

EFFECTO DEL Si EN LA ESTABILIDAD TERMICA DEL TiC EN ALUMINIO FUNDIDO

V. H. López ^{(1)*}, A.R. Kennedy ⁽²⁾ y R. García ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Instituto de Investigaciones Metalúrgicas, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, Morelia, Mich., MÉXICO

⁽²⁾ Advanced Materials Research Group, School of Mechanical, Materials and Manufacturing Engineering, University of Nottingham, Nottingham, NG7 2RD, UK.

* E-mail (V.H. López): composito@yahoo.com

RESUMEN

Con el propósito de valorar el efecto del Si en la estabilidad térmica del TiC en aluminio líquido, se incorporaron partículas de TiC (18 μm) en baños de aluminio de pureza comercial y en una aleación Al-7%Si. Los materiales compuestos fueron sometidos a tratamientos térmicos en el rango de temperaturas entre 500°C y 1000°C por tiempos de 48 y 6 horas para la matriz de aluminio y la aleación respectivamente. Estas muestras fueron caracterizadas por microscopía electrónica de barrido, difracción de rayos X y análisis de imágenes. Los resultados revelaron que el TiC reacciona lentamente en el estado sólido, pero la reacción se incrementa en el estado líquido con la temperatura a un máximo a 725°C y 800°C para el Al y la aleación respectivamente. El resultado de la degradación del TiC en los baños de aluminio es la precipitación y crecimiento de intermetálicos en forma de bloques y pequeños bloques de carburo de aluminio. Estos últimos, cuando la degradación es severa, envuelven las partículas remanentes de TiC. A temperaturas superiores a 725°C, la reacción entre el TiC y el Al para formar TiAl_3 y Al_4C_3 disminuye y entre 800°C y 1000°C, la disolución del TiC en Al produce principalmente Al_4C_3 en menores cantidades conforme la temperatura se incrementa. En la aleación Al-7%Si, esta tendencia se observó a temperaturas superiores a 800°C. Análisis por energía dispersa de rayos X de los intermetálicos formados en la aleación y difracción de rayos X de las muestras tratadas térmicamente indicaron una composición promedio $\text{TiAl}_{2.39}\text{Si}_{0.39}$ con la estructura cristalina del intermetálico TiAl_3 . Comparación de las fracciones de TiC remanentes en los baños de aluminio revelan que el Si acelera la cinética de la reacción de disolución del TiC y que el mecanismo es diferente a “bajas” y “altas” temperaturas.

Tópico 5: Materiales Compuestos

Palabras clave: *Compuestos, aluminio, TiC, reactividad.*

1. INTRODUCCIÓN

Los materiales compuestos de matriz metálica (CMM) son materiales ingenieriles muy atractivos ya que combinan la ductilidad de los metales “blandos” con la rigidez y dureza de los refuerzos cerámicos. El refuerzo puede variar en tipo y cantidad, de tal manera que las propiedades físicas y mecánicas se pueden ajustar a necesidades específicas. El aluminio y sus aleaciones son materiales frecuentemente usados como matrices debido a su ligereza para incorporar refuerzos cerámicos, dando como resultado CMM con alta resistencia específica.

Debido a su costo, cerámicos como el SiC y el Al_2O_3 han sido ampliamente usados para reforzar matrices de aluminio [1]. La elección de la pareja matriz-refuerzo debe contemplar aspectos de mojado y reactividad. En

términos de mojado, una buena afinidad entre el metal líquido y el refuerzo sólido significa una unión íntima adecuada, en donde es preferible que no exista reacción entre fases o si la hay que sea mínima, de tal modo que la interfase sea sana. La buena combinación de ambos aspectos, mojado y reactividad, garantiza una eficiente transferencia de carga a través de la interfase, de la matriz hacia el refuerzo, lo que conduce a un comportamiento mecánico óptimo. En este escenario, el mojado del Al por el Al_2O_3 es pobre y por otro lado, el SiC reacciona fácilmente con el Al líquido formando el Al_4C_3 en la interfase matriz/refuerzo, el cual es un compuesto frágil e higroscópico. Para este caso, altos contenidos de silicio son utilizados para evitar la reacción [2-5].

Por otro lado, el TiC se ha utilizado cada vez más como refuerzo en el aluminio [6-9]. Esto es debido a sus propiedades físicas y mecánicas, pero también debido al buen mojado con el aluminio y sus aleaciones [10], lo cual resulta en una unión interfacial fuerte [8] dando lugar a CMM que presentan mayores incrementos en resistencia y rigidez que las adiciones equivalentes de SiC [6].

A pesar de sus bondades, el TiC también se degrada en aluminio líquido y los productos de reacción son Al_3Ti y Al_4C_3 . En el caso del aluminio puro, la reacción es lenta y se requieren tiempos prolongados de contacto (48 h a 700°C) para que el grado de disolución sea considerable [11], caso contrario al comportamiento del SiC en donde en tiempos muy cortos (1 h a 700°C) se observa el mismo nivel de degradación [4]. Otra diferencia, es que el SiC se degrada más rápido con el incremento de la temperatura, mientras que el TiC parece ser estable a mayores temperaturas. No obstante, la revisión de la literatura indica que existen discrepancias en cuanto a la temperatura arriba de la cual el TiC es estable en el aluminio líquido, con temperaturas variando entre 693 y 1177°C [5, 11-15]. Además, se ha reportado que la presencia de silicio en el aluminio acelera notablemente el proceso de degradación del TiC [16-17]. Este trabajo compara la estabilidad térmica de partículas de TiC en aluminio puro y en una aleación Al-7%Si por medio de un acercamiento experimental.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se fabricó un CMM mediante la adición de 10% peso de partículas angulares de TiC en aluminio (99.9% peso) y en una aleación Al-7%Si. La adición de las partículas se realizó con la ayuda de un fundente base K-Al-F. Detalles del proceso se pueden consultar en [18]. Las partículas de TiC estuvieron en contacto con los baños fundidos a temperaturas de 760 y 700°C para el aluminio y la aleación Al-7%Si respectivamente por no más de 10 minutos antes de ser vaciados en moldes de acero de 10 mm de diámetro. Las piezas fueron cortadas en secciones de 10 mm para su uso experimental.

Para evaluar la estabilidad de las partículas de TiC en el Al y la aleación Al-7%Si a altas temperaturas, las muestras fueron colocadas en un horno precalentado. Para la matriz de Al los tratamientos térmicos se realizaron entre 600 y 1000°C por 48 h. Para la aleación, se evaluaron temperaturas entre 500 y 1000°C por 6 h. Después del tratamiento térmico, las muestras fueron sacadas del horno y enfriadas en aire a temperatura ambiente.

Los CMM y las muestras tratadas térmicamente fueron seccionadas para ser caracterizadas por microscopía y difracción de rayos X (DRX). La preparación metalográfica fue realizada sin usar agua para evitar la remoción de Al_4C_3 que pudiera estar presente.

La caracterización metalográfica fue realizada en un microscopio electrónico de barrido Jeol 6400 equipado con un analizador de energía dispersa de rayos X (EDRX), el cual fue utilizado para calcular la composición aproximada de los productos de reacción en las muestras tratadas térmicamente. Los análisis por DRX fueron realizados en muestras planas pulidas a espejo en un difractómetro Siemens D500 con radiación $\text{CuK}\alpha$ para 2θ de 20° a 90° con pasos de 0.01° y 3 s en cada paso. Los patrones fueron comparados con estándares para identificar las fases presentes en las muestras.

Las imágenes digitales de las microestructuras de las muestras fueron capturadas en modo de electrones retrodispersados. La metalografía cuantitativa fue realizada utilizando el programa Scion Image Analysis, con el cual se contrastaron las fases presentes de manera individual y se midió el porcentaje de área de cada fase. Esta técnica es conocida como el método de segmentación y fue aplicada en muestras con poca reactividad (donde solo había TiC, Al y Al_4C_3). Para las otras muestras, no fue posible separar el nivel de grises entre el TiC y TiAl_3 , por lo que para obtener mediciones confiables se usó un método por deconvolución [19]. Para la matriz

Al-7%Si, el contraste entre fases permitió usar el método de segmentación independientemente del grado de reactividad. Para reportar una cuantificación representativa, se usaron como mínimo 6 imágenes por muestra a 100X con una distancia de trabajo de 15 mm, lo que equivale a un área total de 4.8 mm². Para estandarizar el procedimiento de cuantificación, los parámetros operativos del microscopio se mantuvieron fijos.

3. RESULTADOS

3.1. Microestructura de los CMM

Se encontró que las partículas de TiC estaban distribuidas bastante homogéneamente en los CMM fabricados, sin embargo se encontraron predominantemente en las regiones interdendríticas y rodeadas de Si eutéctico para el caso de la matriz Al-7%Si. La Figura 1 muestra una micrografía de cada material, en donde se aprecia que después de 10 minutos a 760°C y 700°C, seguido por un enfriamiento rápido, no hay evidencia de productos de reacción ni en la matriz ni en la interfase. Los patrones de XRD (no presentados) confirmaron esta observación.

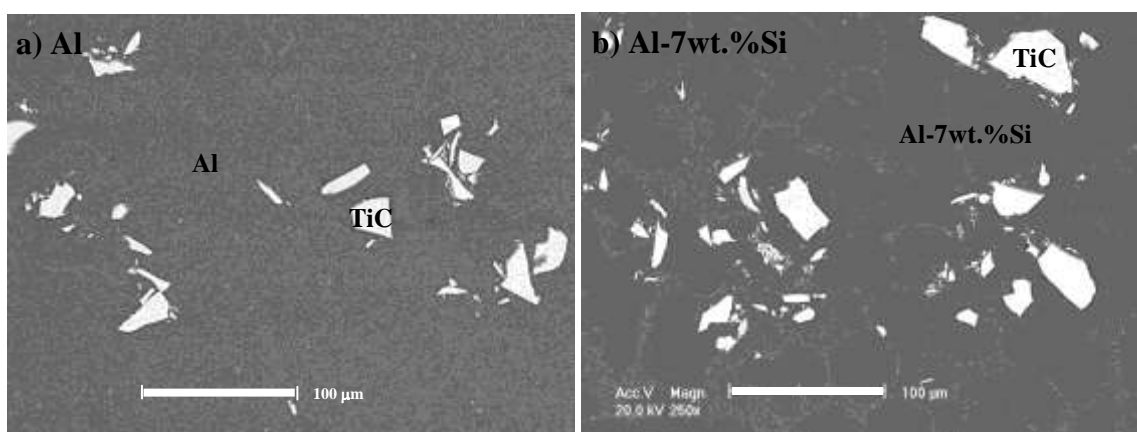


Figura 1. Imágenes de los CMM obtenidos.

3.2 Caracterización microestructural de las muestras tratadas térmicamente

La Figura 2 muestra el resultado del tratamiento térmico de los CMM a temperaturas inferiores al punto de fusión. Para la matriz de Al fue necesario observar a altas magnificaciones para apreciar las fases que se forman en la superficie de las partículas, las cuales indican las flechas. Con respecto a la matriz Al-7%Si, la microestructura observada en estado sólido después de 6 h a 500 y 550°C fue muy parecida a la del CMM obtenido. Sin embargo, en estado semilíquido (Fig. 2b) las partículas de TiC han comenzado a reaccionar, apareciendo pequeños bloques junto a las partículas de TiC además de una fase oscura que rodea parcialmente las partículas.

Las micrografías a) y b) de la Figura 3 revelan que cuando las muestras fueron tratadas térmicamente en estado líquido, el nivel de degradación del TiC incremento notablemente, dando lugar a la formación de bloques grandes y angulares acompañados por una fase negra que se precipita en la interfase partícula/matriz. De acuerdo a los análisis por EDRX, para la matriz de Al, los productos de la reacción son Al₃Ti y Al₄C₃ para la fase clara y negra respectivamente. Para la aleación Al-7%Si, la fase clara corresponde a un intermetálico complejo Al-Ti-Si con la composición aproximada TiAl_{2,14}Si_{0,38} (composición promedio de los análisis realizados en las muestras tratadas térmicamente a las diferentes temperaturas. La morfología de los intermetálicos indica que el límite de solubilidad del Ti en las matrices ha sido excedido. La caracterización microestructural reveló que después de cierta temperatura, el grado de reactividad en ambos sistemas disminuyo, como se aprecia en la Figuras 3 c) y d), en donde la presencia de bloques de intermetálico es nula y únicamente se observaron estos, pero con una forma acicular. Aunque en menor cantidad, la fase negra está presente a 900 °C y se observó que disminuye a mayores temperaturas.

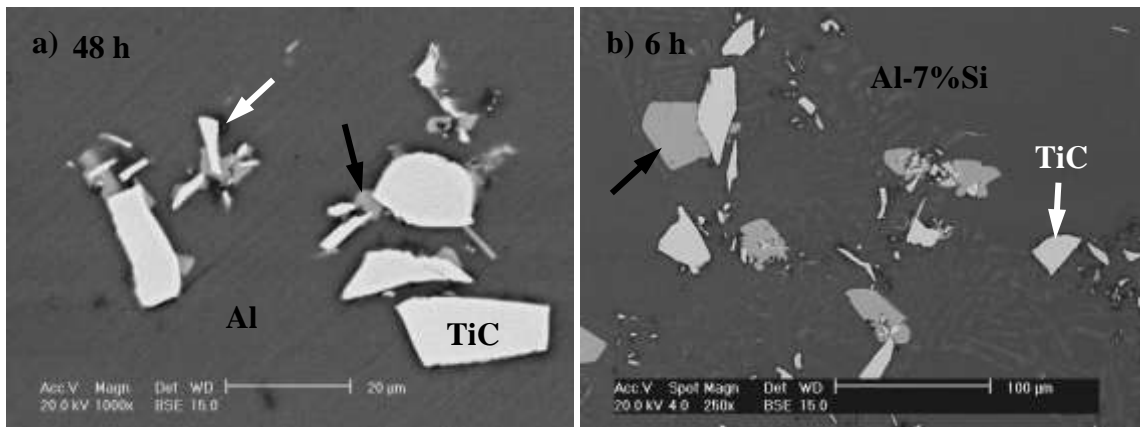


Figura 2. Detalle de las microestructuras de muestras tratadas térmicamente a 650°C; a) en estado sólido para el Al y b) en estado semilíquido para la aleación Al-7%Si.

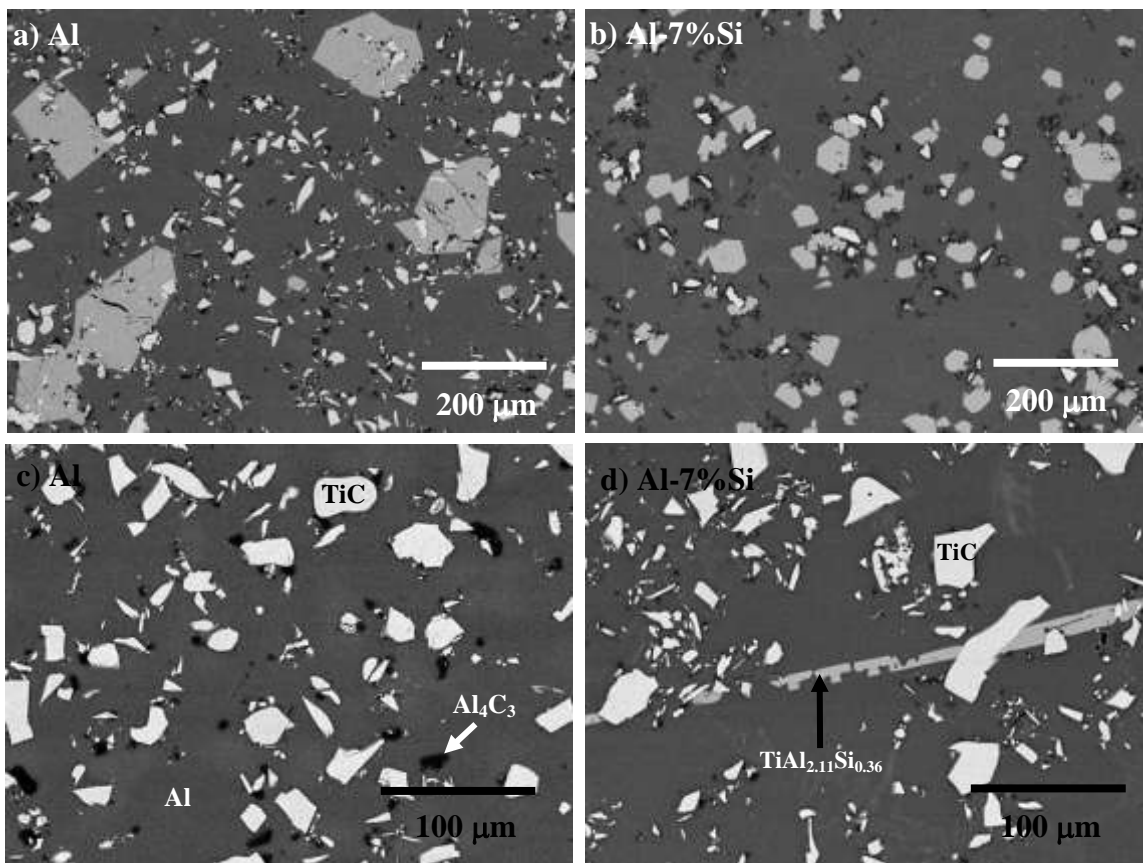


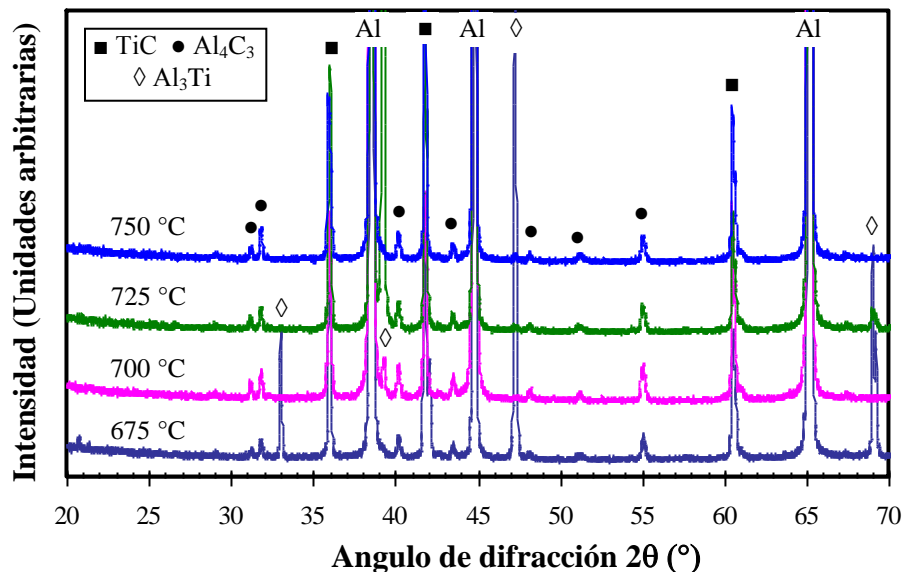
Figura 3. Microestructura de los CMM tratados térmicamente a 700°C (a y b) y 900°C (c y d).

El progreso de la reacción también fue seguido por medio de DRX. Los resultados se muestran en la Figura 4. Los patrones para las muestras tratadas a 600 y 650°C fueron muy parecidos al patrón del compuesto obtenido con la matriz de Al, al igual que la muestra tratada a 500°C para la aleación, indicando que los niveles de reacción observado en el microscopio están por debajo del límite de resolución del instrumento, aproximadamente 1-2% peso. Entre 675 y 750°C, la presencia de las fases Al₃Ti y Al₄C₃ fue confirmada con certeza para el aluminio puro, mientras que para la aleación aparecieron picos a 600°C que no pudieron ser identificados con los archivos JCPDS. Las observaciones realizadas en el microscopio indican que estas

reflexiones muy probablemente correspondan al intermetálico formado a esta temperatura. Para esta temperatura, a pesar de que se observó la presencia de Al_4C_3 , sus reflexiones no están presentes en el difractograma. A partir de los patrones de DRX no se puede realizar un análisis cuantitativo, ya que se observaron orientaciones preferenciales en varias muestras para diferentes reflexiones.

En la muestra con la aleación Al-7%Si tratada a 700°C , se detectó la presencia de Al_4C_3 acompañado de una disminución notable en la intensidad de los picos de TiC, además de un incremento correspondiente en la reflexión principal de la fase no identificada. A 800°C , la intensidad de los picos de TiC disminuyó a tal grado que las reflexiones (222) y (200) desaparecieron. En las muestras tratadas a 900°C y 1000°C , la fase no identificada aún se detectó por DRX pero no así el Al_4C_3 . Las tres principales reflexiones del TiC están presentes en estas muestras.

a) Al



c) Al-7%Si

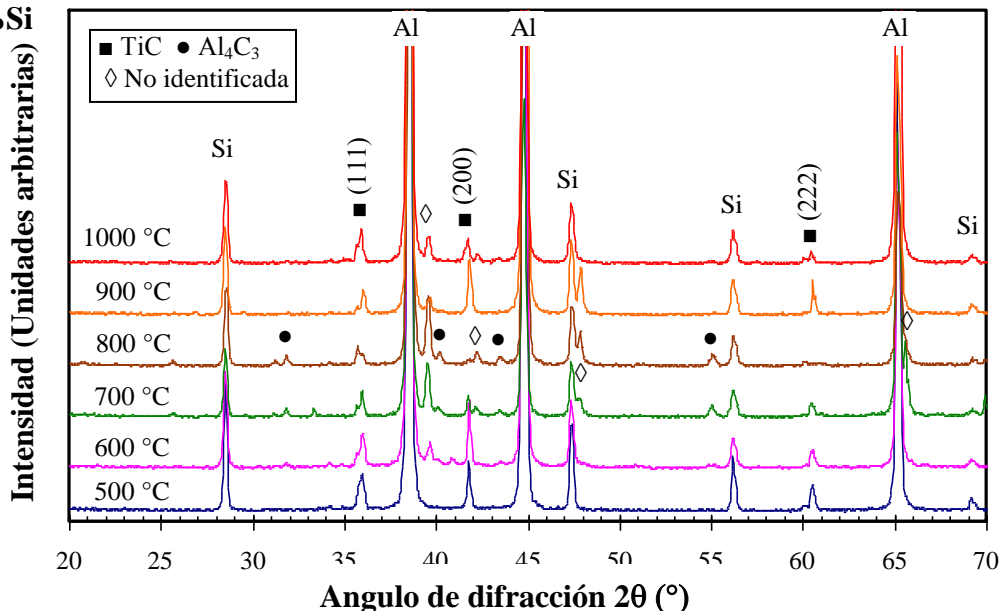


Figura 4. Patrones de DRX para los CMM tratados térmicamente a) entre 675 y 950°C por 48 h y b) entre 500 y 1000°C por 6 h.

Con el propósito de confirmar las mediciones por EDRX e identificar las reflexiones no etiquetadas en los difractogramas, se mezclaron polvos elementales de Ti, Al y Si con la composición promedio del intermetálico. La mezcla fue compactada y calentada a 700°C por 3 h en Ar. La mezcla fue posteriormente pulverizada analizada en el difractómetro. El patrón obtenido se compara en la Figura 5 con una muestra de compuesto altamente degradada. Los picos del intermetálico Ti-Al-Si difractan en las mismas posiciones que los picos no identificados del CMM. Comparación del intermetálico ternario con el estándar del intermetálico Al₃Ti reveló que el primero tiene la misma estructura cristalina que el segundo pero con los picos desplazados ligeramente a mayores ángulos de reflexión.

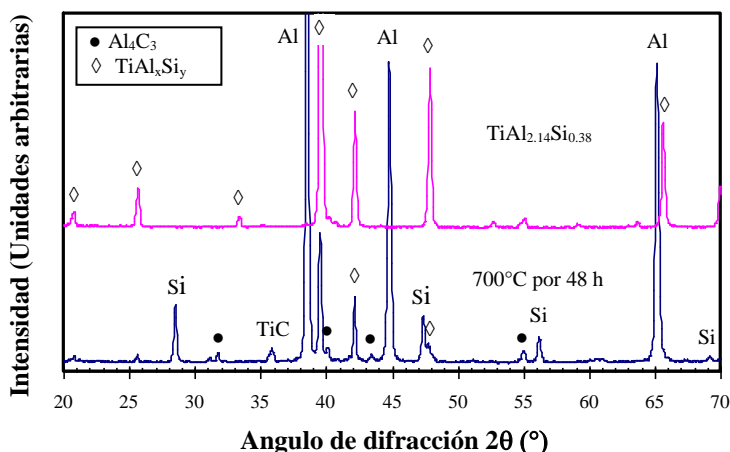


Figura 5. Comparación de los patrones de DRX de un CMM tratado térmicamente a 700°C por 48 h con una mezcla Ti-Al-Si con la relación estequiométrica TiAl_{2,14}Si_{0,38} calentado a 700°C por 3 h.

3.3 Cuantificación de fases

La cuantificación de fases mostró algunas inconsistencias en las fracciones de área medidas, esto debido principalmente a efectos de sedimentación durante los diferentes tiempos de los tratamientos térmicos. Por lo tanto, se realizó un tratamiento de normalización para eliminar estas discrepancias. El procedimiento asume que la reacción que ocurre para el TiC estequiométrico es;



De tal manera que todo el carbono forma Al₄C₃, lo cual es razonable pues la solubilidad del C en el Al es muy baja, por ejemplo 1.3x10⁻³ ppm a 660°C y 8.8 ppm a 982°C [20-22]. Conociendo las masas de TiC y Al₄C₃ a cualquier tiempo, t, la cantidad inicial de TiC antes de la reacción, TiC_[0], puede ser calculada a partir de;

$$\text{TiC}_{[0]} = \text{TiC}_{[t]} + 1.25 \text{ Al}_4\text{C}_{3[t]} \quad (2)$$

Así, la cantidad de TiC presente puede ser expresada como una relación de la cantidad presente a cualquier tiempo, t, comparada con la cantidad original, TiC_[t]/ TiC_[0]. Los datos normalizados se presentan en las graficas de la Figura 6. Está claro que a partir de 650°C y 600°C hacia arriba, hay una reducción consistente en la fracción de partículas de TiC remanentes hasta que se observan mínimos alcanzados a 725°C y 800°C para la matriz de Al y la aleación respectivamente. Es evidente que en este intervalo de temperaturas, el avance de la reacción es por mucho mayor para la aleación. Más allá de este punto, y hasta 800°C, la fracción de TiC degradada en Al disminuye agudamente para permanecer aproximadamente constante en 90% a 950°C. A 1000°C la fracción de TiC remanente es cercana a la unidad. Para la aleación, arriba de 800°C y hasta 1000°C, la fracción de TiC remanente es alta, aproximadamente 91%, pero no parece acercarse a la unidad. Por otro lado, la concentración de productos de reacción es, en términos generales, inversamente proporcional a la fracción de TiC remanente. Sin embargo, esta tendencia no es seguida por el Al₃Ti de 750 a 950°C en Al puro, en cambio, el intermetálico binario está presente por debajo del nivel esperado a 750°C y casi desaparece a 775°C y a mayores temperaturas.

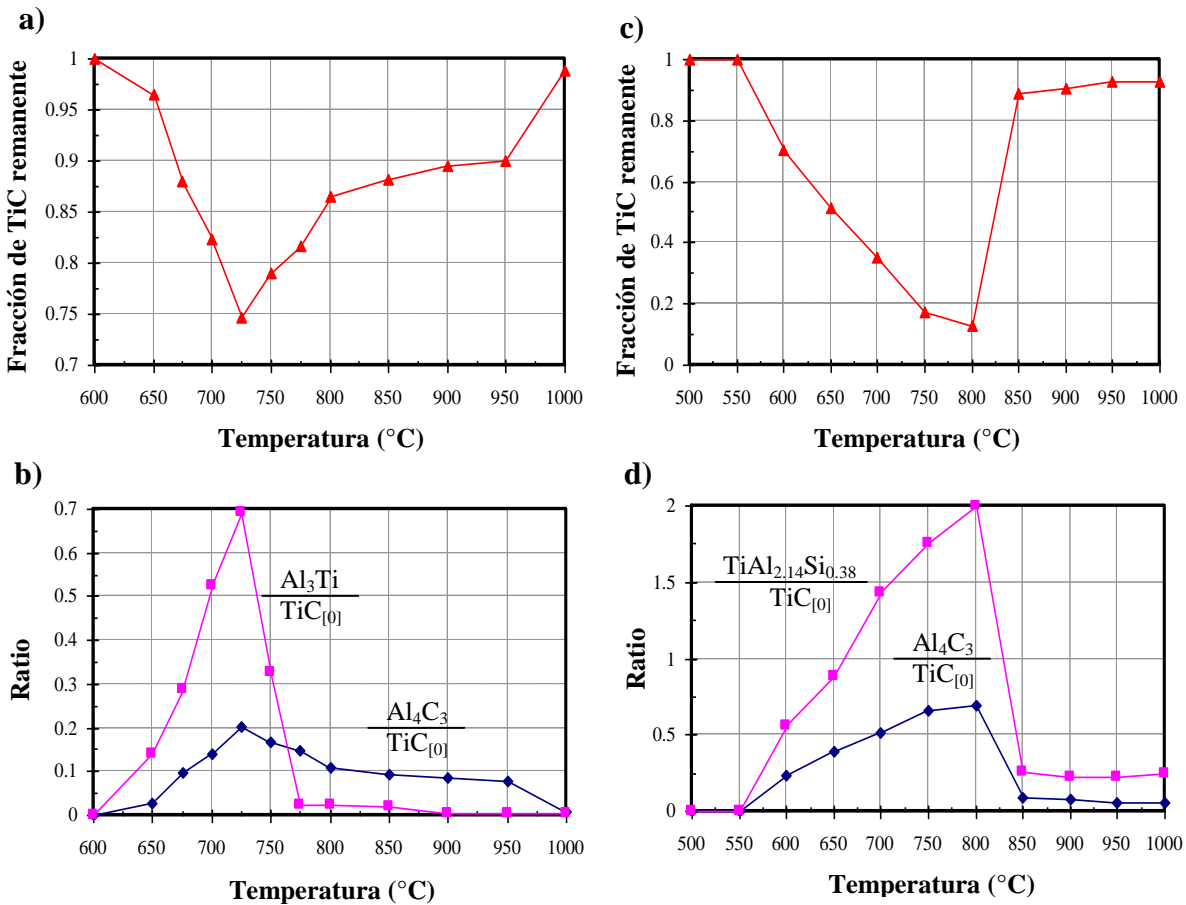


Figura 6. Cuantificación de la reacción; a) y c) fracción de TiC remanente y b) y c) relación de los productos de reacción con la concentración inicial de TiC. Izquierda (a y b); matriz de Al y derecha (c y d) matriz Al-7%Si.

4. DISCUSIÓN

El tratamiento térmico de los CMM en estado sólido dio lugar a leves signos de reacción. Se sabe, que la degradación del TiC ocurre muy lentamente en este estado [23-25] y se requieren tiempos muy prolongados de hasta 496 h a 640°C para producir cantidades importantes de productos de reacción en Al puro [24]. En el estado líquido, se midieron niveles de reacción notables, incrementando con la temperatura hasta 725°C, en donde se presentó la más alta degradación de partículas de TiC. En el sistema con Al puro [5, 26] se observó un máximo en la reactividad a 750°C, lo cual es cercano a lo encontrado en el presente estudio, donde el TiC se descompone para formar Al_3Ti y Al_4C_3 .

De acuerdo a la termodinámica, existe un punto invariante de cuatro fases entre el Al, Al_4C_3 , Al_3Ti y el TiC a 693°C [27] 754 y 797°C [12] y 812°C [5] de acuerdo a diferentes autores. Frage *et al* [27] propusieron que exponiendo TiC estequiométrico a 727°C resulta en difusión de C de la estructura TiC_x hasta que $x=0.885$. En el presente estudio, Al_4C_3 y bloques grandes de Al_3Ti estuvieron presentes hasta 750°C y aunque en menor cantidad, estas fases se detectaron también a 800°C, lo cual indica que los hallazgos del presente trabajo coinciden más con las referencias [12] y [26] para la transformación invariante.

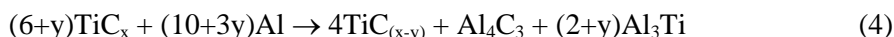
Los resultados mostraron que el TiC es parcialmente estable arriba de 775°C siendo el Al_4C_3 el principal producto de la reacción, estando presente en bajos y decrecientes niveles conforme la temperatura del tratamiento térmico se incrementa, indicando que la reacción está ocurriendo muy lentamente. La ausencia de bloques grandes o pequeños en las microestructuras sugiere que los límites de solubilidad no han sido excedidos a las temperaturas del tratamiento y que los intermetálicos aciculares se formaron durante el enfriamiento.

La evidencia microestructural sugiere que la estequiometría del carburo reactivo cambia durante el tratamiento térmico a temperaturas por encima de 775°C y que se forman carburos con diferentes estequiometrías. Es sensato asumir que ya que es el Al₄C₃ el producto y no junto con el intermetálico, es la fracción de carbono, x, la que se reduce durante el tratamiento térmico. A 800°C y por encima, parecería que la difusión del carbono ocurre para formar Al₄C₃ y TiC_x donde x<1. Puede ser que este proceso alcance rápidamente el equilibrio o que el proceso sea mucho más lento que la reacción por debajo de esta temperatura. Frage *et al* [27] y Viala *et al* [26] propusieron este tipo de comportamiento en el sistema Al-TiC.

Así, se puede concluir que cuando las partículas de TiC están en contacto con Al líquido arriba de 775°C y hasta 1000°C, el mecanismo de la reacción se puede describir ya sea por;



o por,



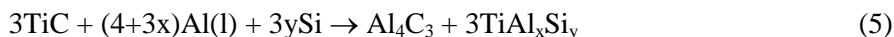
donde x es aproximadamente 1. En este estudio, la reacción (4) es el mecanismo más probable que esté ocurriendo. A T>775°C una cantidad de Ti es disuelta del TiC hasta que una composición de equilibrio se establezca en el líquido. Durante el enfriamiento y la solidificación, la solubilidad del Ti en el Al se reduce lo que da lugar a la precipitación de Al₃Ti con una morfología acicular. Mientras tanto, el C se disuelve y llega un punto en que difunde de la estructura del TiC hasta que se alcanza un TiC_(x-y) en equilibrio para una temperatura dada. El valor de (x-y) se aproxima a la unidad conforme la temperatura se incrementa.

Con respecto a la aleación Al-7%Si, se observó un comportamiento similar al sistema con Al puro, en donde la reactividad exhibió un máximo a 800°C. La disolución de TiC en una aleación Al-7%Si fue previamente reportada [16-17], dando lugar a la formación de Al₄C₃ y un intermetálico complejo Ti-Al-Si. En este trabajo, la composición aproximada para este compuesto fue TiAl_{2.14}Si_{0.38}. Las similitudes encontradas en ambos sistemas son evidentes pero está claro que la presencia de Si acrecienta la actividad química de tal forma que la cinética de disolución del TiC se incrementa sobremanera. Por ejemplo, a 700°C se encontró que después de 48 h, 17.7% del TiC había reaccionado en Al puro, mientras que en Al-7%Si después de tan solo 6 h, 61% de las partículas de TiC habían reaccionado.

Arriba del punto eutéctico y por debajo de 850°C, la disolución de TiC en Al-7%Si es rápida y procede por la difusión de Ti y C en el líquido y cuando los límites de solubilidad son excedidos, ocurre la precipitación de los productos de reacción. El C tiene muy baja solubilidad en Al fundido y la adición de Si reduce la solubilidad del Ti [28] y C [22] en el Al líquido. Esto conduce a una rápida saturación local y la precipitación de intermetálicos Ti-Al-Si y Al₄C₃ en la interfase partícula-matriz. El comportamiento es similar en el Al puro excepto que la solubilidad del Ti es mayor y los intermetálicos crecen más grandes, mientras que en la matriz Al-7%Si, la nucleación en lugar del crecimiento parece ser favorecida.

Después de permanecer a 850°C y a mas alta temperatura, los niveles de TiC remanente son altos, pero al igual que en el Al puro, el Al₄C₃ también fue detectado. Sin embargo, en este caso la fracción de TiC es casi constante hasta 1000°C.

En la aleación Al-7%Si, las partículas de TiC no son estables a y por debajo de 800°C y reaccionan de acuerdo a;



A temperaturas mayores a 800°C, un mecanismo análogo como el propuesto para el Al puro es posible que ocurra con la aleación Al-7%Si.

Se debe de tener cuidado con la interpretación del comportamiento de la reacción en la Figura 6 para la disolución del TiC en Al y Al-7%Si a temperaturas por arriba de 775°C y 800°C respectivamente. El proceso de normalización considera que las reacciones (1) y (2) ocurren en el intervalo de temperaturas estudiado. Sin embargo, el análisis de los resultados indica que el TiC es parcialmente estable arriba de estas temperaturas de acuerdo a la reacción (4). Esto sugiere que la fracción de TiC puede ser alta y aproximadamente constante.

5. CONCLUSIONES

Se encontró que el TiC reacciona lentamente en estado sólido y que la reacción se incrementa con la temperatura a un máximo a 725°C con Al puro. A temperaturas mayores, la reactividad disminuye. El comportamiento es

similar cuando las partículas se encuentran en una aleación Al-7%Si. En este caso, el TiC reacciona rápidamente arriba de 600°C y la cinética de la reacción se incrementa a un máximo a 800°C.

Entre las temperaturas de 800 y 1000°C, la disolución del TiC en Al puro produce únicamente Al₄C₃ a niveles que disminuyen conforme la temperatura se incrementa. En la aleación Al-7%Si, a 850°C y a temperaturas mayores, la velocidad de reacción de las partículas de TiC se reduce dramáticamente y no se forman bloques de intermetálicos a pesar de que pequeñas cantidades de Al₄C₃ están presentes en la microestructura.

El mecanismo de disolución a temperaturas mayores de 775°C es diferente del observado a bajas temperaturas y resulta principalmente en la formación de Al₄C₃. Este hecho concuerda con las teorías que proponen que el TiC con alta estequiometría no está en equilibrio en baños de Al y, por lo tanto, el C difunde de la estructura hasta alcanzar una composición hipostequiométrica lo cual resulta en la precipitación de Al₄C₃ y de la fase acicular Al₃Ti. La precipitación del intermetálico ocurre durante el enfriamiento y la solidificación. La evidencia experimental sugiere que un mecanismo similar ocurre cuando el TiC está en una aleación Al-7%Si.

Agradecimientos. Los autores agradecen el apoyo recibido por parte de la CIC de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo.

REFERENCIAS

1. Miracle DB. *Composites Science and Technology*. 2005; **65** (15-16): 2526-2540.
2. Viala JC, Bosselet F, Laurent V, Lepetitcorps Y. *Journal of Materials Science*. 1993; **28** (19): 5301-5312.
3. Lloyd DJ. *Composites Science and Technology*. 1989; **35** (2): 159-179.
4. Lloyd DJ, Lagace H, McLeod A, Morris PL. *Materials Science and Engineering A*. 1989; **107** 73-80.
5. Viala JC, Peronnet, M., Bosselet, F., Bouix, J. In: Proc. ICCM12, Cambridge, UK 1999; Woodhead Publishing; 739-747.
6. Kennedy AR, Karantzalis AE, Wyatt SM. *Journal of Materials Science*. 1999; **34** (5): 933-940.
7. Albiter A, Leon CA, Drew RAL, Bedolla E. *Materials Science and Engineering A*. 2000; **289** (1-2): 109-115.
8. Kennedy AR, Wyatt SM. *Composites Part A*. 2001; **32** (3-4): 555-559.
9. Contreras A, Salazar M, Leon CA, Drew RAL, Bedolla E. *Materials and Manufacturing Processes*. 2000; **15** (2): 163-182.
10. Leon CA, Lopez VH, Bedolla E, Drew RAL. *Journal of Materials Science*. 2002; **37** (16): 3509-3514.
11. Kennedy AR, Weston DP, Jones MI. *Materials Science and Engineering A*. 2001; **316** (1-2): 32-38.
12. Svendsen L, Jarfors, A. *Materials Science and Technology*. 1993; **9** (11): 948-957.
13. Kennedy AR, Weston DP, Jones MI, Enel C. *Scripta Materialia*. 2000; **42** (12): 1187-1192.
14. Nukami T, Flemings, M. C. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995; **26** (7): 1877-1884.
15. Banerji A, Reif W. *Metallurgical Transactions A*. 1986; **17A** 2127-2137.
16. Mohanty PS, Gruzleski, J. E. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1994; **31** (2): 179-184.
17. Mohanty PS, Gruzleski JE. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1995; **43** (5): 2001-2012.
18. Kennedy AR, McCartney DG, Wood JV In: Synthesis and processing of lightweight metallic materials, Las Vegas, Nevada, USA 1995; TMS Warrendale PA; 261-274.
19. Moldovan G, Brown, P. D., Harrison, I. *Journal of Materials Science and Technology*. 2004; **20** 16-20.
20. Oden LL, McCune RA. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1987; **18** 2005-2014.
21. Simensen CJ. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1989; **20** 191.
22. Jacquier C, Chaussende D, Ferro G, Viala JC, Cauwet F, Monteil Y. *Journal of Materials Science*. 2002; **37** (15): 3299-3306.
23. Pandey AB, Mishra RS, Mahajan YR. *Materials Science and Engineering A*. 1996; **206** (2): 270-278.
24. Mitra R, Fine ME, Weertman JR. *Journal of Materials Research*. 1993; **8** (9): 2370-2379.
25. Satyaprasad K, Mahajan YR, Bhanuprasad VV. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1992; **26** (5): 711-716.
26. Viala JC, Vincent C, Vincent H, Bouix J. *Materials Research Bulletin*. 1990; **25** (4): 457-464.
27. Frage N, Frumin N, Levin L, Polak M, Dariel MP. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1998; **29** (4): 1341-1345.
28. Youdelis WV. *Metals Science*. 1978; **12** 363-367.