

## 일방향 응고된 Cu-Al-Ni 합금의 변태특성에 미치는 열처리 영향

박윤규\* · 장우양

조선대학교 신금속소재공학과

\*조선이공대학 금속 · 귀금속세공과

## Influence of Heat Treatment on Transformation Characteristics in an Unidirectionally Solidified Cu-Al-Ni Alloy

Y. K. Park\* and W. Y. Jang

Dept. of Metallurgical Engineering, Chosun University, Gwangju 501-759, Korea

\*Dept. of Metal & Precious Metal Craft, Chosun College of Sci. and Tech. Gwangju 501-749, Korea

**Abstract** The effect of betatizing temperature on microstructure and transformation characteristics in a Cu-Al-Ni based pseudoelastic alloy fabricated by heated mold continuous casting by using metallography, XRD and calorimetry. The microstructure of cast rod betatized at 600°C revealed a  $\beta_1$  parent phase and a  $\gamma_2$  phase precipitated along the casting direction. When the cast rod was betatized at the elevated temperature above 600°C, the  $\gamma_2$  phase is completely dissolved into the matrix so that the volume fraction of the  $\gamma_2$  phase was decreased. The parent phase was stabilized by betatizing at 600°C. However, the  $\beta_1$  parent phase was transformed to both  $\beta_1'$  and  $\gamma_1'$  martensites with increasing betatizing temperatures above 600°C, while  $M_s$  and  $A_s$  temperatures were decreased. The stress-strain curves for compression test were not same with betatizing temperature; the stress-strain curves of the specimen betatized at 600°C and 700°C were linear but those of the specimen betatized at 800°C and 900°C were not linear.

(Received January 12, 2003)

**Key words:** Cu-Al-Ni based pseudoelastic alloy, Betatizing temperature, Microstructure, Transformation characteristics, Stress-strain curve

### 1. 서 론

형상회복온도가 비교적 높기 때문에 Ni-Ti계 형상 기억합금과는 다른 용도를 창출할 수 있는 Cu-Al-Ni계 합금은 마르텐사이트의 안정화(stabilization)가 일어나지 않으며 특히 변태온도에 대한 안정성이 커서 고온에서의 사용이 가능하다. 또한  $\beta_1 \rightarrow \gamma_1'$  변태에 기인한 초소성(Superplasticity),  $\beta_1 \leftrightarrow \beta_2'$  가역변태에 의한 이방향 형상기억효과(Two-way shape memory effect), 또는 의탄성(Superelasticity) 등을 기대할 수 있다[1, 2]. 그러나 단결정 Cu-Al-Ni계 합금의 경우  $\gamma_2$ 상의 석출, 조대한 결정립 및 입계의 산소편석 등의 이유 때문에 급냉이나 적은 변형에서도 입계균열에 따른 취성파괴가 발생하기 때문에 합금의 응용에 큰 장애요인이 되고 있다.

이러한 단결정 Cu-Al-Ni계 합금의 단점들을 개선

하기 위하여 Ti, Mn, Co, Zr, V, B 및 Cr 등의 합금원소 첨가, 급속응고법, 분말야금법 및 가공열처리 등에 의해 결정립을 미세화시키고자 하는 많은 연구[3-6]들이 진행되어 왔으나 예기치 않은 제 2상의 석출, 산화물의 개재 및 입자변형 등에 의해 회복온도가 저하하거나 형상회복 스트레인이 저하하는 문제점이 있다.

이러한 이유로 최근 다결정 Cu-Al-Ni계 합금의 기계적 성질을 개선하고 동시에 적절한 결정방위의 선택에 의해 형상회복 스트레인을 개선하기 위해 Cu-Al-Ni계 단결정 또는 일방향 응고 조직을 갖는 합금의 제조 및 변태특성 등에 대한 연구결과들이 보고되고 있다. 그러나 현재까지 보고된 Bridgeman 법[7], Zone refining 법[8] 및 Czochralski 법[9] 등으로 제조된 단결정 Cu-Al-Ni계 합금들은 미세조직 제어에 의해 기계적 성질들을 개선시킬 수는 있으나

이러한 방법들은 단결정 성장속도가 빠르지 않아 생산성이 매우 낮기 때문에 공업적으로는 응용되고 있지 않다.

최근 알루미늄합금 또는 순금속을 대상으로 주형가열식 연주법에 의해 단결정 또는 일방향 응고조직을 갖는 합금을 제조하려는 시도가 이루어지고 있으며 주형가열식 연주법은 결정 성장속도가 비교적 1~2 mm/sec로 빠르고 특정한 크기의 와이어 또는 판재와 같은 반제품의 제조가 가능하여 공업적 생산에 유리한 장점을 가지고 있다.

그러나 이러한 주형가열식 연주법에 의한 단결정 또는 일방향 응고조직을 갖는 합금제조에 관한 연구는 비교적 응용온도가 낮은 순금속에 대해서만 적용되고 있으며 응용온도가 높거나 합금조성에 따라 미세조직 및 변태특성 등이 민감하게 변화하는 합금계에는 아직 적용된 바 없다.

본 연구에서는 다결정 Cu-Al-Ni계 합금의 미세조직을 제어할 목적으로 가열주형식 연속주조법 (Heated Mold Continuous Casting)[10-12]에 의해 일방향 응고조직을 갖는 Cu-Al-Ni계 초탄성 와이어를 제조하였으며 이들의 주조상태 및 betatizing 온도의 변화에 따른 미세조직 및 변태특성 등에 대해서 조사하였다. 또한 주조상태 및 600~900°C에서 betatizing한 선재를 압축시험하여 주조된 선재 및 betatizing 조건에 따른 의탄성 특성을 조사하였다.

## 2. 실험 방법

일방향 응고조직을 갖는 Cu-Al-Ni계 합금 선재의 제조는 Fig. 1과 같이 용해로, 가열주형장치, 용탕높이 조절장치, 냉각장치 및 인출장치 등으로 구성된 주형가열식 연속 주조로를 이용하였다. 일방향 응고조직을 갖는 합금 선재를 제조하기 위하여 Table 1과 같은 화학조성을 갖는 Cu-Al-Ni계 합금을 흑연도가니에서 용해하여 용탕온도 1150°C, 가열주형온도 1080°C로 유지한 후 용탕높이 조절장치를 하강시켜 용탕을 가열 주형 내로 보내어 주형 출구단에 위치한 스테인레스 더미바에 용탕을 접촉시켰다. 그 후 주형 외측에 위치한 냉각장치로 더미바를 냉각함과 동시에 0.88 mm/sec의 속도로 더미바를 인출하여 지름 3 mm의 선재를 제조하였다.

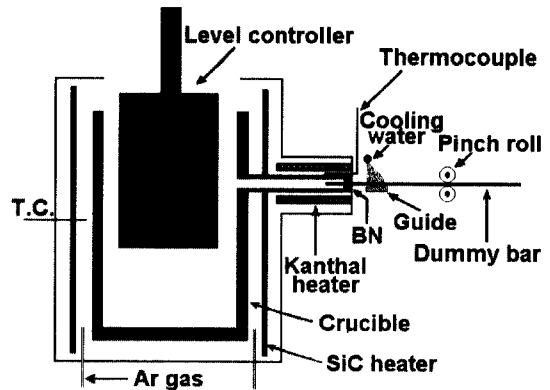


Fig. 1. Schematic diagram of the horizontal heated mold continuous casting equipment.

Table 1. Chemical composition of unidirectionally solidified cast rod(%)

Cu	Al	Ni
81.7	14.1	4.2

Betatizing처리는 길이 방향으로 20 mm씩 절단한 시편들을 600~900°C로 유지한 관상로에서 각각 5 분간 유지한 후 0°C 물에 급냉하였다.

주조 선재 및 betatizing 조건에 따른 선재의 미세조직을 조사하기 위하여 선재를 저속 다이아몬드 절단기를 이용하여 지름 방향으로 절단한 후 33% HNO<sub>3</sub>+67% Methanol의 전해에서 전해연마하였다. 전해연마한 시편은 알코올로 세척·건조한 후 HCl 30 ml + FeCl<sub>3</sub> 10g + H<sub>2</sub>O 120 ml의 혼합용액에서 에칭하여 미세조직을 관찰하였다. 또한 투과전자현미경 관찰용 시편은 지름 3 mm, 두께 50 μm의 시편을 -20°C의 HNO<sub>3</sub>(1pt)+Methanol(2pt)의 혼합용액에서 젯트 연마하여 천공한 후 가속전압 200 kV에서 투과전자현미경으로 관찰하였다.

Betatizing 처리 온도에 따른 선재의 변태특성을 조사하기 위하여 시차주사열량계(DSC; Differential Scanning Calorimeter; TA5000/DSC2910)를 사용하여 열분석시험하였다. 20 mg의 시편을 -100~100°C 구간에서 10°C/min의 속도로 가열·냉각하여 흡열 및 발열 곡선을 얻었으며 이로 부터 변태온도, 변태 히스테리시스 및 heat flow 등을 결정하였다.

X-선 회절시험은 600~900°C에서 betatizing한 선재를 원주 방향으로 절단하여 기계가공시 도입될 수

있는 응력유기 마르텐사이트의 영향을 배제하기 위하여 전해연마한 후 선재 단면에 대한 회절도형을 얻었다.

Betatzizing 온도에 따른 초탄성 거동을 조사하기 위하여 지름/높이=1.25 비가 되도록 선재를 길이방향으로 절단하여 만능재료시험기에서 압축시험을 하였다. 0.5 mm/min의 cross head speed로 10% 압축변형하여 하중을 제거한 후 betatzizing 온도에 따른 회복 탄성률을 비교하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1. 주조 선재의 미세조직

Fig. 2는 용탕온도 및 가열주형의 온도가 각각 1150°C 및 1080°C일 때 0.88 mm/sec에서 주조한 선재의 길이방향으로의 주조조직을 나타낸다. 결정립은 주조방향으로 성장하여 일방향 응고 조직을 나타내고 있으며 주조상태에서는  $\beta_1$  단상인 결정립 내에 석출물이 주조방향으로 석출되어 있는 것을 관찰할 수 있었다.



Fig. 2. Optical microstructure of unidirectionally solidified cast rod.

#### 3.2. Betatzizing 온도에 따른 미세조직

Betatzizing 처리 조건에 따른 선재의 미세조직의 변화를 조사하기 위하여 주조 선재를 600~900°C 온도구간에서 5분간 유지한 후 0°C 물에 수냉하였으며 그 결과는 Fig. 3과 같다.

Betatzizing 온도가 600°C가 되면 Fig. 3(a)와 같이 석출물의 크기와 양은 오히려 주조상태보다 증가하였으며 betatzizing 온도가 700°C 이상으로 증가함

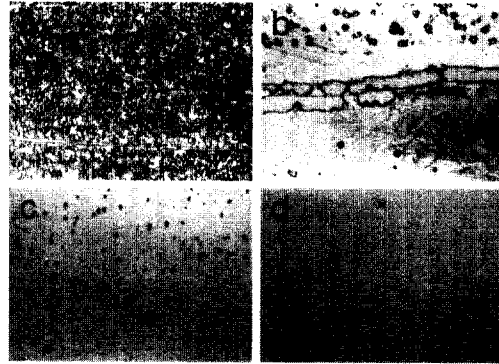


Fig. 3. Optical microstructure of betatzized rods with betatzizing temperature; (a) 600°C, (b) 700°C, (c) 800°C and (d) 900°C.

에 따라 석출물의 체적분율은 석출물의 재용해에 따라 Fig. 3(b), (c) 및 (d)와 같이 점차적으로 감소하였다. 한편 석출물을 EDS로 점분석한 결과 Cu(또는 Ni):Al의 원자비가 대략 70:30으로서 이는  $(\text{Cu,Ni})_9\text{Al}_4$ 에 상응하는 금속간 화합물로서 평행상인  $\gamma_2$  상임을 확인할 수 있었다. 본 연구에 사용된 합금은 Table 1과 같이 과공석 조성으로서 Cu-Al-Ni계 평형상태도[13]에 의하면 액상으로부터  $\beta$ 상이 생성되며  $\beta$ 상은 온도가 저하함에 따라 공석반응( $\beta \rightarrow \beta_1 + \gamma_2$ )에 의해  $\beta_1$  및  $\gamma_2$ 로 분해하며  $\gamma_2$ 상의 체적분율은 온도가 저하함에 따라 지렛대 법칙에 따라 증가하게 된다. 즉 Table 1과 같은 과공석 조성에서는 betatzizing 온도가 상승하게 되어 대략 870°C 이상이 되면  $\beta$  단상이 얻어지나 되어 870°C 이하의 온도에서는 betatzizing 온도가 저하함에 따라  $\gamma_2$ 상의 체적분율은 증가하게 된다.

Fig. 4는 Fig. 3과 같이 betatzizing 온도에 따라 서로 다른 미세조직을 갖는 시편들의 X선 회절시험 결과를 나타낸다. 600°C의 경우 미세조직관찰 결과와 마찬가지로  $\beta_1$  모상 및  $\gamma_2$  석출상의 피크들을 관찰할 수 있다. 그러나 betatzizing 온도가 700°C로 상승하게 되면 모상 및 석출상 이외에  $\beta_1'$  마르텐사이트의 피크가 관찰된다. 이러한 이유는 석출상의 체적분율의 차이에 의해 기지 내의 Al 농도의 변화에 기인하는 것으로서 Al의 농도가 기지보다 큰  $\gamma_2$  상이 석출하면 기지 내의 Al의 농도는 감소하고 Ms 온도가 상승하게 되어  $\beta_1 \rightarrow \beta_1'$  마르텐사이트 변화가 일어나기 때문이다. Fig. 5는 700°C에서 betatzizing

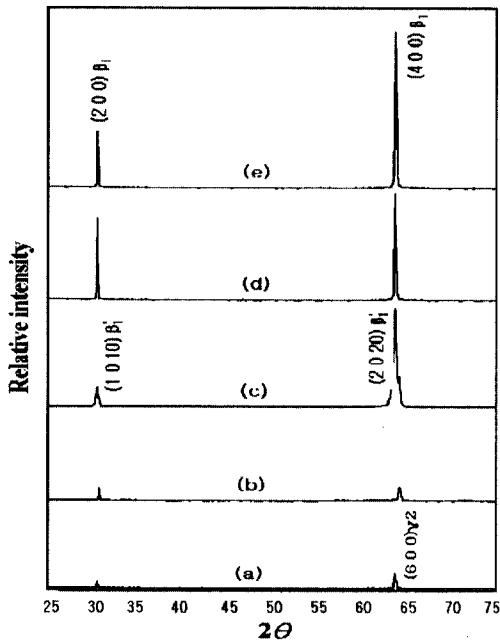


Fig. 4. X-ray diffraction profiles of betatized rods with betatizing temperature; (a) as-cast, (b) 600°C, (c) 700°C, (d) 800°C and (e) 900°C.

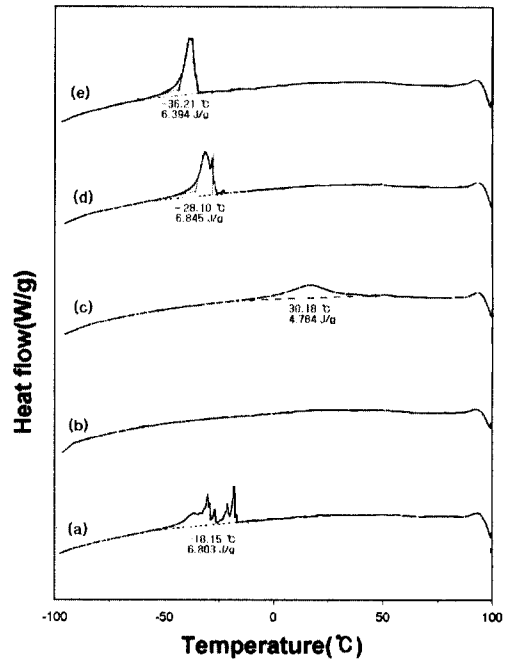


Fig. 6. DSC thermograms for the forward transformation of betatized rods with betatizing temperature; (a) as-cast, (b) 600°C, (c) 700°C, (d) 800°C and (e) 900°C.

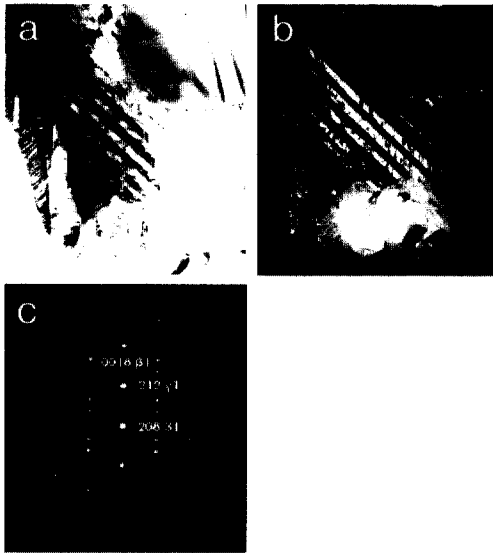


Fig. 5. Transmission electron micrographs of betatized rod at 700°C; (a) BF, (b) DF and (c) SAD patterns.

처리한 시편의 투과전자현미경 사진으로서 β₁' 마르텐사이트는 주로 γ₂ 상 주위에서만 관찰되었다. 이와 같은 β₁' 마르텐사이트변태 특성은 γ₂ 상이 석출됨에

따라 국부적으로 γ₂ 상 주위에서는 Al 농도가 감소하게 되며 이에 따라 γ₂ 상 주위의 기지의 M<sub>s</sub> 온도는 상승하여 γ₂ 상 주위에서 β₁' 마르텐사이트가 생성되기 때문이다.

한편 betatizing 온도가 800°C 및 900°C로 상승하면 γ₂ 상은 기지 내에 대부분 재고용됨으로써 모상은 안정화되어 β₁ 모상 피크만 나타났다.

### 3.3. Betatizing 온도에 따른 변태특성

Fig. 6은 시차주사열량계에서 betatizing한 시편들의 냉각에 따른 열분석 시험결과를 나타낸다. 주조상태의 경우 -18°C 부근에서 마르텐사이트 변태에 따른 피크의 모양이 뾰족한 발열 피크가 관찰되었다. 한편 600°C betatizing처리에 의해 β₁ 및 γ₂의 미세조직을 갖는 선재의 경우에는 -100°C까지 냉각하더라도 마르텐사이트변태는 일어나지 않았다. γ₂ 상이 일부 고용된 700°C의 경우 상온 근처인 30°C에서 주조상태와는 다른 완만한 마르텐사이트 피크가 나타났다. 또한 betatizing 온도가 800°C 및 900°C인 경우 마르텐사이트 M<sub>s</sub> 온도는 저하하여 각각 -28°C

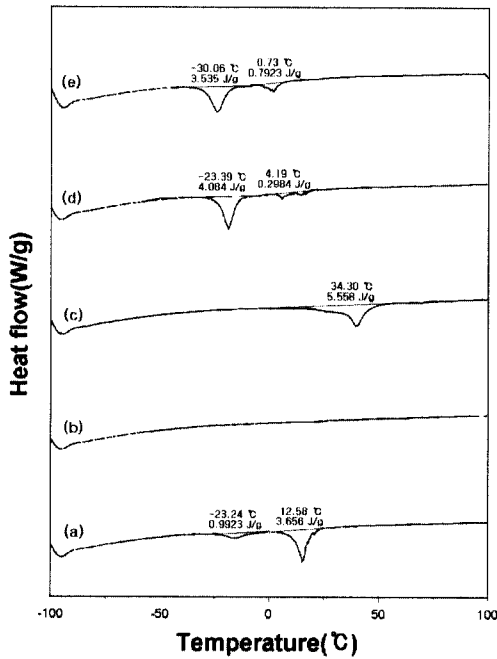


Fig. 7. DSC thermograms for the reverse transformation of betatized rods with betatizing temperature; (a) as-cast, (b) 600°C, (c) 700°C, (d) 800°C and (e) 900°C.

및 36°C로 나타났다.

이와 같이 변태온도가 변화하는 이유는 betatizing 처리온도에 따른 미세조직의 차 즉  $\gamma_2$  상의 체적분율에 따라 기지의 화학 조성 특히 변태온도에 민감한 영향을 미치는 Al의 농도가 변화하여 마르텐사이트 변태개시온도가 저하하기 때문이다. Fig. 6에서 발열 피크의 모양이 다른 각각 다르게 나타난 것으로 미루어 냉각시 종류가 다른 마르텐사이트 변태가 각각 개재된 것으로 판단된다.

한편, Fig. 7은 -100°C까지 냉각한 시편을 다시 100°C까지 가열하여 얻은 역변태 곡선을 나타낸다. 주조 선재의 경우 0°C 근방에서 피크의 모양이 각각 다른 두 개의 흡열 피크를 관찰할 수 있다. 즉 가열에 의해 0°C 이하에서 나타나는 첫 번째 피크의 피크모양은 비교적 완만하나 0°C 이상에서 나타나는 두 번째 피크는 뾰족한 피크의 모양을 나타내고 있다. 이러한 피크의 모양은 종류가 다른 두 개의 마르텐사이트의 역변태에 기인하는 것으로서  $\beta_1 \rightarrow \beta_1'$  변태 및  $\gamma_1 \rightarrow \beta_1$  변태에 상응한다[14]. 그러나 Fig. 3에서와 같이 600°C 열처리에 의해 평형상이

석출하는 경우에는 Fig. 7(b)와 같이 가열시에 상변태가 개재되지 않음을 알 수 있다. 또한 betatizing 온도가 증가한 800°C 및 900°C의 경우  $\beta_1'$  및  $\gamma_1'$  마르텐사이트의 역변태 피크를 관찰할 수 있었으나 heat flow는 주조상태와는 다르게  $\gamma_1'$  마르텐사이트의 역변태 피크보다  $\beta_1'$  마르텐사이트의 역변태 피크가 더 크게 나타났다.

일반적으로 Cu-Al-Ni계 합금에서 합금 조성 즉 Al 및 Ni의 농도에 따라 변태온도는 물론  $\beta_1$  모상으로 부터 마르텐사이트 변태는 다르게 나타난다. 즉 Al 농도가 낮은 아공석 조성에서 나타나는  $\beta_1 \rightarrow \beta_1'$  마르텐사이트 변태는 완만한 열분석 곡선을 나타내며 변태히스테리시스 작은 특징을 나타낸다. 반면에 Al 농도가 높은 과공석 조성에서는 burst 타입의  $\beta_1 \rightarrow \gamma_1'$  마르텐사이트 변태가 일어나며 뾰족한 열분석 곡선을 나타내는 특징을 갖고 있으며 변태 히스테리시스는 큰 것으로 보고[15]되고 있다. 또한 이들 조성의 중간 조성에서는 Fig. 7과 같이  $\beta_1 \rightarrow \beta_1'$  및  $\beta_1 \rightarrow \gamma_1'$  마르텐사이트가 동시에 나타나게 되며  $\beta_1'$  마르텐사이트의  $A_s$  온도는  $\gamma_1'$  마르텐사이트의  $A_s$  온도보다 낮게 나타난다. 따라서 Fig. 7과 같은 가열에 따른 역변태 거동의 변화는 betatizing 온도에 따른 기지 내의  $\gamma_2$  석출물의 양에 따라 기지의 농도가 변하기 때문에 나타나는 특징으로서 높은 betatizing 온도에서는 석출물의 재용해에 의해 기지가 과공석 조성에 근접한 것으로 판단된다.

Fig. 8은 Fig. 6 및 7로부터 구한  $\beta_1 \rightarrow \beta_1'$  마르텐사이트 변태에 대한  $M_s$  및  $A_s$  온도 변화를 나타낸

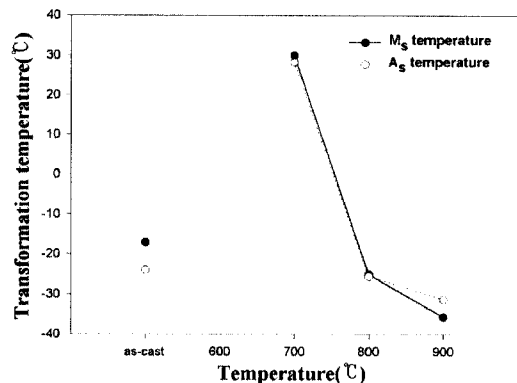


Fig. 8. Transformation temperature change of betatized rods with betatizing temperature.

다. 주조상태에서  $M_s$  및  $A_s$  온도는 각각  $-17^\circ\text{C}$  및  $-24^\circ\text{C}$ 로 나타났다. 그러나 betatizing 온도가  $700^\circ\text{C}$  인 경우  $M_s$  및  $A_s$  온도는 각각  $30^\circ\text{C}$  및  $31^\circ\text{C}$ 로 급격히 상승하였으나 betatizing 온도가 상승함에 따라  $M_s$  및  $A_s$  온도는 각각  $-36^\circ\text{C}$  및  $-31^\circ\text{C}$ 로 저하하였다. Betatizing 온도가 상승함에 따라 변태온도가 감소하였다 이러한 이유는 기지 내에 Al의 농도 즉  $\gamma_2$  석출물의 체적분율이 감소하기 때문이다.

### 3.4. Betatizing 온도에 따른 압축변형 거동

Fig. 9는 betatizing 온도에 따른 초탄성 거동을 조사하기 위하여 10% 압축변형하였을 때의 응력-변형률 곡선을 나타낸다.  $600^\circ\text{C}$  및  $700^\circ\text{C}$ 에서 betatizing한 시편의 경우 압축응력은 350~450 MPa까지 증가하였으며 선형적인 응력-변형률 거동을 나타내나  $700^\circ\text{C}$ 의 경우 1.5%의 잔류변형이 남게 된다.  $800^\circ\text{C}$  및  $900^\circ\text{C}$ 에서 betatizing한 시편의 경우에는 비교적 완만한 응력-변형률 곡선을 나타내고 있다. Fig. 9에서 압축하중을 가하거나 또는 제거함에 따라 일반금속재료에서는 볼 수 없는 특이한 응력-변형률 곡선을 나타내는 것은 모상  $\leftrightarrow$  응력유기

마르텐사이트 변태에 의해 의탄성(Pseudoelasticity)이 나타나기 때문이다.

또한 betatizing 온도에 따라 응력-변형률 곡선의 모양이 다르게 나타나는 이유는 Fig. 3과 같이 betatizing 온도에 따라 다르게 나타나는 미세조직의 영향때문인 것으로 판단된다. 즉 석출물이 기지 내에 석출되어 있는 Fig. 3(a) 또는 (b)의 경우에는 압축 응력이 증가하고 하중제거시 응력-변형률 곡선은 거의 같은 경로를 따라 회복되고 있음을 알 수 있다. 이러한 응력-변형률 거동은 기지내의 석출물/기지간의 탄성변형이 개재된 것으로 판단된다.

## 4. 결 론

일방향 응고조직을 갖는 Cu-Al-Ni계 초탄성 와이어의 betatizing 온도에 따른 미세조직, 변태특성 및 의탄성 거동을 조사하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. 주조상태에서 주조방향으로  $\beta_1$  기지 내에  $(\text{Cu,Ni})_9\text{Al}_4$  금속간화합물이 석출되어 있는 주조 선재를  $600^\circ\text{C}$ 에서 betatizing한 결과 석출물의 크기 및 양은 오히려 증가하는 경향을 나타냈다. 그러나

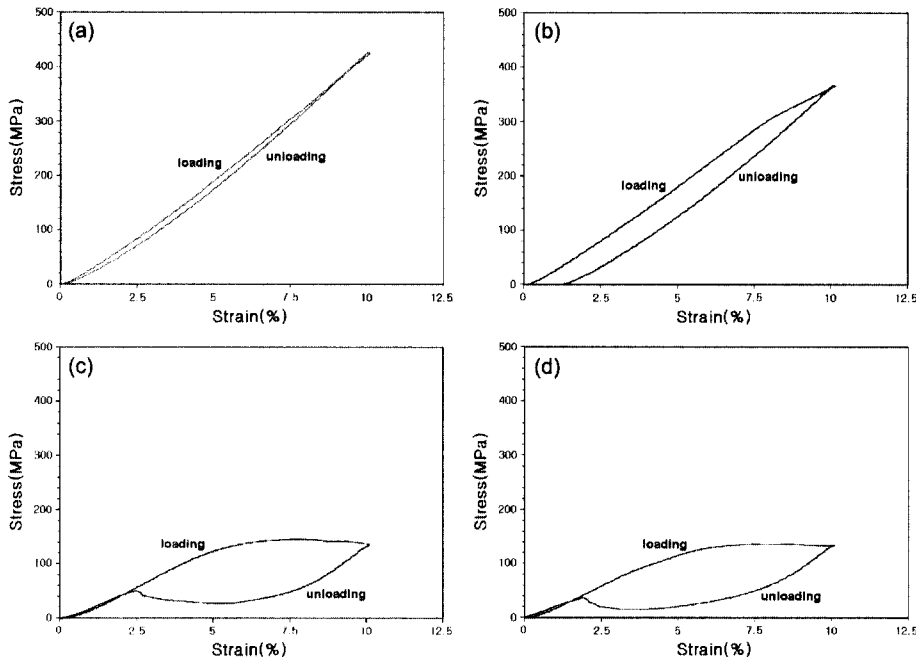


Fig. 9. Pseudoelastic behavior of betatized rods with betatizing temperature; (a)  $600^\circ\text{C}$ , (b)  $700^\circ\text{C}$ , (c)  $800^\circ\text{C}$  and (d)  $900^\circ\text{C}$ .

betatizing 온도가 700°C 이상으로 증가하면 석출물의 체적분율은 점차적으로 감소하였다.

2. Betatizing 온도에 따른  $M_s$  및  $A_s$  온도를 조사한 결과 betatizing 온도가 700°C인 경우  $M_s$  및  $A_s$  온도는 주조 선재에 비해 각각 30°C 및 31°C로 급격히 상승하였으나 betatizing 온도가 상승함에 따라  $M_s$  및  $A_s$  온도는 각각 -36°C 및 -31°C로 저하하였다. 이러한 이유는 기지 내에 Al의 농도 즉  $\gamma_2$  석출물의 체적분율이 감소하기 때문이다.

또한 betatizing 온도가 800°C 및 900°C로 증가하면 두 종류의  $\beta_1 \rightarrow \beta_1'$  및  $\beta_1 \rightarrow \gamma_1'$  마르텐사이트가 일어났다.

3. Betatizing 온도에 따른 초탄성 거동을 조사한 결과 약 10%의 의탄성을 나타냈으며 betatizing 온도가 상승함에 따라 의탄성은 약간 증가하는 경향을 나타냈다. 한편 600°C 및 700°C에서 betatizing한 선재의 경우 선형적인 응력-변형률 거동을 나타내나 800°C 및 900°C에서 betatizing한 선재의 경우에는 비교적 완만한 응력-변형률 곡선을 나타냈다.

## 후 기

이 논문은 1999년도 조선이공대학 학술연구비의 지원을 받아 연구되었습.

## 참고문헌

1. C. Picirnell, R. Rapacioli: J. Pons and E. Cesari, Mater. Sci. and Eng. A273-275 (1999) 605.
2. S. Miyazaki, K. Otusuka, H. Sakamoto and K. Shimizu: Trans. Jap. Inst. Metal, 4 (1981) 224.
3. M. Miki, Y. Ogino and Y. Hiramatsu: J. Jap. Inst. Met., 51 (1987) 815.
4. T. W. Duerig, J. Albrecht and G. H. Gessinger: J. of Metals, 35 (1982) 14.
5. R. Oshima, M. Tanimoto, T. Oka, F. E. Fujita, Y. Hanadate, T. Hanada and M. Miyagi: Proc. of ICOMAT-82 (1982) C4-749.
6. R. Elst, J. Van Humbeeck and L. Delaey: Mater. Sci & Eng., 4 (1988) 644.
7. B. Chalmers: Principles of Solidification, John Wiley & Sons Inc., New York (1964) 301.
8. E. U. Malang, C. S. Oglesby, T. Siegrist and E. Bucher: Physica B 204 (1995) 363.
9. J. Czochralski, Z. Physik: Chem., 92 (1917) 219.
10. A. Ohno: Journal. of Metals, 38 (1986) 14.
11. H. Soda, G. Motoyasu, A. McLean and Z. Wang: J. of Mater. Sci., 30 (1995) 5438.
12. G. Motoyasu, M. Kaneko, H. Soda and A. McLean: Met. & Mater. Trans. 32A (2001) 585.
13. O. P. Kunne and N. F. Kennon: Met. Forum, 4 (1981) 176.
14. H. Sakamoto, Y. Nakai and K. Shimizu: Trans. Jpn. Inst. of Metals 28 (1987) 267.
15. V. Recrate, R. B. Perez-Saez, E. H. Bocanegra, M. L. No and T. San. Juan: Mater. Sci & Eng., 4 (1999) 380.