

수렴성 빔 전자회절법을 이용한 SiC_p/Al 복합재에서의 계면 생성물의 상분석

이정일 · 이재철 · 석현광 · 이호인
한국과학기술연구원 금속연구부

Phase Identification of the Interfacial Reaction Product of SiC_p/Al Composite Using Convergent Beam Electron Diffraction Technique

Lee, Jung-Ill, Jae-Chul Lee, Hyun-Kwang Suk
and Ho-In Lee

Div. of Metals, Korea Institute of Science and Technology, P.O. Box 131,
Cheongnyang, Seoul 130-650
(Received January 5, 1996)

ABSTRACT

A comprehensive methodology to characterize the interfacial reaction products of $\text{SiC}_p/2024$ Al composites is introduced on the basis of the experimental results obtained using XRD, SEM and TEM. XRD performed on the electrochemically extracted SiC_p and bulk $\text{SiC}_p/2024$ Al composite have shown that the interfacial reaction products consist of Al_4C_3 having hexagonal crystallographic structure, pure eutectic Si having diamond cubic crystallographic structure, and CuAl_2 having tetragonal crystallographic structure, respectively. According to the images observed by SEM, Al_4C_3 , which has been reported to have needle shape, has a hexagonal platelet-shape and eutectic Si is found to have a dendritic shape. In addition eutectic CuAl_2 was observed to form near interface and/or along the grain boundaries. In order to confirm the results obtained by XRD, the primitive cell volume and reciprocal lattice height of such interfacial reaction products were calculated using the data obtained from convergent beam electron diffraction (CBED) patterns, and then compared with theoretical values.

Key words : SiC_p/Al Composite, Convergent Beam Electron Diffraction, Primitive Cell Volume Calculation

서 론

SiC입자로 강화시킨 알루미늄 합금 복합재는 기지금속과 비교하여 비강도 및 비탄성을 등의 기계적특성이 우수하므로 자동차 등의 구조용재료로서 주목을 받고 있다. 금속기지 복합재료의 강도 증가는 적용된 외부하중이 전단응력의 형태로 강화재의 계면을 통하여 강화재로 전달되는 현상에 기인된다. 따라서 복합재료의 계면현상의 규명은 재료의 사용목적에 필요한 적절한 기계적·물리적 특성을 얻기위한 복합재 제조공정조건의 확립에 중요한 역할을 하게 된다. 계면특성을 분석하기 위한 실험방법들로서는 Auger 전자분석법 (Munitz *et al.*, 1979, Levi *et al.*, 1978), 에너지 분산 X-선 분광법 (EDS) (Levi *et al.*, 1978, Molins *et al.*, 1991, Hino *et al.*, 1989), X-선 회절법 (Lloyd *et al.*, 1989, Lijun *et al.*, 1990, Lee *et al.*, 1994) 등이 있으며 투과전자현미경을 이용한 분석방법으로는 제한시야 회절 (selected area diffraction pattern; SADP)법 (Munitz *et al.*, 1979, Hallstedt *et al.*, 1990, Molins *et al.*, 1991, Janowski *et al.*, 1990, Hino *et al.*, 1989)들이 주종을 이루고 있다. 그러나 제한시야회절도형을 이용하는 경우 전자현미경의 대물렌즈가 가지는 구면수차와 초점오차로 인해 미소 영역으로부터의 공간분해능은 0.5 μm 으로 제한되며 (Thomas, 1979), 입사빔 방향으로 역격자의 2차원적 투영에 의해 회절도형이 생성되므로 결정의 3차원적 대칭성을 찾기 위해서는 실험적인 어려움이 있다. 이에 반해 수렴성 빔 전자회절법 (convergent beam electron diffraction; CBED)에서 얻어지는 영차 Laue 존 (zero order Laue zone; ZOLZ) 도형은 제한시야 회절과 동일하게 정대축 방향으로의 역격자 투영으로 생성되고, 이와함께 고차 Laue 층 (high order Laue zone; HOLZ) 도형은 정대축 방향과 평행한 역격자의 대칭성을 나타내므로 (Williams, 1988) 시료의 3차원적 대칭성에 대한 정보를 포함하고 있다. 이런 회절도형의 형성원리를 바탕으로 영차 Laue 존 도형으로부터 역격자의 투영단면이 계산되고, 고차 Laue층 도형으로부터 역격자의 높이가 얻어지므로 이 두개의 값으로부터 역격자의 단격자 셀 체적을 구할 수 있다 (Le Page and Downham, 1991). 본 연구는 분무성형법

(spray forming process)으로 제조한 SiC_p/2024 Al 복합재에서 계면생성물의 분석을 위한 실험적 기법으로써, 수렴성 빔 전자 회절법을 이용하였다. 상분석의 방법으로는 수렴성 빔 전자 회절법으로 얻어진 CBED도형에서 얻어진 실험적 정보를 이용하여 단격자 셀의 체적을 계산하고, 전산 모사에 의한 정대축 결정 및 역격자 높이를 계산하여 이들 실험적 측정값을 이론값과 비교하여 분석하였다.

재료 및 방법

소재 및 강화재추출

본 실험에 사용한 재료는 분무성형법 (Spray forming)으로 $\phi 300 \times 500$ mm의 빌렛으로 제조된 20 vol % SiC_p/2024 Al 복합재료로서, 450°C에서 1시간 유지시킨 후 같은 온도에서 22:1의 압출비로 열간압출 하였다. 압출된 복합재료는 고액공존구역인 560°C 및 640°C에서 24시간동안 열처리 후 수냉하였다. 계면반응생성물의 세부적인 형태관찰 및 상분석에 필요한 시료는 전기화학적 분리법을 이용하여 계면반응생성물과 강화제만을 분리 추출 하였다. 전기화학적 분리법은 재료내의 작은 부도체 입자를 기계적인 손상없이 다량으로 추출할 수 있는 효과적인 방법으로, 사용된 전해액은 33 vol % HNO₃+67 vol % CH₃OH였다. 전해 추출 조건은 11 DC Volts+6 Amp이었으며, 추출과정 중 전해액의 온도는 20°C~40°C로 유지하였다. 전해추출시 SiC_p와 함께 추출된 Al₄C₃는 전해액내의 매탄올에 용해되면서 매탄가스를 발생시키기 때문에 추출물과 전해액사이의 접촉시간은 가능한 최소화하였다. 또한 Al₄C₃는 물에 용해되기 때문에 전해추출후 추출물의 표면에 남아있는 화학물질을 제거하기 위하여 아세톤에 세척하였다.

X-선 회절, 주사 및 투과전자현미경 분석방법

전기화학적 분리법으로 추출된 분말시료는 투명 테이프에 얇게 도포하여 매 20초당 0.04°의 주사속도로 step scan에 의한 X-선 회절을 실시하였다. 강화재와 계면생성물의 세부적인 3차원 형태관찰은 약 800Å 두께의 백금으로 시료를 코팅한 후 Hitachi S-4200 Field Emission 주사현미경을 사용하여 가속전압 15 kV에서 관찰하였다. 투과전자현미경 관찰 시편은 560°C 및 640°C에

서 24시간 열처리한 복합재료들을 700 μm 두께로 절단하여 기계적 연마로 약 50 μm까지 연마한 후, 연마된 시편은 아르곤 이온 빔을 사용하여 6 kV의 가속전압으로 15~12°의 각도로 양면 밀링하였다. 준비된 시편은 Philips CM30 투과전자현미경으로 200 kV의 가속전압하에서 관찰하였으며, 계면생성물과 강화재에 대한 수렴성 빔 전자 회절도형을 약 20 nm 크기의 전자탐침으로 기록하였다. 또한 관찰된 상에 대한 정성적인 화학분석을 위하여 투과전자현미경에 부착된 EDS를 사용하여 구성원소의 스펙트럼을 기록하였다.

결 과

계면반응 생성물의 형태 관찰

Fig. 1은 분무성형후 450°C에서 압출한 경우와 압출 후 560°C 및 640°C에서 용체화처리한 복합재료로부터 전해추출한 강화재 및 계면반응생성물들을 주사전자현미경으로 관찰한 사진으로서 계면반응물의 형상과 열처리 온도의 증가에 따른 계면반응생성물량의 변화를 보여주고 있다. 열간압출 한 복합재료에서 추출한 SiC_p의 표면은 비교적 깨끗한 상태이며 계면반응생성물의 양은 열처리 온도가 증가함에 따라 급격히 증가하여, 극단적인 경우인 640°C에서 24시간 처리된 복합재료에서 추출한 SiC_p 경우 표면전체가 반응생성물로 덮여 있으며, Al과의 반응에 의하여 SiC_p 자체 또한 심한 침식(erosion)이 일어났다.

계면반응 생성물의 결정구조 분석

강화재 및 계면반응생성물의 결정구조는 추출된 강화재 분말에 대한 X-선 회절을 이용하여 분석하였다. Fig. 2(a)는 2θ=27~45°에서 기록한 X-선 회절결과로서, 강화재의 대부분은 조밀육방정인 α-SiC_p이며, 일부 다이아몬드 결정구조를 갖은 β-SiC_p이 관찰되었다. 계면반응생성물은 각각 조밀육방정인 Al₄C₃와 다이아몬드 결정구조를 갖는 Si이다. Fig. 2(b)는 전해추출하지 않은 벌크(bulk)재의 X-선 회절결과로 SiC_p, Al₄C₃ 및 Si 외에 Al-Cu-Si의 삼원공정반응에 의한 CuAl₂상이 존재함을 알 수 있었다. 상분석의 방법으로는 투과전자 현미경의 수렴성 빔 전자회절도형에서 측정된 데이터를 이용하여 각 상의 근본포 셀 부피(Primitive cell

volume)와 역격자 높이를 계산하고 이 결과를 이론치와 비교하는 방법을 사용하였다(Kim et al., 1995). Figs. 3(a)와 (b)는 각각 역격자 공간과 실 공간에서 수렴성 빔 회절도형의 형성 원리를 보여주는 것으로, 영차 Laue 존과 고차 Laue 층 사이의 층간거리, H는 식 (1)과 같이 표현된다.

$$H = \frac{1 - \cos [\tan^{-1} (CRAD/CL)]}{\lambda} \quad (1)$$

여기서, CRAD는 일차 Laue 존(first order Laue zone)에서 얻어지는 연속 환의 반경이고, CL은 카메라 길이(camera length), λ는 전자 빔의 파장이다. 역격자 공간에서 보면, 영차 Laue 층에 수직인 H는 역격자의 높이가 된다. 반면에, 영차 Laue 층 도형은 역격자의 투영면적의 계산에 사용될 수 있다. 투영면적은 아래 식 (2)와 같이 계산된다.

$$A = \left[\frac{D_1}{CL \cdot \lambda} \right] \cdot \left[\frac{D_2}{CL \cdot \lambda} \right] \cdot \sin \alpha \quad (2)$$

여기서, D1과 D2는 투과원반(000)으로부터 가장 가까운 두 개의 회절원반까지의 거리를 나타내며, α는 선택된 두 개의 원반 사이의 각도를 나타낸다. 측정된 시료의 근본포 셀의 부피는 식 (1)와 식 (2)을 결합하여 다음 식 (3)으로 계산될 수 있다.

$$V = \frac{CL^2 \cdot \lambda^3}{D_1 D_2 \cdot \sin \alpha [1 - \cos \{ \tan^{-1} (CRAD/CL) \}]} \quad (3)$$

근본포 셀의 이론적 부피는 주어진 상의 격자상수와 공간격자로부터 계산될 수 있으므로, 컴퓨터 프로그램을 이용한 이론치와 측정치 간의 비교가 가능하다. 이러한 계산은 먼저, 가능한 상의 결정학적 데이터를 입력하고, 회절도형으로부터 측정된 회절원반 사이의 거리와 각도, 그리고 고차 Laue 층의 연속 회절환 반경값이 입력되며, 이와함께 전자선 파장, 카메라 길이가 사용된다. 결정학적 정보로부터 각 상들의 이론적 근본포 셀 체적들이 우선 계산되고, 입력된 회절도형 측정값으로부터 실험적으로 얻어진 체적값이 구해지게 된다. 이 두 값의 비교를

통해 가능한 상들이 우선 선택된다. 한 개 이상의 상이 선택되면 컴퓨터 프로그램을 사용하여 회절원반으로부터의 측정값들을 이용하여 가능한 정대측들을 얻을 수 있다. 마지막 단계에서는 얻어진 정대측에 대한 역격자 높이를 계산하여 이론값과 비교함으로써 정대측 방위가 결정되어 진다(Narayan, 1986). 대부분의 상분석에 있어서 근본포 셀의 부피만으로도 상을 확인하는데 충분하므로, 마지막 단계는 프로그램에 포함되어 있지 않다. 이 단계를 프로그램에 넣기 위해서는 주어진 정대측 방향에서의 병진 대칭성을 고려해야만 된다(Steeds, 1979, Liu and Dunlop, 1986). SiC 입자로 강화된 Al 기지 복합재료의 계면현상에 대하여, 계면을 생성시키기 위한 열역학적으로 반응에 대한 구동력이 충분한 여러 형태의 반응식들이 제안되었으며 Table 1에 요약하였다(Wang *et al.*, 1992).

Table 1. Possible chemical reactions which may occur during the processing of the composites.

No.	Possible chemical reactions
1	$[\text{SiO}_2] + 2 [\text{Mg}] = 2 [\text{Mg}] + (\text{Si})$
2	$[\text{SiO}_2] + 4/3 (\text{Al}) = 2/3 [\text{Al}_2\text{O}_3] + (\text{Si})$
3	$[\text{SiO}_2] + 1/2 (\text{Mg}) + (\text{Al}) = 1/2 [\text{Al}_2\text{O}_3] + (\text{Si})$
4	$(\text{Mg}) + 1/3 [\text{Al}_2\text{O}_3] = [\text{MgO}] + 2/3 (\text{Al})$
5	$(\text{Mg}) + 4/3 [\text{Al}_2\text{O}_3] = [\text{MgAl}_2\text{O}_4] + 2/3 (\text{Al})$
6	$(\text{Mg}) + [\text{Al}_2\text{O}_3] + (\text{O}) = [\text{MgAl}_2\text{O}_4]$
7	$(\text{Mg}) + 2 (\text{Al}) + 4 (\text{O}) = [\text{MgAl}_2\text{O}_4]$
8	$[\text{MgO}] + [\text{Al}_2\text{O}_3] = [\text{MgAl}_2\text{O}_4]$
9	$[\text{MgO}] + 2 (\text{Al}) + 3 (\text{O}) = [\text{MgAl}_2\text{O}_4]$
10	$4 (\text{Al}) + 3 [\text{SiC}] = [\text{Al}_4\text{C}_3] + 3 (\text{Si})$
11	$2 (\text{Mg}) + [\text{SiC}] = [\text{Mg}_2\text{Si}] + (\text{C})$

Note : [] and () used in above equations correspond to those present as solid phase and those present in solution in the melt, respectively

Table 2. Crystallographic data of possible phases and analytical results of phase identification obtained using CBED patterns in SiC_p/Al composite.

Location	Crystallographic data	Primitive cell volume		Reciprocal lattice height (\AA^{-1})			Result
		theoretical	experimental	theoretical	experimental	zone axis	
A ; Al ₄ C ₃	Space group : R $\bar{3}m$ Lattice parameter : $a_0=3.331, c_0=24.99$ Unit cell volume : 240.13\AA^3	80.043	82.7841 82.9538 82.5244	0.10380 0.07860 0.09324	0.10079 0.07673 0.08986	$[\bar{3} 2 \bar{1}]$ $[\bar{3} 5 \bar{1}]$ $[\bar{3} 3 \bar{1}]$	Al ₄ C ₃ , Hexagonal
B ; Si	Space group : Fd $\bar{3}m$ Lattice parameter : $a_0=5.43$ Unit cell volume : 160.103\AA^3	40.026	42.386	0.078527	0.077979	$[23 \bar{3}]$	Si, Diamond cubic
C ; β -SiC	Space group : Fd $\bar{3}m$ Lattice parameter : $a_0=4.3589$ Unit cell volume : 82.8191\AA^3	20.705	20.637	0.18727	0.18949	$[2 \bar{1} \bar{1}]$	β -SiC, Diamond cubic
D ; α -SiC	Space group : P6 ₃ mc Lattice parameter : $a_0=3.073, c_0=7.54$ Unit cell volume : 61.6633\AA^3	61.6633	-	-	-	-	Hexagonal
E ; MgO	Space group : Fd $\bar{3}m$ Lattice parameter : $a_0=4.213$ Unit cell volume : 74.7781\AA^3	18.6945	-	-	-	-	Diamond Cubic
F ; MgAl ₂ O ₄	Space group : Fd $\bar{3}m$ Lattice parameter : $a_0=8.08$ Unit cell volume : 527.514\AA^3	131.879	-	-	-	-	Diamond Cubic
G ; Mg ₂ Si	Space group : Fd $\bar{3}m$ Lattice parameter : $a_0=6.39$ Unit cell volume : 260.917\AA^3	65.2293	-	-	-	-	Diamond Cubic
H ; CuAl ₂	Space group : I4/mcm Lattice parameter : $a_0=6.063, c_0=4.872$ Unit cell volume : 179.095\AA^3	89.5473	88.8364 84.4246 86.4370	0.118026 0.064516 0.101401	0.1198523 0.0694994 0.1045137	$[\bar{1} 1 \bar{3}]$ $[31 5]$ $[111]$	CuAl ₂ , Tetragona l

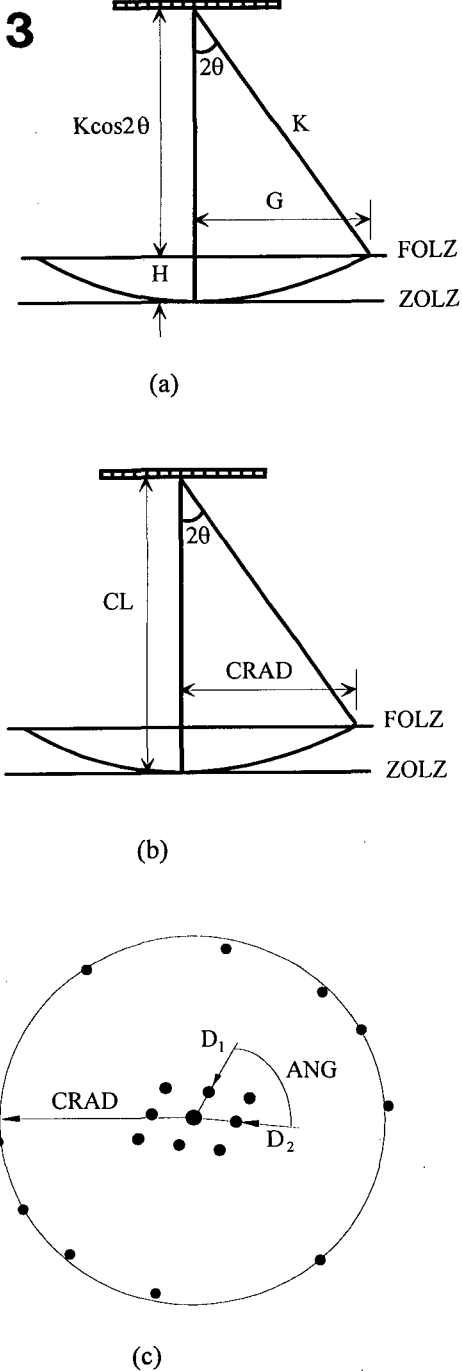


Fig. 3. The geometry of CBED pattern formation in (a) reciprocal space, (b) real space with HOLZ layer reflections, and (c) whole CBED pattern.

X-선 회절과 주사전자 현미경 관찰 결과로부터 계면 반응 생성물인 침상의 Al_4C_3 는 식 (10)과 같은 반응에 의하여 SiCp의 표면으로부터 모재쪽으로 성장 한다고 보고되고 있다 (Suganuma, 1994, Lloyd *et al.*, 1989). 식 (10)에 의하여 형성되는 계면은 다음과 같은 이유로 복합재료의 기계적 특성을 저해시킬 수 있다. 즉, Al_4C_3 는 그 고유의 형상과 취성으로 인하여 계면결합 강도와 강화재의 강도를 약화시킬 수 있으며, 물, 알콜, 염산 등과 같은 분위기하에서 분해되거나 불안정하다고 알려져 있다 (CRC Handbook, 1992, The Merck Index, 1983). 따라서 Al_4C_3 가 복합재료의 계면에 많이 존재할 경우, 이러한 복합재료의 기계적 특성은 산화성 분위기에 민감할 수 있다. 또한 Si은 계면에 Al-Si 공정을 생성시키기 때문에, 적절하지 못한 제조방법이나 열처리능 복합재료의 기계적 특성을 변화시킬 수 있으므로 제조공정의 제어가 중요한 변수이다.

X-선 회절결과와 주사전자현미경에서 관찰된 반응생성물들과 여러 문헌에서 보고되고 있는 계면 반응 생성물들을 확인코자 투과전자현미경의 수렴성 빔 전자회절도형을 이용하여 분석하였으며, TEM에서 확인 가능한 상들의 결정학적 특성 (Pearson, 1985)과 실험에서 얻은 값들을 비교하여 표 2에 나타내었다.

Fig. 4는 투과전자현미경으로 관찰한 복합재료 계면의 명시야상들과 계면반응생성물들에 대한 수렴성 빔 전자회절도형을 보여주며, EDS에 의한 정성적인 화학분석도 병행하여 실시하였다. 표 2에 제시된 것처럼 투과전자현미경에서 관찰이 가능한 상들은 여러가지 상들일 수 있다. 컴퓨터 프로그램을 이용하여 계산된 각 상들의 이론적 근본포 부피값들이 서로 상이하므로 상분석을 짧은 시간에 최소의 노력으로 수행이 가능하다. 그러나 측정된 근본포 셀 부피의 정확도가 이론값의 $\pm 10\%$ 오차범위내임을 감안하면, 정대축의 확인과 확인된 정대축에서 계산된 역격자 높이를 이론값과 비교함으로써 근사한 근본포 셀 부피를 가지는 상에 대한, 상분석의 정확도를 높일 수 있다. 또한 카메라 길이의 오차와 eucentric height의 정확한 보정은 분석의 정확도 향상을 위한 필수 조건이다. 미소 영역으로부터 양호한 수렴성 빔 전자 회절도형을 얻기 위해서는 여러 실험 인자가 고려되어야 한다. 고차 Laue 층 회절환의 선명도를 위해서 시편의 냉각이 필요하고, 또한 저 대칭 정대축에서의 관찰이 바람직하

다. 시료내에 분포되어 있는 격자 결합 중 밀집되어 있는 적층결합이나 쌍정들은 다중회절을 통해 잉여 회절 원반이나 또는 희미하게 나타나는 고차 Laue 회절환이 관찰될 수도 있다. 일반적으로, 소수의 면 결합이나 전위와 같은 선 결합은 수렴성 빔 전자 회절도형의 선명도나 정확도에 심각하게 영향을 끼치지 않는다.

결 론

X-선 회절, TEM 분석에서 얻어진 결과를 종합하면 복합재료내의 계면반응 생성물은 Al과 SiC의 상호 반응에 의하여 생성된 Al_4C_3 와 Si으로서, Al_4C_3 는 조밀육방정 결정구조를 갖는 육각판상 형태이며, Si은 다이아몬드 결정구조를 갖는 수지상 형태로 관찰되었다. 또한 생성된 Si은 Al-Cu와 삼원 공반응을 하여 $CuAl_2$ 상을 생성시킴을 확인하였다. 이러한 다양한 계면생성물들과 반응물에 대한 상분석 방법으로 수렴성 빔 전자회절 도형에 의한 상분석 방법으로 이용된 근본포 셀 부피 측정은 복잡한 미세구조의 분석에서 높은 정확도를 가지는 상 분석법 중의 하나이며, 다음과 같은 독특한 장점들이 요약될 수 있다. 우선, 수렴성 빔 전자회절 도형 기법의 우수한 공간 분해능으로 미소영역의 분석이 가능하며, 시료의 고유값인 근본포 셀 부피를 측정함으로써 임의의 한 개 정대측 도형만으로도 분석이 이루어진다. 또한 간단한 컴퓨터 프로그램을 통한 상 분석은 분석에 필요한 시간을 절약함과 동시에 분석 결과에 대한 높은 신뢰도를 얻을 수 있다.

참 고 문 헌

- Munitz A, Metzger M, Mehrabian R, 1979. Metall. Trans. 10A, 1491
- Levi CG, Abbaschian GJ, Mehrabian R, 1978. ibid 9A, 697
- Molins R, Bartout JD, Bienvenu Y, 1991. ibid 135A, 697
- Hino H, Komatsu M, Hirasawa Y, Sasaki M, 1989. In : Proceedings of the Fifth Annual ASM/EDS Advanced Composites Conference, Detroit, Michigan, October (ASM International, Materials Park, OH, 1989) pp.201-208
- Lijun, Zhong, Wu Jinbo, Qin Jiting, Ning Qiu, 1990. In : Proceeding of the International Conference on Interface in Metal-Ceramics Composites, Ansheim, CA, February 1990, eds Lin RY, Arsenault RJ, Martins GP, Fishman SG, TMS, Warrendale, PA p.213.
- Lee JC, Subramanian KN, 1994. J. Mater. Sci. 29, 1983
- Hällstedt B, Liu ZK, Argen J, 1990. Mater. Sci. Eng. 129A, 135
- Janowski GM, Oletka BJ, 1990. ibid 129A, 65
- Thomas G, 1979. Practical operation of the TEM, In : Transmission Electron Microscopy of Materials, Gareth Thomas and Michael J. Goringe, eds. John Wiley & Sons, New York p.27
- Williams DB, 1988. Microdiffraction, In : Practical Analytical Electron Microscopy in Materials Science, Philips electronic instruments, Inc., Mahwah, New Jersey pp.117-146
- Le Page Y, Downham D, 1991. Primitive unit cell volumes obtained from unidexed convergent-beam electron diffraction patterns, J. of Electron Microscopy Technique 18, 437-439
- Kim GH, Kim HS, Kum DH, 1995. Simple procedure for phase identification using convergent beam electron diffraction patterns, Microscopy Research and Technique, Accepted in press
- Narayan C, 1986. Asorting and searching computer program to index electron diffraction pattern from crystals of low symmetry, J. of Electron Microscopy Technique 3, 151-158
- Steeds JW, 1979. In : Introduction to Analytical Electron Microscopy JJ, Hren JK, Goldstein and DC, Joy, eds. Plenum press, New York pp. 387-422
- Wang N, Wang Z, Weatherly GC, 1992. Formation of magnesium aluminate (spinel) in cast SiC particulate-reinforced Al (A356) metal matrix composites, Metall. Trans. 33A, 1423-1430
- Liu P, Dunlop GL, 1986. A general geometrical relation between the radius of HOLZ and crystallographic parameters, In : Proceedings of the XIth International Congress on Electron Microscopy, Tokyo pp.703-704

- Suganuma K, 1994. In : Mechanical properties of metallic composites, eds. Shojito Ochai, Marcel Dekker INC, New York pp.705-738
- Lloyd DJ, Langace H, Mcleod A, Morris PL, 1989. Mat. Sci. Eng. A107, 73
- The MERCK INDEX, 10th edition, MERCK & CO., INC, 1983. p.50
- CRC Handbook of Chemistry and Physics, 74th edition, CRC press, 1992. pp.4-36
- Pearson WB, 1985. In : Pearson's Handbook of Crystallographic Data for Intermetallic Phases Vol. 2. Villars P, Calvert LD, eds. American Society for Metals, Metals Park, OH p.1076

FIGURE LEGENDS

- Fig. 1.** SEM micrographs showing the morphologies of interfacial reaction products of SiC_p extracted from (a) as-spray formed $\text{SiC}_p/2024$ composite, (b) spray formed and as-extruded composite, (c) composite heat treated at 560°C for 24 hours, (d) composite heat treated at 640°C for 24 hours showing fully grown interfacial reaction products. The arrow indicated in the micrograph corresponds SiC_p with severe erosion.
- Fig. 2.** XRD showing (a) the formation of Al_4C_3 and Si in the extracted SiC_p , (b) the formation of Al_4C_3 , Si and CuAl_2 in the bulk $\text{SiC}_p/2024$ composite.
- Fig. 4.** (a), (b) TEM BF images of the interfacial region showing Al_4C_3 , Si and CuAl_2 crystals formed at the surface of SiC_p . Such interfacial products are marked in the micrographs by A, B and H, respectively. Marked by C is SiC_p . (c) $[\bar{4}3\bar{1}]$ CBED pattern obtained from Al_4C_3 , (d) $[23\bar{3}]$ CBED pattern obtained from Si, (e) $[2\bar{1}\bar{1}]$ CBED pattern obtained from SiC, (f) $[31\bar{5}]$ CBED pattern obtained from CuAl_2 .

