

論 文

Al-6.2wt%Si합금의 리오캐스트 조직과 특성

이정일*, 박지호*, 이호인*, 김문일**

Microstructure and Characteristic of Rheocast Al-6.2wt%Si Alloy

Jung-II Lee*, Ji-Ho Park*, Ho-In Lee* and Moon-II Kim**

Abstract

The effect of various thermomechanical treatments on the structure and rheological behaviour of Al-6.2wt%Si alloy in its solidification range were investigated using a Searle type high temperature viscometer. During continuous cooling, the viscosity increases gradually with increasing fraction of solidified alloy, until a critical fraction of solidified alloy is reached above which the viscosity sharply increases. The viscosity of the slurry, at a given volume fraction wolid, decreased with increasing shear rate. The size and morphology of primary solid particles during stirring is influenced strongly by shear rates, cooling rates, volume fraction and stirring time of solid. Morphological changes during stirring as a function of solid volume fractions, shear rate and processing time were also reported. In this study, the size of primary solid particles in these alloys consistently increases and the it's aspect ratio decrease with the increase in fraction solid and decrease in shear rate. Crystal morphology changes from rosette type to spheroid type with the increase in shear rate and solid fraction. (August 23, 1994)

1. 서 론

1929년 C. C. Bingham 교수는 리오로지(rheology)를 “물질의 변형과 유동에 관한 연구”라고 정의하였으며 금속학에서는 리오로지에 관한 연구를 고액공존영역에서 주로 다루고 있다. 반응 고가공법(semi-solid state processing)이란, 금속 용탕을 응고시키는 도중에 강력한 교반력을 가하여 고상과 액상이 미세하게 혼재된 상태를 만들며 이를 직접, 혹은 일단 응고 후 다시 고액공존 영역 온도로 가열한 뒤 성형 가공하여 제품을 생산해 내는 방법으로서 여러가지 특징을 가지고 있으나, 통상의 주조품에 나타나는 조대한 수지 상조직 대신에 거의 구형에 가까운 초정입자들을 얻을 수 있는 것과 의가소성(pseudoplastic), 턱 소트로픽 성질(thixotropic property)을 갖는 것

은 주목할 만한 특징이다[1].

반응고교반시 턱소트로픽 성질이 나타나는 것은 Joly와 Mehrabian[2] 등에 의해 액상기지 내에서 고상입자들의 파괴(break down)와 응집(build up)에 의한 것이라고 제안되었으며, 또한 의가소성성질과 턱소트로픽 성질은 교반응고조직과 밀접한 관계를 갖고 있다고 여러보고자들에 의해 보고되었다[8,9].

본 연구에서는 타 합금계에 비하여 공업적 응용가능성이 높고 상대적으로 적게 보고되고 있는 Al-Si합금계 반응고급속에 대해 리오로지 특성과 미세조직을 조사하였다. 이를 위하여 전단응력, 전단변형률, 점성도, 온도를 실험적으로 측정하여 주어진 반응융상태의 고상률(fs)에서 전단변형률의 변화에 따른 전단변형률-전단응력, 전단변형률-점성도관계를 검토 분석하였다. 아울

*한국과학기술연구원(Division of Metals, Korea Institute of Science and Technology)

**연세대학교 금속공학과(Dept. of Metallurgical Eng., Yonsei University)

러 리오로지 특성과 조직과의 관계를 관찰하기 위하여 고상률, 전단변형률에 따른 미세조직의 변화를 조사하였다. 그리고 교반시 수지상에서 구상으로의 초정입자들의 변화를 관찰하기 위하여 등온교반시간에 따른 조직변화를 관찰하였다.

2. 실험방법

본 연구에 사용된 Al-6.2wt%Si합금은 각각 흑연 도가니 내에서 순수알루미늄(순도 99.99%)과 Al-30wt%Si 모합금을 적정량 첨가하여 전기저항로에서 제조하였다. 제조된 합금의 화학 성분은 습식분석결과 Al-6.2wt%Si로 나타났다. 리오리지 거동에 관한 실험을 하기 전에 액상선 온도를 측정하기 위하여 시차열분석을 행하였으며, 그 결과 액상선 온도와 고상선의 온도는 각각 621°C , 577°C 이었다. 반용융합금제조를 위하여 Fig. 1 (a)과 같은 배치타입 교반응고(batch-type stircasting) 장치를 이용하였다. 주요 장치로는 용해로와 전원공급장치, 교반장치, 점도측정 회로, 분위기가스 공급장치 및 진공장치 등이며, 이 중 교반장치는 속도조절장치, 흑연로터 및 타코제너레이터가 부착된 직류모터를 사용하여 일정한 교반속도를 유지도록 하였다. 리오리지 특성은 Fig. 1 (b)의 고온점도계(HAAKE ME1700 Searle measuring system)를 이용하여 전단변형률 변화에 따른 점성도변화를 측정하였다. 고온 점도 측정은 Fig. 1 (b) 장비에 대한 기존에 보고된 측정상의 문제점[3]들을 최소화하기 위해 반복실험과 세심한 주의를 기울여 정밀한 측정값을 얻을 수 있도록 하였다.

반용융합금의 제조는 용탕을 약 700°C의 온도부터 정해진 냉각속도를 유지하며 교반을 하였으며, 합금 슬러리의 온도측정은 용탕속에 삽입한 열전대(K-type)로 측정하였고, 슬러리온도 및 직류모터의 전류변화는 시간에 따라 기록계에 측정되었다. 냉각속도는 액상선과 주어진 실험온도의 차를 냉각시간으로 나누어 구하였으며, 고상률은 식(1)의 Sheil식을 이용하여 구하였다.

(여기서, T_m : 금속의 용융점, T_L : 액상선의 온도,
 T : 고액구간에서 용탕의 케칭온도, k : 평분배계수)

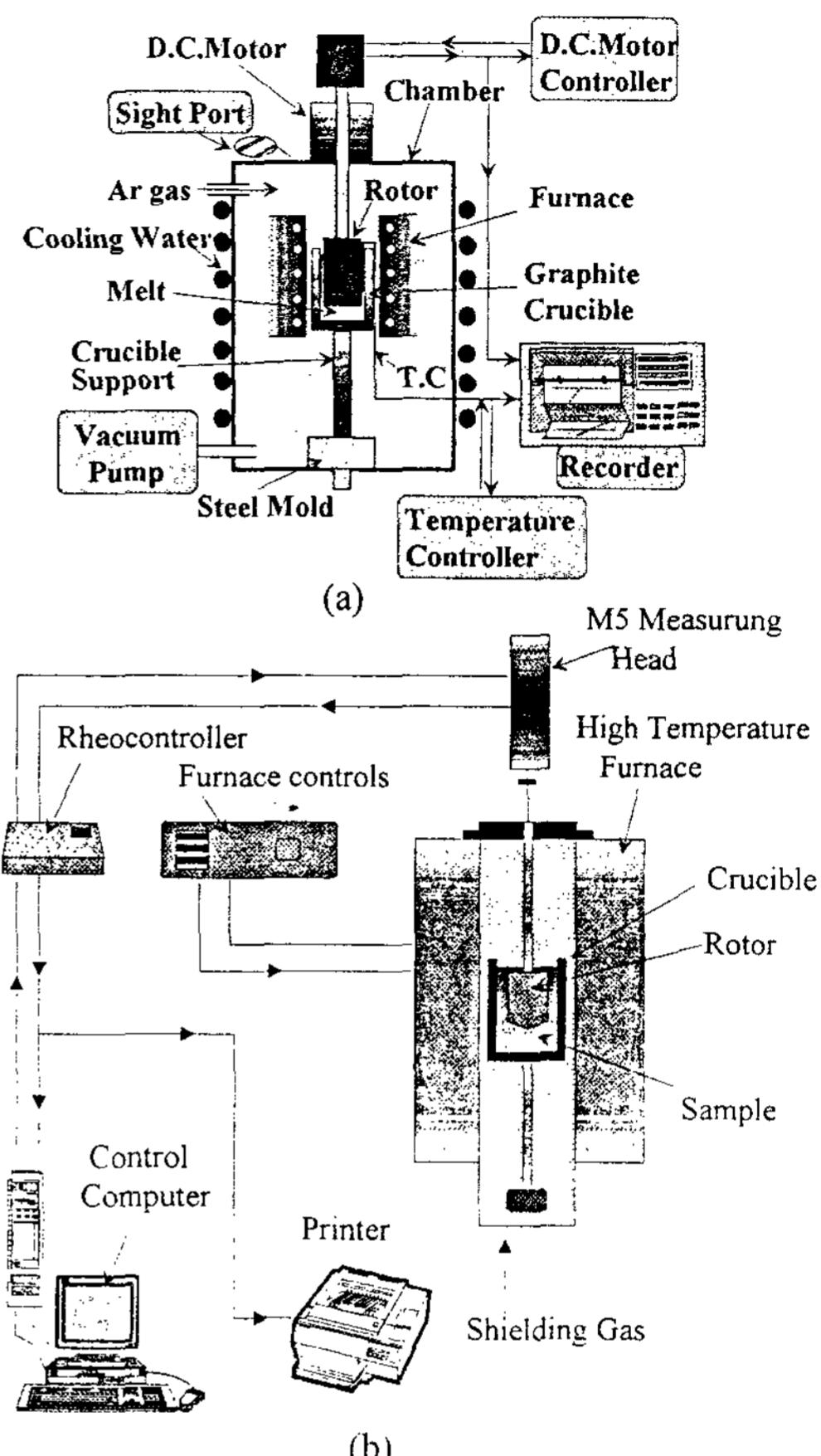


Fig. 1. Schematic diagrams of rheocasting apparatus (a) and high temperature rheometer (b).

본 연구에서는 교반응고조직의 변화를 관찰하기 위하여 다음 세가지의 실험방법을 취하였다. 첫번째는 고상률 변화에 따른 교반응고조직의 변화를 관찰하기 위하여, 반용융금속을 액상선 이상에서 계속 교반을 시키면서 액정냉각속도로 냉각시키다가 원하는 온도(고상분피분율)에 도달했을 때 20분동안 등온교반 후 수냉하였다. 이때 전단변형률을 일정하게 하며 고상률을 변화시켰고, 두번째는 동일조건에서 고상률을 일정하게 하고 전단변형률을 변화시켰다. 세번째로는 교반시간에 따른 고상입자 형상의 변화를 살펴보기 위하여 액상온도 이상에서 일정온도($fs=0.45$)까지 교반을 하지 않았다가 원하는 온도가 되었을 때 교반을 시작하여 0분에서 60분까지의 조직변화를 관찰하였다. 이를 위해 처음 20분간은

2분 간격으로, 20분 후부터는 10분간격으로 스테인리스 강재 주걱을 이용하여 시료를 채취하였다.

미세조직관찰은 기계적 연마와 전해연마를 행하여 광학현미경으로 관찰하였으며, 전해연마조건으로 전해연마는 퍼크로릭산 용액(20% HClO_4 + 80% CH_3OH)으로 14V, 0.26A/cm², -9°C, 전해부식은 2%HF, 49% H_2O , 49% CH_3OH 용액으로 상온에서 하였다. 고상입자들의 크기와 분포도를 측정하기 위하여 상분석장치(Buehler사, Omnimetl Image Analysis system)를 이용하였다. 고상입자들의 평균크기는 장축의 길이와 단축의 길이의 평균값을 취하였으며, 고상입자들의 분포도를 알아보기 위해 평균값의 표준편차를 구하였으며, 구상화정도를 관찰하기 위하여 형상비(aspect ratio, 장축/단축)값을 구하였다. 고상입자의 길이는 Fig. 2에 보듯이 경계가 구분이 되는 고상입자를 하나의 입자로 택하여 측정하였다.

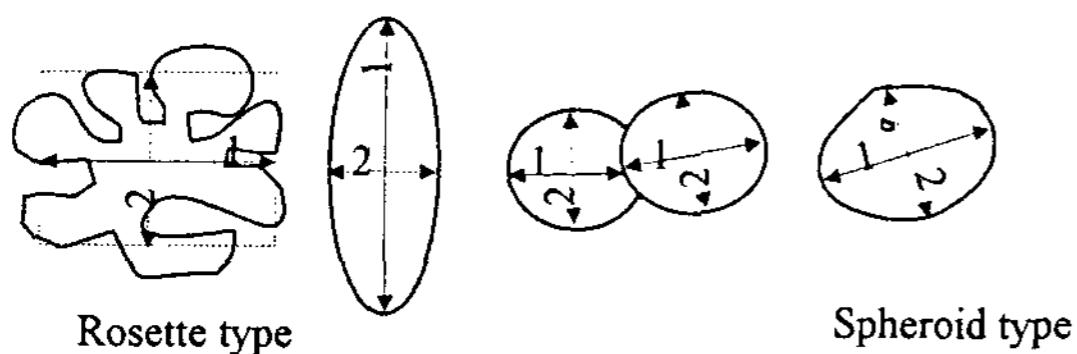


Fig. 2. Schematic illustration of measuring method of primary particles size. : 1.major axis, 2. minor axis.

3. 실험결과

3.1 교반응고 (stircast) 합금의 리오로지특성

Fig. 3은 Al-6.2wt%Si 합금의 냉각속도 $3.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 으로 연속냉각시 점성도(η)에 대한 전단변형률(r)의 영향을 보여주고 있다. 고상부피분율이 낮은 경우의 점성도는 전단변형률의 증가에 영향을 크게 받지 않았으나, 고상부피분율이 큰 경우($f_s=0.55$)에서는 전단변형률이 370s^{-1} 인 경우 점성도는 중유에 해당하는 $100\text{Pa}\cdot\text{s}$ 이며, 150s^{-1} 인 경우는 $500\text{Pa}\cdot\text{s}$ 의 값을 나타내었다. 즉 고상부피분율이 큰 경우에는 점성도는 전단변형률이 증가함에 따라 감소함을 알 수 있다.

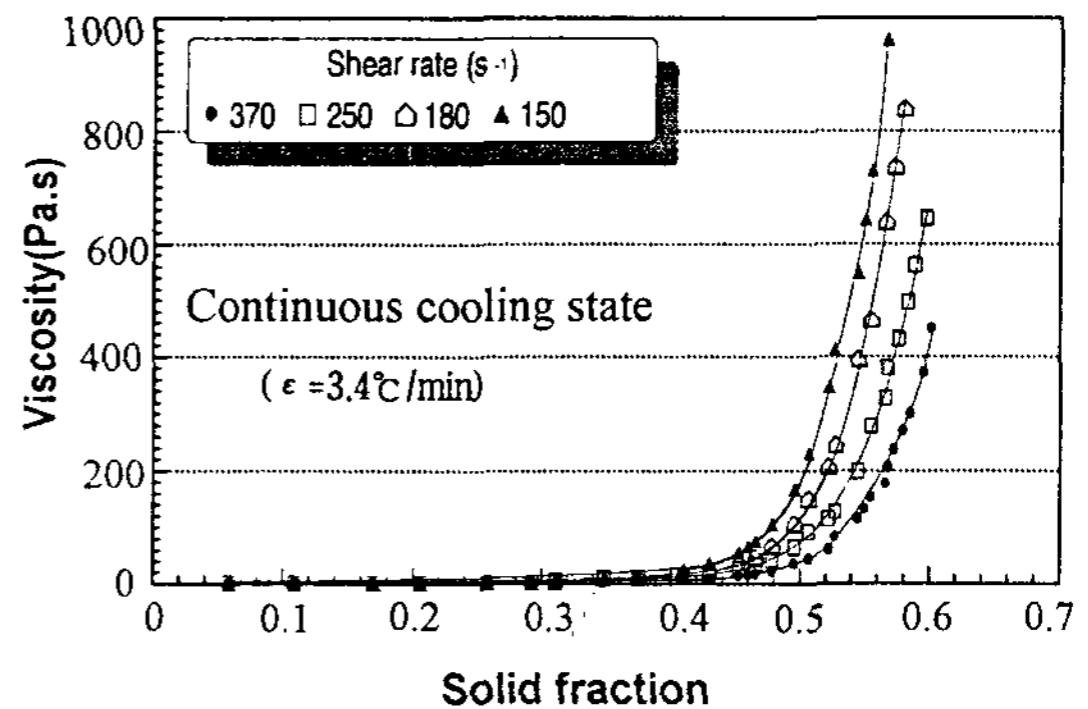


Fig. 3. Effect of shear rate on apparent viscosity of partially solidified Al-6.2wt%Si alloy.

일반적으로 점성도는 Van Wazer⁴⁾로부터 식 (2)과 같이 표현되어 진다.

정상상태(여기서는 전단변형률이 일정하게 유지되는 상태)에서는 전단변형률과 점성도의 관계는 Ostwald-de Waele power law식으로 표현될 수 있으며 식 (3)와 같이 나타낼 수 있다.

$$\eta = k \cdot r^m \quad (\text{여기서, } k = \text{상수}, m = \text{지수}) \cdots \cdots (3)$$

또한, (3)식은 (2)식을 이용하여 (4)식과 같이 전단응력과 전단변형율의 관계로 나타낼 수 있다.

$$\eta \equiv k' \cdot r^n \quad (\text{여기서, } k' \equiv \text{상수}, n \equiv m+1) \quad \cdots(4)$$

Fig. 4, 5는 연속냉각상태인 Fig. 3에서 구한 전단변형률, 전단응력 및 점성도 값을 식 (3), (4)를 이용하여 양변에 대수값을 취하여 기울기에 의하여 n , m 값을 구한 것으로 고상률 0.4~0.6에서 측정하였다. 각각의 실험으로부터 Al-6.2wt

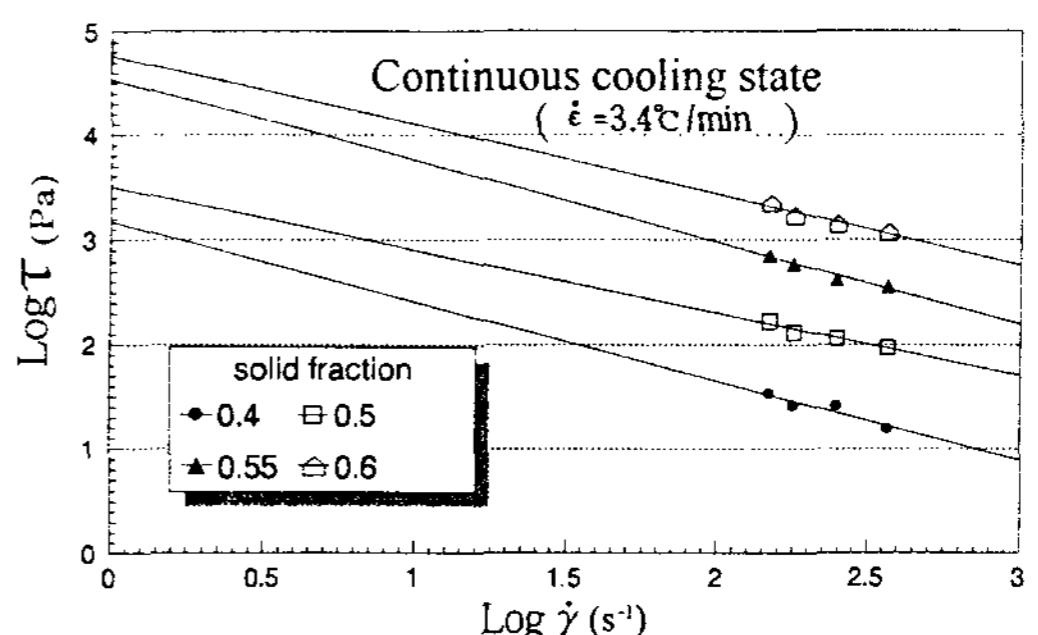


Fig. 4. Shear stress versus apparent shear rate in Al-6.2wt%Si alloy at different solid fractions.

%Si합금 경우, 기울기 “m”의 값은 -1.5에서 -1.7, “n”의 값은 -0.6에서 -0.8사이로 나타났다 (참조 : Table 1). Ostwald-de Waele power law 식에서 $m \approx -1$ 이하의 값을 갖으면 의사소성성

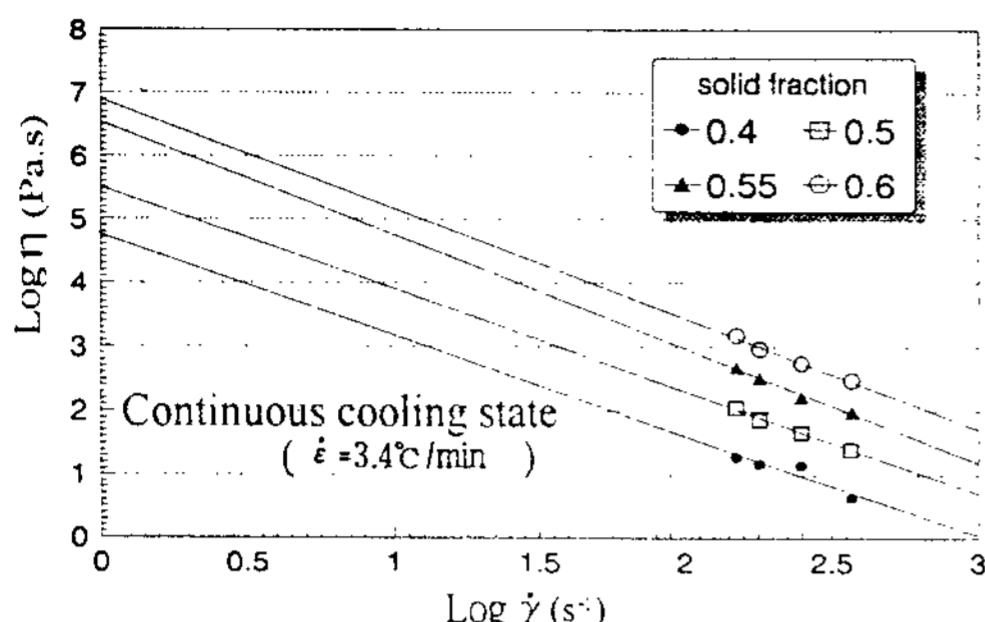


Fig. 5. Apparent viscosity versus apparent shear rate in Al-6.2wt%Si alloy at different solid fractions.

질을 갖는다. 그러므로 정상유동상태에서 Al-6.2wt%Si 반용융합금은 전단변형률이 증가함에 따라 점성도가 감소하는 의기소성 성질을 갖고 있음을 알 수 있다.

Table 1. Slope of shear rate vs. viscosity and shear stress in Al-6.2wt%Si alloy.

slope fs	Shear rate Vs Vis- cosity, slope(m)	Shear rate Vs Shear Stress, slope(n)
0.4	-1.560	-0.763
0.5	-1.597	-0.598
0.55	-1.776	-0.777
0.6	-1.724	-0.668

3.2 교반응고(stircast) 합금의 조직변화

Al-6.2wt%Si합금의 교반응고조직은 Photo. 1

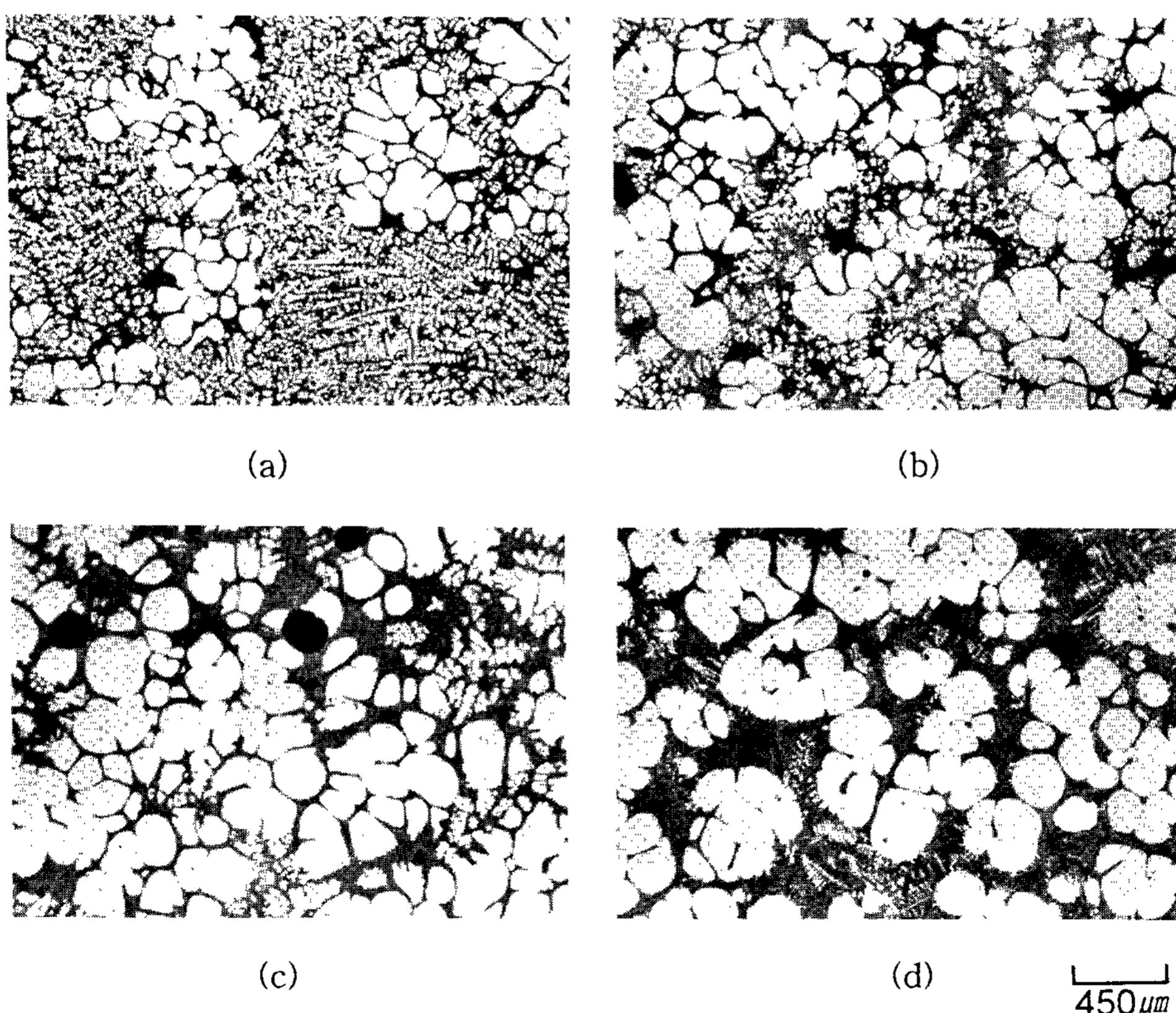


Photo 1. Microstructures of rheocast Al-6.2wt%Si alloy sheared continuously(370s^{-1}) and cooled to a different fraction solids(fs) with a cooling rate of $2.8^\circ\text{C}/\text{min}$ and then isothermally held for 20min. :
(a) $\text{fs}=0.2$, (b) $\text{fs}=0.3$, (c) $\text{fs}=0.4$, (d) $\text{fs}=0.5$

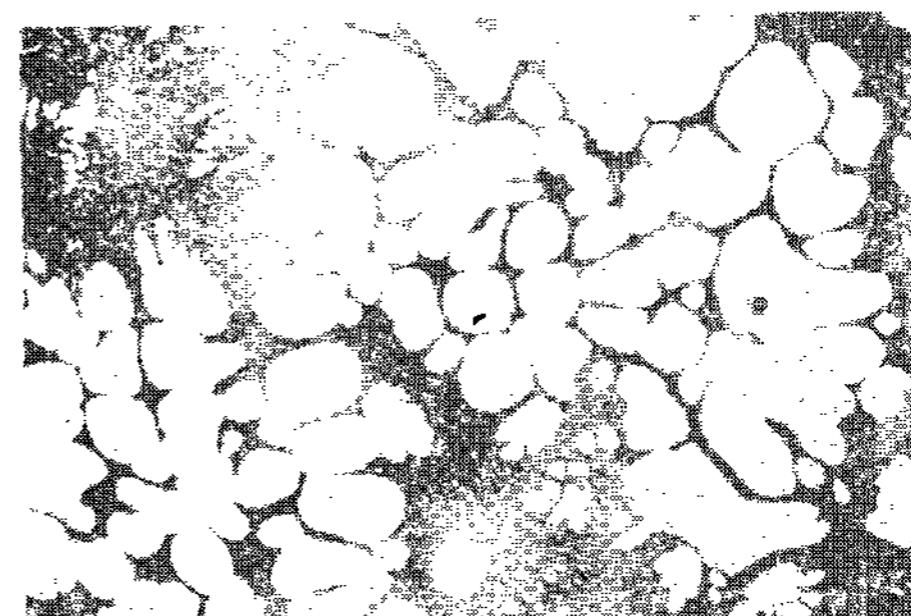
과 2에서 관찰되듯이 통상의 수지상조직이 아닌 구상의 α -Al상으로 이루어져 있다.

Photo. 1은 Al-6.2wt%Si합금을 670°C에서 일정한 전단변형률(370s^{-1})로 교반을 하면서 각기 다른 고상률까지 냉각 후 20분간 동온교반을 가한 후 수냉을 시킨 때의 조직변화를 보여주는 사진들이며, Photo 2는 Photo 1과 동일한 조건에서 고상률을 일정하게 하고 다른 전단변형률로 동온교반한 조직변화를 나타낸 사진들이다. Photo 1, 2의 조직사진에서 고상률과 전단변형률이 증가함에 따라 교반응고조직은 장미상(Fig. 2 참조)의 고상입자에서 구상의 입자모양으로 같은 변화 양상을 보인다.

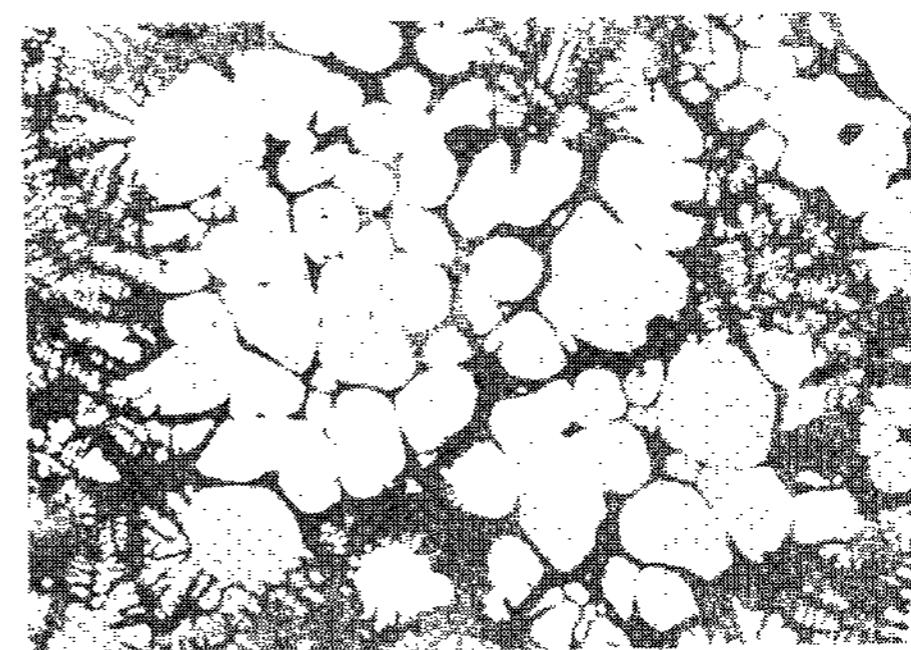
고상입자의 크기와 표준편차는 고상율이 증가함에 따라 증가하였고, 전단변형률이 증가함에 따라서는 감소하는 양상을 Fig. 6, 7에 나타내었다. Fig. 6은 Photo 1에 대한 분석으로 고상률이 커짐에 따라 고상입자의 크기가 280 μm 에서 365 μm 증가하였고, 표준편차는 111 μm 에서 118 μm 로 미세한 증가를 하며 고상입자들의 형태가 구상화되는 경향을 보여주고 있다. Fig. 7은 Photo 2에 대한 분석으로 전단변형률이 증가에 따라 고상입자의 크기가 460 μm 에서 351 μm 로 감소하였고, 표준편차도 170 μm 에서 115 μm 감소하였으며 고상입자는 구상화되고 있다.

Photo 3은 교반을 하지 않고 고상률이 0.45가 될 때까지 냉각 후 60분동안 동온교반을 하면서 교반시간에 따른 응고조직변화를 관찰한

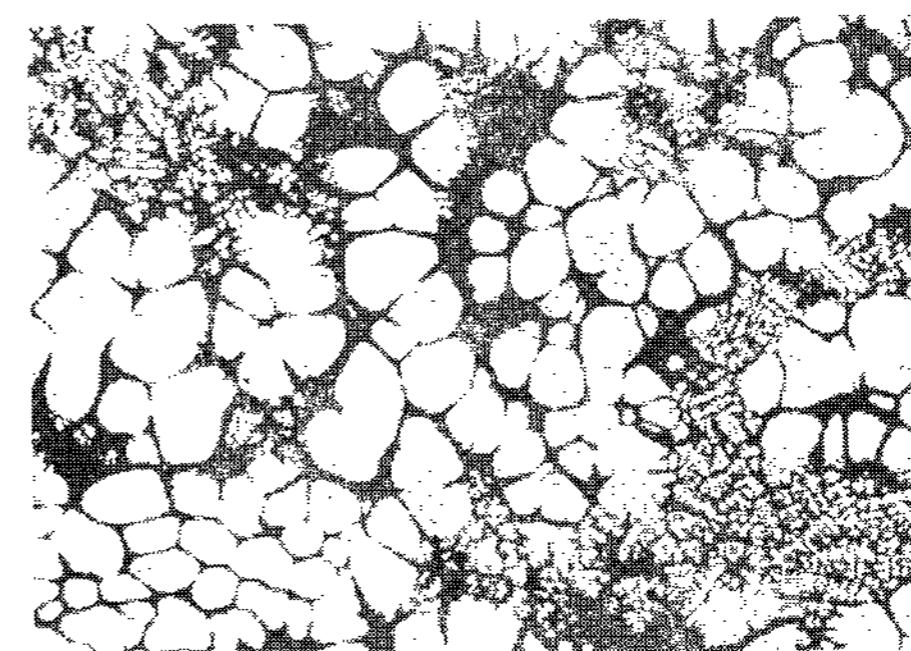
것이다. Photo 3 (a)는 전형적인 수지상정조직을 나타내며, Photo 3 (b)의 1분 교반시 수지상정의



(a)



(b)



(c)

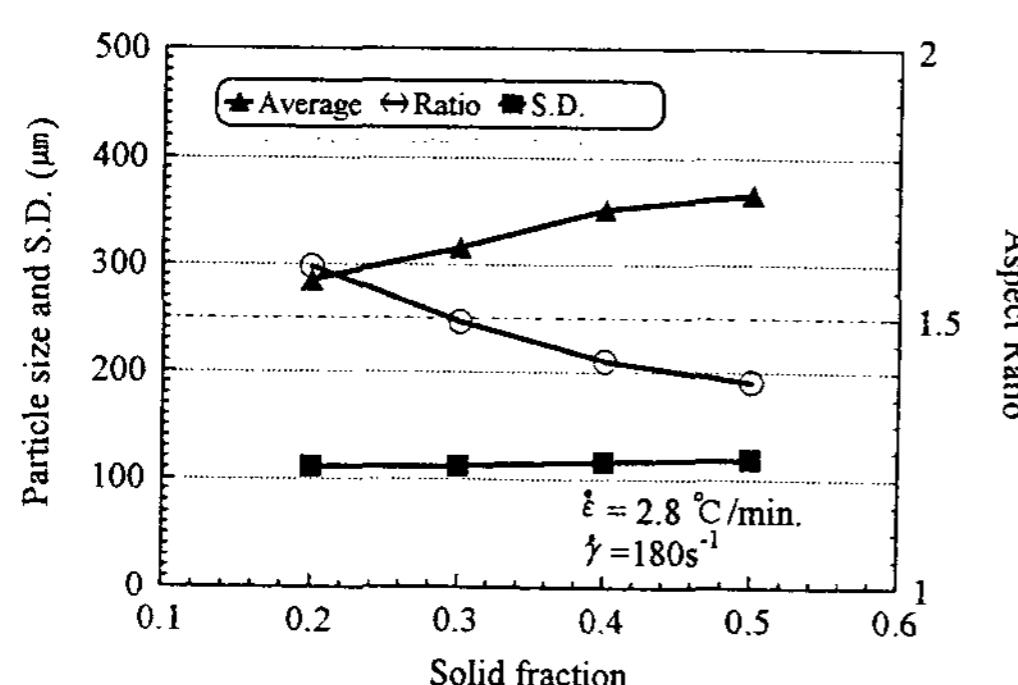
450 μm 

Fig. 6. Variation of average primary particle size, its standard deviation and aspect ratio in Al-6.2wt%Si cooled to different solid fractions with constant cooling and shear rate and then isothermally held for 20min.

Photo 2. Microstructures of rheocast Al-6.2wt%Si alloy cooled to constant solid fraction ($f_s=0.4$) with different shear rates at a cooling rate of 2.8°C/min and then isothermally held for 20min. :
(a) 80s^{-1} (b) 180s^{-1} (c) 370s^{-1}

α -Al조직이 일부 관찰되며, Photo 3 (c), (d), (e)의 조직은 교반시간이 증가함에 따라 거의 구형에 가까운 조직으로 변하였고, 60분 등온교반은 Photo 3 (f)에서는 α -Al의 조대화현상이 관찰된

다.

Fig. 8은 등온교반시간이 증가함에 따라 입자의 크기가 1분교반시 $400\mu\text{m}$ 에서 10분까지 $300\mu\text{m}$ 로 감소하다가 60분 교반시 $380\mu\text{m}$ 으로 다시

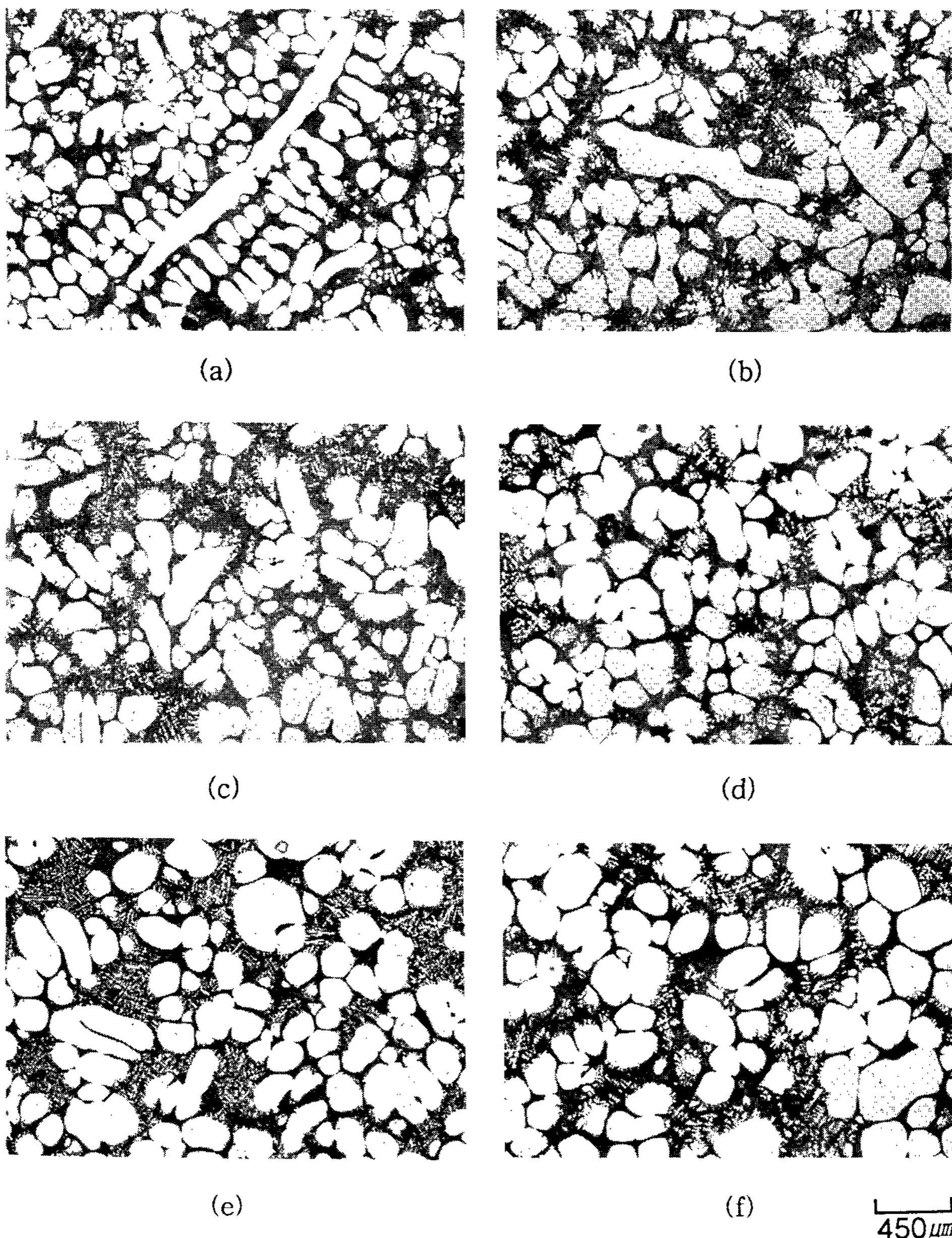


Photo 3. Microstructures of rheocast Al-6.2wt%Si alloy cooled to constant solid fraction($f_s = 0.45$) with a cooling rate of $2.2^\circ\text{C}/\text{min}$ and then isothermally stirred up to 60min with a shear rate of 200s^{-1} :
 (a) 0 min., (b) 1 min., (c) 5 min., (d) 10min., (e) 20 min., (f) 60 min.

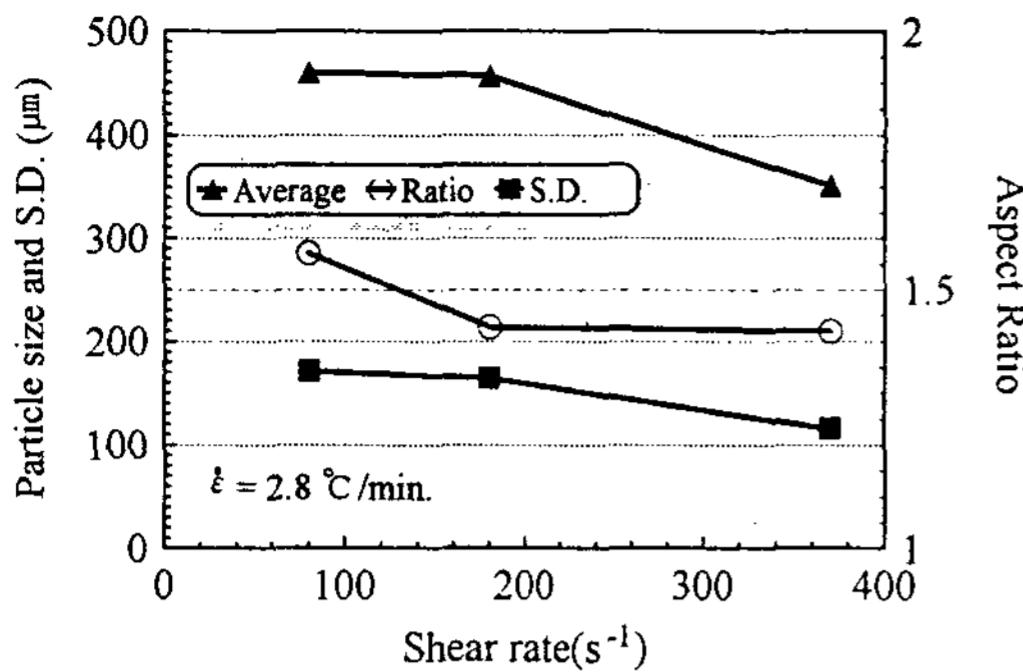


Fig. 7. Variation of average primary particle size, it's standard deviation and aspect ratio in Al-6.2wt%Si cooled to solid fraction($f_s=0.4$) with constant cooling rate and different shear rates, and then isothermally held for 20min.

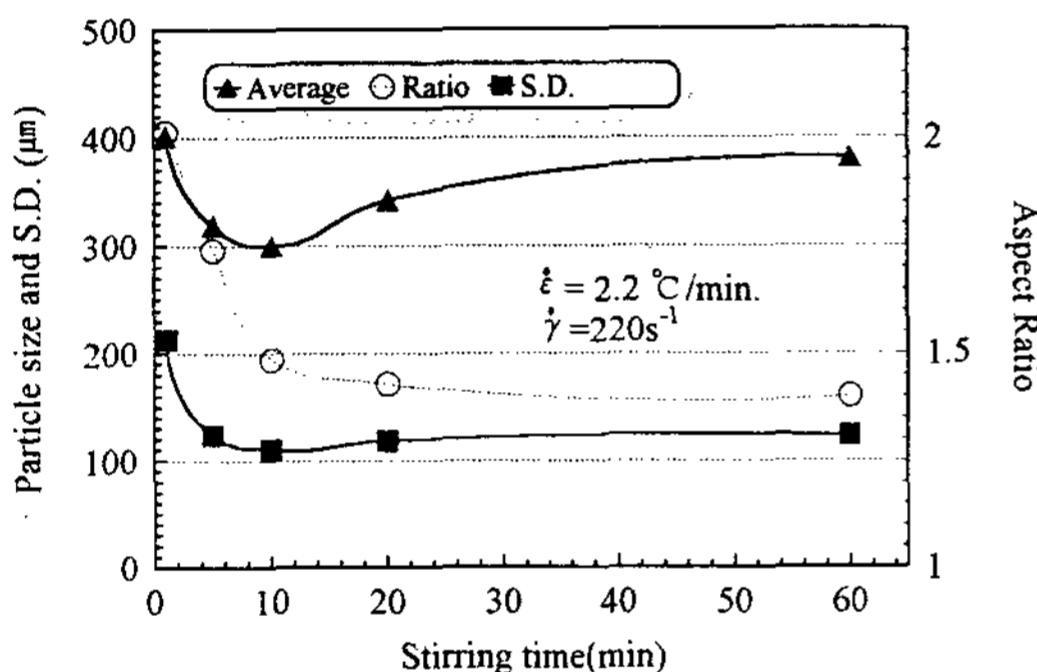


Fig. 8. Variation of average primary particle size, its standard deviation and aspect ratio in Al-6.2wt%Si cooled to solid fraction($f_s=0.45$) with constant cooling rate and without stirring and then isothermally sheared to 60min.

증가하였고, 표준편차 역시 감소하다가 10분을 기점으로 다시 미세증가하고 있다. 고상입자들의 형상비는 10분 이후에는 거의 일정하였다.

4. 고 찰

4.1 리오로지 특성

금속시스템이 반응고상태에서 전단변형률이 증가함에 따라 점성도가 감소하는 의가소성의 성질을 갖는다는 것은 중요한 의미를 가지고 있다. 즉, 성형시 에너지 절감이 가능하며, 보다 복잡한 형상의 near-net-shape 주조가 가능하다는 것

을 의미하므로, Ostwald-de-Waele power law식에서 구한 “ m ”의 값은 반응고가공프로세스의 주요변수로 작용한다. 그러나 많은 연구자들에 의해 상반된 결과가 보고되고 있으며, Sn-15%Pb 합금의 경우에는 -1.1(brown et al.)[5], -1.2에서 -1.4(McLlland)[6], -3~-0.8(Joly and Mehrabian)[2]으로 동일합금계에서 서로 다른 결과가 보고되었다. Sn-Bi 합금계에서는 -0.5~-0.9(kattamis and Piccone)[7]이며, 본 연구와 비슷한 합금계열인 Al-Si-X 합금의 경우는 -1.1~-1.3(Henderson)[3]으로 보고되었다. 이렇듯 m 값의 서로 다른 보고는 고온점도 측정방법과 측정시 야기될 수 있는 turbulence, gross solid particle segregation, adsorption, sedimentation, wall slip 등의 문제점들과 각각 고유특성을 가진 서로 다른 합금계에 대한 측정결과에 기인하는 것으로 사료되며 이에 대한 명확한 결론은 보고되지 않고 있다.

Fig. 3에 나타난 고상률이 증가함에 따른 점성도의 증가는 Photo 1과 Fig. 6에 관찰되듯이 고상입자가 응집될 확률이 증가하는 것에 기인한다고 할 수 있다[8]. Fig. 5에 전단변형률이 증가함에 따라 점성도가 감소하는 것은 Photo 2와 Fig. 7에 나타나듯이 고상입자의 파괴에 의한 입자크기의 감소와 파괴된 입자의 구상화에 기인하는 것으로 사료된다[8,9].

4.2 교반응고조직

연속냉각되고 있는 반응융합금 교반은 고상입자의 파괴가 빠른 물질이동에 의한 파괴된 입자들의 조대화를 동시에 촉진시킨다고 여러 연구자들[1,2,8,10,11]에 의해 보고되고 있으며 리오캐스팅에서 고상입자크기의 변화는 고상입자의 파괴, 고상입자들간의 소결, 고상입자의 Ostwald ripening에 의한 조대화[11]에 의해 이루어진다고 할 수 있다. 즉, 파괴가 많이 일어날수록 고상입자의 크기는 작아질 것이며 응집과 조대화가 주로 일어난다면 고상입자의 크기는 증가하게 될 것이다. 또한 고상입자의 구상화는 고상입자들의 파괴, 계면에너지를 줄이려는 열역학적 요인(Gibbs-Thomson effect)[8]과 점도가 높은 액상에서의 파괴된 고상입자들간의 상호충돌에 의한 마멸[1] 등에 의한 것으로 사료된다.

본 실험에서는 교반에 따른 응고조직변화를 관찰하기 위해 고상률, 전단변형률 및 교반시간을 변수로 설정하였으며 전체적인 실험결과를 Table 2에 요약하였다.

Table 2. Variation of primary particle size, its standard deviation and aspect ratio with solid fractions, shear rates and stirring time in Al-6.2wt%Si alloy.

	Average	Standard Deviation	Aspect Ratio
solid fraction ↑	↑↑	↑	↓↓
shear rate ↑	↓↓	↓↓	↓↓
shear time	0-10min	↓↓	↓↓
	10-20min	↑	↓

Note: ↑↑ (increase), ↓↓ (decrease)
↑ (slightly increase), ↓ (slightly decrease)

Al-6.2wt%Si합금의 경우 고상률 변화에 따른 조직변화는 Photo 1에서 관찰되듯이 고상률이 높을수록 고상입자의 크기증가는 고상입자들간의 응집이 일어나기 쉬워[8] 상호 소결될 확률이 증가하는 것에 기인되는 것으로 판단되며, 구상화는 고상률 증가에 따른 고상입자들간의 마멸[1]에 따른 것으로 판단된다. 또한 전단변형률에 따른 조직변화는 Photo 2에 관찰되듯이 전단변형률이 증가함에 따라 고상입자 크기감소와 구상화는 전단변형률의 증가에 따른 보다 많은 입자의 파괴와 파괴된 고상입자들간의 마멸의 증가에 기인하는 것으로 생각된다.

그리고, 교반시간에 따른 영향은 Photo 3과 Fig. 8에서 관찰되듯이 초기 교반 후 10분이 경과할 때까지 고상입자 크기의 감소와 고상입자형태가 구상으로의 변화는 주로 고상입자의 파괴에 의한 것으로 사료되며 10분 이후 60분까지 고상입자의 증가는 주로 Ostwald ripening에 의한 조대화에 의한 것으로 판단된다. 즉, 리오캐스팅에서 등온교반시 초기에 고상입자들의 파괴가 일어나고 파괴된 입자들의 구형화되고 시간이 지남에 따라 조대화되는 것으로 사료된다.

5. 결 론

본 연구에서는 반응고교반한 Al-6.2wt%Si합

금의 리오로지 특성을 알아 보았으며, 고상률과 전단변형률, 등온교반시간에 따른 응고조직의 변화를 관찰한 결과는 다음과 같다.

1) 반응고교반시 Al-6.2wt%Si합금의 리오로지특성은 전단변형률의 증가에 따라 점성도는 감소하였으며, 일정 고상률 이상에서 점성도는 급격히 증가하였으며, Power law index "m"의 값 -1.4에서 -1.7의 범위를 갖는 의가소성성질을 나타내었다.

2) 고상률 변화에 따른 Al-6.2wt%Si합금의 교반응고조직변화는 고상률이 커짐에 따라 고상입자크기와 표준편차는 증가하였고 구형화되었다. 이러한 결과는 고상률이 높아질수록 응집이 일어나기 쉬워 등온교반시 고상입자들간에 소결과 마멸이 일어날 확률의 증가하는 것에 기인되는 것으로 사료된다.

3) 전단변형률 변화에 따른 Al-6.2wt%Si합금의 교반응고조직변화는 고상률이 0.4에서 전단변형률이 증가함에 따라서 고상입자의 크기와 표준편차는 감소하였으며 구상화되었다. 이러한 결과는 전단변형률의 증가에 따른 보다 많은 고상입자의 파괴와 파괴된 고상입자들간의 마멸에 기인하는 것으로 판단된다.

4) 등온교반시간이 증가함에 따라 Al-6.2wt%Si합금은 고상률 0.45에서 교반 후 초기 10분까지는 고상입자크기와 표준편차의 감소가 일어났으며 고상입자의 구상화가 일어났다. 10분부터 60분까지의 등온교반시 표준편차는 미세하게 증가하였고 고상입자의 구상화정도는 큰 변화를 보이지 않았으며, 고상입자의 크기는 Ostwald ripening에 의한 조대화 현상이 관찰되었다.

위의 연구결과를 바탕으로 전단변형률과 시간에 따른 점성도의 관계인 반용융금속의 딕소트로피특성과 응고조직의 변화거동에 대한 연구가 행해져야 할 것이다.

후 기

본 연구는 1993년도 과학기술처 선도기술개발 사업의 일부로 수행되었으며 깊이 감사드립니다.

참 고 문 헌

- [1] D. B. Spencer, R. Mehrabian and M. C. Flemings, Metal. Trans., 3 (1972) 1925
- [2] P. A. Joly and R. Mehrabian, J. of Mat. Sci., 11 (1976) 1393
- [3] N. G. Henerson, A. K. A. McLelland, H. V. Atkinson and D. H. Kirkwood, Proc. of 2nd Int. Conf. on the Semi-solid Processing of Alloys and Composite, (1992) 349
- [4] Van Wazer, J. R., Lyons, J. W., Kim, K. Y. and Colwell, R. E., "Viscosity and Flow Measurement", Interfscience Publishers (John Wiley & Sons), USA (1963)
- [5] S. Brown, P. Kumer and C. Martin, Proc. of Metals. Materials and Minerals Society, San Diego, March, (1992)

- [6] A. K. A. McLelland, P. G. Henderson, H. V. Atkinson and D. H. Kirkwood, Proc. of 2nd Int. Conf. on the Semi-solid Processing of Alloys and Composite, (1992) 290
- [7] T. Z. Kattamis and T. J. Piccone, J. of Materials Science and Engineering, A131, (1991) 265
- [8] H. I. Lee, Ph. D. thesis, Sussex University, (1982)
- [9] H. K. Moon, Ph. D. thesis, M. I. T., (1990)
- [10] M. C. Flemings, Metal. Trans. A, 22A (1991) 957
- [11] R. D. Doherty, H. I. Lee and E. A. Feest, J. Mat. Sci., 65 (1984) 181
- [12] W. Gang and P. R. Sahm, Acta metall, 38 (1990) 967