

論 文

용탕단조한 AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드
금속복합재료의 미세조직과 기계적 성질

김민수*, 조경목*, 박익민**

Microstructure of Squeeze Cast AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p
Hybrid Metal Matrix Composite

Min-Soo Kim*, Kyung-Mox Cho* and Ik-Min Park**

Abstract

AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p hybrid composites were fabricated by the squeeze infiltration technique. Effect of applied pressure, volume fraction of reinforcement(Al₂O₃ and SiC) and SiC particle size(4.5μm, 6.5μm and 9.3μm) on the solidification microstructure of the hybrid composites were examined. Mechanical properties were estimated preliminarily by fractographic observation, hardness measurement and wear test. Results show that the microstructure of the hybrid composites were quite satisfactory, namely revealing relatively uniform distribution of reinforcements and refined matrix. Some aggregation of SiC particle caused by particle pushing was observed especially in the hybrid composites containing fine particle(4.5μm). Refined matrix was attributed to applied pressure and increased nucleation sites with addition of reinforcements. Fractured facet also revealed finer for the hybrid composites possibly due to refined matrix. Hardness and wear resistance increased with volume fraction of reinforcements. For hybrid composites with 9.3μm SiC, hardness was somewhat lower and wear resistance higher than other composites.

(Received March 12, 1994)

1. 서 론

복합재료의 특징이자 장점으로서는 사용 용도에 맞추어 기계적 및 물리적특성을 설계하여 제조할 수 있다는 것을 들 수 있다. 즉 Al, Mg 합금기지에 SiC, Al₂O₃ 등을 강화한 금속복합재료는 강화재의 형성(연속섬유, 단섬유, whisker, 입자)과 크기, 부피분율을 조절하여 적절한 기계적특성을 부여할 수 있다. 최근에는 상이한 형상 혹은 종류의 강화재를 동시에 첨가하여 보다 개선된 물성을 갖도록 설계되고, 저가 강화재의 혼합사용으로 경제적으로도 유리한 하이브리드 금속복합

재료가 관심의 대상이 되고 있다. 하이브리드화에 따른 기계적특성 개선 예로는, 연속섬유강화 복합재료에서 제조시 강화섬유 간의 접촉으로 인한 공동 등의 발생에 따라 계면강도가 저하되어 T방향의 강도가 낮은 것을, 입자 강화재를 동시에 첨가하여 하이브리드화 함으로서 입자가 연속 섬유 간의 접촉을 방지하는 역할을 하게 하여 T 방향 강도를 향상시킨 것을 들 수 있다[1-2].

금속복합재료의 제조법으로는 분말야금법, 용탕단조법, stir cast법, spray forming법 등이 있는데, 이 중에서 용탕단조법은 경제적으로 양호한 물성의 금속복합재료를 제조할 수 있고, near-

*부산대학교 금속공학과 (Dept. of Metallurgical Eng., Pusan National University)

**부산대학교 금속응고신소재연구소 (RASOM, Pusan National University)

net-shape로 대량생산할 수 있는 잇점이 있어 piston, connecting rod 등의 자동차용 부품을 비롯한 기계용 부품제조에 적용되고 있다[3-6].

본 연구에서는 하이브리드 금속복합재료의 제조에 관한 기초연구의 일환으로 AC4A Al합금에 강화재인 Al_2O_3 단섬유와 SiC입자를 동시에 첨가한 하이브리드 금속복합재료를 용탕단조법으로 제조하여 미세조직을 조사하고, 강도와 마멸 특성을 평가하였다.

2. 실험방법

2.1 재료

하이브리드 복합재료의 기지금속은 주조성이 양호하고, 고압하의 내응력부식균열성 등이 우수한 AC4A Al 합금(Al-10.2Si-0.33Mg-0.35Fe-0.26Mn-0.05Cu-0.03Zn-0.01Ni, Pb, Sn, Ti-0.003Sr)을 사용하였다. 강화재는 ICI사에서 제조된 직경 $3.0\mu m$ 길이 $200\mu m$ 의 다결정 Saffil Al_2O_3 단섬유(97% Al_2O_3 , 3% SiO_2)와 NORTON사에서 제조된 평균 입자크기 $4.5\mu m$, $6.5\mu m$, $9.3\mu m$ 의 3종류의 SiC입자분말을 사용하였다.

2.2 예비성형체의 제조

예비성형체는 진공흡입법(vacuum suction method)[5,8]을 이용하여 제조하였다. 예비성형체의 제조시 강화재간의 상호 결합력을 유지시키기 위하여 약 5vol%의 silica colloidal 바인더를 첨가하였다. 복합재료의 강화재의 적정 부피분율(V_f)은 용탕단조시 예비성형체의 변형을 고려한 후 강화재의 첨가량과 진공압을 이용한 예비성형체의 크기를 결정하여 조절하였다. 이와같은 방법으로 강화재의 부피분율이 20vol.%(14vol.% Al_2O_3 단섬유, 6vol.% SiC_p)이며 SiC입자경이 $4.5\mu m$, $6.5\mu m$, $9.3\mu m$ 인 3종류의 하이브리드 복합재료와 Al_2O_3 단섬유 14vol.% 및 20vol.% 인 2종류의 복합재료를 제조하기 위한 총 5종류의 예비성형체를 준비하였다. 제조된 예비성형체는 상온에서 3일간 건조시킨 후 $80^\circ C$ 항온 유지의 전기오븐에서 일주일간 건조시켰다.

2.3 용탕단조에 의한 복합재료의 제조

본 실험에서는 최대하중 20ton의 유압식 프레

스에 가압용 plunger와 최고가열온도 $500^\circ C$ 의 금형을 설치한 용탕단조장치[8,9]를 사용하였다. 또한 최고 용해온도 $1000^\circ C$ 의 기지금속 용해용 전기로와 최고 가열온도 $800^\circ C$ 의 예비성형체 예열용 전기로를 사용하였다. 복합재료의 제조시 기지금속과 강화재 사이의 젖음성을 향상시키기 위하여 예비성형체를 예열용 전기로에서 $400^\circ C$ 로 예열하여, $400^\circ C$ 로 가열된 금형내에 장착하였다. 복합재료는 용탕온도 $800^\circ C$ 의 기지금속을 예비성형체가 장착된 금형내에 주입하고 plunger로 가압하여 제조하였다. 가압력은 load-cell을 이용하여 측정하였다. Plunger의 이동속도는 $10mm/sec$ 로 하였고, 가압력 35MPa, 가압유지 시간 60초, 가압지연 시간 7초로 하였다.

2.4 미세조직 관찰, 경도 및 마멸시험

용탕단조법으로 제조된 AC4A Al/ Al_2O_3 +SiC_p 하이브리드 금속복합재료와 AC4A Al/ Al_2O_3 금속복합재료의 강화재 분포상태 등의 미세조직은 Keller시약으로 에칭 한후 광학현미경으로 관찰하였다. 또한 주사식전자현미경(SEM)과 EDS(Energy Dispersive Spectrometer)를 이용하여 Al 기지와 Al_2O_3 단섬유 및 SiC 입자간의 계면 반응 여부 등을 분석하였다. 경도는 Rockwell 경도기 B-scale로 10회 측정후 그 평균치로 구하였다. 마멸특성은 TE53 Multi-Purpose Friction & Wear tester를 사용하여 total sliding contact block on roller type(rolling/sliding) $12.7 \times 12.7 \times 12.7mm$ 의 시험편의 마멸량을 측정하는 방법으로 평가하였다. 마멸시험의 상대재질은 경도 HRC 65인 S45C를 사용하였고, 마멸조건은 최종 하중 57N, sliding speed 0.94m/sec, sliding distance 1km로 하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 미세조직

Fig. 1은 진공흡입법으로 제조된 단섬유 Al_2O_3 14%+입자 SiC 6% 강화재의 예비성형체 SEM 사진이다. (a)-(c) 예비성형체는 각각 SiC입자가 $4.5\mu m$, $6.5\mu m$, $9.3\mu m$ 로 크기를 변화한 것이다. SiC입자의 크기에 상관없이 Al_2O_3 단섬유와 SiC 입자들이 비교적 균일하게 분산되어 있어 양호한

예비성형체가 제조된 것을 확인할 수 있다. Al₂O₃ 단섬유 상에서 관찰되는 미세입자는 예비성형체 제조시 첨가된 silica 바인더이다.

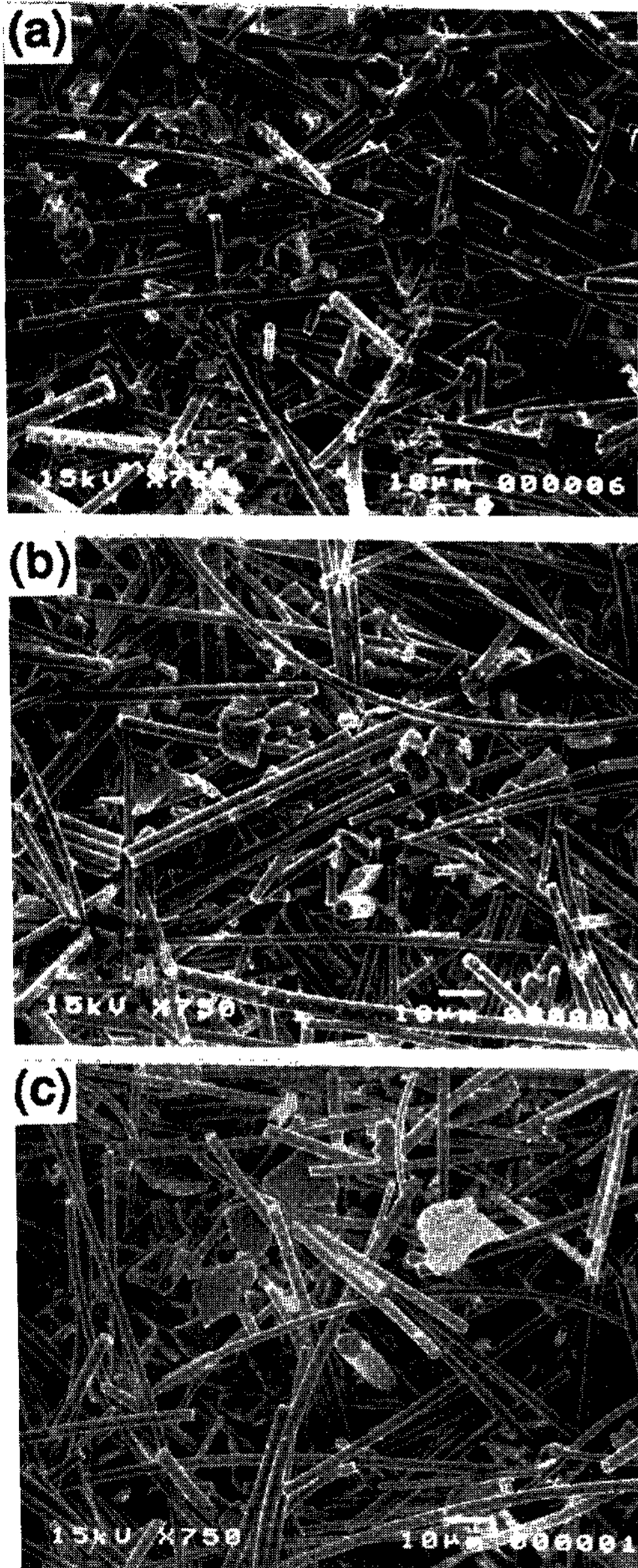


Fig. 1 SEM micrographs showing the distribution of Al₂O₃ short fibers and SiC particles in the performs fabricated by vacuum suction method. (a) Al₂O₃/4.5μm (b) Al₂O₃/6.5μm (c) Al₂O₃/9.3μm SiC

Fig. 2는 용탕단조법으로 AC4A Al 용탕을 Fig. 1의 Al₂O₃+SiC예비성형체에 침투시켜 제조한 하이브리드 복합재료의 광학현미경 사진이다. 3종류의 복합재료에서 모두 Al₂O₃ 단섬유는 예비성형체에서와 유사한 비교적 균일한 분포상태를 유지하였다. 그러나 SiC입자는 특정부위로 불

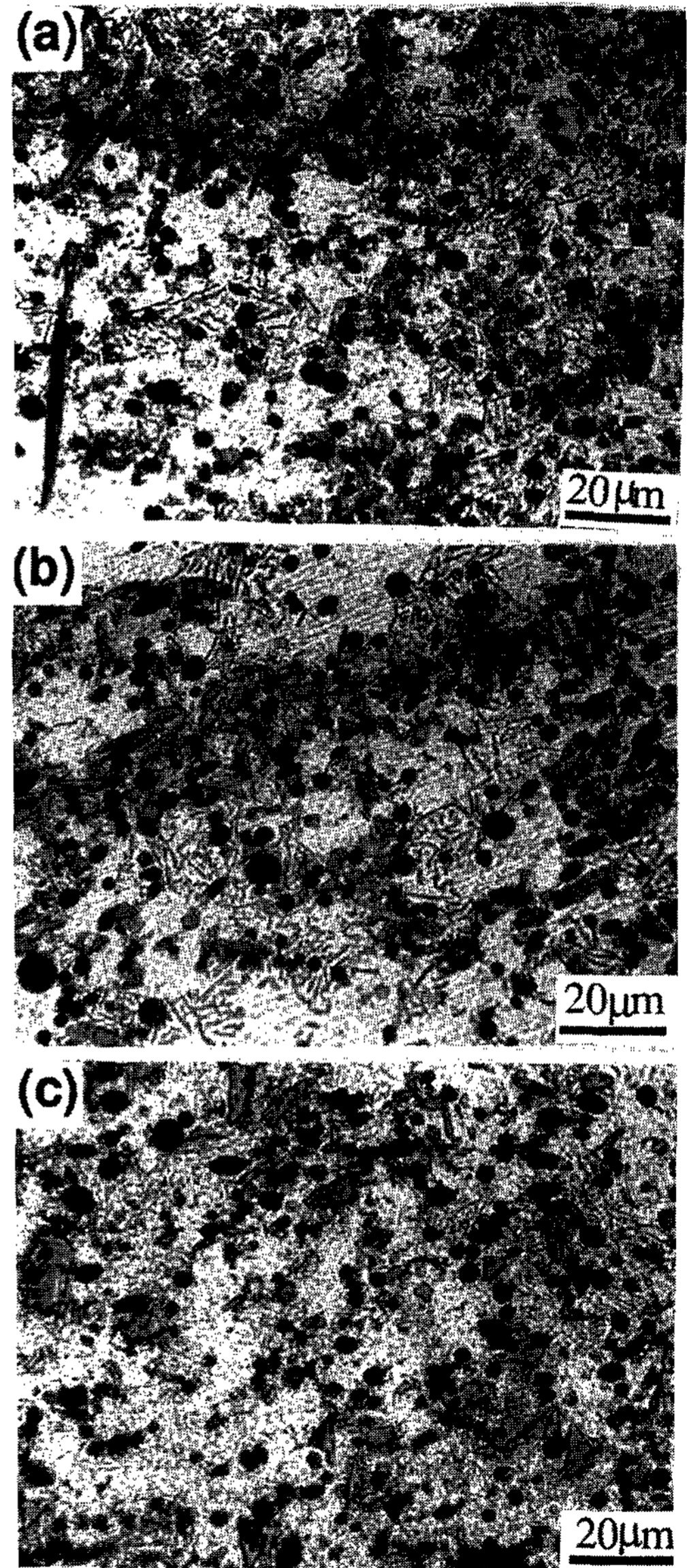


Fig. 2 Optical microstructure of squeeze cast hybrid Al composites (a) Al₂O₃/4.5μm (b) Al₂O₃/6.5μm (c) Al₂O₃/9.3μm SiC

균일하게 분포되는 양상을 나타내었으며, SiC입자가 작을수록 불균일 분포정도가 심화되고 있는 것으로 관찰되었다. 이는 Al 기지금속 용탕이 가압 침투되어 응고가 진행될 때, 입자상인 SiC는 불규칙한 방향성으로 서로 지지되고 있는 단섬유 Al₂O₃보다 dendrite전방으로 밀려나기가 용이하여 최종응고부에 SiC 입자가 모여서 일어난 것으로 사료된다. 즉 응고도중 SiC입자의 particle pushing현상[4]이 일어난 것이며, 입자의 크기가 작을수록 particle pushing현상은 더욱 현저하였음을 알 수 있다.

한편 용탕단조법으로 제조한 복합재료에서 가압력 및 강화재의 복합화가 Al 기지의 미세조직에 미치는 영향을 조사하였다. Fig. 3은 각각 (a) AC4A Al 합금의 사형주조 조직, (b) AC4A Al 합금의 용탕단조 조직, (c) AC4A Al/20% Al₂O₃ 복합재료의 용탕단조 조직 그리고 (d)는 AC4A

Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드 복합재료의 용탕단조 조직이다. AC4A Al의 주조조직은 초정 α와 공정 Si 입자로 구성되어 있으며 일부 Mg₂Si 석출상을 포함한다[7]. Fig. 3 (a)와 (b)를 비교하면, AC4A Al의 용탕단조 조직이 금형에 의한 냉각속도의 증가 및 가압력의 효과에 의하여 현저히 미세화 되었음을 알 수 있다. 또한 그림 3에서는 강화재의 복합화에 의하여 AC4A Al의 기지의 미세화가 이루어지고 있음을 관찰할 수 있다. Al 기지의 결정립 미세화는 용탕단조시 주입되는 AC4A Al 용탕의 온도가 750°C이나 강화재의 예열온도가 400°C여서 낮은 온도의 Al₂O₃ 및 SiC 강화재에서의 불균일 핵생성의 증가 및 복합화에 따른 수지상정 가지 분리(dendrite arm detachment)현상의 증가에 의한 결과로 사료된다[8,9]. Fig. 3 (d)의 하이브리드 복합재료가 (c)의 복합재료에 비하여 Al기지의 조직이 좀더 미

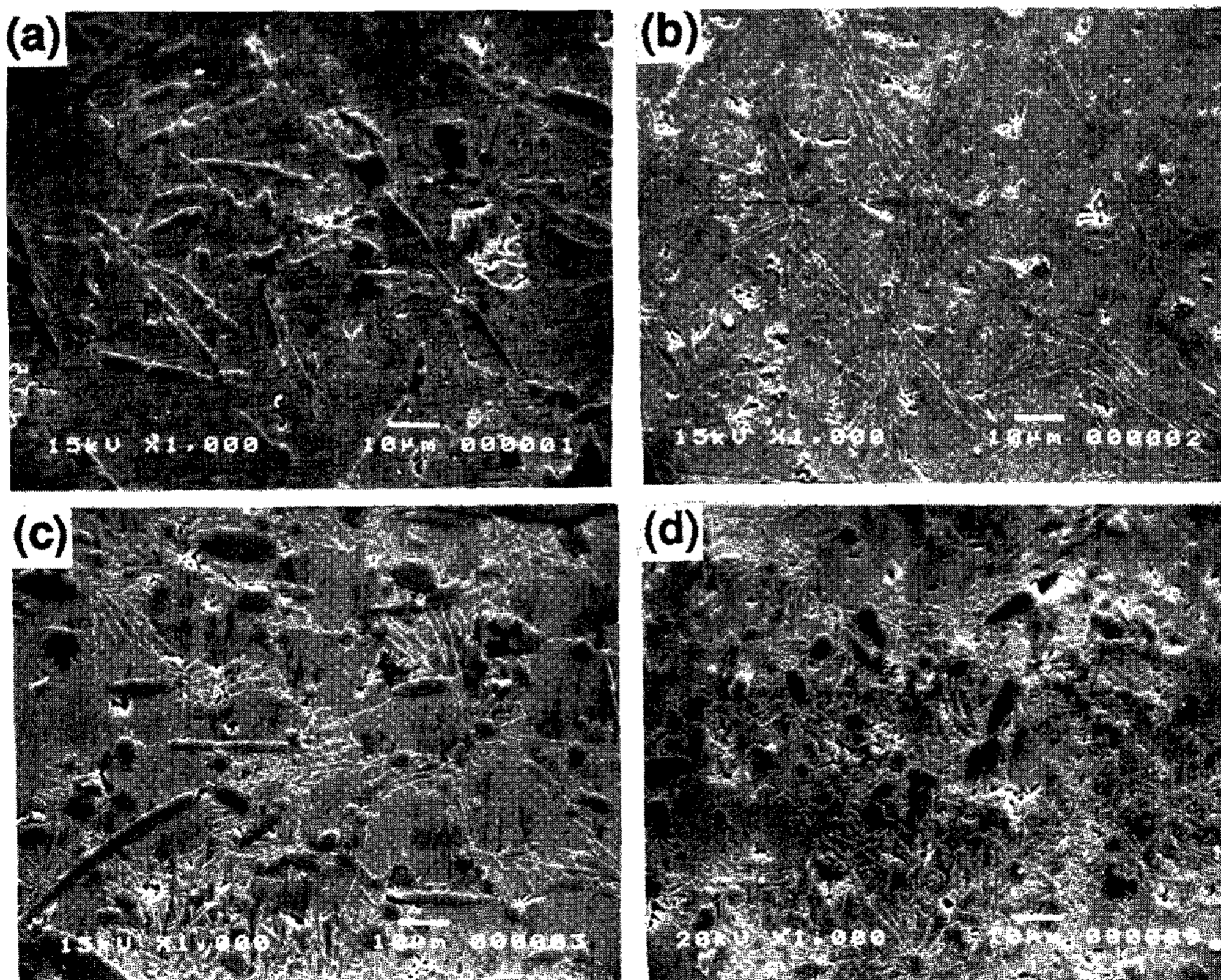


Fig. 3 SEM micrographs showing solidification microstructure of Al matrix.
 (a) sand cast AC4A Al (b) squeeze cast AC4A Al (c) squeeze cast AC4A Al/20% Al₂O₃
 (d) squeeze cast AC4A Al/14% Al₂O₃/6% SiC

세함을 관찰 할 수 있다. 이는 동일한 20% 강화재의 부피분율에서 하이브리드 복합재료에서는 SiC입자가 Al₂O₃단섬유에 비하여 크기가 작아서 강화재의 표면적이 증가되고 따라서 불균일 핵생성 장소를 증가시켰기 때문으로 사료된다. 결론적으로 가압, 복합화, hybrid화 함으로서 Al기지의 조직은 점차 더욱 미세화된 것으로 관찰되었

다.

Fig. 4는 용탕단조한 (a) AC4A Al합금, (b) AC4A Al/14% Al₂O₃, (c) AC4A Al/20% Al₂O₃, (d) AC4A Al/Al₂O₃+4.5 μ m SiC_p, (e) AC4A Al/Al₂O₃+6.5 μ m SiC_p, (f) AC4A Al/Al₂O₃+9.3 μ m SiC_p 복합재료를 3점 굽힘시험한 파단면의 SEM 사진이다. 비복합화한 AC4A Al 합금의 파면은

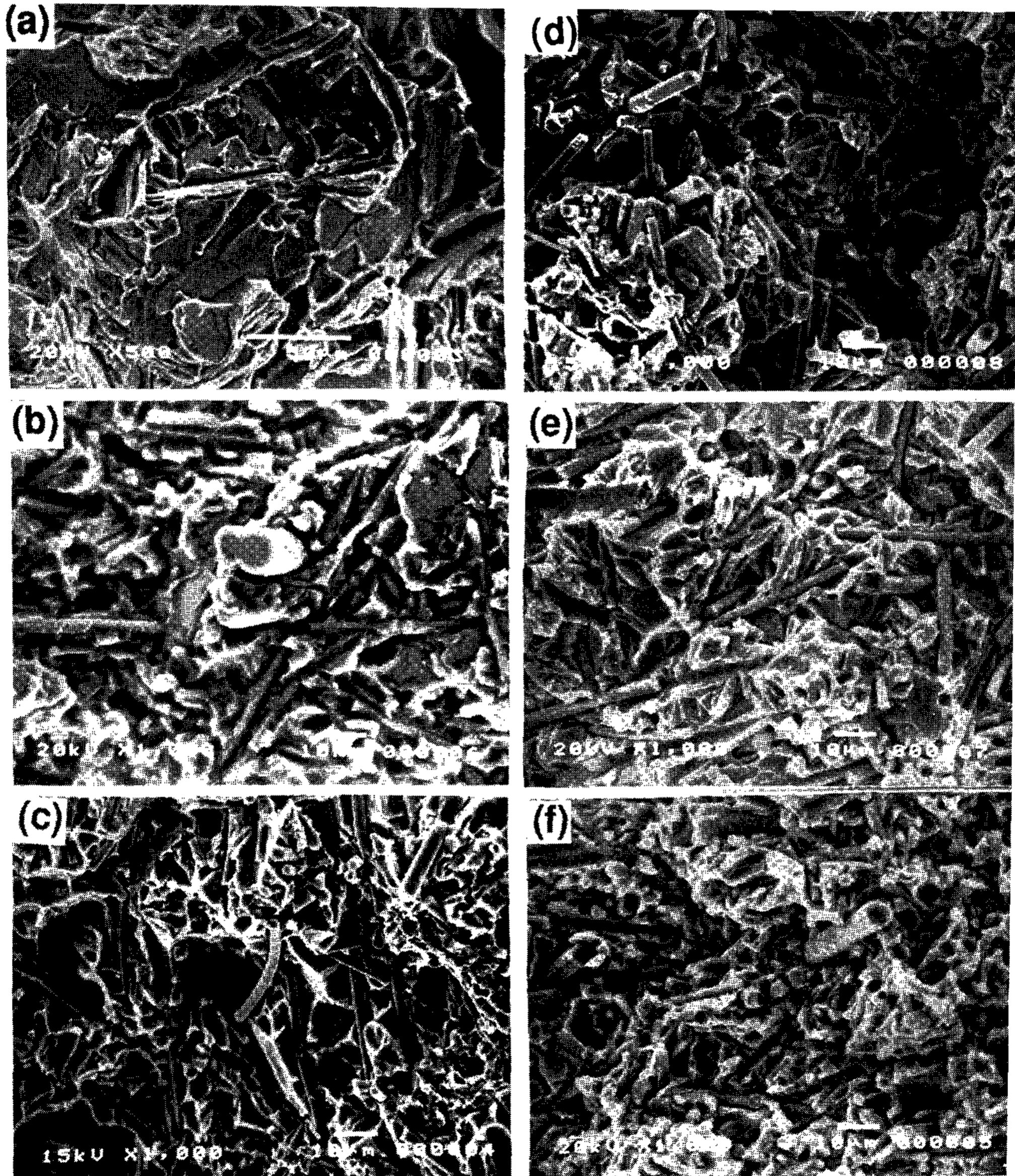


Fig. 4 SEM fractographs of

(a) unreinforced AC4A Al (b) AC4A Al/14% Al₂O₃ (c) AC4A Al/20% Al₂O₃

(d) AC4A Al/Al₂O₃/9.3 μ m SiC (e) AC4A Al/Al₂O₃/6.5 μ m SiC (f) AC4A Al/Al₂O₃/4.5 μ m SiC

cleavage 혹은 quasi-cleavage의 형태를 띄어 취성적인 파면을 나타내었다. 한편 복합화, 강화재의 부피분율이 증가, 그리고 하이브리드화 함에 따라 파단면의 fracture facet이 미세해지고 Al 기지의 소성변형량이 점차 증가하고 부분적으로 dimple파면을 관찰할 수 있다. 즉 하이브리드 복합화에 따른 fracture facet의 미세화 및 연성파면의 증가를 알 수 있다. 이와같은 fracture facet의 미세화는 Fig. 4의 Al 기지조직의 미세화와 유사한 경향을 나타내었다. 본 연구에서 제조한 복합재료는 크기가 작아서 강도 및 파괴특성을 평가하지 못하였으나 미세화된 기지와 파단면상의 fracture facet의 미세화 및 기지소성변형 증가의 관찰 결과로 부터 용탕단조법으로 제조된 하이브리드 복합재료는 기계적특성이 대체로 양호할 것으로 사료된다.

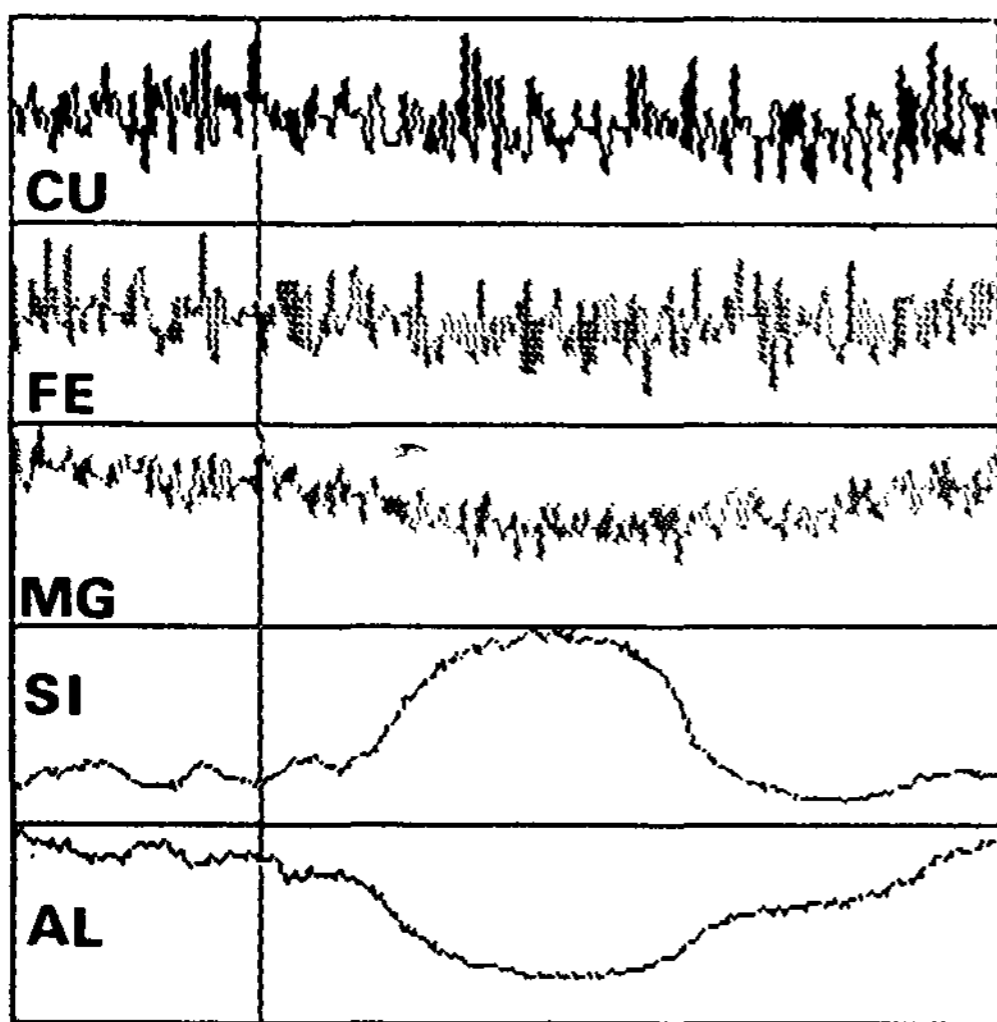


Fig. 5 SEM-EDS analysis of AC4A Al/Al₂O₃/SiC hybrid composite

Fig. 5는 복합재료의 Al 기지와 강화재 간의 계면반응 여부를 조사하기 위하여 Al₂O₃+4.5 μ m SiC강화 하이브리드 복합재료를 SEM과 EDS로 분석한 결과이다. SEM-EDS에 의한 분석으로는 AC4A Al중에 함유되는 Mg, Fe, Cu등의 계면편석은 검출되지 않아서, Al₂O₃ 및 SiC강화재와 기지와의 계면반응이 일어난 근거가 관찰되지 않았다. Fig. 6 (a)에는 복합재료의 파단면 상의 Al₂O₃ 단섬유를 확대 관찰한 SEM사진으로 대부분의 Al₂O₃ 단섬유는 B로 표시된 부분과 같이 매끄럽게 pull-out되어 계면강도가 비교적 약하고 계면반응층도 생성 되지않음을 알수있다. A로 표시된 일부 Al₂O₃ 단섬유에서는 계면반응층 혹은 소성변형된 Al 기지금속 등으로 생각할 수 있는 요철부분이 관찰되었으나 EDS로 분석한 결과 (Fig. 6 (b,c)) Si의 함량만이 약간 높게 나타나고 Mg등 다른 원소는 검출되지 않아 금속간화합물등의 계면반응층이 아닌 예비성형체 제조시 사용된 silica 바인더의 잔류 혹은 공정 Si인 것

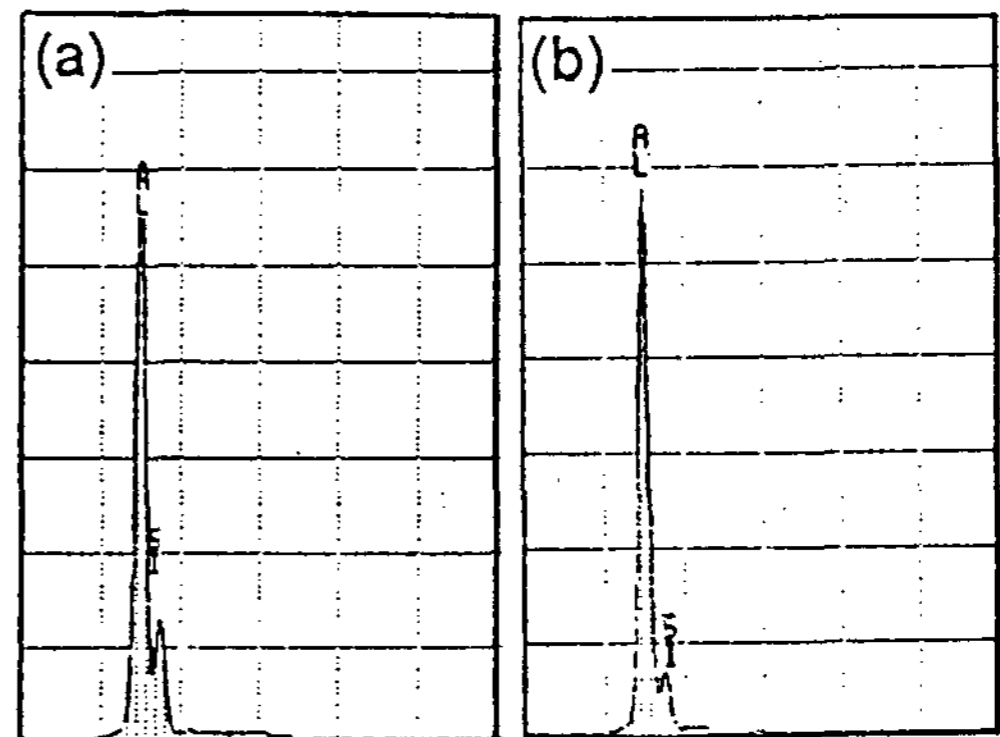


Fig. 6 SEM-EDS analysis of Al₂O₃ fibers on fracture surface.

으로 사료된다.

D.J.Lloyd 등[10]이 Al-Al₂O₃ 복합재료의 TEM 관찰에서 nanoscale order의 MgAl₂O₄(spinel)이 계면반응층으로 생성됨을 보고한 바가 있으나, 본 연구에서 행한 실험조건은 예비성형체가 충분히 예열을 받지 못했고, 또한 용탕단조시 기지금속용탕과 강화재와의 접촉시간이 짧아 SEM으로 검출될 정도의 계면반응층은 생성될 수 없었을 것으로 사료된다.

또한 본 연구에서 제조한 AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드 복합재료의 파단면의 관찰에 의하면, Al₂O₃ 단섬유는 상술과 같이 대부분 표면이 매끄럽게 pull-out되어 관찰되는 반면, SiC 입자는 거의 노출을 관찰할 수 없었고 입자가 큰 9.3 μ m SiC첨가의 경우에만 드물게 노출이 관찰되었다. Al/SiC 입자계면에는 Al₄C₃의 반응층 형성[11]을 추정할 수 있으나 본 연구의 EDS 관찰로는 나타나지 않았다. SiC 입자의 표면상의 노출이 적은 것은 SiC입자가 Al₂O₃ 단섬유에 비하여 부피분율이 적은 원인도 일부 있으나, SiC 입자가 Al기지와의 계면강도가 더욱 양호한 원인에 기인한다고 사료된다.

3.2 경도 및 마멸특성

Fig. 7은 용탕단조한 AC4A Al 합금, AC4A Al/Al₂O₃ 복합재료, AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드 복합재료의 강화재 부피분율 및 SiC 입자크기 변화에 따른 경도를 측정된 결과이다. 강화재의 복합화와 부피분율 증가에 따라 경도치가 증가하였다. 이는 복합화에 따른 기지조직의 미세화와 단섬유의 부피분율증가에 따른 단섬유에 의한 하중전달(load transfer)증가에 의한 강화작용에 의한 것으로 사료된다. 동일한 강화재 부피분율의 경우 AC4A Al/Al₂O₃ 복합재료와 AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드 복합재료에서 경도치는 유사하였다. 다만 하이브리드 복합재료에서는 SiC 입자크기가 가장 큰 9.3 μ m에서 경도가 다소 저하하였다.

Z.Y.Ma 등[12]은 SiC입자크기를 3.5 μ m, 10 μ m, 20 μ m로 변화시킨 SiC 입자강화 Al 복합재료에서 SiC입자크기가 증가할수록 항복강도와 인장강도는 감소하고 연신율 및 내마멸성이 향상되는 것으로 보고하였다. 또한 SiC 입자크기가 10

μ m이하에서는 기지/입자 계면에서 10 μ m이상에서는 입자에서 균열이 발생하여 전파하는 파괴진행과정을 보고하고 있다. 본 연구에서 하이브리드 복합재료의 제조에 사용된 SiC입자의 크기는 10 μ m이하로 비교적 작아서 하중에 의해서 복합재료가 변형될때 SiC입자는 균열이 발생하지 않을 정도로 충분한 강도를 유지하는 것으로 사료된다. SiC입자의 균열이 발생하지 않는다면, SiC 입자의 복합화에 의한 Al기지의 강화는 입자분산강화재료에서 나타나는 전위-입자 상호작용에 의한 Orowan 강화기구가 지배적이라고 할 수 있다. 따라서 입자크기가 증가할수록 Orowan 강화효과가 약하고 경도 및 강도의 증가분이 낮다. 그림 7의 SiC입자크기에 따른 경도변화는 상기 Orowan강화기구로 적절히 설명될 수 있다.

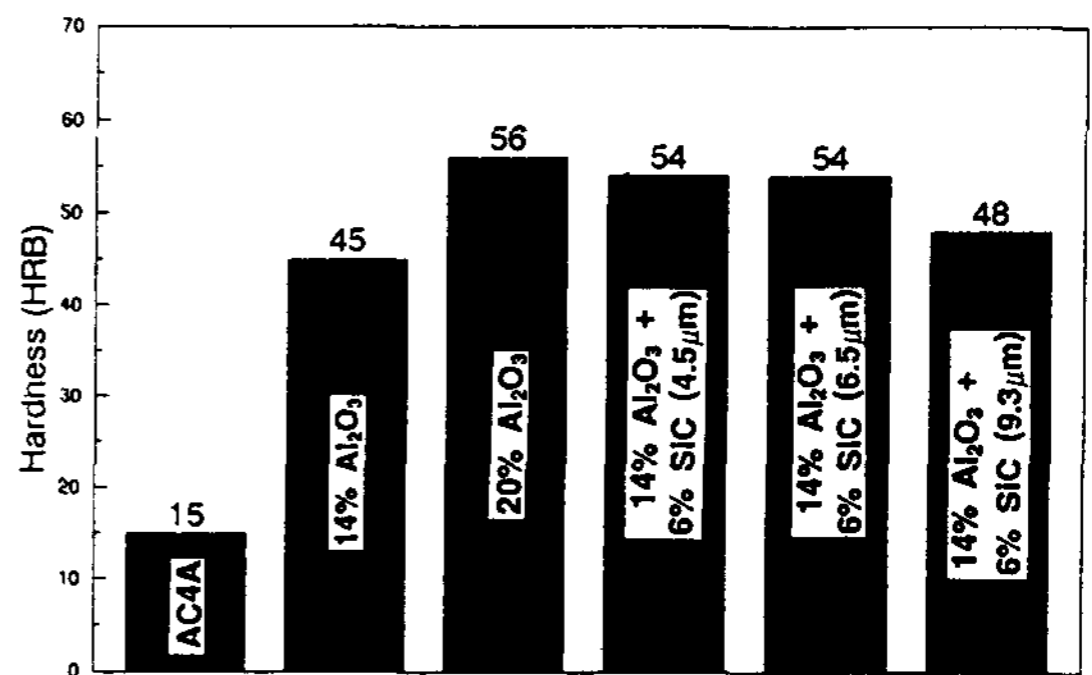


Fig. 7 Hardness(HRB) of squeeze cast AC4A Al and AC4A Al matrix composites.

Fig. 8은 용탕단조한 AC4A Al 합금, AC4A Al/Al₂O₃ 복합재료, AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드 복합재료의 부피분율 및 SiC 입자크기 변화에 따른 마멸특성을 조사한 결과이다. 경도 측정 결과와 유사한 경향으로 강화재의 복합화와 부피분율 증가에 따라 내마멸성이 향상되었는데, 이는 전술한 강화기구에 의한 경도증가와 같은 효과로 설명할 수 있다. 강화재 부피분율 20%의 경우 AC4A Al/Al₂O₃ 복합재료와 AC4A Al/Al₂O₃+4.5 μ m 및 6.5 μ m SiC_p 하이브리드 복합재료에서는 내마멸성이 타복합재료보다 양호하였다. 본 연구에서는 입자의 첨가량이 적어, 단섬유효과에 비해 입자의 효과가 비교적 적게 나타나는 것으로 생각되나, 입자경이 9.3 μ m으로 큰

경우 입자분산상태의 양호성 및 마멸시 부분적으로 입자파쇄에 의한 연삭마멸(abrasive wear) 저항성의 향상[12]에 의해 내마멸성이 증가한 것으로 사료된다.

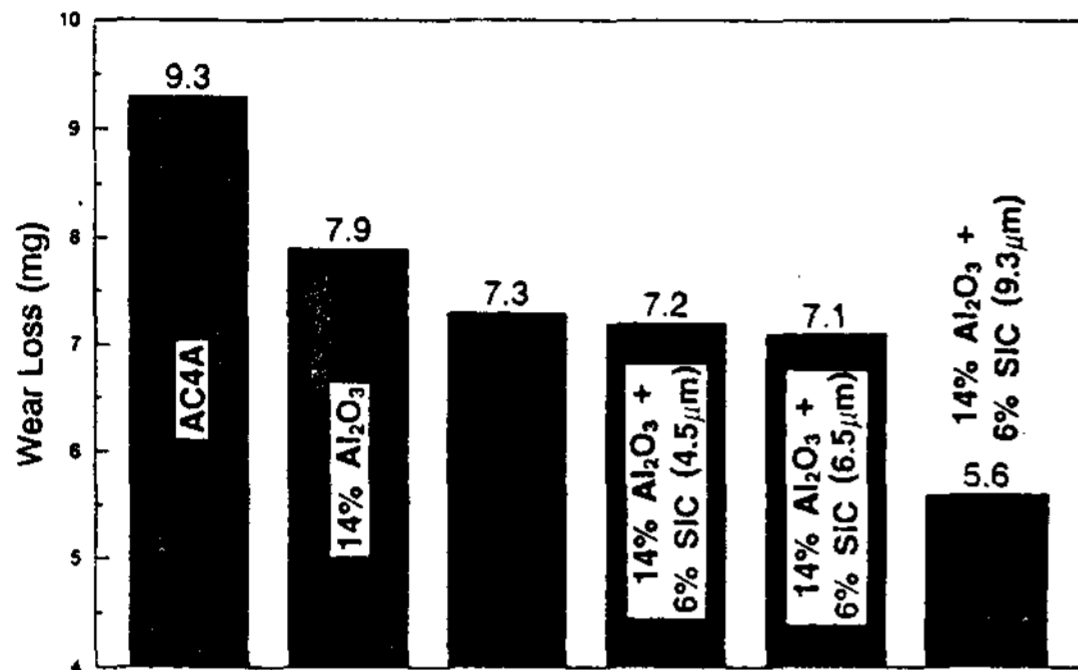


Fig. 8 Wear loss of squeeze cast AC4A Al and AC4A Al matrix composites.

Fig. 9는 용탕단조한 (a) AC4A Al합금과 (b) AC4A Al/Al₂O₃+6.5μm SiC_p 하이브리드 복합재료의 마멸면을 나타낸다. AC4A Al 합금의 마멸면은 일부에서 입자를 포함한 마멸생성물이 관찰되나 Al 기지의 소성변형에 의한 마멸특성이 뚜렷한 반면, 하이브리드 복합재료의 마멸면은 대부분 입자를 포함한 마멸생성물로 덮여있다. Fig. 9 (c)의 마멸생성물의 EDS분석결과에 의하면 상당량의 Fe가 검출되는 것으로 보아 상대재질에서 전이된 것으로 나타났다. 복합재료가 마멸특성이 양호한 것은 마멸면상에 생성된 입자로 인하여 연삭마멸저항성이 향상되고 기지의 소성변형이 지연되는 마멸기구의 변화에서도 일부 기인한 것으로 추정되나, 강도가 높은 강화재의 보강에 의한 경도의 증가가 주 원인인 것으로 판단된다.

4. 결 론

용탕단조법으로 AC4A Al합금에 강화재인 Al₂O₃ 단섬유와 SiC입자를 동시에 첨가한 하이브리드 복합재료를 제조하여 미세조직을 관찰하고 경도 및 마멸특성을 평가하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1) 용탕단조법에 의해 강화재가 비교적 균일하게 분포되어 양호한 미세조직을 나타내는

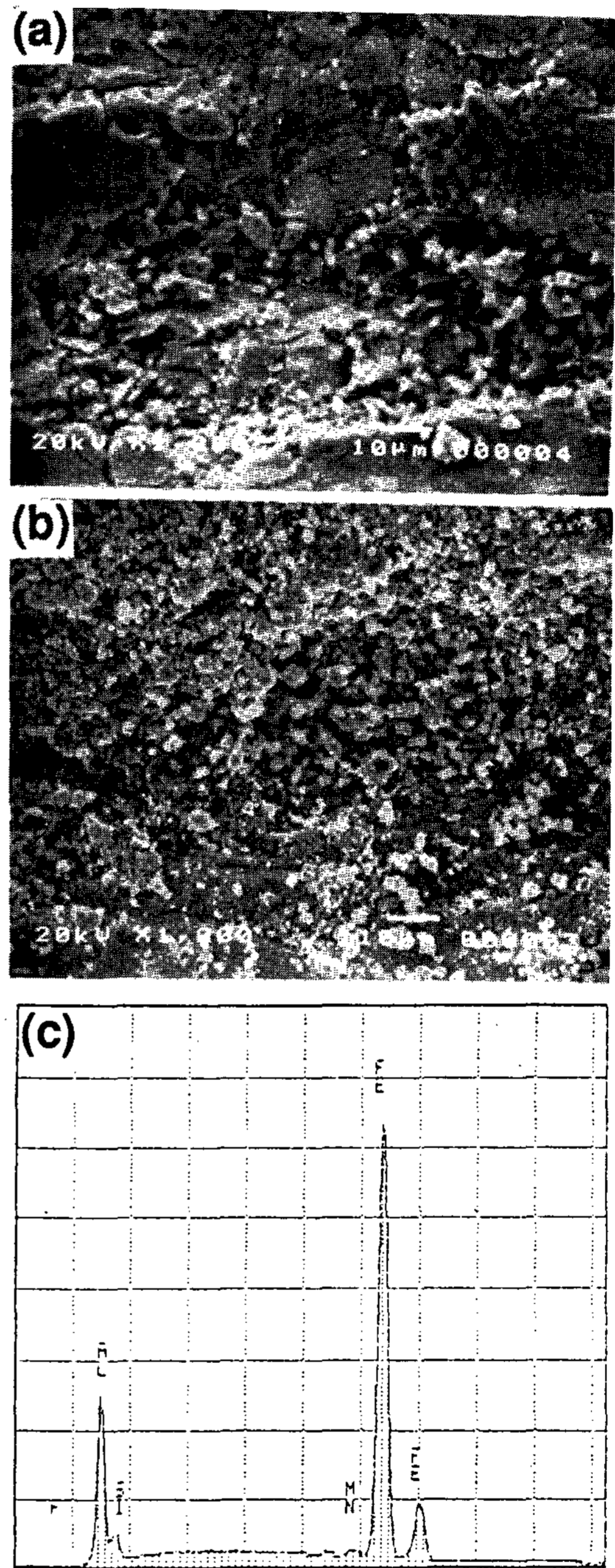


Fig. 9 SEM micrography of worn surfaces.

(a) unreinforced AC4A Al

(b) AC4A Al/Al₂O₃/6.5μm SiC (c) EDS analysis

AC4A Al/Al₂O₃+SiC_p 하이브리드 복합재료를 제조할 수 있었다. 그러나 SiC 입자크기를 4.5μm, 6.5μm, 9.3μm로 변화시킨 결과, 입자크기가 작을수록 particle pushing현상이 증가하여 SiC

가 편석되는 경향을 나타내었다.

2) 하이브리드 복합재료에서 Al기지의 미세조직은 강화재 첨가에 의한 불균일 핵생성 장소의 증가 및 용탕단조시 가압력에 따라 조직의 미세화가 이루어졌다. 하이브리드 복합재료의 파단면은 기지의 미세화에 따라 fracture facet 이 미세화 되었고, 기지의 소성변형역이 증가하였다.

3) 복합재료의 경도 및 마멸특성을 평가한 결과 강화재의 부피분율이 증가할 수록 경도와 내마멸성이 증가하였으나, SiC입자가 큰 9.3 μ m 하이브리드 복합재료는 경도는 상대적으로 낮았으나 내마멸성은 더 우수하였다.

후 기

본 연구는 급속응고신소재연구소의 지원에 의해서 행해졌으며, 이에 감사드립니다.

참고문헌

[1] 최정철, 박익민 : 복합재료 (1990) 반도출판사
 [2] S. De Bondt, L. Froyen and A. Deruyttere : Materials Science and Engineering, A135(1991) 29

[3] 박익민, 신광선, 윤의박 : 한국주조공학회지, 8(1988) 412
 [4] John E. Allison and Gerald S. Cole : JOM, 1(1993) 19
 [5] H. Fugunaga : Advances in Cast Reinforced Metal Composites, ed. S. G. Fishman and A. K. Dhingra, Materials Park, ASM, (1988) 101
 [6] 박익민 : 제2회 응고기술심포지움 논문집, 서울(1991) 86
 [7] 鑄物便覽 : 日本鑄物協會編 改正4版, 丸善 (1985), 931
 [8] 지동철, 정성실, 조경목, 박익민 : 한국주조공학회지, 13 (1993) 62
 [9] 김대업, 김진, 박익민 : 한국주조공학회지, 11 (1991) 208
 [10] D. J. Lloyd, H. P. Lagace and A. D. McLeod, ICCI-3, ed. H. Ishida, New York, Elsevier, (1990) 359
 [11] H. Ribes et al : Metall. Trans., 21A (1990) 2489
 [12] Z. Y. Ma, J. Bi, Y. X. Lu, M. Luo and Y. X. Gao : Proceedings of the ninth International Conference on Composite Materials, Madrid, 12-16 July, (1993) 448