

論文

## 용탕압출법에 의한 Al-Cu 합금 선재의 제조에 관한 연구

주대현 · 이병수<sup>†</sup> · 김명호

### A Study on Fabrication of Al-Cu alloy bar by Melt-extrusion Process

Dae-Heon Joo, Byoung-Soo Lee<sup>†</sup> and Myung-Ho Kim

#### Abstract

Melt-extrusion process, a metallic melt poured and solidified up to semisolid state in the container can be directly extruded through the die exit to form a product of bar shape without other intermediate processes. In this study, the fabrication characteristics of the process were evaluated with various process parameters, such as preheating temperature of extrusion dies, extrusion temperature and extrusion ratio. Al-Cu alloys were successfully extruded after squeezing out of liquid during melt-extrusion with smaller force compared to the solid extrusion. Soundly Al-Cu alloy bar was fabricated at the preheating temperature of 500~520°C. The range of extrusion temperature for soundly melt-extruded Al-Cu alloy bar was increased with increasing extrusion ratio. Mechanical properties of melt-extruded Al-Cu alloy bars were found change with Cu content of the melt-extruded bars due to the occurrence of segregation. The various extrusion temperature yielded equiaxed structure with a grains size about 200 μm.

**Key words:** Melt-extrusion, Al-Cu alloy, Semi-solid extrusion, Segregation.

(Received October 1, 2004; Accepted December 20, 2004)

## 1. 서 론

오늘날 선재제조법 중 하나인 고상압출법은 우수한 기계적 특성을 갖는 선재를 제조하는 방법으로 많이 알려져 있다. 그러나, 고상압출법은 고상상태의 빌렛을 가압하여 선재를 제조하기 때문에 매우 높은 압출압력을 요구하고 있다.[1] 또한 고상압출 전에 빌렛은 인곳트 제작 및 반복 열처리공정을 통해서 제조하기 때문에 에너지 소모가 크다는 단점을 지니고 있다. 반면에 고상의 빌렛 대신에 반고상 상태에서 가압하여 압출선재를 제조하는 용탕압출법은 매우 낮은 압출압력으로도 압출선재의 제조가 가능하다는 특징을 지니고 있다.[2-6] 또한, 일반 고상압출법에서의 인곳트 제작 및 열처리 공정 등이 불필요하기 때문에 공정이 단축되는 장점을 지니고 있다.[7]

반고상 상태의 금속을 압출하는 공정인 반고상 압출(semisolid extrusion)법은 반고상 성형의 한 분야로서

Al 합금[8], Zn 합금[9], Sn-Pb 합금[10,11], 및 복합재료[8]는 물론 철강재료[12]를 포함한 다양한 재료들에 대하여 연구되어 왔다. 반고상 상태에서 금속을 성형할 경우 재료의 낮은 유동응력으로 인하여, 비교적 낮은 성형력으로도 쉽게 성형이 가능하다는 장점이 있다.[13,14] Kiuchi 등은 반고상 압출을 할 경우 열간 압출에 비하여 20~25%의 압출력 만이 소요됨을 보고하였다.[13] Taha[10], Pinsky[11], Luhuy[9] 등의 연구결과에 의하면 반고상 압출시 소요되는 압출력은 압출전 조직의 형상에 큰 영향을 받는다. 이들은 초기에 수지상조직을 갖는 빌렛을 재가열하여 반고상압출하는 경우보다 구형의 반응고 조직을 갖는 빌렛을 재가열하여 반고상압출하는 경우에서 최소 1/2에서 최대 1/20 정도의 낮은 압출력이 소요됨을 보고하였다.

본 연구에서는 Al-Cu 합금의 선재 제조 시 용탕압출법을 적용하여 보았으며, 이때 전전한 압출선재의 제조조건을 조사하기 위해 압출선재에 미치는 압출다이

스온도, 압출온도 그리고 압출비등의 영향을 알아보았다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 실험 합금

본 연구에서는 Al-30%Cu 모합금과 순 알루미늄을 전기로에 장입하여 실험합금인 Al-5%Cu 합금을 제조하였다. 제조된 실험합금의 조성분석은 발광분석기(ARL 3460)를 이용하였다. Table 1에서 검출된 실험합금의 Cu조성은 목표치와 잘 일치하였으며, 그 외 Ti와 Si이 미량 검출되었다.

### 2.2. 용탕압출법

본 연구에 적용된 용탕압출장치는 다이스 결합체와 램이 수평으로 연결되어 있으며 용탕압출 시 램을 이동하여 가압·압출하는 방식으로 제작하였다. 용탕압출 기의 다이스 결합체의 개략도는 Fig. 1과 같으며, 다이스 결합체는 압출다이스와 컨테이너로 구성되어 있으

며 재료는 STD61종을 이용하여 제작하였다. 컨테이너는 용탕이 충분하게 채워질 수 있도록 압출다이스를 편심을 주어 가공하였다. 압출다이스와 컨테이너의 온도를 측정하기 위해 STS 계열로 보호된 K-type 열전대를 각각의 위치(T/C.1, T/C.2)에 설치하였다. 또한, 주입된 액상금속의 온도는 세라믹튜브로 보호된 K-type 열전대를 이용하여 측정하였으며, 용탕 온도와 컨테이너 및 압출다이스에 연결된 K-type 열전대는 기록계와 P/C에 연결하여 실시간으로 측정하였다. 램의 초기속도는 15 cm/min, 압출압력은 12 ton (60 MPa), 용탕의 주입온도는 660°C으로 고정하였다.

적절한 압출다이스의 예열온도를 알아보기 위해 25:1 (10 mmØ)의 압출비에서 450~550°C의 범위에서 압출다이스를 예열하였다. 또한 압출비와 압출온도에 따른 전진한 선재제조 공정조건을 알아보기 위하여 압출온도 640~580°C에서 압출비를 100:1, 51:1, 25:1, 11:1, 6.3:1로 변화시켜며 실험을 실시하였다. 이때의 압출온도의 범위는 실험합금인 Al-5%Cu 합금의 반고상영역내에 존재하는 영역으로 금속의 반고상 상태에서 압출과정이 진행되도록 하였다.

용탕압출법에 의해 제조된 용탕압출선재의 조직판찰은 제조한 용탕압출선재의 중간부분(압출방향)을 선택하였다. 용탕압출선재의 거시조직과 미세조직을 관찰하기 위해 정연마와 미세연마 후에 각각 부식(Dix &

Table 1. Chemical composition of Al-5%Cu alloy. (unit: wt. %)

	Cu	Fe	Si	Ti	Al
Aimed	5	-	-	-	Remained
Result	5.09	0.11	0.79	0.005	Remained

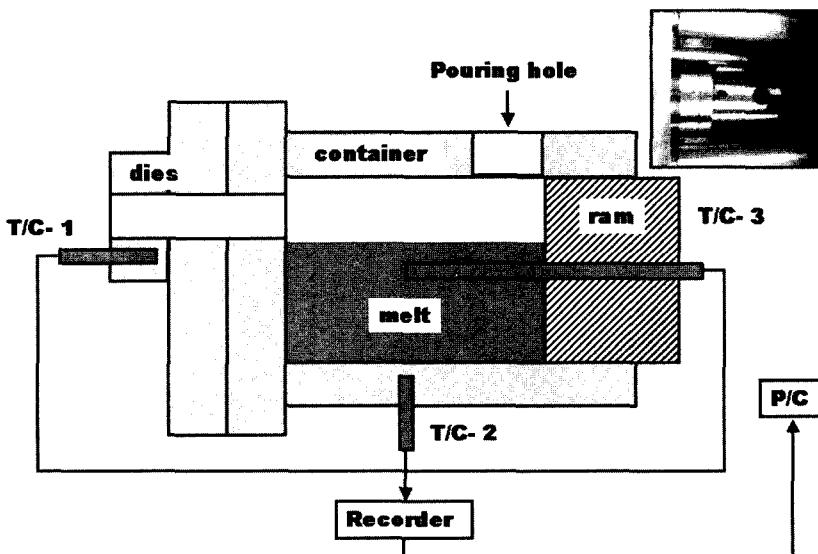


Fig 1. Schematic diagram of the dies and container assembly for melt-extrusion. Thermocouples for measuring temperatures of dies (T/C-1), container (T/C-2) and melt (T/C-3) are placed.

Keller, keller's reagent)하였으며, 이에 따른 용탕압출 선재의 결정립 크기를 측정하였다. 또한, 제조된 용탕 압출선재의 기계적 특성을 평가하기 위해 인장시험 (INSTRON 4481)과 경도시험(AKASHI HM-124)을 실시하였다. 압출다이스 직경이 5 mm, 7 mm에서 제조한 용탕압출선재를 제외한 나머지 용탕압출선재의 인장시편의 규격은 Fig. 2에 나타내었으며, 이때의 변형 속도는  $10^3/s$ 로 실험을 실시하였다. 압출다이스 직경이 5 mm, 7 mm인 경우 인장시편의 규격은 표집거리 18 mm, 직경 3.5 mm로 가공하여 인장시험을 실시하였다. 또한 발광분석기(ARL 3460)를 이용하여 용탕압출법으로 제조한 선재의 Cu 조성을 측정하였다.

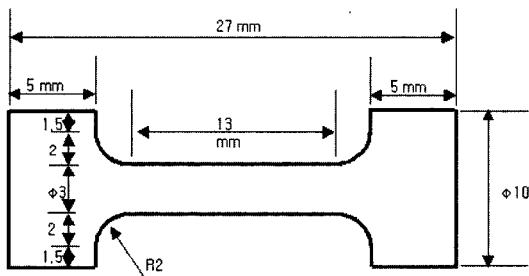


Fig 2. Dimension of the tensile test specimen.

### 3. 실험 결과 및 고찰

#### 3.1. 용탕압출

재료의 반고상 상태에서 가압하여 선재를 제조하는 용탕압출법은 기존의 고상압출법과 다르게 압출이 진행되었으며, 이러한 일련의 용탕압출 과정을 Fig. 3에 도시하였다. Fig. 3(a)는 준비된 액상금속을 컨테이너에 주입하는 과정을 도시한 그림이며, 용탕의 주입 이후 발생하는 온도편차에 따른 영향을 감소하기 위해 실험합금의 주입온도를 액상선( $650^{\circ}\text{C}$ )에 가까운 온도에서 주입하였다. Fig. 3(b)는 용탕주입 후 반고상 상태의 Al-Cu 합금을 가압함으로 인해 압출초기에 소량의 액상금속이 압출다이스를 통해 유출되는 과정이다. 이러한 액상금속의 유출 이후에 고상의 용탕압출선재가 제조되어 나오는 과정을 Fig. 3(c)에 도시하였다. Fig. 3(d)는 낮은 가압력으로 인해 압출되지 못하고 컨테이너내에 응고한 압출잔유물을 나타낸 그림이다. 이러한 일련의 용탕압출 과정에서 제작한 유출액상과 고상의 용탕압출선재 및 압출잔유물을 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4(a)는 압출초기에 압출다이스를 통해 유출된 액상금속이며, Fig. 4(b)는 고상의 용탕압출선재, 그리고 Fig. 4(c)는 압출잔유물의 사진들이다.

적절한 압출다이스 예열온도를 알아보기 위해 제조

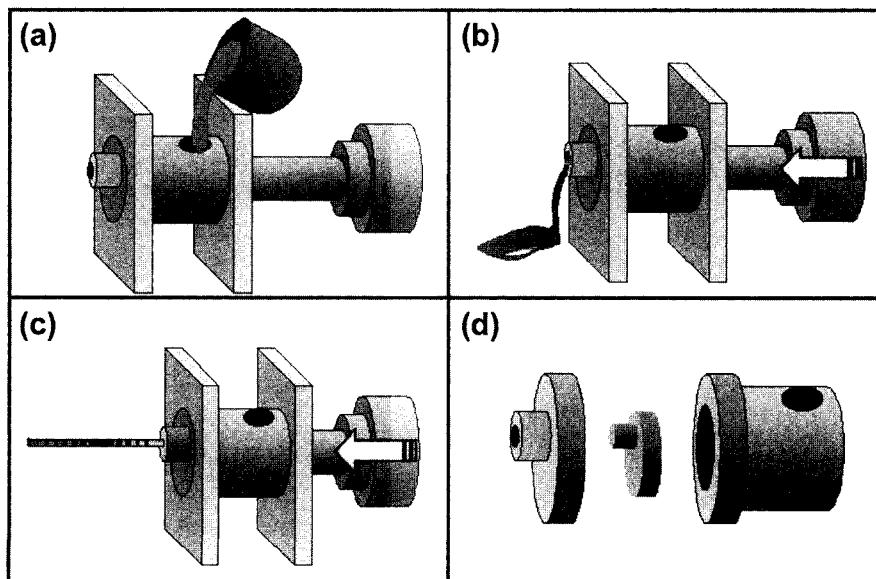


Fig 3. Schematic illustration of the melt-extrusion procedure ;(a) melt pouring, fabricated (b) squeezed liquid, (c) melt-extruded bar and (d) unextruded solid.

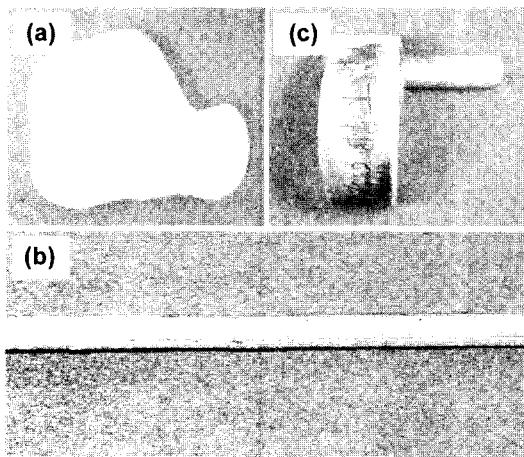


Fig 4. Photograph of (a) squeezed liquid, (b) melt-extruded bar and (c) unextruded solid.

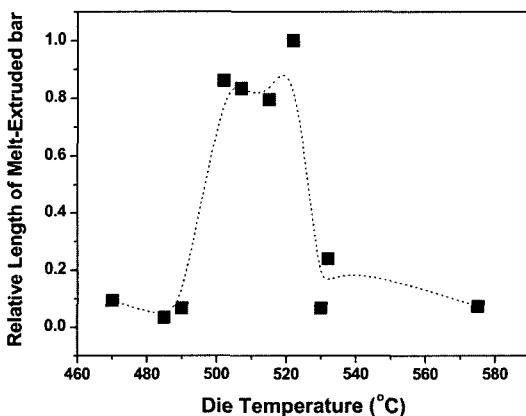


Fig 5. Effect of preheating temperature of extrusion dies on the melt-extruded Al-Cu alloy bar.

된 용탕압출선재의 선재의 길이를 측정하였으며, 그 결과를 Fig. 5에 도시하였다. Fig. 5는 각각의 압출다이스의 예열온도에서 제조된 용탕압출선재 중 최대길이(1.51 m)를 갖는 선재를 상대길이 1로 계산하여 다른 압출다이스온도에서 제조된 선재들의 길이를 도시하였다. 압출다이스 온도가 500~520°C의 범위에서 최대길이의 압출선재가 제조되었으며, 이보다 높은 예열온도에서 압출초기에 유출액상의 양이 증가하였으며, 500°C 보다 낮은 예열온도에서는 압출잔유물의 양이 증가하였다. 따라서 520°C 이상의 높은 예열온도에서는 다량의 유출액상으로 인해 상대적으로 용탕압출선재의 길이는 감소하였으며, 500°C 이하의 낮은 예열온도에서는

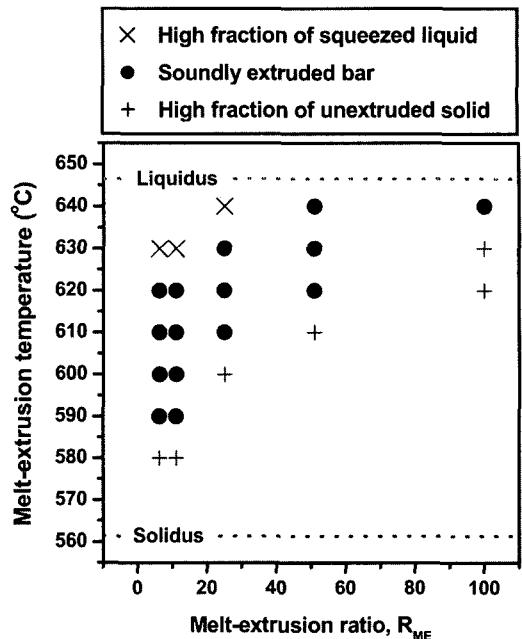


Fig 6. Process window for the melt-extrusion of Al-5%Cu alloy with variation of both melt-extrusion ratio  $R_{ME}$  and melt-extrusion temperature at fixed maximum melt-extrusion pressure of 60MPa.

도에서는 소량의 액상금속과 용탕압출선재가 유출되었고, 상대적으로 다량의 압출잔유물이 컨테이너 내에 잔존하였다. 압출다이스의 예열온도에 따라 제조되는 유출액상, 용탕압출선재 그리고 압출잔유물의 양은 큰 차이를 나타내었으며, 이러한 결과는 용탕압출선재 제조 시 용탕압출다이스의 온도가 용탕의 응고에 영향을 미치는 것으로 여겨진다[2].

Al-Cu 합금의 용탕압출시 건전한 선재의 제조범위를 알아보기 위해 압출비와 압출온도를 변화시켰으며, 그 결과를 Fig. 6에 도시하였다. Fig. 6에서 건전한 용탕압출선재의 제조되는 위치는 검은 원으로 표시하였다. 건전한 용탕압출선재가 제조되는 압출온도의 범위는 압출비가 증가할수록 감소하였으며, 압출온도는 압출비가 감소할수록 감소하였다. 반면에 건전한 용탕압출선재가 제조되는 압출온도보다 높은 압출온도에서는 유출액상의 증가로 인하여 상대적으로 용탕압출선재의 길이는 감소하였다. 이러한 원인은 압출온도(640°C)가 Al-Cu 합금의 액상선(650°C) 근처에 위치함으로 인해 컨테이너내에 형성된 높은 액상분율로 인해, 다량의 액상이 압출 시 유출되기 때문이다.[2,15,16] Table 2는 용탕

Table 2. Measured weight and length of melt-extruded bars and squeezed liquids.

Dia. of melt-extruded bar (mm)	Melt-extrusion temperature (°C)	Weight of squeezed liquid, $W_{SL}$ (g)	Weight of melt-extruded bar, $W_{ME}$ (g)	Length of melt-extruded bar (cm)
5	640	205	34	65
	640	270	193	203
	630	198	118	173
7	630	240	105	44
	620	79	235	121
	610	101	275	142
	620	128	267	59
10	610	69	343	77
	600	42	355	69
	590	54	356	70
	620	111	273	25
15	600	106	296	44
20				

압출법에 의해 제조된 유출액상과 용탕압출선재, 그리고 압출잔유물의 무게를 측정한 결과이다. 압출온도가 높은 경우에 상당히 많은 액상금속이 유출되었으며, 압출비가 6.3:1의 경우를 제외한 실험범위에서 제조한 액상금속 양은 상당히 낮음을 알 수 있었다. 반면에 낮은 압출온도에서는 용탕압출을 수행할 경우 압출잔유물량은 증가하였다. 이는 본 연구에서 적용된 압출압력을 12 ton (60 MPa)으로 제한하여 실험을 수행하였기 때문이다.

일반적인 고상압출의 경우 압출압력과 변형에 대한 관계식을 식 (1)로 표현할 수 있다. 이 식은 고상압출 시 마찰이 없고 균일한 변형이 이루어진다는 가정 하에 성립한다.

$$P = \bar{\sigma} \ln R \quad (1)$$

이때  $P$ 는 압출압력,  $\bar{\sigma}$ 는 재료의 평균항복응력,  $R$ 은 압출비를 표현하였으며, 위 식으로부터 일정한 압출압력에서 재료의 평균항복응력은 압출비의 자연로그값에 반비례함을 알 수 있다. 재료 내의 고상분율이 증가할 수록 재료의 평균항복응력은 증가하며, 즉 용탕압출 과정에서 압출온도가 감소할수록 재료의 고상분율은 증가하기 때문에, 압출온도가 감소할수록 압출이 가능한 압출비는 감소하게 된다. 각각의 압출비에서 용탕압출이 가능한 임계압출온도가 존재하며 이러한 임계압출온도는 압출비가 줄어들수록 감소한다. 이와 같이, 적정의 압출비와 압출온도에서 제조된 전전한 용탕압출선재는 Fig. 7과 같다. Fig. 7과 같이 각 압출비 조건

에서 전전한 용탕압출선재가 제조되었다. 또한, 선재의 선단부에는 균열이 발생하였으며 이러한 균열은 용탕압출선재 선단부로부터 수 cm에서만 관찰되었다.

### 3.2. 용탕압출조직

용탕압출법을 이용하여 제조한 Al-Cu 합금선재의 거시조직 및 미세조직을 Fig. 8에 나타내었다. 일반적으로 고상압출 선재의 미세조직은 결정립이 압출방향으로 길게 연신된 조직을 관찰되나, 용탕압출의 경우는 이와는 다르게 등축정 결정립을 형성하고 있었다. 용탕압출은 Al-Cu 합금의 반고상 상태에서 압출이 진행하며, 이로인해 매우 낮은 기압력으로도 등축정 조직을 갖는 용탕압출선재가 제조되며, 각각의 압출비 조건에서 제조된 용탕압출선재의 미세조직을 관찰한 결과 평균결정립의 크기는 약 200  $\mu\text{m}$ 으로 측정되었다.

용탕압출선재의 결정립 크기에 미치는 압출비와 압출온도의 영향을 알아보기 위해 압출온도와 압출비에 따라 용탕압출선재의 결정립 크기를 배열하여 보았으며 그 결과를 Fig. 9에 나타내었다. Fig. 9에서와 같이 용탕압출선재의 결정립크기는 압출비와 압출온도에 무관하였다. 이에 대해서는 향후 면밀한 고찰이 필요하다고 판단한다.

### 3.3. 용탕압출선재의 기계적 특성

용탕압출법으로 제조된 용탕압출선재와 유출액상의 Cu조성을 발광분석기로 측정하였으며, 그 결과를 Fig. 10에 나타내었다. Fig. 10(a)는 초기 유출된 액상금속과 용탕압출선재의 Cu 조성 분석한 결과를 용탕 압출

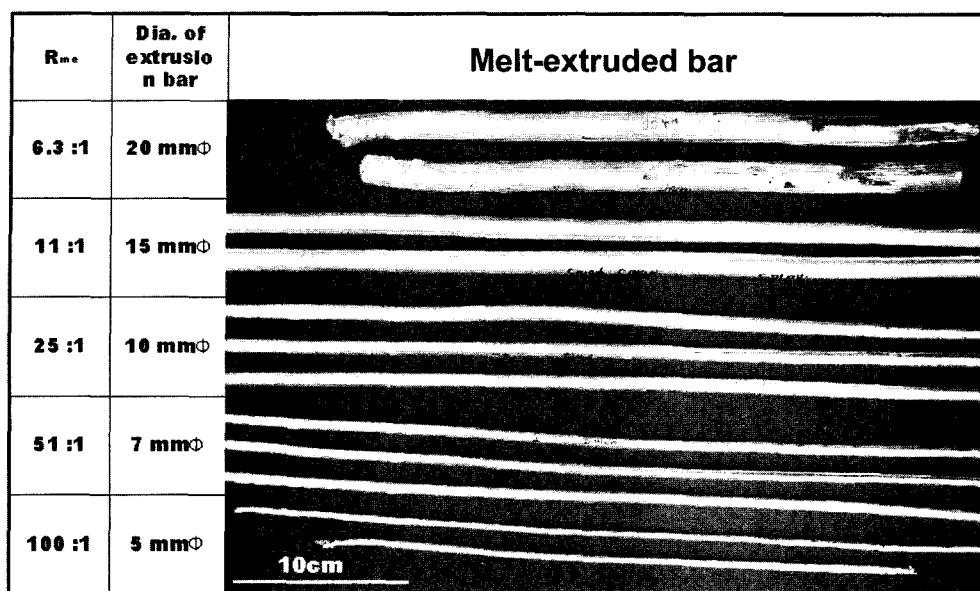
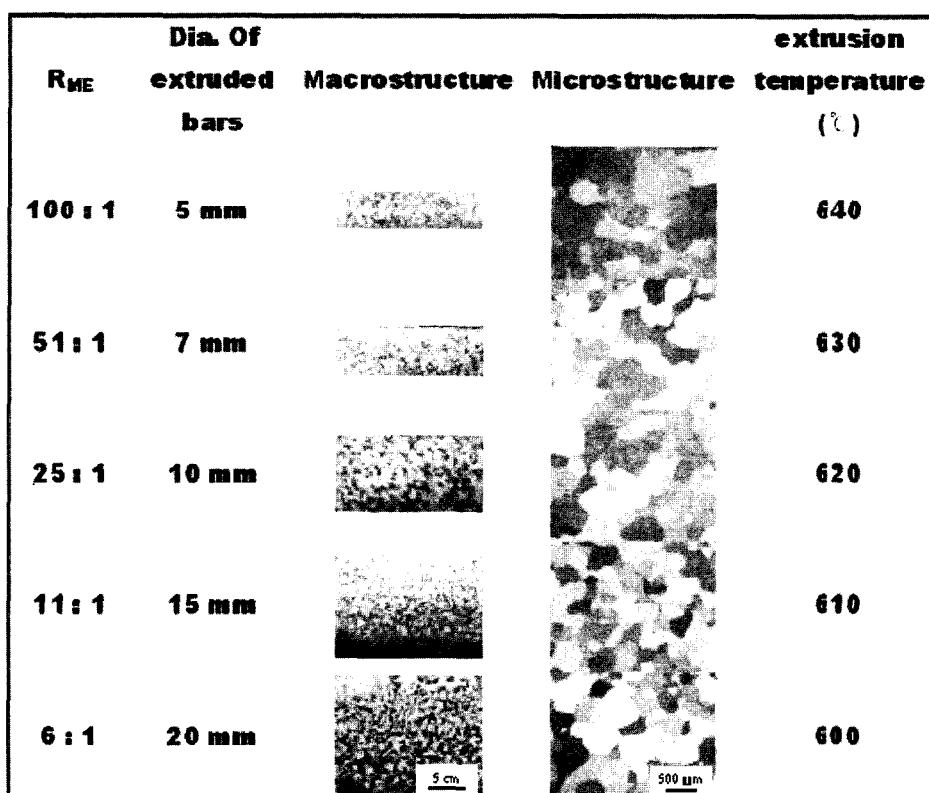
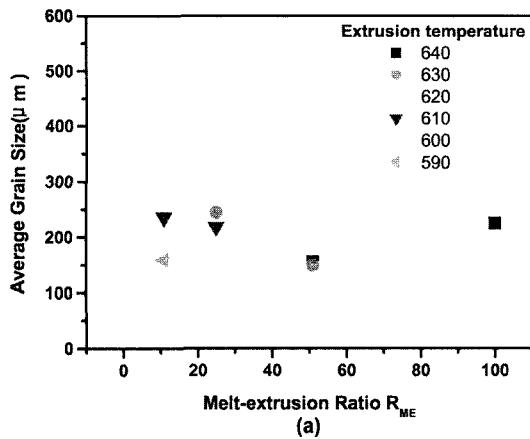
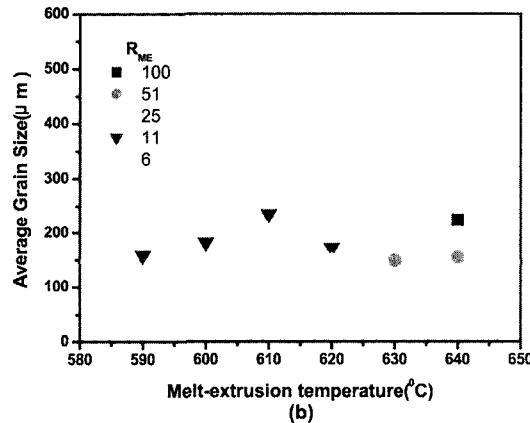


Fig 7. Photograph of the melt-extruded Al-Cu alloy bars fabricated by melt-extrusion process.

Fig 8. Macrostructure and microstructure of the melt-extruded bars fabricated with melt-extrusion ratio  $R_{ME}$ .



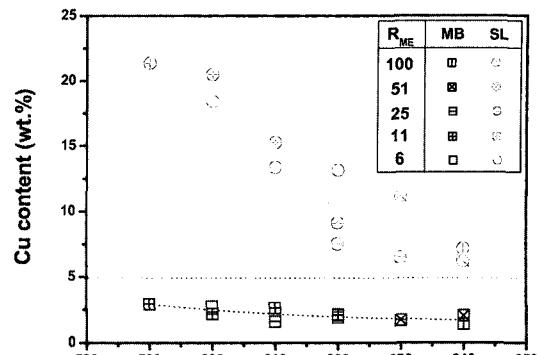
(a)



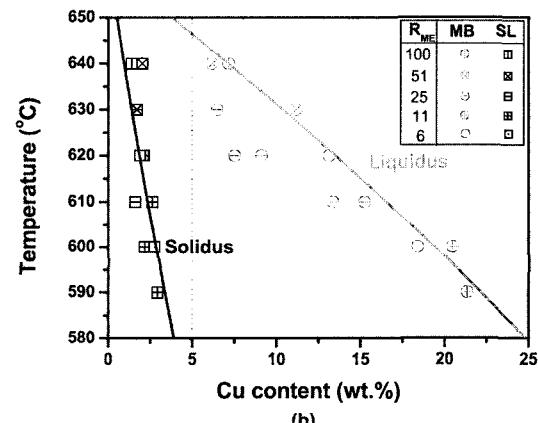
(b)

Fig. 9. Average grain size of the melt-extruded bars as a function of (a) melt-extrusion temperature and (b) melt-extrusion ratio  $R_{ME}$ .

온도에 따라 나타낸 결과이다. 모든 용탕압출선재의 Cu 조성은 실험합금의 조성이 Al-5wt.%Cu에 미치지 못하였으며, 상대적으로 유출액상의 Cu조성이 15 %~20 %의 범위에 존재하였다. 이러한 결과는 용탕압출선재 제조 시 응고편석이 발생함을 의미하며, 이에 대하여 명확한 고찰을 위해 2원계 Al-Cu 평형상태도 상에서 이를 배열하여 도시하였다. Fig. 10(b)는 2원계 Al-Cu 평형상태도상에서 용탕압출선재와 유출액상의 Cu 조성을 압출온도에 따라 배열한 결과이다. 용탕압출선재와 유출액상의 Cu 조성은 Al-Cu 평형상태도 상에서 고상선조성과 액상선조성에 유사하게 분포하고 있음을 알 수 있다. 이러한 결과는 컨테이너내에 형성된 Al-Cu 합금의 고상과 액상이 가압에 의해 고액의 분리가 발생하고, 이 중 유동성이 높은 액상이 먼저 유출되고 이후 고상이 유출되는 것으로 여겨진다. 유동성이 높



(a)



(b)

Fig. 10. Results of the measured Cu content of melt-extruded bars (squares) and squeezed liquid (circles). (a) Plotted with temperature and (b) plotted on the phase diagram. Inner shapes of squares and circles were changed with melt-extrusion ratio  $R_{ME}$ .

은 액상은 상태도상에서 높은 용질농도를 갖으며, 상대적으로 고상은 상당히 낮은 용질농도를 갖고있다. 반고상상태의 Al-Cu 합금의 압출과정에서 고농도의 액상은 유출액상으로 저농도의 고상은 용탕압출선재로 제조되며, 이러한 응고편석으로 인해 용탕압출선재의 기계적 특성에 영향을 미치는 것으로 판단된다. 용탕압출에서 나타나는 응고편석은 반고상 압출공정에서 흔히 나타나는 현상 중 하나이다.[2,17]

용탕압출선재 제조 시 미리 예열한 컨테이너에 용탕을 주입하기 때문에, 과냉이 적게 발생하여 소량의 핵들이 형성된다. 이러한 핵은 성장과정에서 이웃하는 수지상과 빠르게 접촉함으로 인해 서로 연결되는 고상의 네트워크를 형성하게 되고, 이로 인해 수지상간 영역

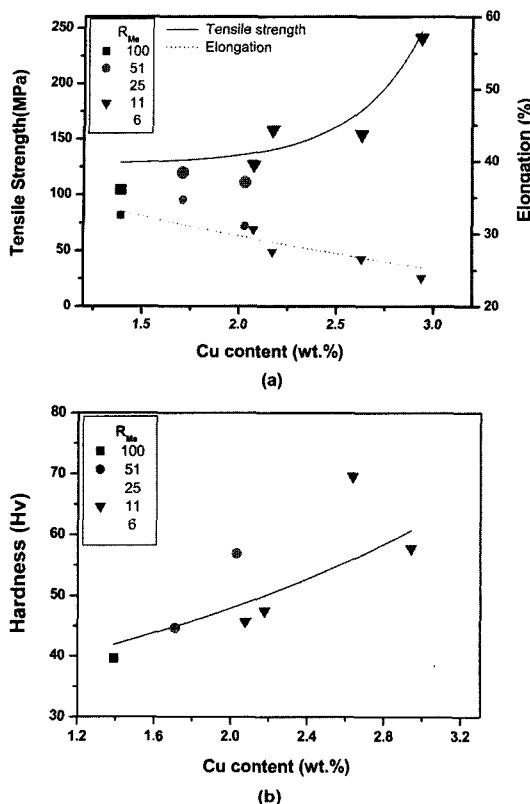


Fig 11. Results of measured mechanical properties of melt-extruded bars. (a) Tensile properties and (b) hardness plotted with Cu content. Various marks were changed with melt-extrusion ratio  $R_{ME}$ .

에는 용질이 다량으로 편석되어 있는 액상들이 존재한다. 이와 같이 결정립이 크고 형성되어 있는 핵의 수가 적은 경우에 형성되는 수지상간 영역의 액상채널은 용탕압출 시 가압에 의해 수지상이 소성변형되어가면서 액상이 압출다이스방향으로 채널을 통해서 빠져나오게 되어 Cu편석을 발생하는 것으로 사료된다.

용탕압출법으로 제조된 용탕압출선재의 기계적 특성으로 인장시험과 경도시험을 수행하였으며, 이에 대한 측정결과를 Fig. 11에 나타내었다. Fig. 11에서 인장강도와 연신율은 용탕압출선재에 고용된 Cu조성에 따라 변화하였으며, Cu조성이 증가할수록 인장강도와 경도는 증가하였고 연신율은 다소 저감하였다. 이러한 결과로부터 용탕압출선재의 기계적 특성의 차이는 가공경화가 아닌 용탕압출선재에 고용된 Cu 조성의 차이로 인해 발생되는 고용강화 때문인 것으로 여겨진다. 용탕압출과정에서 발생한 고액편석으로 인해 제조된 용

탕압출선재의 Cu 조성은 압출온도에 따라 변화하였으며, 이에 따른 용탕압출선재의 기계적 특성은 용탕압출선재에 고용된 Cu 조성이 증가할수록 향상되었다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 Al-Cu 합금으로 용탕압출법을 적용하여 본 결과 다음과 같은 결론을 알 수 있었다.

1. 금속의 반고상 상태에서 12 ton (60 MPa)의 낮은 기압력으로 고상의 용탕압출선재의 제조가 가능하였으며, 압출초기에 액상금속이 유출되고, 이 후 고상의 용탕압출선재가 제조되는 일련의 과정으로 용탕압출이 진행하였다.

2. 최적의 압출다이스의 예열온도의 범위는 500~520°C이며, 이 온도범위 이외의 예열온도에서는 유출액상 또는 압출잔유물의 양이 높았다.

3. 전전한 선재의 제조가 가능한 적정의 압출비와 압출온도의 범위가 존재하였으며, 압출비가 증가함에 따라 전전한 선재가 제조되는 압출온도의 범위는 감소하였고, 압출비가 감소함에 따라 압출온도는 감소됨을 알 수 있었다.

4. 용탕압출 초기에 발생한 고농도의 액상금속의 유출로 인하여 상대적으로 용탕압출선재는 낮은 Cu 조성을 나타내으며, 용탕압출선재와 유출액상의 조성은 Al-Cu 평형상태도상의 고상선조성과 액상선조성에 매우 유사하게 분포함을 알 수 있었다.

5. 용탕압출법에 의해 제조된 용탕압출선재는 약 200 μm의 등축정결정립이 형성되어 있었으며, 이들의 기계적 특성은 압출선재에 고용된 Cu조성에 따라 변화함을 알 수 있었다.

#### 참 고 문 헌

- [1] T. Sheppard ; "Extrusion of Aluminum Alloys": Kluwer Academic Publishers(1999) 420.
- [2] M. Kiuchi, S. Sugiyama; J. Mater. Shaping Technol., 8 (1990) 39.
- [3] S. J. Luo, L. X. Hu and H.J. Li; J. of Mater. Proc. Technol., 49 (1995) 425.
- [4] H. J. Li, L. H. Qi, S. J. Luo, W. C. Huo and Z. R. Wang; J. of Mater. Proc. Technol., 55 (1995) 19.
- [5] L. H. Qi, J. J. Hou, P. L. Cui and H. J. Li; J. of Mater. Proc. Technol., 95 (1999) 232.
- [6] Y. Doi, Y. Uetani, T. Yamazaki and K. Himi; Pro. the 6th Int.

- Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloy and Composites, (2002) 771.
- [7] P. Eisen, K. Young; Pro. the 6th Int. Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloy and Composites, (2000) 41.
- [8] M. Kiuchi and A. Sugiyama; J. Mater. Shaping Technol.; 8 (1990) 39.
- [9] H. Lehuy; J. of Mater. Sci.; 23 (1988) 2948.
- [10] M. A. Taha and M. Suery; Metal Technology; 11 (1984) 226.
- [11] D. A. Pinsky, P. O. Charreyron and M. C. Flemings; Metall. Trans. B; 15B (1984) 173.
- [12] P. Secordel, E. Valette and F. Leroy; Proc. the 2th Int. Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, 2 (1992) 306.
- [13] M. Kiuchi and A. Sugiyama; Proc. the 3th Int. Conf. on the Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, 3 (1994) 245.
- [14] Z. Fan; Int. Mater. Rev.; 47 (2002) 49.
- [15] S. Turenne, N. Legros, S. Laplante, and F. Ajersch; Metal-lur. And Mater. Trans. 30A (1999) 1137.
- [16] P. Secordel, E. Valette, F. Leroy; Processing of Semi-Solid Alloys and Composites, (1992) 306.
- [17] G. K. Sigworth; Canadian Metallur. Quarterly, 35 (1996) 101.