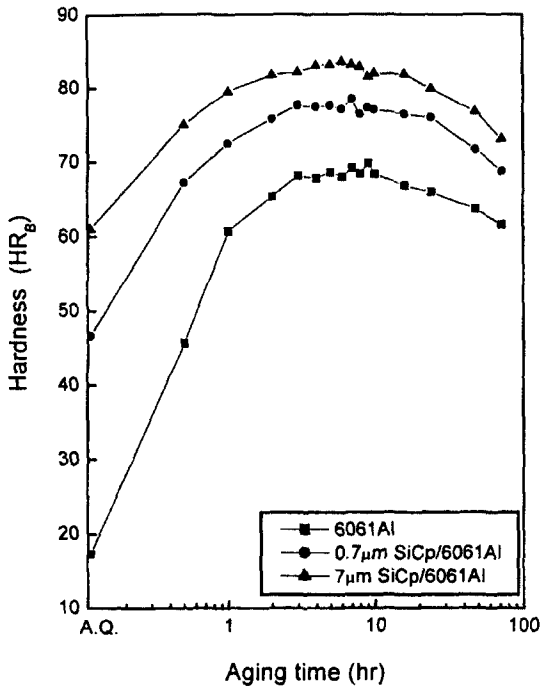


Fig. 2. Hardness versus aging time at 170°C isothermal aging.

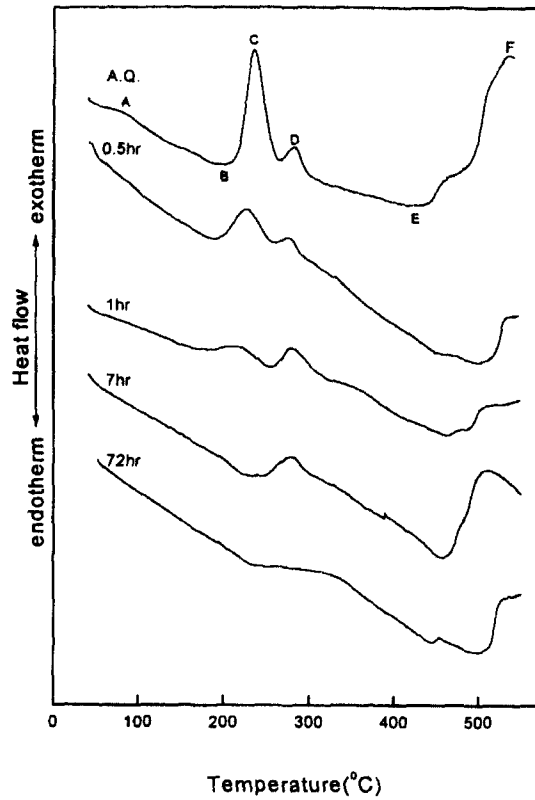


Fig. 4. DSC curves of the 0.7μm SiCp/6061Al alloy composite after aging for specified times at 170°C.

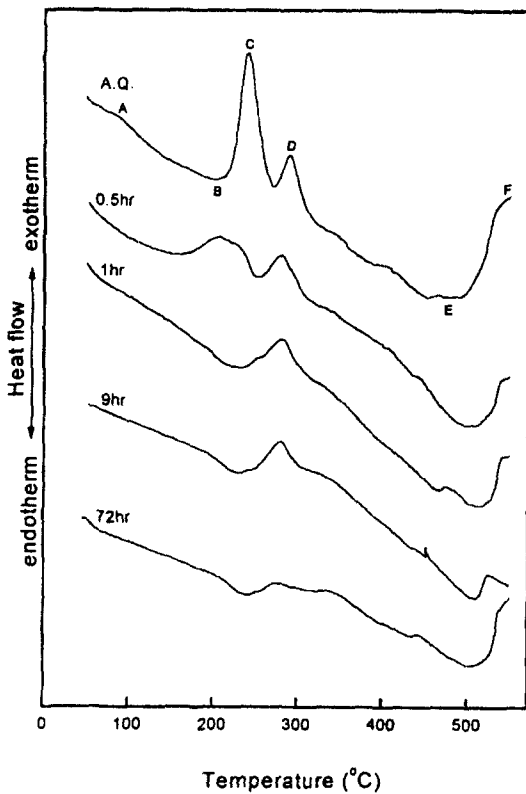


Fig. 3. DSC curves of the 6061Al alloy after aging for specified times at 170°C.

6hr에서 HR_B 83의 최고경도를 나타낸 후 감소하고 있다. 즉 SiCp/6061Al 합금복합재료에서는 최고경도에 도달하는 시간이 6061Al 기지합금보다 2hr~3hr 단축되어 시효경화가 촉진되고 있는 것을 알 수 있다. 이것은 시효시 석출물을 생성하기 위해서는 합금원소들의 확산이 수반되어야

하는데, 복합재료에서는 열간프레스 및 압출가공시 강화제인 SiC 입자 주위에 큰 변형이 발생하여 많은 전위가 도입되며, 이들 고밀도의 전위가 석출물의 불균일 핵생성 site로 작용할 뿐만 아니라 합금원소들의 빠른 확산 경로를 제공^{8~10)}함으로써 석출을 촉진하기 때문인 것으로 생각된다. 마찬가지로 동일 시효조건에서 0.7μm SiCp/6061Al 합금복합재료보다 7.0μm SiCp/6061Al 합금복합재료에서 최고경도에 도달하는 시간이 짧은 것은 SiC 입자의 크기가 증가되면 복합재료내에 도입되는 전위의 수가 더욱 증가되기 때문인 것으로 생각된다.

3.3. 시효석출과정

그림 3은 170°C에서 0hr, 0.5hr, 1hr, 9hr 및 72hr 등은 시효한 6061Al 합금의 DSC 분석 곡선을 나타낸 것이다. 일반적으로 6061Al 합금에서 과포화고용체로부터 안정상까지의 석출과정은, 과포화고용체 → GP I zone (공공농도가 큰 구상 또는 침상) → GP II zone (내부규칙성을 갖는 침상) → 중간상 β (모상과 반정합인 봉상) → 안정상 β (모상과 비정합인 판상)로 이행되는 것으로 보고^{10,11)}되고 있으며, 본 연구의 결과도 동일한 석출과정을 보이고 있다. 즉 그림 3의 용체화처리상태 (A.Q.)의 DSC 곡선에서 각 피크는 발열 A: GP I zone의 형성, 흡열 B: GP I zone의 재고용, 발열 C: GP II zone의 형성, 발열 D: 중간상 β의 석출, 흡열 E: GP II zone 및 중간상 β의 재고용, 발열 F: 안정상 β의 석출에 대응하고 있다. 시효시간에 따른 DSC 곡선 변화를 보면, A.Q.에서 작은 피크로 나타났던 GP I zone (피크 A)

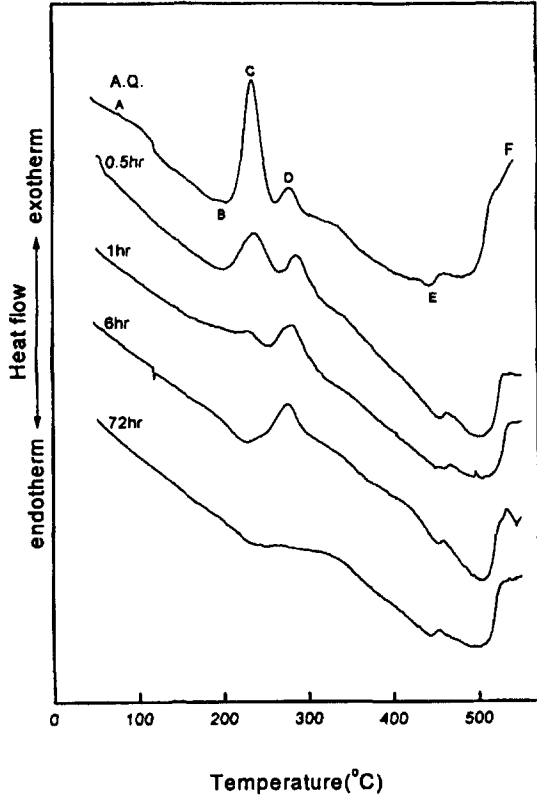


Fig. 5. DSC curves of the 7.0 μm SiCp/6061Al alloy composite after aging for specified times at 170 °C.

은 시효처리에 의해서 사라졌으며, 가장 큰 발열피크로 나타났던 GP II zone (피크 C)은 시효시간이 증가함에 따라 작아지다가 결국 흡열피크로 변하는 것으로 보아 재고용이 일어나는 것으로 생각된다. 앞의 시효경화곡선에서 최고경도를 나타낸 9hr에서 β 상 (피크 D)의 면적이 크게 나타났으며, 과시효 단계인 72hr까지 β 상의 발열피크가 거의 변화하지 않았다.

그림 4 및 그림 5는 각각 0.7 μm SiCp/6061Al 합금복합재료 및 7.0 μm SiCp/6061Al 합금복합재료에서 170 °C로 시효처리 하였을 때, 시효시간에 따른 DSC 분석 곡선을 나타낸 것이다. 6061Al 기지합금과 마찬가지로 A.Q.에 존재하던 GP I zone (피크 A)은 0.5hr 시효처리에 의해 사라지고, GP II zone (피크 C)의 크기도 크게 감소되고 있으며, 시효시간이 길어짐에 따라 발열피크 C가 흡열피크로 바뀌는 것으로 보아 GP II zone은 재고용되는 것으로 생각된다. 또한 그림 2의 시효경화곡선에서 최고경도를 나타내는 7hr 및 6hr에서는 β 상의 석출피크 D의 면적은 기지합금보다 크게 나타났으며, 72hr의 과시효상태에서는 β 상의 발열피크도 거의 소멸되어 석출은 일어나지 않는 상태가 된다. 이들 결과로부터 시효석출과정이나 석출양상은 SiC 입자의 복합화나 SiC 입자 크기에 의해 크게 영향을 받지 않는 것으로 생각된다.

그림 6은 용체화처리한 0.7 μm SiCp/6061Al 합금복합재료

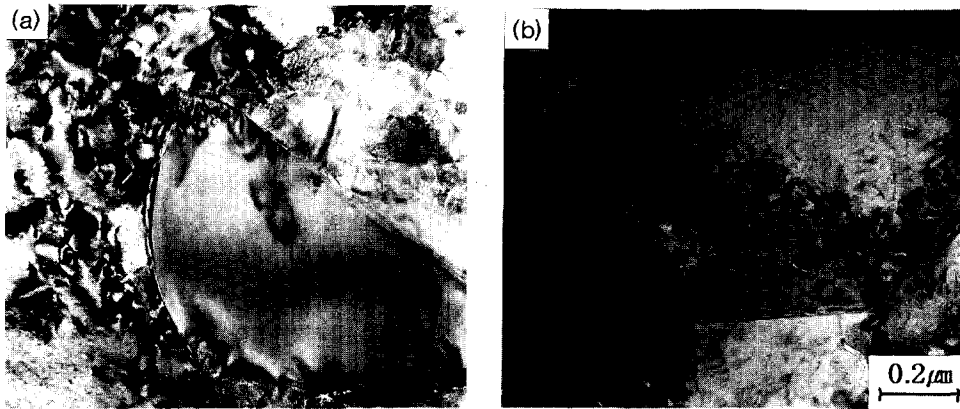


Fig. 6. TEM micrographs of the solutionized SiCp/6061Al alloy composites: (a) 0.7 μm SiCp and (b) 7.0 μm SiCp, showing distribution of dislocations.

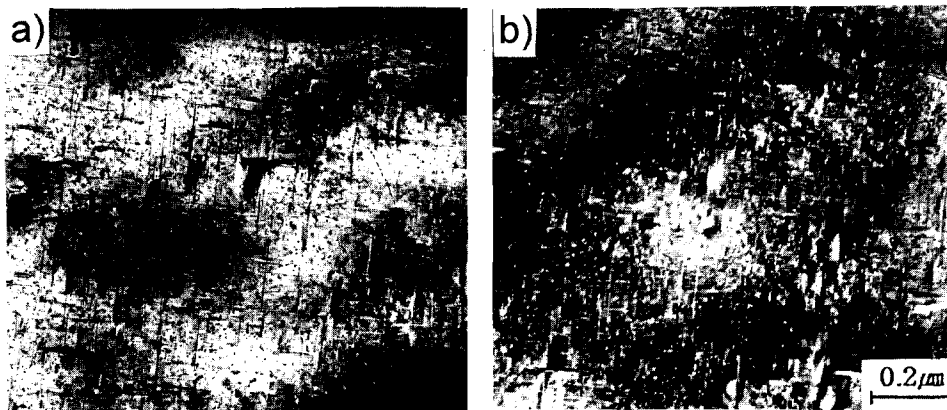


Fig. 7. TEM micrographs of the peak aged SiCp/6061Al alloy composites: (a) 0.7 μm SiCp and (b) 7.0 μm SiCp, showing shape and distribution of β phase.

및 7.0 μ mSiCp/6061Al합금복합재료의 전위분포를 나타내는 TEM 사진이다. SiC입자/기지 계면에서 전위가 많이 존재하는 것을 알 수 있으며, 이것은 복합재료의 제조공정 중에 SiC입자/기지 계면에 큰 변형이 발생하기 때문인 것으로 생각된다. 또한 강화재의 크기가 큰 7.0 μ m SiCp/6061Al합금복합재료에서 0.7 μ mSiCp/6061Al합금복합재료보다 전위밀도가 높은 것을 볼 수 있다. 이와 같은 전위밀도의 차이로 0.7 μ mSiCp/6061Al합금복합재료보다 7.0 μ mSiCp/6061Al합금복합재료에서 석출이 더욱 촉진되어 최고경도에 도달하는 시효시간이 짧아지는 것으로 생각된다.

그림 7은 170 $^{\circ}$ C에서 최고시효 시킨 0.7 μ mSiCp/6061Al합금복합재료 및 7.0 μ mSiCp/6061Al합금복합재료의 석출물 형상을 나타낸 TEM 사진이다. a)의 0.7 μ mSiCp/6061Al합금복합재료와 b)의 7.0 μ mSiCp/6061Al합금복합재료 모두 전위위에 동일방향으로 배향된 거의 동일한 길이의 석출상이 관찰되며, 열응력에 의해 도입된 고밀도의 전위가 불균일 핵생성 site로서 석출에 중요한 역할을 하는 것을 알 수 있다. β 상의 양이나 분포는 두 복합재료에서 거의 유사하다. 따라서 6061Al합금의 석출물의 양상은 SiC입자의 복합화나 강화재의 입자 크기에 크게 영향을 받지 않는 것으로 생각된다.

3.4. 각 석출상의 활성화에너지

SiCp/6061Al합금복합재료의 시효거동에서 두드러진 특징은 6061Al기지합금에 비하여 시효가 촉진되는 것이며, 이러한 현상을 열역학적으로 고찰할 필요가 있다. DSC시험 결과, 각 석출상의 생성 및 재고용의 피크온도는 승온속도에 따라서 변화하며 이러한 비등온열분석의 결과를 수학적으로 해석하는 방법을 Augis와 Bennett¹²⁾가 제안하였다. 먼저 등온조건하에서 진행되는 반응의 대부분은 Johnson-Mehl-Avrami의 식¹³⁾을 따르는 것으로 알려져 있다.

$$X = 1 - \exp[-(Kt)^n] \tag{1}$$

여기서, X는 반응생성물의 체적률, K는 유효총괄 반응속도, t는 반응시간, n은 성장기구나 생성물의 크기에 의존하는 지수이다. 식(1)을 2차 미분하면

$$\begin{aligned} d^2x/dt^2 &= [d^2u/dt^2u - (du/dt)^2(nu^{n-1} - n + 1)] \\ nu^{n-2}(1-x) &= 0 \end{aligned} \tag{2}$$

단 $u = Kt$ 이다. 여기서,

$$du/dt = (1/K \cdot dK/dt + 1/t) \tag{3}$$

만약 K가 Arrhenius 형의 온도의존성을 가진다면

$$K = K_0 \exp(-E/RT) \tag{4}$$

여기서, K_0 는 반응상수, E는 활성화에너지, R은 기체상수이다. 따라서 식(3)과(4)로부터

$$du/dt = u(1/t + dT/dt \cdot E/RT^2) \tag{5}$$

여기서, $dT/dt (=Q)$ 는 승온속도이다. 또한 dt/du 에서 u는 온도의존성을 가진다. 이것을 사용하여 식(2)를 u에 대해서 풀면 $u=1$ 이 얻어진다. 이것을 피크온도 T_p 에 대해서 풀고 대수로 표시하면

$$\ln K_0 - E/RT_p + \ln[(T_p - T_0)/Q] = 0 \tag{6}$$

따라서 $\ln[(T_p - T_0)/Q]$ 를 $1/T_p$ 에 대하여 plot하면 얻어지는 직선의 기울기로부터 반응의 활성화에너지 E를 구할 수 있다. 여기서 T_p 는 반응의 피크온도, T_0 는 측정개시온도이다.

표 2에 나타난 가열속도 및 피크온도등의 데이터를 이용하여 GP I zone, GP II zone 및 β 상의 $\ln[(T_p - T_0)/Q]$ 를 $1/T_p$ 에 대하여 plot하였으며, 그림 8에 β 상 생성의 활성화

Table 2. Activation energies for the formation of GP I zone, GP II zone and β phase.

Materials	Heating rate (°C/min)	Peak temperature(°C)			Activation energy(kJ/mol)		
		GP I zone	GP II zone	β phase	GP I zone	GP II zone	β phase
6061Al	2	45.6	218.7	262.8	30.0	124.9	142.6
	5	57.9	236.2	277.9			
	10	80.2	243.5	289.4			
	20	113.0	259.5	301.5			
0.7 μ mSiCp/6061Al	2	48.8	213.9	250.5	35.4	91.4	106.1
	5	74.0	220.9	267.0			
	10	87.1	239.3	282.1			
	20	110.0	263.6	300.0			
7.0 μ mSiCp/6061Al	2	50.8	212.9	243.1	38.6	85.0	89.5
	5	77.6	219.2	259.1			
	10	88.1	234.0	280.0			
	20	112.8	265.8	298.2			

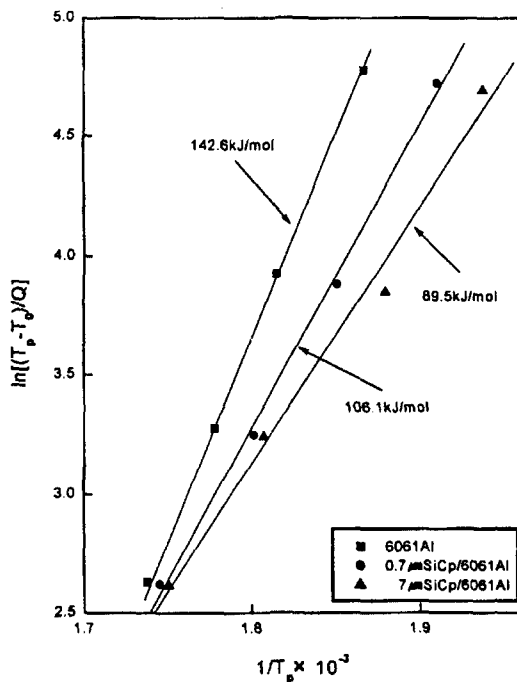


Fig. 8. The plots of $\ln[(T_p - T_0)/Q]$ versus $1/T_p$ for β phase formation.

에너지를 구하는 방법을 나타내었다. 이와 같이 구하여진 6061Al기지합금과 입자크기가 $0.7\mu\text{m}$ 및 $7.0\mu\text{m}$ 인 SiCp/6061Al합금복합재료의 GP I zone, GP II zone 및 β 상 생성의 활성화에너지를 표 2에 나타내었다. GP I zone 생성의 활성화에너지는 6061Al기지합금, $0.7\mu\text{m}$ 및 $7.0\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료에서 각각 30.0kJ/mol , 35.8kJ/mol , 38.6kJ/mol 로 SiCp에 의한 복합화 및 입자크기 증가에 따라 증가하였다. 전위나 계면은 소입시 과잉공공의 소멸장소로 작용하기 때문에 복합재료에서의 고밀도의 전위나 계면은 시효초기에 GP I zone의 형성에 기여하는 과잉공공의 소멸이 많게 되어 GP I zone의 생성이 억제됨으로써 활성화에너지가 증가하는 것으로 생각된다. 또한 GP II zone 생성의 활성화에너지는 6061Al합금과 $0.7\mu\text{m}$ 및 $7.0\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료에서 각각 124.9kJ/mol , 91.4kJ/mol , 85.0kJ/mol 이며, β 상 생성의 활성화에너지는 각각 142.6kJ/mol , 106.1kJ/mol , 89.5kJ/mol 로 SiCp에 의한 복합화 및 입자크기의 증가에 따라 활성화에너지가 크게 감소되었다. 따라서 복합재료가 기지합금에 비하여, 그리고 $7.0\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료가 $0.7\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료에 비하여 GP II zone과 β 상의 석출이 촉진되었음을 알 수 있다.

4. 결 론

SiC입자로 강화시킨 SiCp/6061Al합금복합재료에서 시효거동을 온도측정, 시차주사열분석 및 미세조직관찰 등을

통하여 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

1) 비강화 6061Al기지합금보다는 복합화한 $0.7\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료 및 $7.0\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료에서 최고경도에 도달하는 시간이 짧았으며, 강화재의 크기가 큰 $7.0\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료에서 시효촉진이 가장 크게 나타났다. 이것은 복합화에 의해 증가된 전위가 석출물의 불균일 핵생성 site와 용질원자의 고속확산경로 역할을 하기 때문이다.

2) 6061Al기지합금 및 복합재료에서 주강화상은 봉상의 중간상인 β 상이며, 시효석출과정이나 석출물의 양상은 SiC입자의 복합화나 크기에 영향을 받지 않는다.

3) 중간상 β 의 활성화에너지는 6061Al기지합금과 $0.7\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료 및 $7.0\mu\text{m}$ SiCp/6061Al합금복합재료에서 각각 142.6kJ/mol , 106.1kJ/mol , 89.5kJ/mol 로 SiC 입자에 의한 복합화 및 입자크기의 증가에 따라 활성화에너지가 크게 감소되었다. 따라서 SiC입자의 복합화 및 크기가 증가함에 따라 시효가 촉진된다.

감사의 글

본 연구는 1998년도 학술진흥재단(과제번호:1998-017-E00070)의 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참 고 문 헌

1. H. Kashiwaya, Composites '86, JSCM, 529 (1986).
2. T.T. Long, 西村隆宣, 逢坂達吉, 金屬學會誌, **52**, 609 (1988).
3. R.J. Arsenault, Proc. Japan-U.S. CCM-III, Tokyo, 521 (1986).
4. S. Suresh, T. Christman and Y. Sugimura, Scripta Metall., **23**, 1602 (1989).
5. M.B. House, K.C. Meinert and R.B. Bhagat, J. Metals, **16**, 24 (1991).
6. K.K. Chawla, A.H. Esmaili, A.K. Datye and A.K. Vasudevan, Scripta Metall., **25**, 1315 (1991).
7. H.J. Rack, Proc. 6th. Int. Conf. on Composite Materials, Elsevier Applied Science, **2**, 382 (1987).
8. Mary Vogelsang, R.R. Arsenault and R.M. Fisheser, Mater. Trans. Jim, **17A**, 379 (1986).
9. Sung-Kil Hong, Hiroyasu Tezuka and Akihiko Kamio, J. Jpn. Inst. Light Met., 328 (1993).
10. H. Toda, T. Kobayashi and M. Niinomi, J. Japan Inst. Metals, **56**, 1303 (1992).
11. M.H. Jacobs, J. Inst. Metals, **90**, 57 (1962).
12. J.A. Augis and J.E. Bennett, J. Thermal Anal., **13**, 283 (1978).
13. H. Yinnon and D.R. Uhlmann, J. Non-Crystalline Solids, **54**, 253 (1983).