

YBa₂Cu₃O_{7-x} 초전도체의 고온변형특성

김병철* · 장호정** · 송진태

*한국원자력 연구소

**단국대학교 공과대학 전자공학과
한양대학교 공과대학 재료공학과

High temperature deformation characteristics in YBa₂Cu₃O_{7-x} superconductor

Byoung-Chul Kim*, Ho-Jung Chang**, Jin-Tae Song

*Korea Atomic Energy Research Institute, Taejon, Korea

**Dept. of Electronics Engineering, Dankook Univ. Cheonan, Korea

Dept. of Materials Engineering, Hanyang Univ. Seoul 133-791. Korea

초 록 YBCO 산화물초전도체의 고온변형 특성을 조사하기 위하여 890°C~930°C의 온도범위에서 $1.0 \times 10^{-5} \text{s}^{-1} \sim 1.0 \times 10^4 \text{s}^{-1}$ 의 초기변형속도로 압축시험을 수행하였다. 변형온도가 증가함에 따라 또한 초기변형속도가 감소함에 따라 flow stress는 감소하였다. 변형률속도 민감지수는 0.41~0.46이었다. 이는 초소성 변형이 일어났음을 보여준다. 초소성변형에 대한 활성화에너지는 약 500~580KJ/mol이었으며 Ag첨가량이 증가할수록 활성화에너지는 감소하였다. 초소성변형된 시편들의 미세조직 관찰결과 변형중에 결정립 성장이 일어났으며 Ag양이 증가함에 따라 이러한 현상은 뚜렷하였다. 변형후 결정립 형태는 등축상을 유지하였다. 이러한 결과로 볼때, YBCO 초전도체의 고온변형기구는 확산을 동반한 결정립계 미끄러짐으로써 그 비율은 전 변형량중 약 65% 정도였다.

Abstract In order to investigate the high temperature deformation characteristics in YBa₂Cu₃O_{7-x} oxide superconductor, the compression test was performed at temperatures from 890°C to 930°C at initial strain rate between $1.0 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ and $1.0 \times 10^4 \text{s}^{-1}$. As the temperature increased and the initial strain rate decreased, the flow stress decreased. The strain rate sensitivity exponent measured as 0.41-0.46, supporting occurrence of a superplastic deformation. The activation energy for superplastic deformation was calculated as 500-580KJ/mol, which decreased with increasing Ag content. Microstructure of the superplastically-deformed specimens showed that a grain growth occurred during deformation, and it appeared to be considerable when Ag content increased, but most grains still remained equiaxed after deformation. In this study, the deformation mechanism of YBCO superconductor was the grain boundary sliding with the diffusional accommodation and the contribution of the grain boundary sliding to the total strain was estimated to be 65%.

1. 서 론

최근 YBa₂Cu₃O_{7-x}(YBCO) 산화물고온초전도체의 발견이래 전세계적으로 산화물 초전도체를 선재나 박막같은 원하는 형태로 제조하는 방법을 개발하여 이들을 실용화하려는 다양한 연구가 수행되고 있다. 실용화의 관점에서 볼 때 산화물초전도체는 ceramic재료로서 매우 취약하여 일반적인 가공기술의 적용은 곤란하다. 최근에 Wakai^{1,2)}등에 의해 구조용

세라믹재료에서의 초소성거동이 발견됨에 따라 고온산화물초전도체에서의 초소성특성을 확인하고자 이에대한 연구가 활발히 진행되고 있다. 예를들면, P. E. Reyes-Morel³⁻⁵⁾등은 YBCO초전도체의 고온변형은 확산크립에 의한다고 보고하고 있고 J.Yun등⁶⁻⁹⁾은 YBCO산화물 초전도체에서의 초소성변형 가능성을 확인한바 있다. 그러나 이들의 연구에서 얻어진 결과는 서로 일치하지 않고 있으며 특히 Hendrix⁸⁾는 YBCO 초전도체에 Ag를 첨가할

경우 초소성변형이 일어나지 않는다고 보고하고 있다. 그러나 초소성변형은 조직의 미세등축결정립화와 결정립계에 존재하는 glassy phase에 의해 초소성변형이 촉진된다는 점을 고려해 볼때 본 YBCO초전도체에서도 결정립의 미세등축화를 피하고 결정립계에 Ag와 같은 Ductile한 금속을 존재토록할 경우 오히려 초소성변형에 유리 하리라 여겨진다. 따라서 본연구에서는 YBCO 산화물초전도체의 결정립을 미세등축화시키고 압축시험을 통하여 YBCO초전도체의 고온변형거동을 초소성 관점에서 규명하고자 하였다. 특히 Ag의 첨가가 고온변형시 미치는 영향에 대한 조사를 수행하였다.

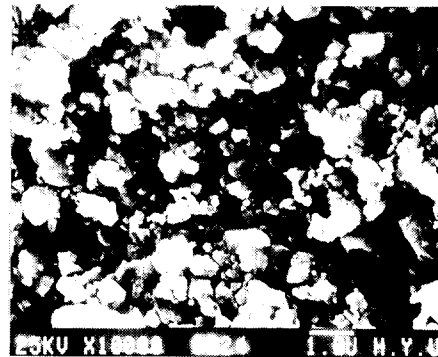
2. 실험방법

미세하고 균질한 YBCO분말 제조는 metal-alkoxide method¹⁰⁾를 이용하였다. 먼저, $Y(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$, $Ba(NO_3)_2$, $Cu(CH_3COO)_2 \cdot H_2O$ 을 출발 물질로 하여 몰비가 1 : 2 : 3이 되도록 정확히 칭량하여 $CH_3(CH_2)_2CH_2OH$ (1-butanol)에 용해하였다. 이 용액을 hot-plate에서 70°C에서 48시간동안 충분히 교반하여 합성하였다. 이렇게 얻어진 분말은 약 810°C에서 10시간 하소하고 5시간동안 분쇄하였다. Metal-alkoxide method에 의하여 제조된 분말의 특징은 고상법으로 제조된 분말과 비교하여 매우 균일하고 입도가 작으며 불순물이 적었다.

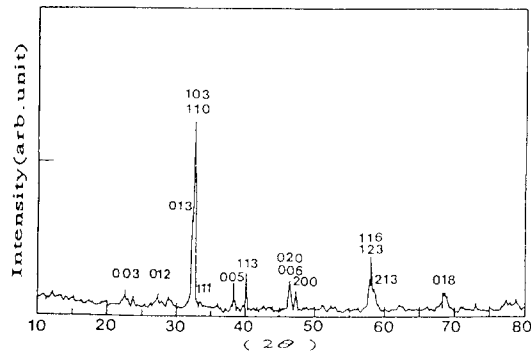
Fig. 1(a)는 metal-alkoxide method으로 제조된 YBCO분말의 주사전자현미경(SEM : scanning electron microscope)사진으로서, 산화물 분말들은 약 0.5 μm 이하의 입도를 갖는 균일한 구 형태의 입자들로 구성되어 있음을 알 수 있다. 또한 이들을 각각 XRD(x-ray diffractometer)와 EDS(energy dispersive spectroscopy)로 분석한 결과는 Fig. 1(b), (c)에서와 같이 매우 균질한 123상이 완전히 합성되었음을 알 수 있다. 압축시험에 사용한 시편들은 높이 9mm, 직경 5mm의 초경다이에서 300 MPa의 압력으로 성형하였다. 그 성형체는 925°C에서 48시간동안 산소분위에서 소결하였다. 소결된 시편의 입도는 평균 1.5 μm 이었으며 밀도는 약 90% 정도였다.

또한, 5~25wt.% Ag를 혼합한 YBCO/Ag

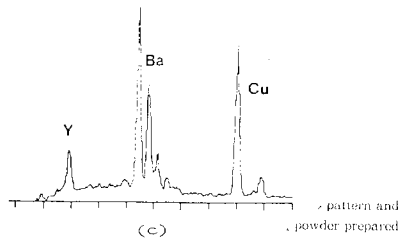
복합체 시편도 위와 같은 방법으로 준비하였다. YBCO/Ag복합체의 평균입도는 약 1.8 μm 이며 밀도는 약 93%이었다. 또한 YBCO 결정립 크기가 고온변형에 미치는 영향을 조사하고자 평균입도가 2.8 μm 및 6.9 μm 인 시편도 준비하였다. YBCO와 YBCO/Ag 산화물초전도체의 초소성 거동을 조사하기 위하여 Instron Type Testing Machine을 사용하여 일정한 crosshead speed하의 공기중에서 890°C



(a)



(b)



(c)

Fig. 1. (a) SEM photograph, (b) XRD pattern and (c) EDS analysis of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ powder prepared by metal-alkoxide method.

~930°C의 온도범위와 초기변형속도 $1.0 \times 10^{-5} \text{s}^{-1} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 으로 압축시험을 하였다. 고온압축실험시 시편과 load cell과의 반응을 피하기 위하여 $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$ 칩을 끼웠다. 또한 정적 및 동적입성장 여부를 파악하고자 압축변형시편 옆에 소결체시편을 놓았다. 압축변형 전후의 미세구조변화는 광학현미경, SEM, 투과전자현미경(TEM : transmission electron microscope)으로 각각 관찰하였으며 TEM관찰중 조직의 성분분석은 EDS를 이용하였다.

3. 결과 및 고찰

3-1. 고온변형특성

Fig. 2는 YBCO 결정립의 평균입도가 각각 $1.8 \mu\text{m}$, $2.8 \mu\text{m}$ 및 $6.9 \mu\text{m}$ 인 YBCO/25wt.%Ag 시편을 890°C에서 $5.0 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ 의 초기변형속도로 압축변형후의 진응력-진변형곡선이다. 그림에서와 같이 결정립이 미세할수록 변형에 대한 flow stress는 낮아지고 변형량이 증가함을 알 수 있다. 또한 일정한 strain rate하에서 압축변형시 결정립도(d)의 크기에 따른 flow stress(σ)의 상관관계를 도식화하면 Fig. 3과 같다. 이때 본 압축실험의 경우는 일정한 cross-head speed 조건으로 수행하였기 때문에 시편의 변형량이 클수록 압축에 따른 strain rate의 변화가 발생하므로 작은 변형량인 $\epsilon = -0.04$ 에서의 flow stress값을 취하였다. 이와같이 작은 변형량에서는 일정한 변형률 속도로 간주하여도 무방하기 때문이다. Fig. 3

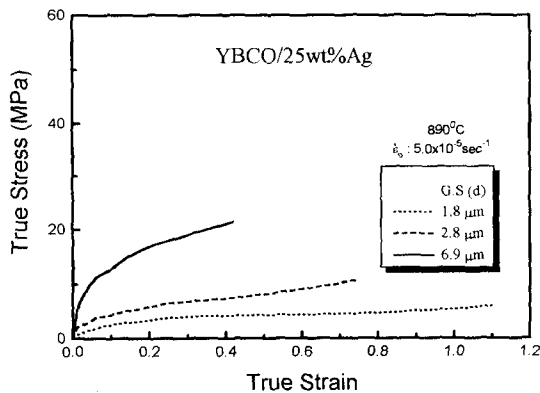


Fig. 2. The stress-strain curves of YBCO/25wt.% Ag composite with different initial grain size.

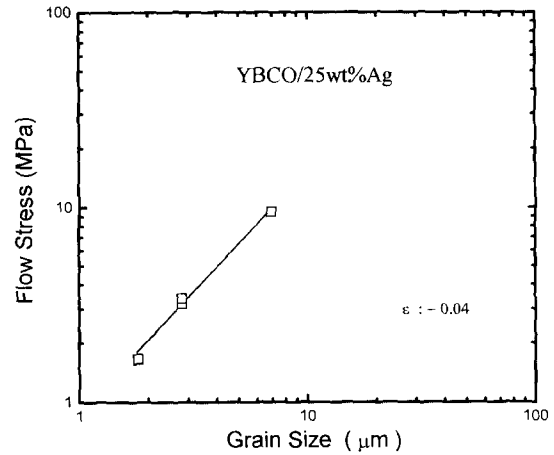


Fig. 3. Logarithmic plot of flow stress vs grain size.

에서 나타난것과 같이 $\sigma \propto (d)^{1/2}$ 의 관계식이 이루어짐을 알 수 있었다. Fig. 4는 890°C ~ 930°C의 온도범위와 $2.5 \times 10^{-5} \text{s}^{-1} \sim 5.0 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ 의 초기변형속도에서 변형된 YBCO/5wt.% Ag시편의 진응력-진변형 곡선의 예이다. 이 그림에서 실험온도가 증가하고 초기변형속도가 감소할수록 flow stress는 감소하고 있음을 알 수 있다. 그러나 각 초기변형속도로 나타낸 곡선에서의 flow stress는 거의 일정하게 증가하고 있는데 이는 시편의 압축변형시 시편 높이가 연속적으로 감소하게 되어 strain rate가 점점 증가하기 때문이다.

Fig. 5는 YBCO/10wt.% Ag와 YBCO/25wt.

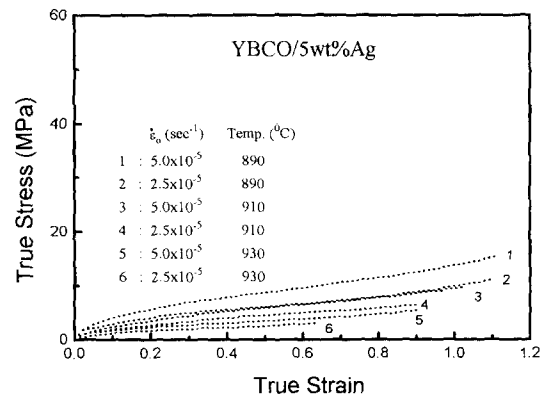


Fig. 4. The stress-strain curves of YBCO/5wt.% Ag composite.

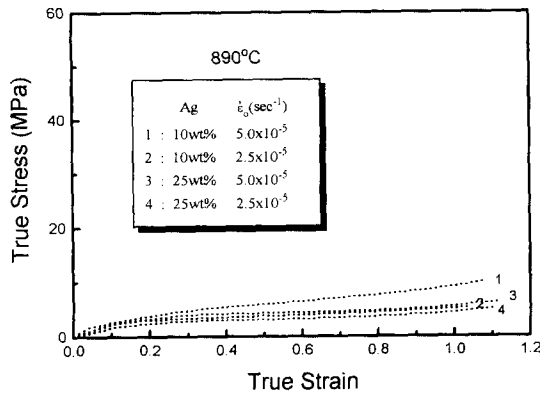


Fig. 5. The stress-strain curves of YBCO/10wt.% Ag and 25wt.% Ag composites.

%Ag복합체를 890°C에서 압축변형시킨 진응력-진변형 곡선이다. 이 그림에 Ag의 첨가량이 증가할수록 변형에 대한 stress가 낮아지고 있다. 한편, Ag를 첨가하지 않은 YBCO복합체의 경우 Ag를 첨가한 시편과 같은 온도 범위에서 $1.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 의 초기변형속도로 압축시험을 수행하였으며 $\sigma-\epsilon$ 곡선은 Fig. 6과 같다. 이 곡선은 YBCO/Ag복합체의 $\sigma-\epsilon$ 곡선과 유사하며 동일 실험조건에서 Ag를 첨가한 경우보다 flow stress가 높게 나타났으며 실험온도가 증가할수록 균열없이 100%이상 변형이 잘 일어났다.

재료의 고온 변형거동을 해석하기 위하여 실험적으로 측정되는 물리적인 의미를 갖는 기본변수 중의 하나인 변형률속도 민감지수

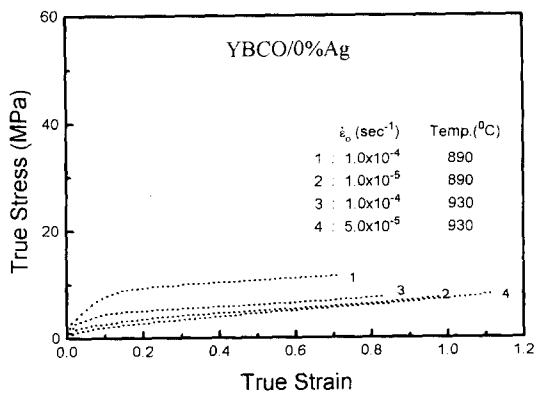


Fig. 6. The stress-strain curves of YBCO oxide.

(strain rate sensitivity, m)는 일반적으로 $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 곡선의 기울기에서 구하거나 변형속도의 변화로 측정하는 방법(strain rate change test)등을 이용하여 구하고 있는데⁽¹¹⁾ 본 연구에서는 $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 의 관계를 이용하였으며 변형률속도 민감지수값은 Fig. 7에서 약 0.41-0.46 정도로 나타났다. 본 실험에서 이용한 $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 에서 구한 m 값은 보통 변형속도를 변화시켜 구하는 방법보다 약간 낮은 값을 나타내는 것으로 보고⁽¹²⁾되고 있으므로 이를 고려하여 변형속도를 변화시켜 구할 경우 m 값은 약 0.5 이상이 될 것이다. 또한 변형률 속도 민감지수의 역수인 응력지수(stress exponent, n) 값은 약 2.1-2.4이었다.

Fig. 7에서 볼 수 있는 바와 같이 YBCO산화물 초전도체의 고온변형시 Ag의 첨가량이 증가할수록 변형률속도 민감지수, m 이 약간 증가함을 보였다. 이 결과는 일반 구조용 세라믹재료에서의 초소성 변형시 응력지수값인 1-3⁽¹³⁾에 일치하고 있다. 따라서 YBCO/Ag복합체들은 본 실험조건에서 초소성 변형 거동을 나타내고 있으며 YBCO복합체의 경우도 결정립의 크기가 Ag를 첨가한 것보다 작은 1-1.5 μm 정도로 매우 미세하고 등축상의 결정립형태를 갖고 있어 초소성 변형거동을 보였다. 이러한 초소성변형은 주로 결정립계 미끄러짐이 주 변형기구로 알려져 있으며 변형률속도($\dot{\epsilon}$)에 대한 flow stress(σ)와의 관계는 다

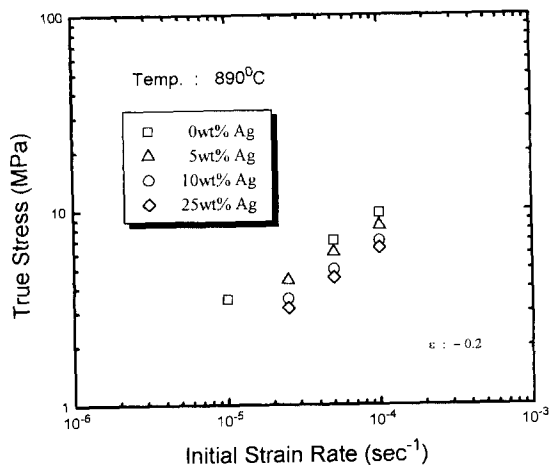


Fig. 7. Flow stress against initial strain rate at 890°C with various Ag contents.

음 식으로 표시된다.

$$\dot{\epsilon} = A(1/d)^p \sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

여기서, A는 상수, d는 결정립도, n, p는 응력지수 및 결정립도지수, Q는 결보기 활성화 에너지이다. 상기 식(1)로부터 구한 초소성변형에 대한 활성화에너지는 Fig. 8과 같으며 약 500—580KJ/mol이었다. 이 값은 Reyes—Morel등³⁾(n=1.25, Q=1218KJ/mol)과 Bussod 등⁵⁾(n=2.5, Q=201KJ/mol)의 고온 크립시험 결과와는 큰 차이를 보였으나, 3×10^3 Pa의 산소압력하에서 고온변형시 600KJ/mol의 활성화에너지를 얻은 Stumberg등⁴⁾의 결과와는 거의 일치하였다. 본 연구결과에서 얻어진 응력지수값과 활성화에너지값의 차이는 다른 연구자들^{3-6,9)}의 실험조건과 각 시편의 밀도, 결정립의 형상 및 크기등에 차이에서 발생한 결과라 여겨진다.

Fig. 9는 Al₂O₃ 등과 같은 구조용 세라믹재료의 변형시 얻어진 변형기구에 대한 개략도¹⁴⁾를 나타낸 것으로서 본 실험결과에서 볼 때 응력지수(n)값이 약 2 정도이고 결정립도지수(p)가 1 이상이므로 본 재료의 고온변형시 가장 유력한 변형기구는 확산을 동반한 결정립계 미끄러짐이 확실하다.

그러나 Hendrix⁸⁾ 등은 YBCO복합체에 Ag를 첨가하였을 경우 고온변형시 초소성거동이 일어나지 않았다고 보고 하였는데 이는 그들

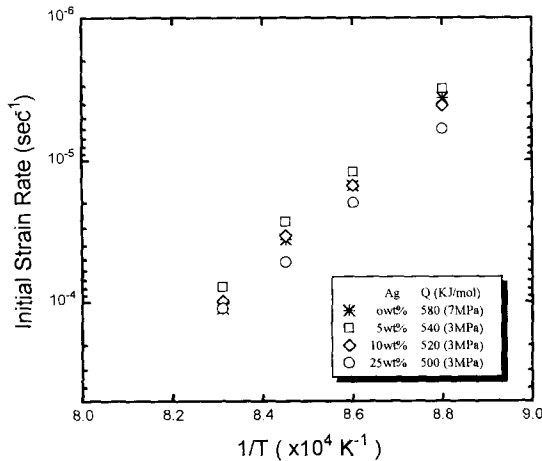


Fig. 8. Temperature dependence of the strain rate for YBCO and YBCO/Ag composites.

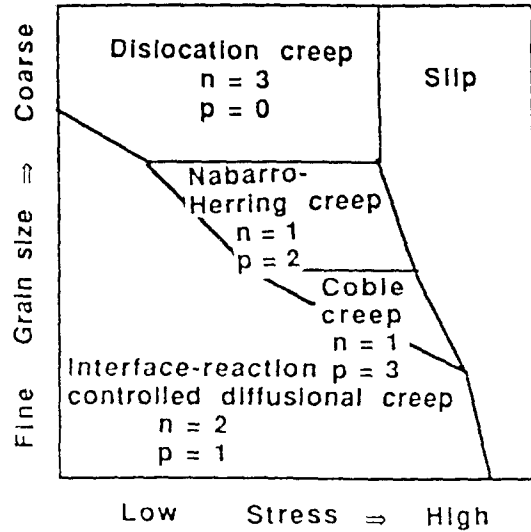


Fig. 9. Deformation mechanism map of Al₂O₃.

시료의 결정립 크기는 본 재료의 결정립 크기보다 약 10배이상 크며 결정립 형태도 등축상이 아닌 장방형을 갖고 있기 때문이라 여겨지며 본 실험결과에서 YBCO 복합체의 고온 변형시 Ag의 첨가량이 증가할수록 변형에 대한 활성화에너지와 응력지수값이 낮아지는 결과를 볼 때, 본 연구에서와 같이 조직의 결정립 크기 및 형상을 제어하고 Ag를 첨가함으로써 오히려 YBCO복합체의 초소성변형 거동에 도움이 되었음을 보여준다¹⁵⁾. 또한 압축 변형시 약 120% 이상의 변형후에도 조직에 균열이 발생되지 않은 것은 조직내 결정립간에 ductile한 Ag가 존재함으로써 균열발생이 억제되었음을 알 수 있다⁸⁾.

3-2. 미세구조관찰

전술한 고온변형 특성과 미세구조의 관계를 조사하기 위하여 각 시편의 미세구조를 관찰하였다. Fig. 10은 910°C, $5.0 \times 10^{-5} s^{-1}$ 의 초기 변형속도에서 110% 변형된 YBCO/5wt.% Ag 시편의 편광현미경 사진이다. 이 그림에서 YBCO/5wt.% Ag 복합체의 경우 결정립의 크기와 모양은 변형 전·후와 거의 동일하다. Fig. 11은 930°C, $2.5 \times 10^{-5} s^{-1}$ 조건으로 압축 변형시킨후의 YBCO/25wt.% Ag의 편광현미경 사진으로서, Ag의 첨가량이 많고 변형시간이 2배인 $2.5 \times 10^{-5} s^{-1}$ 의 느린 초기 변형속

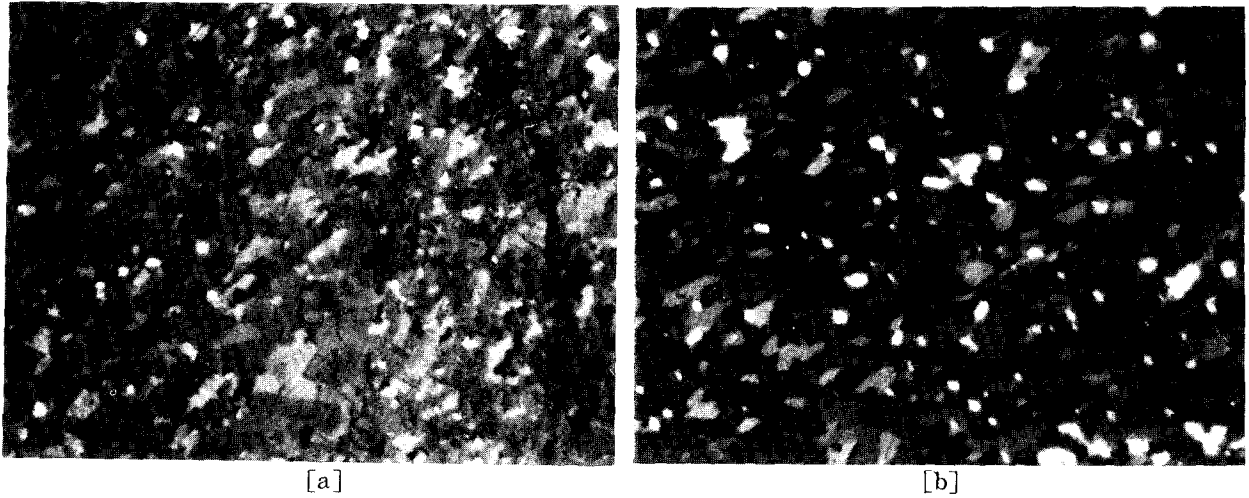


Fig. 10. Polarized optical micrographs of YBCO/5wt.% Ag composite
(a) undeformed and (b) deformed at 910°C, $\dot{\epsilon}_0 = 5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

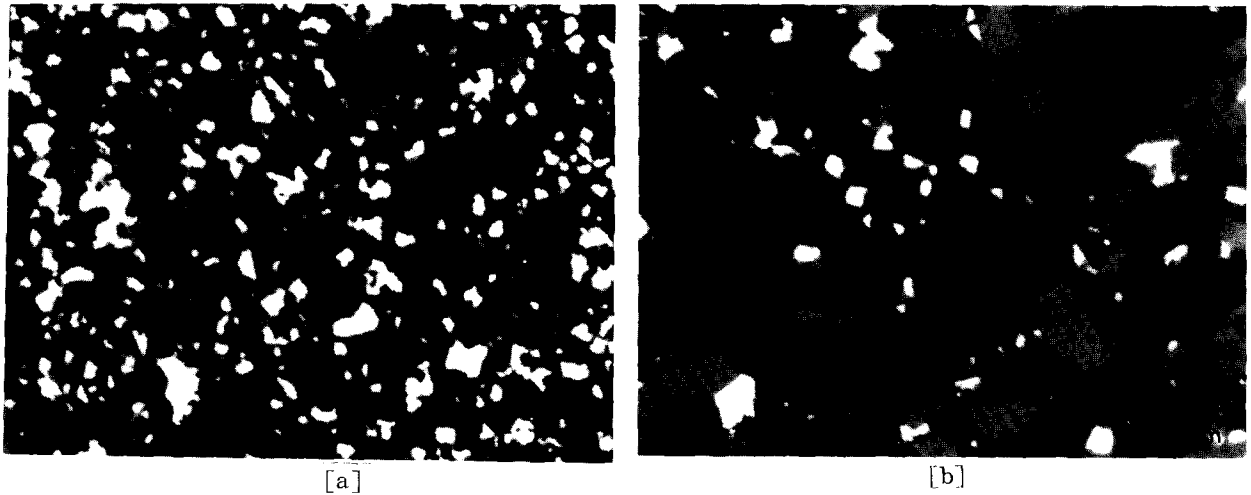


Fig. 11. Polarized optical micrographs of YBCO/25wt.% Ag composite deformed at $\dot{\epsilon}_0 = 2.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$
(a) undeformed and (b) deformed at 930°C

도로 약 110% 정도 압축시킨 시편의 경우 Fig. 10의 시편보다 결정립성장이 현저하게 관찰됨을 알 수 있다. 그러나 초소성변형후 결정립성장이 일어났음에도 불구하고 변형후의 YBCO/Ag복합체 시편의 결정립형태는 분명히 등축상을 유지하고 있음을 보여준다. Fig. 12는 초소성 변형된 YBCO/5wt% Ag 복합체 시편의 TEM 사진으로 Fig. 12(a)와 같이 변형후의 결정립이 등축상을 유지하고 있음을 명확히 보여주고 있어 주 변형기구가 결정립계 미끄러짐이라는 것과 잘 일치하고 있으며 YBCO결정립 사이에 Ag상이 존재하고 있다. Fig. 12(c)는 각 조직에 대한 EDS 결과

이다.

Valiev¹⁶⁾와 Wakai¹⁷⁾ 등은 초소성 변형시 전체 변형량중 결정립계 미끄러짐의 기여도를 구하고자 결정립을 육방정 형태로 가정하고 변형에 의한 결정립의 종횡비(d_1/d_0) 변화를 측정하여 전체 변형량(ϵ_1)을 결정립내 변형량(ϵ_g)과 결정립계 미끄러짐에 의한 변형량(ϵ_{gbs})으로 각각 나누어 표시하였다.

즉,

$$\begin{aligned} \epsilon_g &= \ln(d_1 / (d_0 d_p^2)^{1/3}) \\ &= 2/3 \ln(d_1 / d_0) \end{aligned} \quad (2)$$

$$\epsilon_1 = \epsilon_g + \epsilon_{gbs} \quad (3)$$

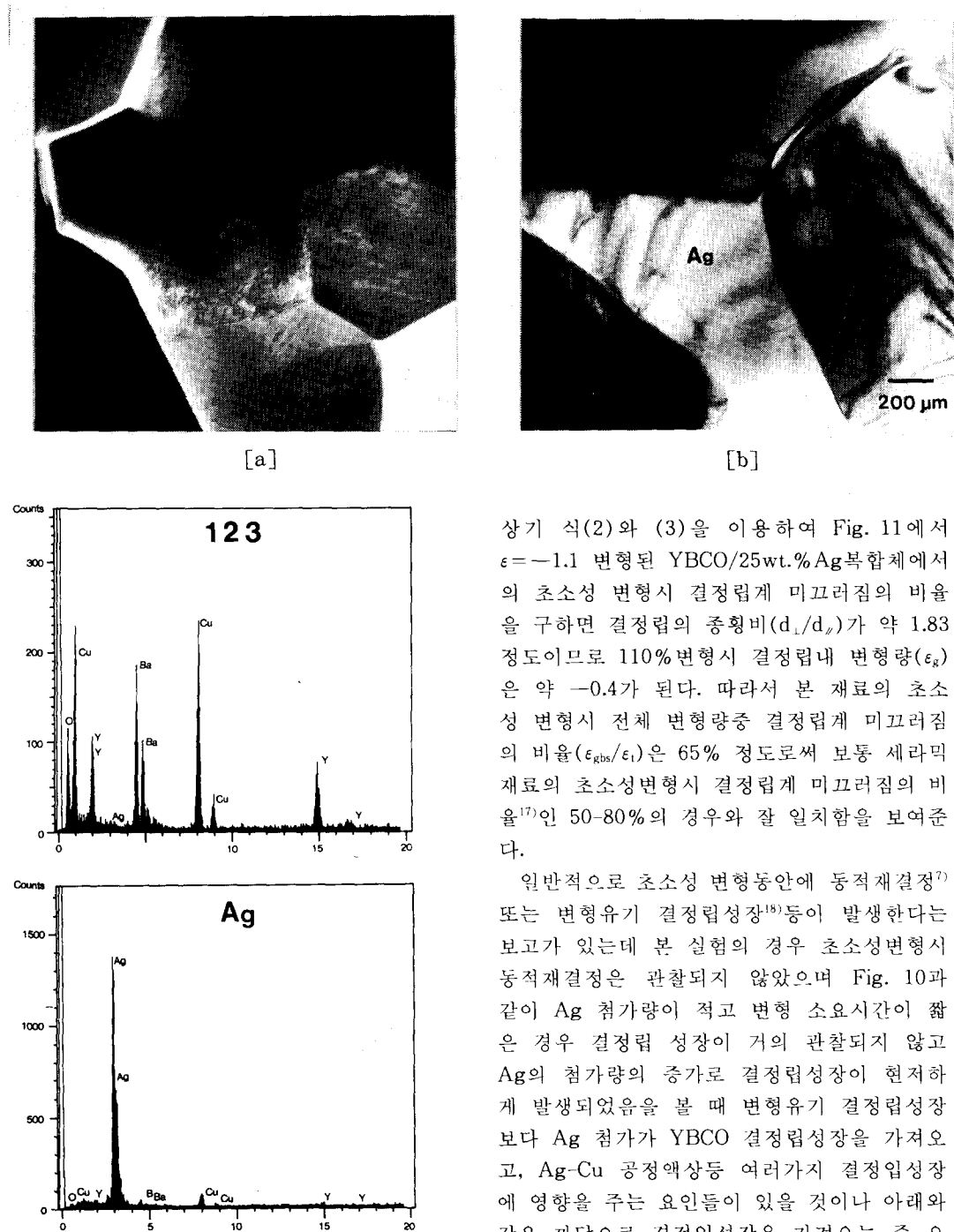


Fig. 12. TEM micrograph and EDS analysis results of YBCO/5wt.%Ag composite deformed at 930°C (a) Equiaxed grains of YBCO, (b) Ag phase in the region of grain boundary and (c) The results of EDS analysis.

상기 식(2)와 (3)을 이용하여 Fig. 11에서 $\epsilon = -1.1$ 변형된 YBCO/25wt.%Ag복합체에서의 초소성 변형시 결정립계 미끄러짐의 비율을 구하면 결정립의 중형비(d_1/d_2)가 약 1.83 정도이므로 110% 변형시 결정립내 변형량(ϵ_g)은 약 -0.4 가 된다. 따라서 본 재료의 초소성 변형시 전체 변형량중 결정립계 미끄러짐의 비율($\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$)은 65% 정도로써 보통 세라믹 재료의 초소성변형시 결정립계 미끄러짐의 비율¹⁷⁾인 50-80%의 경우와 잘 일치함을 보여준다.

일반적으로 초소성 변형동안에 동적재결정⁷⁾ 또는 변형유기 결정립성장¹⁸⁾등이 발생한다는 보고가 있는데 본 실험의 경우 초소성변형시 동적재결정은 관찰되지 않았으며 Fig. 10과 같이 Ag 첨가량이 적고 변형 소요시간이 짧은 경우 결정립 성장이 거의 관찰되지 않고 Ag의 첨가량의 증가로 결정립성장이 현저하게 발생되었음을 볼 때 변형유기 결정립성장보다 Ag 첨가가 YBCO 결정립성장을 가져오고, Ag-Cu 공정액상등 여러가지 결정립 성장에 영향을 주는 요인들이 있을 것이나 아래와 같은 까닭으로 결정립성장을 가져오는 주요인이라 생각한다. 즉 Wakai등¹⁹⁾은 Y-TZP에 있어서 초소성변형의 주 기구가 결정립계 미끄러짐이며 초소성변형중에 일어나는 결정립 성장은 결정립계 미끄러짐에 의해 유기된 입계이동(grain boundary migration) 또는 grain

switching에 의해 촉진된 입성장²⁰⁾ 등에 기인한다고 보고하고 있다. 또한 일부 연구자들²¹⁾은 대부분의 세라믹재료가 입계에 glassy phase를 갖고 있어서 결정립계 미끄러짐운동을 촉진시킨다고 하고 있으나 Nieh등¹²⁾은 Y-TZP세라믹의 입계에 glassy phase가 존재하지 않는다고 보고하였다. 본 연구에서는 Fig. 10, Fig. 11 및 Fig. 12(b)에서 보듯이 Ag가 결정립계를 따라 고르게 분포되었음을 볼 때 YBCO결정립계에 존재하는 Ag가 구조용 세라믹재료에서의 초소성 거동을 증가시키는 glassy phase의 역할과 같이 결정립계 미끄러짐을 촉진시켜 YBCO의 초소성 변형의 활성화에너지를 감소시키고 YBCO 결정립 성장에 기여하였다고 본다.

4. 결 론

YBa₂Cu₃O_{7-x} 산화물초전도체의 초소성 변형 거동과 고온변형에 미치는 Ag의 영향을 연구조사하여 다음과 같은 연구결과를 얻었다.

1. YBCO결정립이 미세하고 등축상을 이룰수록 압축변형시 flow stress는 낮아지고 조직내 균열의 생성없이 100% 이상의 변형을 보였다.

2. 초기변형속도 $1.0 \times 10^{-5} \text{s}^{-1} \sim 1.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 와 $890^\circ\text{C} \sim 930^\circ\text{C}$ 의 온도범위에서 구한 응력지수값은 2.1~2.4로 초소성 변형거동임을 나타내고 있으며 초소성 변형에 대한 활성화에너지는 Ag의 첨가량이 증가할수록 감소하였다.

3. 시편의 변형전후 미세구조 관찰결과 변형중에 결정립성장이 일어났으나 변형후의 결정립형태는 등축상을 유지하였다. 결정립성장의 주요인은 결정립계에 존재하는 Ag상이었다.

4. Ag의 첨가로 초소성 변형시 결정립계 미끄러짐이 촉진되고 조직내 균열 발생이 억제되었으며 초소성 변형기구는 확산을 동반한 결정립계 미끄러짐으로써 전체 변형량중 결정립계 미끄러짐이 약 65% 이상이었다.

감사의 글

본 연구에 많은 도움을 주신 한양대학교 재료공학과 구상술씨께 감사함을 표합니다.

참 고 문 헌

1. F. Wakai, Br. Ceram. Trans J., 88, 205 (1989).
2. T. Langdon and Y. Maehara, J. Mater. Sci., 25, 2275 (1990).
3. P. E. Reyes-Morel, X. Wu and I-Wei Chen, Ceramic superconductor II. J. Am. Ceram. Soc., 590 (1988).
4. A. W. von Stumberg, N. Chen and K. C. Goretta and J. L. Routbort, J. Appl. Phys., 66(5), 2079 (1989).
5. G. Bussod, A. Pechenik, T. Chu and B. Dunn, J. Am. Ceram. Soc., 72(1), 137 (1989).
6. J. Yun, M. P. Harmer, Y. T. Chou and O. P. Arora, in Superplasticity in Advanced Materials, 275, edited by S. HORI, M. TOKIZANE and N. FURUSHIRO (The Jap. Soc. for Res. on Superplasticity) 275 (1991).
7. O. A. Kaibyshev, R. M. Imaev and M. F. Imaev, Sov. Phys. Dokl., 34, 375 (1989).
8. B. C. Hendrix, T. Abe, J. C. Borofka, P. C. Wang and J. K. Tien, J. Am. Ceram. Soc., 76(4), 1008 (1993).
9. J. Yun, M. P. Harmer and Y. T. Chou, Scripta Metallurgica et Materialia, 29, 267 (1993).
10. H. Kozuka et al., J. Ceram. Soc. Jap., 99, 842 (1991).
11. J. W. Edington, K. N. Melton, and C. P. Cutler, Prog. in Mater. Sci., 21(2), 61 (1976).
12. T. G. Nieh, and J. Wadworth, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., 196, 331 (1990).
13. T. G. Langdon, JOM. July 8 (1990).
14. F. Wakai, Jpn. J. Powder & Powder metallurgy, 38(5), 643 (1991).
15. M. J. Kramer and S. R. Arrasmith, IEEE Trans. on Magnetics, 27(2), 920 (1991).
16. R. Z. Valiev and O. A. Kaibyshev, Acta metall., 31(2), 2121 (1983).
17. F. Wakai, H. Kato and S. Sakaguchi, Jpn. J. Ceram. Soc., 94(9), 1017 (1986).

18. F. Wakai, S. Sakaguchi and H. Kato, J. Ceram. Soc. Jap., 94, 72 (1986).
19. F. Wakai, S. Sakaguchi and Y. Matsuno, Adv. Ceram. Mat., 1, 259 (1986).
20. D. S. Wilkinson and C. H. Caceres, Acta Metall., 32, 1335 (1984).
21. R. Duglos, J. Crampon, J. Mater. Sci., 6, 905 (1987).