

## 다발체형성과 인발공정에 의해 제조된 Cu-Nb 미세복합재료의 미세조직과 전도도

권희준 · 홍순익 · 지광구\*

충남대학교 금속공학과

\*한국과학기술연구원 금속연구부

### Microstructure and Conductivity of Cu-Nb Microcomposites Fabricated by Bundling and Drawing Process

Hoi Joon Kwon, Sun Ig Hong and Kwang Koo Jee\*

Department of Metallurgical Engineering, Chungnam National University, Teajon 305-764, Korea

\*Division of Metals, Korea Institute of Science and Technology, Seoul 136-791, Korea

(2000년 8월 17일 받음, 2000년 12월 13일 최종수정본 받음)

**초 록** 다발체형성 제조기술을 이용하여 심하게 인발가공된 Cu-Nb 미세복합재료 전선의 전기적 특성과 열처리기에 따른 미세조직 변화와의 관계에 대하여 연구하였다. 다발체형성과 인발공정에 의해 제조된 전선에서 Nb필라멘트 단면방향의 형태는 직선이거나 약간 굽은 형태로 나타났다. Nb필라멘트 형태의 차이는 고온에서의 다발체형성 제조과정중의 Nb필라멘트의 파손과 실린더화에 의해 발생하였다. Cu-Nb 미세복합재료의 비저항은 Cu-Nb 계면에서의 전자 산란에 의해 주로 결정된다. 400°C의 어닐링온도 이하에서 전도도의 감소는 침상형태 석출물의 정합변형률과 관계된 산란의 기여가 증가하기 때문이다. 비저항의 비 ( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )의 약간의 감소는 또한 Nb원자의 석출 때문이다. 500°C의 어닐링온도에서 Cu-Nb 미세복합재료의 전도도 증가는 Nb필라멘트의 조대화와 구형화때문이다.

**Abstract** The electrical properties of heavily drawn bundled Cu-Nb filamentary microcomposite wires were examined and correlated with the microstructural changes caused by thermomechanical treatments. The cross sectional shape of Nb filaments in wires fabricated by bundling and drawing appear straight or slightly curved. The different shape of Nb filaments is attributed to the break-up and cylinderization of Nb filaments during the bundling process at high temperatures. The resistivity of Cu-Nb microcomposites is predominantly controlled by electron scattering at Cu-Nb interfaces. The decrease of the conductivity below the annealing temperature of 400°C is due to the increasing contribution of the scattering associated with coherency strains of needle-shaped precipitates. The slight decrease of the resistivity ratio ( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ ) is also due to the precipitation of Nb atoms. The increase in conductivity in Cu-Nb microcomposites at an annealing temperature of 500°C is due to the coarsening and spheroidization of Nb filaments.

**Key words:** microcomposites, electrical properties, microstructure, cold working

### 1. 서 론

심하게 가공된 Cu-Nb 미세복합재료가 60% IACS 이상의 전도도와 1GPa에 이르는 인장강도를 갖는다는 것은 잘 알려진 사실이다.<sup>1-4)</sup> Nb은 Cu에 대한 고용도가 낮기 때문에 Cu의 전도도는 Nb의 첨가에 의해 큰 영향을 받지 않는다. Cu-Nb 미세복합재료를 심하게 가공함에 따라 Nb 수지상은 <110> Nb 집합조직을 형성하여 미세한 리본 형태로 변화한다. Spitzig 등<sup>3)</sup>은 다발체형성 제조기술에 의해 Cu-Nb 미세복합재료의 강도를 44% 증가시킬 수 있음을 보고하였다. 이것은 작은 직경의 전선을 컨테이너에 채운 후 재인발하는 것으로, 다발체형성 제조기술을 통하여 큰 직경의 전선을 제조하여 고하중에도 견딜수 있는 전선을 제조할 수 있다. 큰 직경의 전선은 전선의 전기적 파손과

파단을 방지할수 있을 뿐만 아니라 전류량도 증가시킬 수 있으므로 고전류자석 응용분야에 사용될 수 있다. 그러나, Spitzig 등<sup>3)</sup>은 다발체형성에 의해 제조된 전선을 냉간가공함에 따라 그 강도의 증가는 부전선재(sub-elemental wire)의 연속적인 냉간가공에 의한 것보다 낮은 속도로 증가한다는 것을 관찰하였다. 그들은 다발체형성에 의해 제조된 전선을 0.15mm의 직경까지 냉간가공 하였을 경우의 최대인장강도는 같은 직경까지 연속적으로 가공된 부전선재(sub-elemental wire)의 최대인장강도보다 10%정도 증가한다고 보고하였다.<sup>3)</sup> 또한 다발체 형성으로 제조된 전선의 강도가 예상보다 낮은 것은 760°C에서의 고온등압 압출 공정으로 인한 Nb필라멘트의 조대화때문이라고 제안하였다. 다발체형성 제조공정에 의한 부재료(sub-elements)는 적정하게 가공되지 않는다하면 debonding 될 수 있으므로 기

제적·전기적 특성에 영향을 줄 수 있다. 본 연구에서는 다발체형성과 인발공정에 의해 제조된 Cu-Nb 미세복합재료의 미세조직과 전기적 특성과의 관계에 대하여 연구하였다.

## 2. 실험 방법

Cu-15wt.%Nb (Cu-15.6vol.% Nb)는 초고순도 아르곤분위기 하에서 double consumable arc melting을 하여 직경 7.6cm와 길이 34.3cm의 주괴를 만들었다. 주괴는 이후 직경 7.0cm까지 표면가공한 후 외경 7.6cm의 구리캔속에 삽입하였다. 구리캔은 Cu-Nb 선재간의 결합력을 향상시키기 위한 보조재로 사용되었으며 전체부피분율은 5% 이하이다. 그런 후 Cu-Nb는 750°C에서 직경 2.5cm까지 압출한 후 1.5mm까지 냉간인발하였다. 1.5mm까지 인발된 Cu-Nb는 구리캔속에서 다발로 묶고 750°C에서 100MPa의 압력으로 고온등압 성형한 후에 직경 7.6cm까지 표면가공하고 이것을 직경 2cm까지 압출하였다. 앞서 1.5mm까지 변형가공된 전선은 다발체속에서 부재료(sub-elements)가 되고 각각의 다발로 묶인 전선은 이후에는 부전선재(sub-elemental wire)라 부를 것이다. 압출된 다발의 전선은 스웨이징과 인발과정을 통해서 2mm×3mm의 최종 단면적을 갖도록 가공하였다. 최종 인발단계에서 전선의 파단을 피하기 위해서는 전선에 대한 어닐링이 필수적으로 최종 인발단계에서 400°C로 어닐링하는 경우 전선은 65m의 길이까지 인발할 수 있었고 이런 길다란 전선길이는 자기코일을 감기 위해서 필요하다. 구리캔의 사용으로 인해 전체 Nb함량은 12.8wt.%로 감소하였다. 심하게 인발된 Cu-Nb(long) 전선은 300°C, 400°C, 500°C에서 각각 한시간 동안 열처리하였다. TEM 시편은 덤플링과 이온밀링을 통해 준비되었으며 시편을 충분히 냉각시키기 위해 시편은 이온밀링 전에 한시간 동안 액체질소속에 담가 두었다. TEM 관찰은 300kV에서 작동하는 Phillips CM30의 전자현미경을 이용하였다. 비저항은 293K의 상온과 75K의 액체질소 욕조내에서 표준 4점 직류측정기술을 이용하여 측정되었다.

## 3. 결과 및 고찰

그림 1a와 1b는 인발한 상태의 Cu-Nb 전선의 길이와 단면방향에서의 미세조직을 보여준다. 그림에서 보여지는 바와 같이, Cu기지는 얇은 Nb필라멘트에 의해 분리되어 있으며 그림 1a와 1b의 화살표는 이들 필라멘트를 가리킨다. Cu기지의 평균 폭은 98nm이고 평균 두께는 14nm로 측정되었다.<sup>5)</sup> 단면방향의 조직을 보면 다발체 형성에 의한 Cu-Nb 전선의 Nb필라멘트는 Spitzig와 그의 공동연구자들<sup>4,6,7)</sup>에 의해서 관찰된 Nb필라멘트와는 다른 형태를 가짐을 알 수 있다. 냉간 가공된 부전선재(sub-elemental wire)에서의 심하게 비틀려진 Nb필라멘트<sup>4,6,7)</sup>와는 달리, 다발체 형성에 의한 전선에서의 Nb필라멘트의 단면방향 형태는 직선이거나 약간 굽은 형태임을 알 수 있다(그림 1).

그림 2는 300°C에서 열처리한 Cu-Nb 전선의 길이방향의 미세조직을 보여준다. 300°C에서의 열처리 후에는 필라

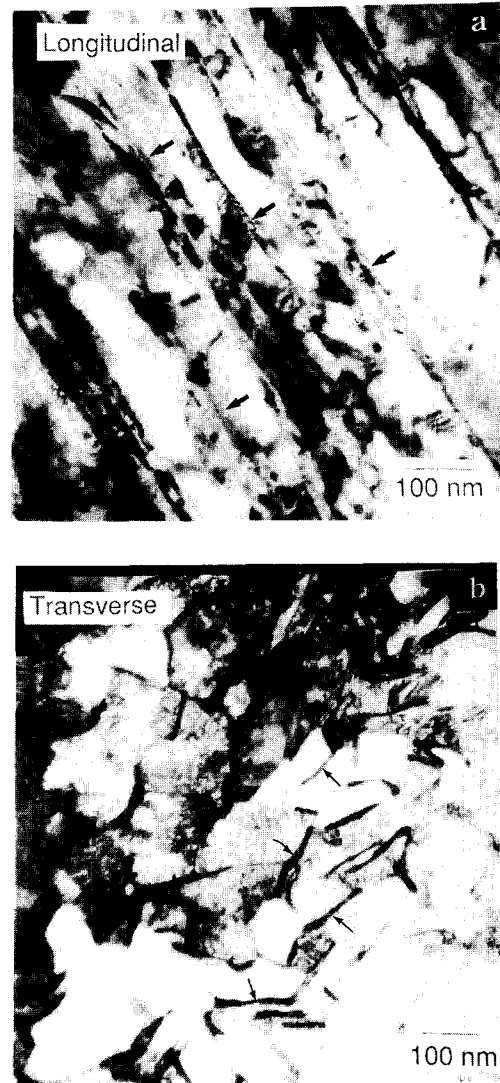


Fig. 1. Longitudinal (a) and transverse (b) TEM micrographs of as-drawn Cu-Nb wire. Arrowheads point to niobium filaments in Fig. 1.

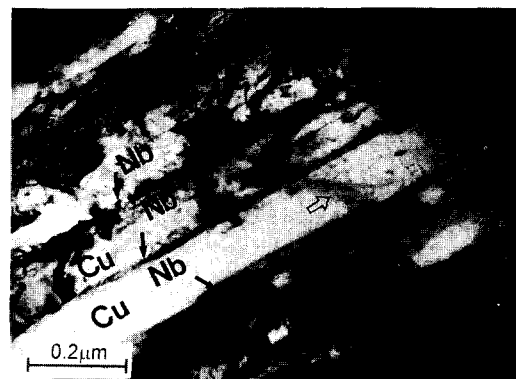


Fig. 2. Longitudinal TEM micrograph of Cu-Nb heat-treated at 300°C for one hour.

멘트형상의 뚜렷한 변화가 관찰되지 않으나, 작은 석출물이 비교적 넓은 거리의 Nb필라멘트사이의 Cu기지에서 석출

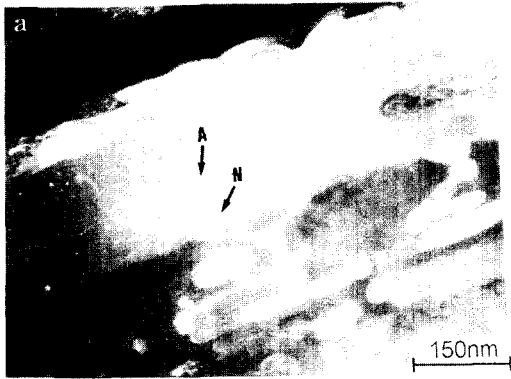


Fig. 3. Longitudinal (a) and transverse (b) TEM micrographs of Cu-Nb annealed at 400°C. Dislocation arrays are labeled, "A", dislocation networks are labeled "N".

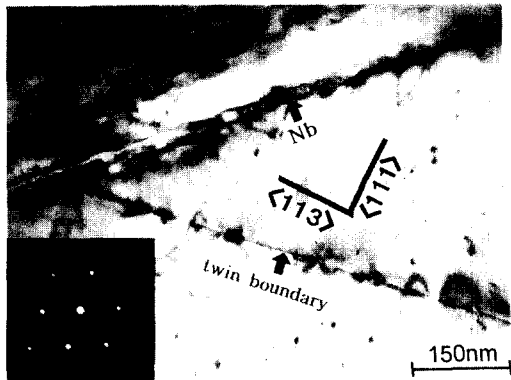


Fig. 4. A TEM micrograph of Cu-Nb bundled wire heat treated at 400°C showing a subelemental Cu-Nb wire/Cu can interface.

되었다. 그림 3은 400°C에서 열처리한 Cu-Nb의 TEM 사진이다. 길이방향에서 (3a) Nb필라멘트의 구형화가 나타난다. 그림 3a에서, TEM 사진은 Nb에서의  $g = (110)$  과 Cu의  $g = (111)$  반사를 이용한 이미지이며, 전위배열 ("A"로 표시) 과 전위 네트워크 ("N"로 표시) 가 Cu기지에서 관찰되었다. Nb필라멘트 구형화의 증거가 관찰되지 않았으며 그림 3b에서와 같이 필라멘트 모서리부분에서 약간 둥글게 변한 것이 관찰되었다. 단면방향에서의 Nb필라멘트의 구형화가 관찰되지 않는 것은 400°C에서 구형화가 단지 필라멘트의 모서리부분에서만 일어남을 나타낸다. 그림 3b에서 화살표로 표시된 선은 결정립계이며, 결정립의 성장이 Nb

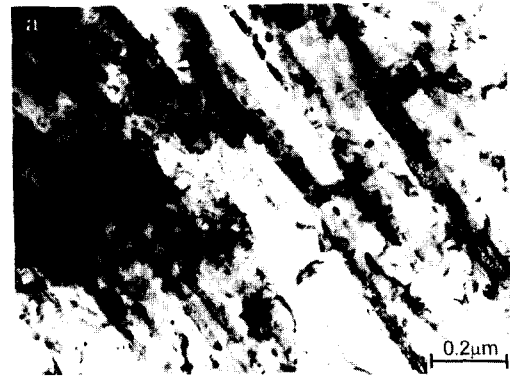


Fig. 5. TEM micrographs of a longitudinal (a) and transverse (b) sections of Cu-Nb heat-treated at 500°C showing spheroidized or split niobium filaments.

필라멘트에 의해 제한됨을 보여준다.<sup>5)</sup>

그림 4는 400°C에서 열처리한 구리캔과 부재료 (subelemental) 인 Cu-Nb 전선사이의 계면을 보여준다. 부전선재 (subelemental wire)와 구리캔사이의 계면은 결합이 없는 것으로 발견되었다.<sup>5)</sup> Cu기지의 쌍정입계는 Nb필라멘트에 의해 정지되어 있으며, 쌍정입계위의 기지에서 작은 바늘형태의 석출물은 그림 4에서 가리키는 바와 같이 [111] 방향을 따라 배열한다. 이들 침상형태의 석출물은 인발한 상태의 Cu-Nb에서는 관찰되지 않기 때문에 이온밀링에 의한 것이기보다는 열처리과정동안에 형성된 것으로 생각된다.<sup>6,7)</sup> Cu기지에서 침상형태의 석출물의 존재는 Nb원자가 다발체형성과 압출공정 동안에 구리캔속에서 확산하고 재용해됨을 뚜렷하게 가리킨다.<sup>5)</sup> Nb은 이때 중간온도에서의 열처리동안에 재석출된다. 이것은 Cu에서의 Nb원자의 확산 계수가 고온에서 증가한다는 Savena and Sharma<sup>8)</sup>의 실험결과에 의해 뒷받침되어진다. Nb필라멘트의 구형화는 그림 5a에서 보여지는 것과 같이 500°C에서 열처리한 Cu-Nb에서 좀더 뚜렷이 관찰된다. 그림 5b는 500°C에서 열처리한 Cu-Nb 전선의 단면방향에서의 구형화 또는 분리된 Nb필라멘트를 보여준다 (검은색 화살표로 표시됨). 그러나 일부 Nb필라멘트는 구형화되지 않았다 (하얀 화살표로 표시됨).

그림 6은 열처리 온도에 따른 Cu-Nb 전선의 전기 전도도 변화와 295K와 77K에서의 비저항의 비를 보여준다. 전도도는 400°C의 열처리온도까지 약간 감소하다가 400°C이

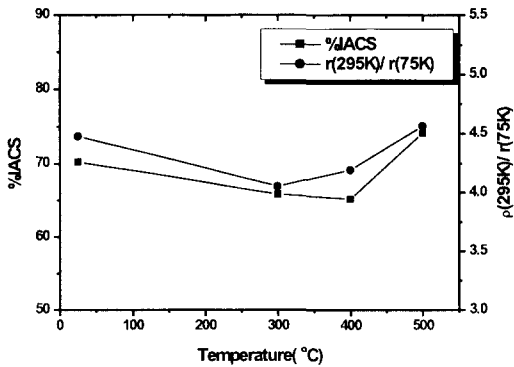


Fig. 6. The variation in the electrical conductivity and the resistivity ratios,  $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ , of Cu-Nb microcomposite as a function of heat treatment temperature.

상의 열처리 온도이상에서 급격하게 증가한다. 비저항의 비는 전도도와 유사한 경향을 보여준다.

다발체형성과 인발공정에 의해 제조된 Cu-Nb 미세복합재료의 미세조직 특징중의 하나는 일부 Nb필라멘트들이 예전의 연구결과들과는 달리 횡단면에서 비교적 직선적으로 나타난다는 것이다.<sup>7)</sup> Biselli와 Morris<sup>9)</sup>는 주조에 의해 제조된 Cu-Fe의 경우에는 비틀려진 리본형태의 필라멘트가 관찰되는 반면, 분말야금법에 의해 제조된 Cu-Fe의 단면방향에서는 상대적으로 직선적인 필라멘트가 관찰된다고 보고하였다. 그들은<sup>9,10)</sup> 분말야금법과 주조에 의해 제조된 Cu-Fe에서 BCC상의 입자들의 형상과 초기크기의 차이로 인해서 Fe필라멘트의 형태의 차이가 발생한다고 하였다. 본 연구에서 다발체형성법으로 제조된 Cu-Nb 미세복합재료에서 상대적으로 직선적인 필라멘트가 관찰되는 것은 750 °C에서 예비가열동안에 Nb필라멘트의 구형화와 조대화가 일어났기 때문이다. 가공율이 증가함에 따라 구형 또는 원통형의 Nb입자는 <110> 필라멘트 집합조직<sup>7,10)</sup>을 따라 평면변형상태가 되어 얇고 직선형태의 Nb필라멘트로 변한다. 본 연구에서의 흥미로운 결과는 400 °C의 열처리동안 형성된 침상형태 석출물의 존재이다. 구리캔은 OFHC 구리를 사용하였으므로 이러한 석출물은 Cu에 포함된 불순물이 아니라 Cu-Nb에서 고용된 Nb의 고용, 확산 및 재석출에 의한 것으로 판단된다. Knight와 Wilkes<sup>11)</sup> 그리고 Koman과 Rezek<sup>12)</sup>은 Cu-Cr계에서 <110>cu, <111>cu, <112>cu 또는 <113>cu의 성장축을 따른 판상과 침상형태의 석출물을 보고하였다. 그림4에서 석출물의 축은 <111>cu 또는 <113>cu과 평행하다. Cu-Cr 및 Cu-Nb은 구조 및 평형상태도가 비슷하므로 관찰된 석출물은 Nb인 것으로 판단된다. 그림 4에서 작은 정합 또는 부분적으로 정합인 입자들의 특징인 변형장대비효과<sup>13)</sup>는 석출물에 의해 변형장 및 응력장이 존재함을 나타낸다.

Cu-Nb 미세복합재료의 비저항은 다음과 같은 다양한 산란기구들<sup>6,14)</sup>의 기여로 나타낼 수 있다.

$$\rho_{Cu-Ag} = \rho_{pho} + \rho_{dis} + \rho_{ni} + \rho_{mp} + \rho_{ppi} \quad (3)$$

여기에서  $\rho_{pho}$ 는 음향양자(phonon)에 의한 산란,  $\rho_{dis}$ 는 전위에 의한 산란,  $\rho_{ni}$ 는 계면에 의한 산란,  $\rho_{mp}$ 는 불순물에 의한 산란,  $\rho_{ppi}$ 는 석출물의 변형장과 관련된 산란에 의한 비저항이다.<sup>15)</sup> 여기에서 가장 흥미로운 관찰중의 하나는 500 °C의 열처리 온도이하에서 전도도가 약간의 감소를 보이는 것으로, 이는 일반적으로 중간온도에서의 열처리동안 생성된 석출물이 불순물에 의한 산란의 기여를 감소시킴으로 인해서 전도도가 증가된다는 결과와 상반된다. 그러나, 석출물이 본질적으로 정합이고 격자에 대해 큰 정합변형장을 유발한다면 정합변형율에 의한 전도도 감소효과는 고용된 원자의 감소에 의한 전도도 증가효과보다 높아지게 되어 결국은 전도도가 감소하게 된다. 정합변형장은 두상 사이의 불일치를 보정하기 위해 발달되는데, 실제로 Cu-Cr합금의 경우 Cr석출물에 의한 정합변형장의 대조적 영향이 관찰되었다.<sup>11,13)</sup> Cu-Nb합금의 정합 Nb석출물의 특성에 대해서 수행된 상세한 연구결과는 없다. 하지만 본 연구결과를 보면 Cu-Nb에서 석출물의 형태와 방향관계는 Cu-Cr에서 Cr석출물의 결과와 일치한다.<sup>11,13)</sup> 따라서 전도도의 감소는 침상형태 석출물의 정합변형율과 관련된 산란의 기여가 증가하기 때문인 것으로 생각되어진다.

음향양자(phonon)에 의한 산란성분( $\rho_{pho}$ )의 기여는 온도에 강하게 의존한다.<sup>15,16)</sup> 반면 전위산란( $\rho_{dis}$ )과 불순물산란( $\rho_{mp}$ )의 온도 의존성은 격자결합의 농도 및 형태에 의존하지 않으며 안정한 미세구조와 미세화학적 조성을 갖는 재료에서는 무시되어질 수 있다.<sup>15,16)</sup> 만약 계면간 거리가 전자의 평균자유이동거리보다 작거나 비슷하게 된다면 전자의 평균자유이동거리가 온도의 감소에 따라 급격하게 증가하기 때문에 계면산란의 영향은 온도에 의해 영향을 받게 된다.<sup>16)</sup> 500 °C이하의 열처리온도에서 비저항의 비( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )의 감소 또한 석출과 관계되어질 수 있다. Hong과 Hill은 열처리온도에 따른 비저항의 비( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )의 변화는 전도도와 같은 경향을 보여준다고 하였다.<sup>16)</sup> 500 °C이하에서 열처리하는 경우 비저항의 비( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )의 감소는 Nb석출물에 의한 정합변형이 고용체에서의 Nb원자보다 전도도를 감소시키는데 더 효과적이라고 한다면 설명될 수 있다.

Karasek과 Bevk<sup>14)</sup>는 계면으로부터의 전자 산란이 나노구조의 미세조직을 갖는 미세복합재료의 비저항의 증가에 큰 기여를 한다고 보고하였다. 그들은 심하게 변형된 미세복합재료에서의 전위 산란은 300K 까지에서만 주된 산란기가 될 수 있다고 주장하였다. 그러나 최근의 TEM 연구결과들은<sup>17,18)</sup> 매우 높은 변형률에서의 전위밀도가  $10^{11}/\text{cm}^2$ 을 초과하지 않는 것을 발견하였다. 이러한 결과는 Cu기지에서 상온 인발가공 동안에 동적 회복과 재결정이 일어난다는 사실과 잘 일치하며<sup>5,7)</sup> 필라멘트간 거리, 필라멘트 두께, 전기전도도가 전선의 직경에 비례하여 감소한다는 관찰은 계면 산란이 Cu-Nb 미세복합재료에서 가장 크게 기여를 한다는 것을 말해준다.<sup>14,19)</sup> 상세한 TEM 연구결과들을 통해 Verhoven 등<sup>19)</sup>은 심하게 인발된 전선의 비저항은 거의 Cu-Nb계면에서의 전자산란 때문이며 어닐링에 따른 전기전

도도의 증가는 Nb필라멘트의 조대화와 구상화에 의한 것이라고 제안하였다. 500°C의 열처리온도에서 전기전도도의 증가는 Cu기지의 재결정과 필라멘트의 구상화 및 조대화등의 미세조직 변화들과 관계된다.<sup>5)</sup> 이러한 제안은 Cu-Nb 미세복합재료에서 400°C 이상에서 열처리를 하는 경우의 급격한 전도도의 증가는 Nb필라멘트의 조대화와 구상화에 의한 것이라는 다른 연구자들<sup>19, 20)</sup>의 결과와 일치한다.

인발한 Cu-Nb 미세복합재료에서 비교적 낮은 비저항의 비율 ( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )은 또한 계면 산란의 기여로 설명되어질 수 있다. 낮은 온도에서의 전자의 평균자유이동거리는 미세조직크기(예를 들면, 계면간 거리)보다 약간 크거나 비슷하며 온도의 감소에 따라 급격하게 증가할 것이다. 상온에서 Cu의 평균자유이동거리는 약 40nm이며<sup>19)</sup> 75K에서 Cu의 평균자유이동거리는 대략적으로 140nm인 것으로 알려졌으며<sup>21)</sup> 75K의 경우 Cu기지의 평균 폭(98nm)보다 더 크다. 75K에서 평균자유이동거리의 비교적 높은 값은 75K에서 비저항의 큰 증가를 일으키며 인발한 Cu-Nb 미세복합재료에서 비저항의 비( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )를 더욱 낮추게 된다.

#### 4. 결 론

Cu-Nb 미세복합재료 전선의 전기전도도와 미세조직에 대한 연구를 통해 다음과 같은 결론을 이끌 수 있다.

1) 다발체형성과 인발공정에 의해 제조된 전선에서 Nb 필라멘트의 단면방향 형태는 직선이거나 약간 굽게 나타났다. Nb필라멘트는 불규칙하게 분포하였으며 심하게 엉킨 Nb필라멘트는 관찰되지 않았다. Nb필라멘트 형태의 차이는 고온에서의 다발체형성 제조공정중의 Nb필라멘트의 조대화와 실린더화에 의해 발생된다.

2) 400°C의 어닐링온도 이하에서 전도도의 감소는 침상 형태 석출물의 정합변형율과 관계된 산란의 기여가 증가하였기 때문이다. 비저항의 비( $\rho_{295K}/\rho_{75K}$ )의 약간의 감소 또한 Nb원자의 석출 때문이다.

3) Cu-Nb 미세복합재료의 비저항에 대한 주된 기여는 Cu-Nb계면에서의 전자산란이다. 500°C의 어닐링온도에서 Cu-Nb 미세복합재료의 전도도의 증가는 Nb필라멘트의 조대화와 구상화 때문이다.

#### 참 고 문 헌

1. J. Bevk, J.P. Harbison and J.L. Bell, J. Appl. Phys., **49**, 6031 (1978).
2. S.I. Hong, M.A. Hill, Y. Sakai, J.T. Wood and J.D. Embury, Acta metall. mater., **43**, 3313 (1995).

3. W.A. Spitzig, F.C. Laabs, H.L. Downing and C.V. Renaud, Materials and Manufacturing Processes, **7**, 1 (1992).
4. W.A. Spitzig, A.R. Pelton and F.C. Laabs, Acta Metall., **35**, 2427 (1987).
5. S.I. Hong and M.A. Hill, Mater. Sci. Eng., **281**, 189 (2000).
6. C.L. Trybus, L.S. Chumbley, W.A. Spitzig and J.D. Verhoeven, Ultramicroscopy, **22**, 315 (1989).
7. J.D. Verhoeven, L.S. Chumbley, F.C. Laabs and W. A. Spitzig, Acta Metall. Mater., **39**, 2825 (1991).
8. M.C. Savena and B.D. Sharma, Trans. Indian Inst. Metals, **23**, 16 (1970).
9. C. Biselli and D.G. Morris, Acta Metall. Mater., **42**, 163 (1994).
10. C. Biselli and D.G. Morris, Acta Metall. Mater., **44**, 493 (1996).
11. P.W. Knights and P. Wilker, Metall. Trans., **4**, 2389 (1973).
12. Y. Komen and J. Rezek, Metall. Trans., **6A**, 549 (1975).
13. G.C. Weatherly, P. Humble and D. Borland, Acta Metall., **27**, 1815 (1979).
14. K.R. Karasek and J. Bevk, J. Appl. Phys., **52**, 1370 (1981).
15. D.D. Pollock, Physics of Engineering Materials, Prentice Hall, Englewood Cliffs, New Jersey, p. 220 (1990).
16. S.I. Hong and M.A. Hill, Mater. Sci. Eng., **A264**, 151 (1999).
17. A.R. Pelton, F.C. Laabs, W.A. Spitzig and C.C. Cheng, Ultramicroscopy, **22**, 251 (1987).
18. S.I. Hong and M. A. Hill, Acta Metall. Mater., **46**, 4111 (1998).
19. J.D. Verhoeven, H.L. Dowing, L.S. Chumbley and E.D. Gibson, J. Appl. Phys., **65**, 1293 (1989).
20. V.I. Pantsyrnyi, A.J. Shikov, A.D. Nikulin, A.E. Vorobova, E.A. Dergunova, A.G. Silaev, N.A. Belakov and I.I. Potapenko, IEEE Trans. Magnetics, **32**, 2866 (1996).
21. G. Frommeyer and G. Wassermann, Phys. Stat. Sol. **A27**, 99 (1975).