알루미나입자로 강화된 알루미늄합금 복합재료의 미세조직과 기계적 성질

오창섭* · 한창석†

호서대학교 국방과학기술학과, *한국과학기술정보연구원

Microstructure and Mechanical Properties of Aluminum Alloy Composites Strengthened with Alumina Particles

Chang-Sup Oh* and Chang-Suk Han†

*Korea Institute of Science and Technology Information, Reseat Program, Daejeon 305-806, Korea
Dept. of Defense Science & Technology, Hoseo University, 165 Sechul-Ri, Baebang-Myun,
AsanCity, Chungnam 336-795, Korea

(2012년 12월 26일 접수 : 2013년 2월 20일 최종수정 : 2013년 2월 21일 채택)

Abstract The mechanical properties and microstructures of aluminum-matrix composites fabricated by the dispersion of fine alumina particles less than 20 μm in size into 6061 aluminum alloys are investigated in this study. In the as-quenched state, the yield stress of the composite is 40~85 MPa higher than that of the 6061 alloy. This difference is attributed to the high density of dislocations within the matrix introduced due to the difference in the thermal expansion coefficients between the matrix and the reinforcement. The difference in the yield stress between the composite and the 6061 alloy decreases with the aging time and the age-hardening curves of both materials show a similar trend. At room temperature, the strain-hardening rate of the composite is higher than that of the 6061 alloy, most likely because the distribution of reinforcements enhances the dislocation density during deformation. Both the yield stress and the strain-hardening rate of the T6-treated composite decrease as the testing temperature increases, and the rate of decrease is faster in the composite than in the 6061 alloy. Under creep conditions, the stress exponents of the T6-treated composite vary from 8.3 at 473 K to 4.8 at 623 K. These exponents are larger than those of the 6061 matrix alloy.

Key words mechanical properties, aluminum-matrix composites, yield stress, temperature dependence, strain hardening rate.

1. 서 론

금속기복합재료는 연속섬유강화형에 국한되지 않고, 불연속섬유강화형에서도 높은 강도특성을 나타낸다는 것이 1960년대에 뚜렷해진 이후, 자동차, 우주·항공재료 등에 본격적인 실용화를 목표로 많은 연구가 진행되었다.¹⁾ 그 중에서도 Al기 복합재료는 비강도, 비강성 등이 중요시 되는 용도에 대하여 유망한 재료로서 주목되었다.²⁻³⁾ 이와 같은 재료에 이용되는 강화재로서는 탄소, SiC, Al₂O₃, 붕소 등의 장섬유, 또는 SiC, Si₃N₄ 등의 휘스커(whisker), 특히 각종 세라믹 미세분말 등이다.⁴⁾ 이

중에서 입자를 분산시킨 Al합금은 내마모성이나 흡진성 등에 관하여 휘스커 첨가합금에 가까운 효과를 얻을 수 있는 점, 성능이 등방적인 점, 복잡한 형상을 종래의 주조법과 가공법으로 제작할 수 있기 때문에 단가가 저렴한 점 등 많은 이점이 있다.¹⁾

이와 같은 재료의 제작은 주로 분말야금법과 주조법이 이용되지만, 제조단가 면에서는 주조법이 유리하다. 또, 고강도를 얻기 위해서는 모상합금으로서 시효경화성을 갖는 2000, 6000, 7000번대의 합금이 이용된다. 종래, 주조법을 이용하여 알루미늄을 주성분으로 한 평균직경 20 μm 인 구상입자를 20 vol% 포함하는 6061Al합금이 개발

†Corresponding author

E-Mail : hancs@hoseo.edu (C. -S. Han, Hoseo Univ.)

© Materials Research Society of Korea, All rights reserved.

This is an Open-Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Non-Commercial License (<http://creativecommons.org/licenses/by-nc/3.0>) which permits unrestricted non-commercial use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

되어, 낮은 단가, 특히 높은 피로강도와 고탄성율을 나타내는 점으로부터 주목을 받고 있다.^{5,6)} 그러나 이 복합재료의 시효경화성에 대해서는 모상합금보다 시효가 촉진되어 최고 경도값이 상승한다는 간단한 경도측정결과⁷⁾만이 있을 뿐이며, 고온강도에 대해서도 크리프특성의 일례만이 보고되었을 뿐이다.⁸⁾

따라서 본 연구에서는 이 복합재료의 시효특성, 실온에서 고온(723 K)까지에 대한 항복응력의 온도 의존성 및 크리프특성을 모상합금과 상세하게 비교·검토하는 것을 목적으로 한다.

2. 실험 방법

본 실험에 사용한 복합재료는 Comral-85이다. 35 kg의 용융6061Al합금에 α - Al_2O_3 를 주체로서 $3\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}2\text{SiO}_2$ 가 포함되어 있는 미세입자(Micral-20)를 예열 후 첨가하여, 교반·주입에 의해 직경 127 mm, 길이 300 mm의 빌릿(billet)으로 제작하였다. 첨가한 입자의 평균직경은 20 μm , 체적율은 20 %이다. 빌릿을 종방향으로 2개로 절단한 후, 733 K에서 7~20 m/min의 속도로 압출가공하여 직경 19 mm인 로드형상으로 하였다. 본 실험에서는 비교재료로서 모상 조성에 상당하는 6061합금을 사용하였으며, 시료의 화학분석값을 Table 1에 나타내었다. 동일 배치(batch)로부터 입수한 재료가 소량씩이었기 때문에 2종류의 복합재료와 4종류의 6061합금으로서 구별하여 나타내었다. 사용한 시료의 주요성분인 마그네슘과 규소의 조성값은 각 시료에 대해 상당한 오차가 있지만, 복합재료B의 마그네슘 값을 제외하고 6061합금의 기준 조성인 Mg:0.8~1.2 %, Si:0.4~0.8 %의 범위 내에 있다.

이와 같은 시료로부터 압축시험편은 $3 \times 3 \times 5$ mm, 크리프 시험편은 직경 3.2 mm, 게이지 길이 25.4 mm인 아령(dumbbell)형태로 절단한 후, 803 K에서 5.4 ks 동안 용체화처리 후 퀴칭하고, 448 K에서 시효처리를 실시하였다. 열처리는 파이렉스 글래스 관에 시료를 넣고 Ar 가스 분위기에서 실시하였다. 시효처리 후, 약 3 % 소성변형될 때까지 압축시험을 통하여 항복응력을 측정하였다. T6처리(448 K에서 28.8 ks 동안 시효처리)한 시료에 대해서 실온부터 723 K의 온도범위에 대한 항복응력

의 온도의존성을 구하였다. 또한, 동일한 T6처리한 시료에 대해서 473 K에서 673 K 범위의 각 온도에서 크리프시험을 실시하였다. 이와 같은 시효처리 또는 변형시험을 실시한 후의 시료로부터 정밀절단기를 이용하여 약 0.3 mm 두께의 박판을 절단하여 20 %과염소산-80 %에틸알콜 전해액을 이용하여 twin-jet법에 의해 투과전자현미경용 시료를 제작하였다. 복합재료에 대해서는 전해연마 후, ion-milling을 이용하여 제작하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1 압출 후의 조직

Fig. 1은 강화입자를 용탕에 첨가하기 전 상태의 SEM 조직사진이다. 입자는 거의 완전한 구상이고, 표면에는 많은 패싯(facet)이 있으며, 개개의 결정립을 식별할 수 있다. Fig. 2는 압출 후 T6처리를 실시한 복합재료A의 종단면에 대한 광학현미경 이미지이다. 첨가입자는 압출채 내에 비교적 균일하게 분포되어 있는 것을 알 수 있다. Fig. 3은 압출 후 T6처리를 실시한 복합재료A의 모상을 전해연마에 의해 용해하여 추출한 입자의 SEM이미지이지만, 입자에는 Fig. 1에 나타났던 패싯은 확인할 수 없었는데, 이것은 용융·교반 중에 입자표면과 모상이 반응하였기 때문이라고 판단된다. 복합재료 내의 구상입자와 모상의 계면에는 스피넬구조를 갖는 MgAl_2O_4 와 bcc 구조를 갖는 $\alpha\text{-AlFeSi}$ 가 형성되며, MgAl_2O_4 의 형성은

Fig. 1. SEM micrograph showing ceramic microspheres.

Table 1. Chemical composition of specimens(mass%).

	Mg	Si	Cu	Fe	Ti	Mn	Cr
Composite A	0.90	0.68	0.27	0.22	0.11	-	-
Composite B	0.66	0.60	0.12	0.23	0.088	0.09	0.05
6061 A alloy	0.80	0.76	0.16	0.22	0.009	0.12	0.07
6061 B alloy	0.82	0.58	0.26	0.14	0.011	0.10	0.11
6061 C alloy	1.00	0.71	0.30	0.32	0.03	0.11	0.14
6061 D alloy	0.98	0.56	0.34	0.15	0.03	0.07	-

Fig. 2. Optical micrograph of composite A aged at 448 K for 28.8 ks after solution heating at 803 K for 5.4 ks and cold water quenching.

Fig. 3. SEM micrograph of composite A.

모상의 Mg를 소비하는 반면, α -AlFeSi의 형성은 첨가 입자와 모상으로부터 Si를 소비한다는 것이 이미 보고^{7,9)} 되어 있기 때문에, 모상의 조성은 변화할 가능성이 크다고 판단된다.¹⁰⁾

3.2 시효경화곡선과 석출조직

Fig. 4는 803 K에서 5.4 ks 동안 용체화처리 후 켈칭하여 448 K에서 시효처리한 시료에 대해서 압축시험을 실시하였을 때의 항복응력(0.2 % 내력)의 시효처리시간에 따른 변화이다. 용체화처리 후의 켈칭상태에서는 복합재료가 6061합금에 비해서 40~85 MPa 정도 높은 강도를 나타내고 있다. 분산입자의 간격은 약 30 μm 이며, 이것으로부터 예측되는 Orowan응력^{11,12)}은 약 3 MPa이므로, 단순한 분산강화로는 설명할 수 없다.

Fig. 5에는 그 상태에서의 전위조직을 나타내었다. Fig. 5(a)에 나타난 복합재료B 내의 고밀도 전위는 Dutta 등의 보고¹³⁾에도 기술되어 있는 것과 같이, 켈칭 과정 중에 첨가입자와 모상과의 열팽창계수 차이(Al : $23 \times 10^{-6}/\text{K}$, Al_2O_3 : $8 \times 10^{-6}/\text{K}$)에 의해 발생한 것이라고 판단된다. 복합재료B에서 전위는 Fig. 5(a)의 좌측 상부와 같이 첨

Fig. 4. Variation of 0.2 % proof stress with aging time. Specimens were solution-treated at 803 K for 5.4 ks, quenched into iced water and aged at 448 K.

Fig. 5. (200) dark field images of composite B (a) and 6061 B alloy (b) after quenching.

가입자 근방에만 특히 밀집되어 있는 것이 아니라 모상 전체에 균일하게 분포되어 있다. 그러나 6061 B합금에서는 Fig. 5(b)와 같이 국부적으로 랜덤한 전위배열이나 소각입계가 관찰되었지만, 다른 부분의 전위밀도는 낮다. 복합재료B의 평균전위밀도는 약 $1.5 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$, 6061 B합금은 약 $2.4 \times 10^{11} \text{ m}^{-2}$ 이다. Dutta 등은 Al_2O_3 강화재를 15 vol% 포함한 6061합금 복합재료에 대해서 용체화처리 후 켈칭상태에서 $7.8 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ 의 전위밀도를 보고하

였다.¹³⁾ 첨가입자의 체적을 차이를 고려하면, 본 실험의 결과와 Dutta 등의 결과는 거의 일치한다고 생각된다.

본 실험에서 2가지 재료의 전위밀도 차이로부터 $\tau_{dist.} = \alpha\mu b\rho^{1/2}$ 인 식으로부터 구한 전위에 의한 강화량은 약 29 MPa이다. 여기서, 정수 $\alpha=0.4$, 강성율 $\mu=26$ GPa, 버거스벡터 $b=0.286$ nm, Taylor인자 2.5를 이용하였다. 이 값으로부터 용체화처리 후 퀀칭상태에서의 두 재료의 강도차 85 MPa인 35 % 정도가 퀀칭 중에 도입된 전위에 의한 것이라고 판단된다.

Fig. 4로부터 복합재료 및 6061합금은 모두 448 K에서의 시효처리에 의해 항복응력은 증가하는 것을 알 수 있다. 시료 간에 편차는 있지만, 약 3 ks 시효처리 후부터 두 재료의 항복응력 차이는 작아지는 경향이 있다.

최대강도를 나타내는 시점에서의 석출조직을 Fig. 6에 나타내었다. 6061합금의 석출과정은 구상 GP zone → 침상 GP zone → 정합인 침상 β'' 상 → 반정합인 봉상 β' 상 → 판상의 평형 β 상(Mg_2Si)이라는 것이 보고되었다.¹⁴⁾ Fig. 6에서도 <100>방향으로 평행하게 미세한 β'' 상이 침상으로 석출하였으며, 이 β'' 석출물의 크기와 분포는 복합재료B와 6061합금 간에 큰 차이는 없다.

복합재료B에서는 용체화처리 후 퀀칭과정에서 도입된 전위 상에 핵이 발생하였다고 판단되는 래스(lath)형태의 석출물이 관찰되었다. 이러한 래스형태 석출물의 강도에 대한 기여는 두 재료의 강도차이로 보아 작다고 판단된다.

Fig. 7은 과시효단계의 석출조직이다. Fig. 6에 비해서 석출물은 봉상으로 성장해 있으며, β' 상이라고 판단된다. 이 시효단계에서도 복합재료B에는 전위 상에 조대한 래스형태의 석출물이 관찰되었다.

Dutta 등은 6061합금에 입상의 Al_2O_3 입자를 첨가하여 주조법으로 제작한 복합재료의 경우, 석출경화속도는 모상 합금보다 빠르고, 또한 최고 경도값도 높아진다고 보고하였다.¹³⁾ 그 이유는 복합재료 내의 고밀도 전위 상에 β'' 상의 석출이 일어나며, 특히 전위의 존재가 β'' 상의 성장에 중요한 Mg의 확산을 촉진시키기 때문이다. 본 실험과 동일한 Comral-85복합재료를 사용한 실험에서도, 경도측정 결과로부터 복합재료는 시효가 촉진된다고 보고되어 있는데, 이는, 복합재료 모상 내부에 과승인 Si의 존재와 퀀칭속도가 느린 점에 따른 퀀칭 중의 석출진행에 의한다고 설명되어 있다.⁷⁾ 그러나 본 실험에서는, 다른 배치(batch)로부터 얻은 복수의 시료를 사용하였기 때문에 시료 간에 항복응력의 편차가 있겠지만, 시효경화곡선의 최고강도나 그 시효시간에 대한 복합재료와 모상합금 간에서 큰 차이는 나타나지 않았다. 또한, 시효석출의 주요성분인 Mg와 Si의 양 및 그 비율과 시효강화량이나 최고강도에 도달하는 시간과의 사이에 계통성도 확인할 수 없었다.

Fig. 4에서 퀀칭 후의 시효처리에 의한 경화량은, 6061합금에서는 평균 205 MPa 정도이지만, 복합재료의 경화

Fig. 6. (220) dark field images of composite B (a) and 6061 B alloy (b) aged at 448 K for 28.8 ks.

Fig. 7. (220) dark field images of composite B (a) and 6061 B alloy (b) aged at 448 K for 108 ks (over aged).

Fig. 8. Variation of strain hardening rate with 0.2 % proof stress.

량은 약 155 MPa이며, 6061합금의 경화량의 76 %에도 못 미친다. 이것은 복합재료의 경우 첨가입자를 20 % 포함하고 있기 때문에, 시효처리 동안의 강도상승에는 나머지 80 % 모상만의 시효경화가 기여하기 때문이며, 또한 계면반응에 의해 Mg와 Si가 소비되기 때문이라고 판단된다.

3.3 소성변형거동

Fig. 8은 각 시효단계의 복합재료와 6061합금을 실온에서 약 3 % 소성변형까지 압축시험한 응력-변형곡선으로부터 항복 후 1 % 소성변형 점의 가공경화율을 읽어, 항복응력에 대해서 플로팅 한 그래프이다. 가공경화율은 2 재료 모두 항복응력이 상승함에 따라 거의 직선적으로 저하하는 경향을 나타내지만, 동일한 항복응력에서 비교하면, 가공경화율은 복합재료가 6061합금보다 높다. 이것은, 복합재료를 실온에서 소성변형 시키면 분산입자가 뚜렷하게 영향을 미치며, 변형에 의해 도입된 전위밀도가 복합재료 쪽이 높다는 것을 시사한다.

3.4 강도의 온도의존성

Fig. 9는 T6처리 후의 복합재료B와 6061D합금에 대한 항복응력의 온도의존성이다. 항복응력은 두 시료 모두 시험온도가 상승함에 따라 감소하지만, 경향성은 복합재료B가 더욱 뚜렷하다. 실온에서 복합재료B의 항복응력은 6061D합금보다 약 40 MPa 정도 높은 값을 나타내고 있지만, 550 K 부근에서는 거의 유사한 항복응력값을 나타내며, 723 K에서는 반대로 6061D합금이 20 MPa 정도 높은 값을 나타내었다.

Fig. 10은 T6처리한 시료를 고온압축시험을 실시하였을 때의 응력-변형곡선으로부터 항복 후 1 % 소성변형 후의 가공경화율을 구해서 시험온도에 대해서 플로팅한 그래프이다. 실온에서는 복합재료B가 6061D합금보다 큰

Fig. 9. Temperature dependence of 0.2 % proof stress.

Fig. 10. Temperature dependence of strain hardening rate.

가공경화율을 나타내지만, 400 K보다 높은 시험온도에서는 반대로 6061D합금이 커지며, 650 K 이상에서는 2가지 시료 모두 유사한 값을 나타내었다.

3.5 크리프특성

Fig. 11은 복합재료A와 6061C합금을 473~673 K의 온도범위에서 크리프시험을 통해 구한 응력과 최소 변형속도와의 관계를 나타낸 그래프이다. 그래프에 Nieh¹⁵⁾의 6061합금에 대한 결과도 함께 나타내었다. 2가지 시료 모두 473~673 K의 시험온도에서는 응력과 최소 변형속도의 함수 간에 직선관계가 있는 것을 알 수 있으며, 본 실험에서 조사한 응력범위에서는 복합재료A의 크리프 강도가 6061C합금보다 높은 것을 알 수 있다. $\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma$ 로 정의되는 응력지수(n 값)는, 복합재료A에서는 시험온도 상승과 함께 473 K에서의 8.3에서 623 K에서의 4.8까지 감소하는 경향이 있다. 이것은 첨가입자와 모상의 열적인 미스매치(mismatch)가 고온이 될수록 해소되기 때문이라고 설명할 수 있다.⁸⁾ 동일한 시험온도에서 비교하면, 예

Fig. 11. Variation of minimum strain rate with stress. Specimens were aged at 448 K for 28.8 ks.

를 들어 673 K에서 n 값은, 복합재료A에서는 5.2, 6061C 합금에서는 3.6으로 복합재료A가 높은 값을 나타내었다. 일반적으로 순금속이나 고용체합금에 분산입자가 포함되는 경우, n 값은 증가한다고 보고되어 있다.¹⁶⁾ 본 실험에서는 분산입자의 크기가 20 μm 로 크며 불규칙하고, 입자첨가에 의한 n 값이 증가하였다.

변형속도가 보다 빠른 압축시험(변형속도: $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)에서는, 시험온도 상승에 따른 강도저하의 경향성은 복합재료A가 6061합금보다 뚜렷하다. 가공경화율은 Fig. 10의 400 K 이상에서, 강도는 Fig. 9의 550 K 이상에서 복합재료A가 낮다. Fig. 11에서, 673 K에서의 크리프시험에 의한 복합재료A와 6061C합금에 대한 응력과 최소 변형속도 간의 직선관계는 보다 빠른 변형속도까지 연장하면 거의 $2.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 에서 교차한다. 즉, 보다 빠른 변형속도에서는 복합재료A가 낮은 응력에서 변형이 가능하다는 것을 시사하며, Fig. 9의 압축시험 결과와 잘 일치한다. 변형속도의 차이에 따른 복합재료와 6061합금의 고온강도가 역전하는 현상은 초기 전위밀도의 차이에 의한 가동전위밀도의 온도 의존과 변형의존성 및 회복, 시험 동안 시효의 진행, 가동전위와 첨가입자와의 상호작용 등에 의한 것이라고 판단된다.

Fig. 12는 T6처리 후의 복합재료A와 6061C합금을 동일한 573 K에서 187 ks 동안 크리프시험을 실시한 후, 투과전자현미경(TEM)을 이용하여 관찰한 (200)암시야 이미지이다. 복합재료(a), 6061합금(b) 모두 Fig. 6에 나타난 T6처리 후의 석출조직과는 매우 다르며, 석출물이 조

Fig. 12. (200) dark field images of creep tested specimens at 573 K for 187 ks after T6 treatment. (a) composite A deformed 2.8 % under a stress of 60 MPa, (b) 6061 C alloy deformed 2 % under a stress of 43.6 MPa.

대화 되어, 크리프시험 중에 시효가 진행된 것을 알 수 있다. 그러나 석출물 크기는 복합재료A가 미세하며, 크리프시험 동안의 시효진행이 늦다는 것을 시사한다.

4. 결 론

1) 용체화처리 후 퀀칭상태의 항복응력은 복합재료A가 6061합금보다 40~85 MPa 정도 높다. 이것은 퀀칭 동안에 강화입자와 모상의 열팽창계수의 차이에 의해 발생한 전위의 존재에 기인한다.

2) 448 K에 대한 시효경화곡선의 최고 강도에 도달하는 시효처리 시간은 복합재료와 6061합금 간에 계통적인 차이는 나타나지 않았으며, 시효처리에 따른 강도 차이는 작아졌다.

3) 실온 압축시험에 의한 응력-변형곡선으로부터 구한 가공경화율은 복합재료A가 크며, 이 현상은 입자의 분산이 가공에 따른 전위밀도의 증가를 촉진시키기 때문이다.

4) T6처리한 복합재료의 항복응력 및 가공경화율의 시험온도 상승에 따른 감소 비율은 모두 복합재료A가 6061합금보다 크다.

5) T6처리한 복합재료에서는, 473~673 K의 크리프시험 온도 상승과 함께 응력지수 값은 8.3에서 4.8까지 저하

하며, 이 온도범위에 대한 복합재료의 값은 6061합금보다 크다.

감사의 글

본 연구는(교과부) 과학기술진흥기금 및 복권기금에 의한 KISTI ReSEAT프로그램으로 수행되었습니다.

참 고 문 헌

1. K. Matsunaga, S. Ochiai, K. Osamura, Y. Waku and T. Yamamura, J. Jpn. Inst. Light Metals, **43**, 219 (1993).
2. S. K. Park, S. G. Shin, and J. H. Lee, Kor. J. Mater. Res, **13**, 64 (2003).
3. H. Kwon, M. Leparoux and J. M. Heintz, Met. Mater. Int., **17**, 755 (2011).
4. W. D. Fei, M. Hu and C. K. Yao, Mater. Sci. Eng., **356**, 17 (2003).
5. H. Toda, and T. Kobayashi, Metall. Mater. Trans. A, **27**, 2013 (1996).
6. K. Suzuki, X. S. Huang and A. Watazu, Mater. Sci. Forum, **544/545**, 443 (2007).
7. G. A. Edwards, J. Y. Yao, M. J. Couper and G. L. Dunlop, Aluminium Alloys, Their Physical and Mechanical Properties (ICAA3), p.525, ed. L. Amberg, O. Lohne, E. Nes and N. Ryum, Norwegian Institute of Technology, (1992).
8. T. Hikosaka, T. Imai, T. Kobayashi and H. Toda, J. Jpn. Inst. Light Metals, **51**, 86 (2001).
9. J. Salmones, J. A. Galicia and J. A. Wang, J. Mater. Sci. Lett., **19**, 1033 (2000).
10. M. W. Lock and D. S. Bin, NDT '99, 295 (1999).
11. B. I. Kim and H. Yoshinaga, J. Kor. Inst. Met. & Mater., **30**, 640 (1992).
12. B. I. Kim and H. Nakashima, J. Kor. Soc. Heat Treat., **5**, 201 (1992).
13. I. Dutta, S. M. Allen, and J. L. Hafley, Metall. Trans. A, **22A**, 2553 (1991).
14. L. F. Mondolfo, Mater. Sci. Tech., **5**, 118 (1989).
15. T. G. Nieh, Metall. Trans. A, **15A**, 139 (1984).
16. R. S. Mishra, T. R. Bieler and A. K. Mukherjee, Acta Mater., **45**, 561 (1997).