

Fe-6.5wt%Si 합금의 역학특성에 미치는 어닐링 효과

윤영기* · 윤희석** · 홍성길***
(1999년 12월 15일 접수)

Effect of Annealing on the Mechanical properties of Fe-6.5wt%Si Alloy

Young-Ki Yoon, Hi-Seak Yoon and Sung-Kil Hong

Key Words : Fe-6.5wt%Si(6.5% 규소 중량농도의 규소강), Floating Zone Method(광학식 부유 대역 용융법), Polycrystal(다결정), Single Crystal(단결정), Annealing(어닐링)

Abstract

6.5wt%Si steel is widely known as an excellent magnetic material because its magnetostriction is nearly zero. The AC magnetic properties and magnetostriction of 6.5%Si steel sheet were evaluated and compared with those of conventional 3% Si steel sheet. In this paper, the fracture behavior of the poly crystals and single crystals of Fe-6.5wt%Si alloy has been observed. Single crystals were prepared by Floating Zone (FZ) method, which melts the alloy by the use of high temperature electron beam in pure argon gas condition. And the single crystals were annealed at 500°C and 700°C respectively and tensile tested at room temperature. According to the result, B2 phase has more good elongation than DO₃ phase. It was also found that the fracture surfaces of the single crystals have hairline facets in same direction, and the facets change the direction according to the single crystal phase.

1. 서론

Fe-Si 합금은 전기 강판으로써 다양한 기계 동력장치의 모터나 변압기의 철심등에 사용될 뿐 아니라 고효율 및 철심 손실이 많은 전기 재료 분야 특히, 고속 모터, 저소음 변압기 및 고주파 유도자(inductor) 등에 널리 응용되는 재료이다.⁽¹⁻³⁾ Fe-6.5wt%Si(이후 6.5% 규소강 이라 함)은 매우 낮은 자기변형(magnetostriction)과 높은 전기적 내후성(resistivity), 높은 투자율(permeability) 및 낮은 자기이력(hysteresis)의 특성때문에 자기장치(magnetic device)에서 매우 유용하게 적용할 수 있다는 것은 잘 알려져 있다. 또한, 6.5% 규소 강판으로 만들어진 유도자의 전력 손실이 3% 규소 강판으로 제작된 유도자와 비교하여 30%이상 감소함은 실험적

으로 알려져 있다.⁽⁴⁾ 더불어, 6.5%규소강은 규소를 보다 소량 포함하고있는 것 (현재 사용중인 대부분의 3%규소강)에 비하여 응답성(responsive)이 좋다는 것 또한 이미 밝혀져 있다. 특히, 규소강 합금의 자기적 특성은 규소의 양에 크게 의존하는데 6.5% 규소강에서 가장 좋은 특성을 보이고 있다.⁽⁵⁾ 그래서, 현재까지의 6.5% 규소강에 대한 연구는 전기적인 특성, 특히 모터나 변압기의 수명과 성능을 향상시키는데 목적을 두고 연구되어 왔으며, 최근에는 규소강판의 손실 저하, 전기적 성능향상 및 소음 저하 등에 관한 연구가 많다.⁽⁶⁾

그러나 규소의 증가는 동시에 가공성의 저하를 동반하기 때문에 실제 상용화되어진 것은 한결같이 3% 규소를 포함하고있는 합금이다. 최근 CVD(Chemical Vapor Deposition)기법을 이용하여 성공적으로 상업용 크기의 6.5% 규소 강판을 만들었으나⁽⁷⁾ 이를 실용화하는 데에는 규소의 증가에 다른 취성의 메커니즘을 포함한 많은 점들이 규명되어야 할 것이다. 지금까지는 규소량에 따른 취성 기구를 규명하기 위해서 6.5%규소를 포함한 리본형태의 규소강에 있어서 어닐링에

* 회원, 전남대학교 대학원 기계공학과
E-mail : ykoon@chonnam.ac.kr
TEL : (062)530-0433 FAX : (062)530-1689

** 회원, 전남대학교 기계공학과

*** 회원, 전남대학교 금속공학과

대한 연구,⁽⁸⁾ 연성 향상을 위한 Ni, Mn의 첨가 효과⁽⁹⁾ 등 상용화를 위한 연구가 진행되고 있으나 성과는 미약한 실정이다. 따라서, 본 연구에서는 Fe-6.5wt%Si 합금의 파괴 형태에 주목하여, 규소강 합금에 대한 어닐링 조건과 취성과의 관계를 밝히기 위하여 다결정과 단결정 시편을 어닐링하여 인장실험 후 파단면의 조직을 관찰하여 어닐링 조건에 따른 재료의 연성을 비교/분석하였다.

2. 실험 방법

2.1 시편 준비 및 제작

99.99wt% 철과 99.999wt% 규소를 사용하여 진공상태에서 아크 용해기(다이아진공㈜ ACM-01S형)로 Fe-6.5wt%Si 주 잉고트(master ingots)을 용제하였다. 제작된 잉고트로부터 방전가공기(spark machine)를 이용해 지름 10mm, 길이 100mm의 크기로 제작된 봉(rod)형 시료들을 단일방향으로 정렬시킨 후 광학식 부유 대역 용융법(光學式 浮游帶域 熔融法), 일명 FZ(Floating zone)법⁽¹⁰⁻¹³⁾을 이용해 동합금의 단결정을 제작하였다. 결정 성장은 고순도 아르곤 가스 분위기 하에서 성장속도 5mm/h에서 광학적 열원을 가지고있는 단결정 성장 장비(NEC SC-35HD)를 이용하여 실시하였다. 제작된 결정의 방향은 X-ray 배면반사 라우에법과 주사형 전자현미경(일본전자㈜ JSM-840A)을 통해 SEM-EBSF법을 이용하여 해석하였다. 또한 EDS를 이용하여 만들어진 잉고트의 성분비를 확인하였다.

완성된 단결정체(Single Crystal) 잉고트와 다결정체(Polycrystal) 잉고트를 방전가공기를 이용하여 절단함으로써 총 길이 15mm, 폭 6mm, 두께 2mm의 도그본(dogbone)형태의 인장시편을 제작하였다. Fig. 1은 인장 실험 시험편의 형상 및 규격이다.

Fig. 2(a)는 주 잉고트를 균질화 처리 하기 위해 노(爐) 내에서 1000℃로 48시간 동안 어닐링 처리

하고 서서히 냉각시킨 후 균질화 처리된 단결정의 주 잉고트를 석영관에 밀봉하여 넣어 1000℃의 도가니에서 1시간동안 2차 어닐링 처리한 다음 오일에 급냉시켜 A2 상의 시편을 만드는 과정을 보여주고 있다.

Fig. 2(b)는 제작된 판상의 단결정 인장시편을 석영관에 밀봉하여 넣은 후 각각 500℃와 700℃로 재차 1시간동안 어닐링 한 후 오일로 냉각시켜 B2와 DO₃ 상의 시편을 만들기 위한 어닐링 사이클을 보여준다. 이때 어닐링 중 석영관내에서 인장시편의 표면 손상을 방지하기 위해 용접이 3000℃인 탄탈(Tantalum) 박막으로 시편을 감싸 보호하였으며, 석영관 내에는 산소를 충분히 제거하기 위해 탈산제로써 티타늄 조각을 넣어서 어닐링하였다.

어닐링 작업 후 제작된 각각의 인장시편들을 먼저 연마지 400 ~ 1500번을 이용하여 기계연마한 후 8℃의 전해용액(CH₃COOH : HClO₄ = 9:1)에서 15V/6A로 5분 동안 전해 연마함으로써 표면

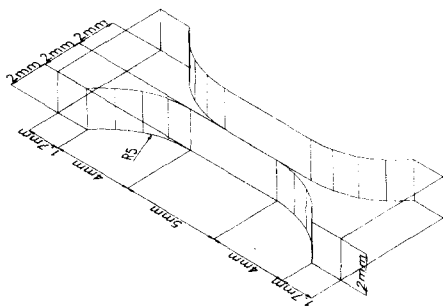


Fig. 1 Geometry of Fe-6.5wt%Si tensile specimen

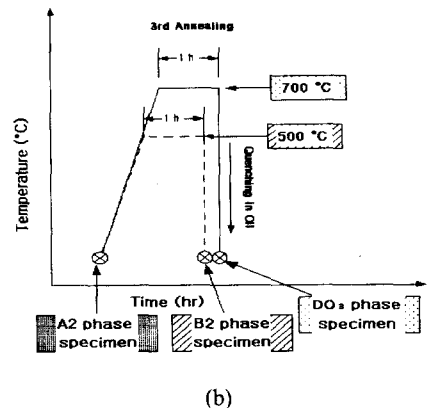
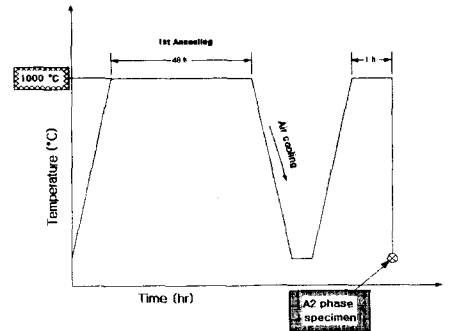


Fig. 2 A cycle of the annealing for Fe-6.5wt%Si specimen. (a) shows the annealing cycle for A2 phase specimens, (b) shows the annealing cycle for B2 and DO₃ phase specimens

의 손상을 모두 제거하여 시편 표면의 금흔 자국으로 인하여 인장 실험 결과에 영향을 미치는 것을 방지하였다.

2.2 상태도 및 시편 상(phase)

Fig. 3 에 Fe-Si 2 원계 평형상태도를 나타냈다. 순수 규소의 용융점은 (1,412± 2)℃이며, Fe 가 많은 영역(본 연구의 6.5% 규소강)에서는 bcc 구조를 갖는 B2 타입의 α₂ 와 DO₃ 형 초격자 결정구조를 갖는 α₁ 및 A2 형태의 α 상이 존재한다. 1 시간동안 700℃에서 어닐링하여 α -Fe(bcc 상)에서 α₂ (B2 상)으로 상변태 시켰으며 동일한 방법으로 1 시간동안 500℃ 어닐링하여 α -Fe(bcc 상)에서 α₁ (DO₃ 상)으로 상변태시켰다.

Fig. 4 는 각 상의 격자 구조를 보여주고 있으며, Fig.5 는 각 어닐링 조건에서의 격자구조를 확인하기 위한 XRD 패턴을 나타내며, 이로부터 각 시편의 어닐링 조건에 따른 A2, B2, DO₃ 상(phase)이 각각 BCC, FCC 구조임을 확인할 수 있었다

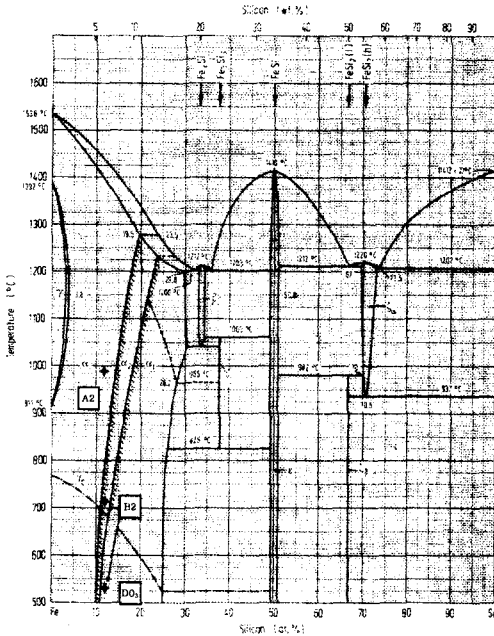


Fig. 3 Fe-Si phase diagram⁽¹⁵⁾

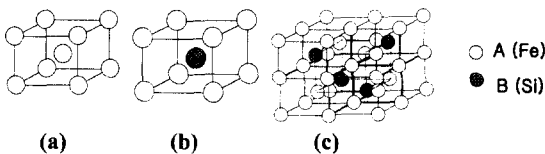


Fig. 4 Unit cell of (a)A2, (b)B2 and (c)DO₃ phase

2.3 인장실험

Kim 등⁽¹⁴⁾은 Fe-14at.%Si 합금의 비교적 큰 인장 연성을 갖는 B2 상 영역에서 실험을 수행하였으나 본 논문에서는 전해연마가 종료된 다결정 및 A2, B2 와 DO₃ 구조를 갖는 단결정 시편에 대하여 수행하였다. Table 1 은 사용한 인장시편의 열처리 조건 및 결정 구조를 보여주고 있다. 인장 실험을 위한 실험 장비로는 TOYO BALDWIN(주) UTM-1 형 TENSILON 를 이용하였으며, cross head 속도를 0.05mm/min 으로 일정하게 하여 상온에서 실시하였다.

2.4 시편의 미세구조 관찰

광학현미경(OM), X-ray 배면 라우에법, 주사전자현미경(SEM)을 이용해 변형된 시편의 미세구조를 관찰하였다. 먼저 광학현미경을 이용하여 슬립(slip) 형태와 파단 면의 변형 구조를 관찰하였으며, X-ray 배면 라우에법을 이용하여 시편의 인장 방향과 파단면 및 슬립면에 대하여 관찰하였다.

시험시편의 파단면은 주사전자현미경 (주)일본 전자 JSM-840A)을 이용하여 다양한 어닐링 조건에 따른 재료의 구조 및 파괴 형태에 대하여 관찰하였다. 특히, 6.5% 규소강의 역학특성에 미치는 결정내의 규칙상의 영향을 기존 금속 파단면 형태와 비교하여 재료의 성질을 설명하였다.⁽¹⁶⁻¹⁷⁾

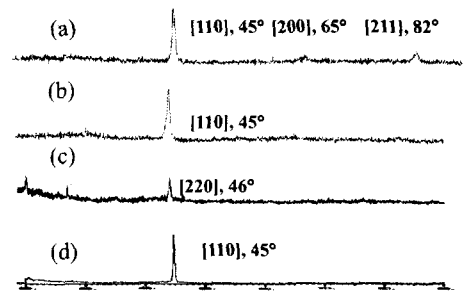


Fig. 5 XRD patterns (a)A2, (b)B2, (c)DO₃ and (d) polycrystal phase

Table 1 Characteristics of Specimen according to annealing and crystal structure

	Type of crystal	Annealing	structure
Specimen 1	Polycrystal	-	-
Specimen 2	Single crystal	1000℃/1hr	(A2/α)
Specimen 3	Single crystal	500℃/1hr	(DO ₃ /α ₁)
Specimen 4	Single crystal	700℃/1hr	(B2/α ₂)

3. 실험 결과 및 고찰

3.1 인장실험 결과

Fig. 6는 6.5% 규소강 다결정 및 단결정 시편에 대한 인장실험 결과를 나타내고 있다. 내부 잔류 응력을 제거한 다결정 6.5% 규소강 시편의 경우 인장 파단 응력은 252MPa를 나타냈으며, 연신율은 0.05%로 극히 낮음을 알 수 있다. 따라서, 다결정의 경우 취성 곡선을 나타냄을 알 수 있다.

용체화 열처리(solution heat treatment)후 1000°C로 2차 어닐링 후 급냉시켜 얻은 A2 type의 6.5% 규소강 단결정 시편의 경우 인장 파단 응력은 671MPa를 나타냈으며, 연신율은 0.57%로 다결정 시편에 비해 강도와 연신율이 상당히 많이 향상되었음을 알 수 있다.

1000°C로 열처리 후 급냉하고 재차 500°C로 어닐링한 DO₃ type 6.5% 규소강 단결정 시편의 경우 인장파단 응력은 595MPa를 나타냈으며, 연신율은 0.49%로 다결정 시편에 비해 강도와 연신율이 높으나 1000°C에서 어닐링 한 후 급냉시켜 얻은 A2 type의 단결정에 비해서는 강도와 연신율이 약간 저하함을 알 수 있다.

1000°C로 열처리 후 급냉하고 재차 700°C로 어닐링한 B2 type 6.5% 규소강 단결정 시편의 경우 인장파단 응력은 582MPa를 나타냈으며, 연신율은 0.58%로 다결정 시편에 비해 강도와 연신율이 높으며 1000°C 단결정에 비해서는 강도가 떨어지지만 연신율은 약간 높음을 알 수 있다. 또한, 500°C에서 어닐링한 시편에 비해서는 연신율이 증가함을 알 수 있다. 그 이유는 열처리 온도

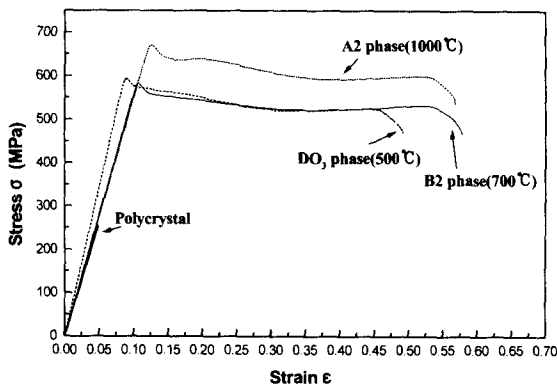


Fig. 6 The result of tensile test in Fe-6.5wt% Si polycrystal, α_2 (A2), α_1 (DO₃) and α_2 (B2) single crystal specimen under room temperature

에 따라서 500°C에서 어닐링한 시편은 DO₃ 구조를 가지며 700°C에서 어닐링한 시편은 B2 구조를 갖기 때문이다.

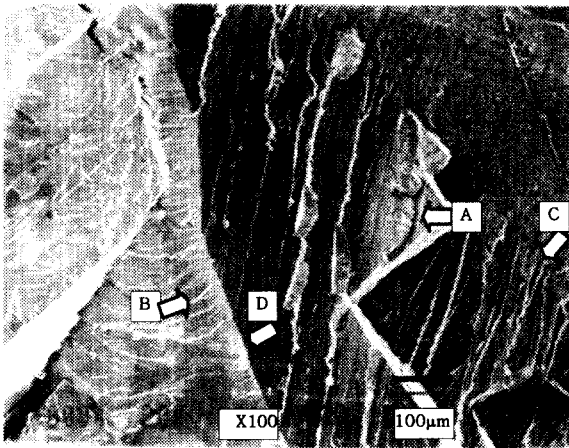
3.2 현미경 관찰 결과

Fig. 7는 6.5% 규소강 다결정 시편에 대한 인장 실험 후 파단 면에 대한 주사전자현미경 사진이다. 저배율 Fig. 7(a)에서는 강 무늬(river pattern: 굵은 화살표 B), 벽개 계단(cleavage step: 굵은 화살표 A), 경사 경계(tilt boundary: 굵은 화살표 C) 그리고 비틀림 경계(twist boundary: 굵은 화살표 D) 현상을 볼 수 있었다. 이들 현상들은 전형적인 취성 재료의 벽개 파괴된 파면에서 나타나는 양상으로 다결정 재료의 취성 정도를 알 수 있다. 또한, 고배율 Fig. 7(b)에서는 벽개 파괴에서 쉽게 발견할 수 있는 쌍정-기지 계면을 따라 일어난 벽개 균열의 국부적 편향으로 생긴 미세한 크기의 높이 상승(소위 “혀(tongue)”)라고 하는: 굵은 화살표)을 보여주고 있다.⁽¹⁸⁾ 흑색 가는 화살표는 파괴의 진행 방향을 나타내고 있다.

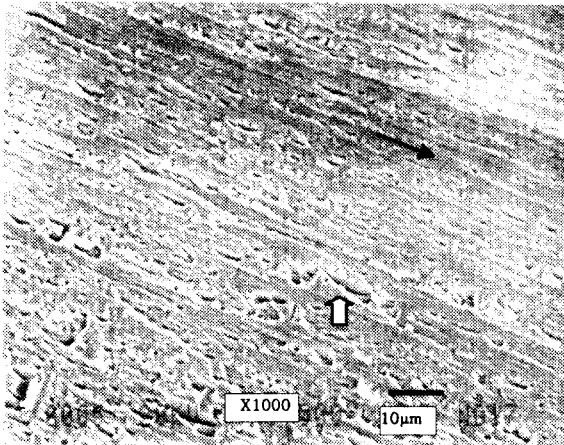
Fig. 8는 α_2 (A2)상의 6.5% 규소강 단결정 시편에 대한 인장 실험 후 파단 면에 대한 주사전자현미경 사진이다. Fig. 8(a)에서 가는 화살표는 균열의 진전 방향을 나타내고 있으며, 균열의 진전 방향과 60°각도로 가로 직선 균열(transverse straight crack: 굵은 화살표)이 다수 있음을 알 수 있다. 또한, Fig. 8(b)에서는 벽개 깃털(cleavage feather: 굵은 검정 화살표)모양의 파괴양상을 볼 수 있다.

Fig. 9은 α_1 (DO₃)상의 6.5% 규소강 단결정 시편에 대한 인장 실험 후 파단 면에 대한 주사전자현미경 사진이다. Fig. 9(a)에서 가로 직선 균열(굵은 화살표)이 다수 있으나 Fig. 8(a)와 달리 가로 직선 균열과 균열의 진전 방향(가는 화살표)이 50°의 각도로 α 상의 경우와 비교하여 변화하였음을 알 수 있다.

Fig. 10은 α_2 (B2)상의 6.5% 규소강 단결정 시편에 대한 인장 실험 후 파단 면에 대한 주사전자현미경 사진이다. α_1 , α 상에 비해 벽돌 적층 모양의 가로 직선 균열이 줄어 들었으며, 균열 진전은 α_1 상과 동일함을 알 수 있었다. 특히, Fig. 10(a)에서는 벽개 단(cleavage steps: 굵은 화살표)을 발견할 수 있다. 고배율의 조직(b)에서는 두 개의 변형을 갖는 벽개 파괴(굵은 화살표)사이의 상호 작용에 의해 생기는 헤링본(herringbone) 형태의 구조⁽¹⁹⁾(가는 화살표)가 관찰된다.

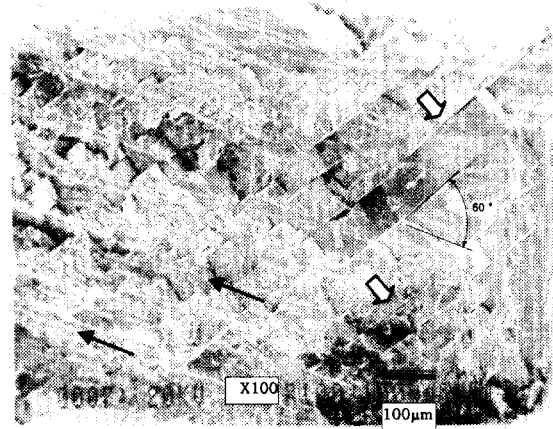


(a)

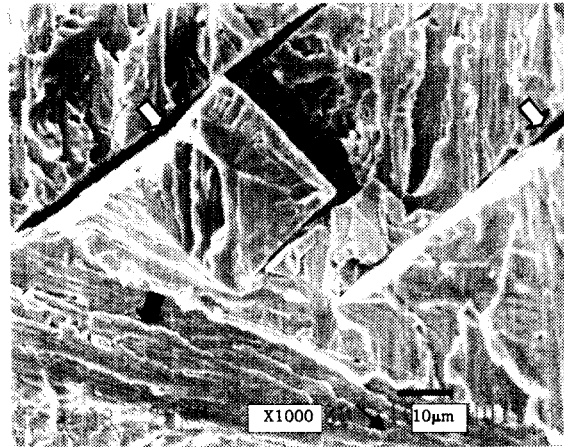


(b)

Fig. 7 Fracture from a tensile test in Fe-6.5wt%Si ploy crystal. (a) Broad arrows show **A** Cleavage steps, **B** River patterns, **C** Tilt boundaries, and **D** Twist boundary. (b) A broad arrow points to tongues formed on a cleavage fracture and a slender arrow indicates fracture direction

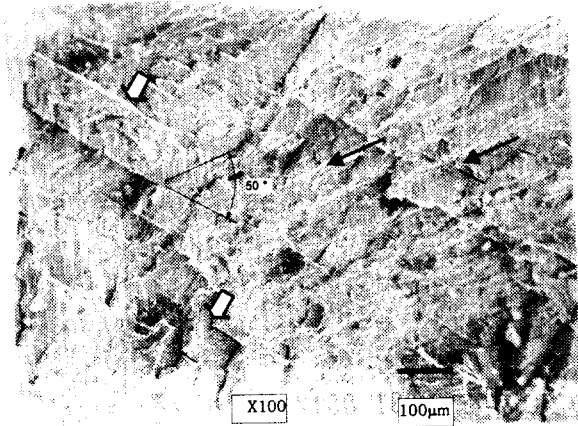


(a)

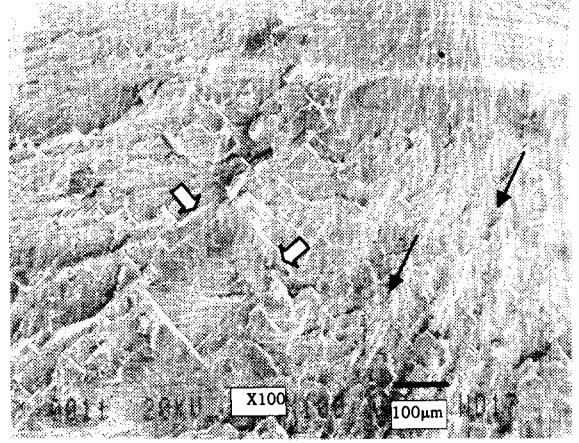


(b)

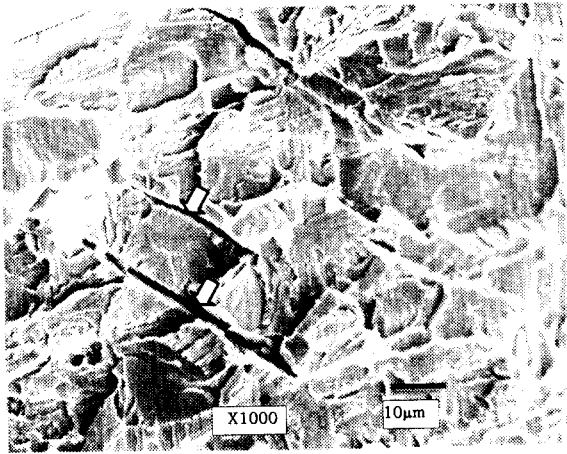
Fig. 8 Fracture from a tensile test in $\alpha(A2)$ phase Fe-6.5wt%Si single crystal. (a) Broad arrows show transverse straight cracks parallel to fracture surfaces and slender arrows indicate fracture direction. (b) Broad arrows show transverse straight cracks parallel to fracture surfaces and a black broad arrow indicates cleavage feathers and a slender arrow points back to fracture origin



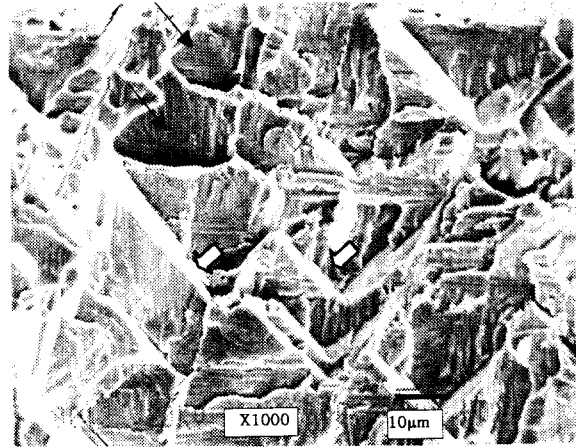
(a)



(a)



(b)



(b)

Fig. 9 Fracture from a tensile test in $\alpha_1(D0_3)$ phase Fe-6.5wt%Si single crystal. (a) Broad arrows show transverse straight cracks parallel to fracture surfaces and slender arrows indicate fracture direction. (b) Broad arrows show transverse straight cracks to parallel at each other

Fig. 10 Fracture from a tensile test in $\alpha_2(B2)$ phase Fe-6.5wt%Si single crystal. (a) Broad arrows show cleavage steps and slender arrows indicate fracture direction. (b) Broad arrows show cleavage steps and slender arrows indicate herringbone structures

Table 2 The comparison of mechanical properties for different crystal types and annealing conditions

Crystal structure	Type of crystal	E (GPa)	σ_Y (MPa)	σ_{TS} (MPa)	δ (%)	H_V
Specimen 1	Polycrystal	5.04	252	252	0.05	389
Specimen 2 (A2/ α)	1000°C annealed Singlecrystal	5.33	650	671	0.57	376
Specimen 3 (DO ₃ / α_1)	500°C annealed Singlecrystal	6.90	570	595	0.49	365
Specimen 4 (B2/ α_2)	700°C annealed Singlecrystal	5.48	565	582	0.58	348

E: Young's modulus(MPa)

 σ_Y : Yield strength(MPa) σ_{TS} : Tensile strength(MPa) δ : Elongation(%) H_V : Vicker's hardness

3.3 어닐링 조건과 기계적 특성의 관계

Table 2 는 본 연구에서 수행한 다른 열처리 조건과 결정 구조에서의 기계적 특성을 나타냈다. DO₃ 구조 단결정의 경우 다른 시편에 비해 탄성계수가 큼을 알 수 있었으며 재료가 변형을 잘 일으키지 않는다는 것을 알 수 있다. 다결정의 경우 경도는 조금 높지만, 입계 취성과파괴를 일으키며 항복 응력 및 연신률이 현저히 작음을 알 수 있다. 이는 결정 구조내의 G.B.(grain boundary)가 압축 소성변형으로 발생하는 전위이동을 방해함으로써 연신률과 항복강도가 낮음에도 불구하고 높은 경도를 보임을 알 수 있다.

단결정 재료의 경우 다결정 재료에 비해 강도 연신율은 우수함을 알 수 있으며, 단결정 재료 중 A2 구조의 경우 DO₃와 B2 구조에 비해 강도와 연신율이 좋았으며, B2 구조의 경우 경도가 가장 낮음을 알 수 있다. 그러나, DO₃ 구조의 경우 단결정 재료 중 기계적 특성이 전반적으로 좋지 않음을 알 수 있어 판상을 만들기 위한 2차 가공인 압연이 가장 힘들 것이라는 것을 예측 할 수 있다.

4. 결론

Fe-6.5wt%Si 규소강에 대한 어닐링 조건과 기계적 특성과의 연관성에 대해 조사한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 기계적인 특성의 경우, 다결정 시편에 비해 단결정의 경우 연성이 좋으며, α (A2)상의 단결정에 비해 α_1 , α_2 상의 단결정의 강도가 떨어짐을 알 수 있었다. 재차 어닐링된 단결정의 경우, α_1 상에 비해 α_2 상의 경우 연성이 좋음을 알 수 있었다. 그러나, α_1 상 단결정의 경우 α 상의 단

결정과 α_2 상의 단결정에 비해 탄성 계수가 큼을 알 수 있었다. 또한, α_2 상 시편의 경우 비커스 경도(Vicker's hardness: H_V)가 가장 작음을 알 수 있었다.

(2) 미세 조직의 경우, 다결정(Poly crystal)을 단결정화(singlecrystalization)하면 파단면에 없던 가는 선모양의 각면(刻面)(hairline facet)이 생겼다. 또한 α_1 (DO₃)상 단결정의 경우 파괴 진행방향과 각면(刻面)의 방향의 각도가 바뀌었음을 알 수 있었다. 이는 A2 구조와 DO₃ 구조의 slip system 이 다르므로써 발생된다. 더불어, α_2 (B2)상 단결정의 경우 각면(刻面)이 감소하였음을 알 수 있었으며, DO₃ 상의 경우 압연이 불가능함을 알 수 있다.

(3) 파단 양상의 경우, 다결정의 파단면에 벽계 계단과 함께 여러가지 형태의 벽계 허가 있음으로 보아 쌍정과 기지의 계면을 따라 국부적으로 파괴가 일어남을 알 수 있었다. 그러나, 단결정의 경우 벽계계단과 함께 변형쌍정의 교차로 인한 큰 응력 집중으로 인하여 성장해가는 쌍정이 다른 쌍정에 의해 방해를 받으면서 일정 방향의 쌍정이 큰 전단변위를 일으켜 균열이 생김을 알 수 있었다.

후 기

이 연구는 1999 년 일본 AIEJ (Association of International Education, Japan) 재단과 2000 년 전남대학교 BK 사업단의 지원으로 수행되었으며, 이에 관계자께 감사드립니다. 또한 본 연구 수행에 많은 지원과 도움을 주신 일본 Osaka University 의 Prof. Y.Umakoshi 와 Dr. H.Y.Yasuda 께도 아울러 깊은 감사를 드립니다.

참고문헌

- (1) Arai, K. I., Tsuya, N., and Ohmori, K., 1981, "Annealing of Silicon-Iron Ribbons Containing Around 6.5wt% Silicon," *IEEE Trans. Magn.*, Vol. MAG-17, No. 6, pp. 3154 ~ 3156.
- (2) Tanaka, Y., Takada, Y., Abe, M., and Masuda, S., 1987, "Magnetic Properties of 6.5% Si-Fe Sheet and Its Applications", *J. Magn. Mater.*, Vol. 83, pp. 375 ~ 376
- (3) Ninomiya, H., Tanaka, Y., Hiura, A., and Takada, Y., 1991, "Magnetostriction and Applications of 6.5%Si Steel Sheet," *J. Appl. Phys.* Vol. 69, No. 8, pp. 5358 ~ 5360
- (4) Namikawa, M., Ninomiya, H., Tanaka, Y., and Takada, Y., 1998, "Magnetic Properties of 6.5% Silicon Steel Sheets Under PWM Voltage Excitation," *IEEE Trans. Magn.*, Vol. 34, No. 4, pp. 1183 ~ 1185.
- (5) Matilda Goertz, 1951, "Iron-Silicon Alloys Heat Treated in a Magnetic Field," *J. Appl. Phys.*, Vol. 22, No. 7, pp. 964 ~ 965.
- (6) Kenji Narita and Masato Enokizono, 1979, "Effect of Ordering on Magnetic properties of 6.5-Percent Silicon-Iron Alloy," *IEEE Trans. Magn.*, Vol. MAG-15, No. 1, pp. 911 ~ 915.
- (7) Takada, Y., Abe, M., Masuda, S., and Inagaki, J., 1988, "Commercial Scale Production of Fe-6.5wt%Si Sheet and Its Magnetic Properties," *J. Appl. Phys.*, Vol. 64, No. 10, pp. 5367 ~ 5369.
- (8) Arai, K. I., Satoh, H., Agatsuma, S., and Ishiyama, K., 1990, "Tertiary Recrystallization and Iron Loss of Ultra Thin Silicon Steels," *IEEE Trans. Magn.* Vol. 26, No. 5, pp. 1969 ~ 1971.
- (9) Narita, K., and Enokizono, M., 1978, "Effect of Nickel and Manganese Addition on Ductility and Magnetic Properties of 6.5% Silicon-Iron Alloy," *IEEE Trans. Magn.*, Vol. MAG-14, No. 4, pp. 258 ~ 262.
- (10) Cai, B. C., Dasgupta, A., and Chou, Y. T., 1982, "A New Technique for The Growth of Bicrystals of Refractory Metals," *J. Less-Common Met.*, Vol. 86, pp. 145 ~ 151.
- (11) Glebovsky, V. G., Moskvina, S. I., and Semenov, V. N., 1982, "Growing Techniques and Structure of Niobium Bicrystals," *J. Crystal Growth*, Vol. 59, pp. 450 ~ 454.
- (12) Semenov, V. N., Staumal, B. B., Glebovsky, V. G., and Gust, W., 1995, "Preparation of Fe-Si Single Crystals and Bicrystals for Diffusion Experiments by the Electron Beam Floating Zone Technique," *J. Crystals Growth*, Vol. 151, pp. 180 ~ 186.
- (13) Kadeckova, S., and Sestak, B., 1963, "Stabilization of Floating Liquid Zone in Preparation of Fe-Si Alloy Single Crystals," *Brit. J. Appl. Phys.*, Vol. 14, pp. 927 ~ 928.
- (14) Kim, W. Y., Hanada, S., and Takasugi, T., 1998, "Large Tensile Elongation Behavior of Fe-14 at.%Si Single Crystal," *Acta mater.* Vol. 46, No. 16, pp. 5701 ~ 5713.
- (15) Kubaschewski, O., 1982, "Iron Phase Diagrams," pp. 136-139, Springer, Berlin
- (16) Pittinato, G. F., Kerlins, V., Phillips, A., and Russo, M. A., 1975, "SEM/TEM Fractography Handbook," pp. 25 ~ 57, *Metals and Ceramics Information Center*, USA.
- (17) 小寺澤 良一, 1982, "金屬 破断面 寫真集," pp. 503 ~ 505, テクノアイ, 東京
- (18) Hertzberg, R. W., 1996, "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials," pp. 121 ~ 123, Wiley & Sons, New York
- (19) Lynch, S. P., 1986, "Herringbone Patterns on Fracture Surfaces," *Scripta Metal.*, Vol. 20, pp. 1067 ~ 1072.