

YBCO-Ag 초전도체의 기계적 성질 및 열충격 내성에 대한 평가

주진호 · 나완수* · 김태성**
성균관대학교 금속공학과, *전기공학과
**LG 전선연구소, 금속기술그룹

Evaluation of Mechanical Properties and Resistance to Thermal Shock of YBCO-Ag Superconductors

Jin Ho Joo, Wan Soo Nah* and Tae Sung Kim**

Department of Metallurgical Engineering,

*Department of Electrical Engineering Sungkyunkwan University, Suwon, 440-746

**Metallurgical Technology Group. LG Cable & Machinery Ltd., Anyang, 431-080

(Received May 6, 1998)

ABSTRACT We have evaluated the role of Ag additions on the strength, fracture toughness, elastic modulus and resistance to thermal shock of $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (YBCO) superconductor. Addition of 10 vol.% Ag improved strength and fracture toughness, whereas, decreased elastic modulus of YBCO. In addition, YBCO-Ag composites improved resistance to thermal shock probably due to enhanced strength, fracture toughness and thermal conductivity as a result of Ag addition. It is to be noted that YBCO-Ag made by mixing with $AgNO_3$ solution showed slightly higher strength, fracture toughness and resistance to thermal shock, compared to that made by mixing with metallic Ag powder. These improvements are believed to be due to the microstructure of more finely and uniformly distributed Ag particles.

1. 서 론

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (YBCO) 초전도재료는 고온초전도 재료로서의 우수한 전기적 특성을 가지고 있으나 강도, 인성 등의 기계적 성질은 취약한 편이어서 응용에 제한을 받고 있다.¹⁾ 특히 초전도재료는 실제로 사용될 때 상온과 액화질소 온도 사이의 큰 온도변화를 반복하여 받으므로 열충격(thermal shock)과 열피로(thermal fatigue) 등에 의해 재료의 손상을 야기할 수 있다. 초전도재료가 실온에서 액화질소온도로 급랭되면 재료표면의 온도가 평균온도보다 낮아 표면에 인장응력을 받게 되고, 재료의 중심부에는 압축응력을 받게 된다. 반대로 재료의 온도가 상온으로 상승하게 되면 응력의 분포는 반대로 나타나게 된다. 이러한 열충격에 의해 반복적으로 유도되는 잔류응력은 열피로현상을 일으켜 균열의 크기와 밀도를 증가시키고, 임계전류밀도(critical current density, J_c)를 감소

시킬 뿐만 아니라 재료의 수명을 단축시킬 수 있다. 그러므로 YBCO 초전도재료를 장기간 안정적으로 사용하기 위해서는 이 재료의 미세조직을 적절하게 조절하여 열충격에 대한 저항을 향상시키는 것이 중요하다.

일반적으로 열손실에 의한 세라믹재료의 열충격저항은 균열의 형성(crack initiation)이나 균열의 전파(crack propagation)에 관점을 두어 접근할 수 있다.²⁾ 먼저 열응력이 파괴응력에 도달되었을 때 파단(failure)이 일어난다고 가정하면 열응력으로 인한 파괴의 생성(fracture initiation)에 영향을 주는 조건들을 고려하여 다음의 두 변수(R, R' parameters)에 의해 열충격 저항을 나타낼 수 있다.^{3,5)}

$$R = \sigma_f(1-\nu)/\alpha E \quad (1)$$

$$R' = \sigma_f(1-\nu)/\kappa\alpha E \quad (2)$$

위의 식에서 σ_f 는 파괴응력, ν 는 포이슨 비(Poisson's

ratio), α 는 열팽창계수, E 는 탄성율, κ 는 열전도도이다. R 과 R' 변수는 세라믹재료가 급랭될 때 재료 내에 존재하는 결함이 전파되지 않을 때의 최대온도구간을 뜻한다. R 과 R' 은 각각 급격한 열전달과 완만한 열전달에 대해 유도되었다.

또한 열충격저항을 균열의 생성보다는 균열의 전파 측면에서 고려하면 열충격에 의한 균열의 성장길이와 반비례하는 손상저항변수(damage resistance parameter, R'')로 나타낼 수 있다.^{6,7)}

$$R'' = GE/\sigma_f^2(1-\nu) \quad (3)$$

G 는 파괴인성(K_{Ic})과 관계되는 파괴면의 에너지이다. 이 세 가지 변수들은 균일하게 분포된 고립된 동전형태의 균열을 가진 취성재료에 대해 유도되었다. 그러므로 위의 식 (1)~(3)들로부터, YBCO 재료의 강도, 파괴인성, 열전도도 등의 성질들을 적절하게 향상시킴으로써 열충격에 대한 저항을 증대시킬 수 있음을 알 수 있다.

YBCO 초전도재료에서의 강도, 파괴인성 등의 기계적 성질은 공정방법이나 공정변수들을 이용하여 미세구조를 조절하거나,^{9,10)} 또는 제2상(second phase)을 첨가하여 복합제조(composite microstructure)를 유도함으로써 향상시킬 수 있으며^{11,12)} 이에 관한 연구는 많이 진행되고 있다. 후자의 방법에서 제2상으로 은(Ag)을 첨가할 경우 초전도 성질을 저하시키지 않으면서 기계적인 성질을 향상시킬 수 있었으나 YBCO와 금속형태의 Ag 분말을 습식분말에 의해 혼합하여 만든 경우 Ag는 열처리 후에 서로 결합(agglomeration)하여 큰 입자로 불규칙하게 분포하는 것으로 관찰되었다.¹¹⁾ 첨가된 제2상의 크기와 분포 등을 효과적으로 제어하면 기계적인 성질들을 더욱 향상시킬 수 있을 것으로 기대된다. 그러므로 본 연구에서는 YBCO에 혼합되는 Ag의 형태를 금속형태의 Ag 분말과 질산염형태의 $AgNO_3$ 용액으로 달리하여 복합초전도체를 만들고, 이들 재료들의 상대적인 미세구조와 기계적인 성질, 그리고 열충격저항 등을 평가하였다.

2. 실험

$YBa_2Cu_3O_{7-x}$ (YBCO) 초전도 분말은 Y_2O_3 , CuO , $BaCO_3$ 분말들을 이용하여 고상반응에 의해 제조하

였다. 먼저 구성분말들을 적정량 혼합하고 PO_2 가 3.8 mmHg의 산소분위기에서 810 °C의 온도로 8시간 하소하였다. 하소한 분말은 다시 직경 약 5 μm 가 되도록 분쇄하였으며, 균일한 초전도 상을 얻기 위해 하소와 분쇄과정을 각각 두 번 반복하였다. YBCO-10 vol% Ag 복합분말은 두 가지 방법으로 제조하였다. 첫째, 금속형태의 Ag 분말(직경 약 3 μm)을 YBCO 분말에 습식분말 방법으로 혼합하고 건조, 분쇄처리를 하여 혼합분말을 만들었으며 이 분말을 'A 분말'로 명명하였다. 둘째, 질산염형태의 $AgNO_3$ 분말을 메타놀이 넣고 200 °C의 온도로 2시간 유지하여 용해시킨 후 이 용액을 YBCO 분말과 습식분말 방법으로 혼합, 건조, 분쇄하고 'B 분말'로 명명하였다. 이들 분말들은 단일축 압력을 가하여 직사각형 막대 형태(3.5×1.0×0.5 cm)의 펠렛으로 성형한 후 소결처리하였다.

YBCO와 YBCO-Ag 초전도재료가 서로 유사한 결정립 크기와 밀도를 가지기 위해 각각 다른 소결온도에서 열처리를 하였으며, YBCO는 930 °C에서, YBCO-Ag는 913 °C의 온도에서 15시간 소결처리한 후, 산소분위기에서 450 °C의 온도로 15시간 소둔 하였다.

기계적인 성질을 측정하기 위하여 소결한 시편의 표면을 연마하였으며 최종시편의 크기는 2.8×0.8×0.3 cm의 직사각형으로 가공하였다. 강도와 파괴인성은 만능시험기(Instron 4505)를 이용하여 각각 3단자 굽힘시험과 single-edge-notch-beam 방법으로 측정하였다.¹³⁾ 탄성율과 포인슨 비는 초음파분석기(Panametrics ultrasonic analyzer)와 오실로스코프(Lecroy 9400 Dual digital oscilloscope)를 이용하여 pulse-echo 방법으로 재료 내에 진행되는 횡파 및 종파의 초음파 속도를 측정하여 구하였다.¹⁴⁾ 임계전류밀도(J_c)는 무자장, 77 K에서 4단자법(1.0 $\mu V/cm$ 기준)으로 측정하였다. YBCO와 YBCO-Ag 시편을 이용하여 열충격저항을 평가하는 방법으로는 상온에서 시편을 액화질소에 일정한 속도로 넣어 급랭한 후 다시 액화질소 밖으로 꺼내어 상온이 되도록 하였다. 온도변화속도는 시편의 온도를 직접 측정하여 산출하였으며 시편의 온도가 상온과 액화질소온도 사이에서 변하는데 필요한 시간을 측정하여 구하였다. 시편의 이동속도를 조절하여 각각 120 °C/s와 60 °C/s의 급랭속도를 반복적으로 가하여 실험하였다. J_c 는 매 사이클마다 측정하여 열충격의 횟수에 따른 J_c 값의 변화를 조사

하여 열충격에 의한 초전도재료의 손상을 나타내었다.

3. 결과 및 고찰

소결온도를 달리하여 제조한 YBCO와 YBCO-Ag 시편의 측정된 밀도는 이론밀도의 약 95~96%에 달하였다. 그림 1은 YBCO와 YBCO-Ag 시편의 연마한 표면에 대한 조직사진이다. YBCO 결정립의 크기는 약 7 μm이며 Ag 입자는 YBCO 결정립계에 존재하는 것을 알 수 있다. 'A 분말'로 제조한 YBCO-Ag에서는 Ag의 입자크기가 3 μm에서부터 25 μm까지 다

양하게 나타나며 평균직경은 약 12 μm로 측정되었다. 또한 Ag의 분포가 불균일하며 초기 Ag 분말의 직경이 3 μm인 것을 감안하면 혼합과 열처리 동안에 서로 결합(agglomeration)된 것을 알 수 있다. 'B 분말'로 제조한 YBCO-Ag에서는 Ag 입자가 상대적으로 균일하게 분포되어 있으며 입자의 크기가 약 2~3 μm로 관찰되었다. 이는 혼합된 Ag의 형태와 방법에 기인하는 것으로 생각되며 금속형태의 Ag 분말보다는 AgNO₃ 용액을 YBCO에 첨가할 때 Ag 입자가 더 미세하고 균일하게 분포되는 것을 알 수 있다.

표 1은 YBCO와 YBCO-10vol% Ag 초전도재료의 측정된 강도, 파괴인성, 탄성율과 파괴면의 에너지 값을 나타내었다. YBCO의 강도와 파괴인성값은 각각 88 MPa와 1.6 MPa√m로 측정되었다. 'A 분말'로 만든 복합초전도체에서는 강도와 파괴인성값이 각각 116 MPa와 2.6 MPa√m로 향상되었으며, 'B 분말'로 만든 복합초전도체에서는 강도와 파괴인성값이 각각 128 MPa와 2.9 MPa√m로 약간 더 높게 나타났다. Ag의 첨가에 의한 YBCO 재료의 강도 및 파괴인성의 향상은 다음과 같이 설명될 수 있다. 첫째, Ag는 소성흐름(plastic flow)구역을 형성하여 YBCO 결정립의 이방성(grain anisotropy)에 의해 야기되는 잔류응력을 흡수할 수 있으며, 전파하는 균열선단(crack tip)에서의 응력장을 완화시키거나 균열의 끝부분을 무디게(crack blunting) 만들어 전파되는 균열의 운동을 방해할 것이다. 또한 Ag는 균열을 deflecting, bridging, 또는 pinning 시키는 강화기구에 의해 전파하는 균열을 방해할 수 있다.¹¹⁾ YBCO-Ag 재료에서의 향상된 인성은 이러한 균열선단의 거동과 연관시킬 수 있으며, 균열의 전파가 방해됨으로써 파괴 시

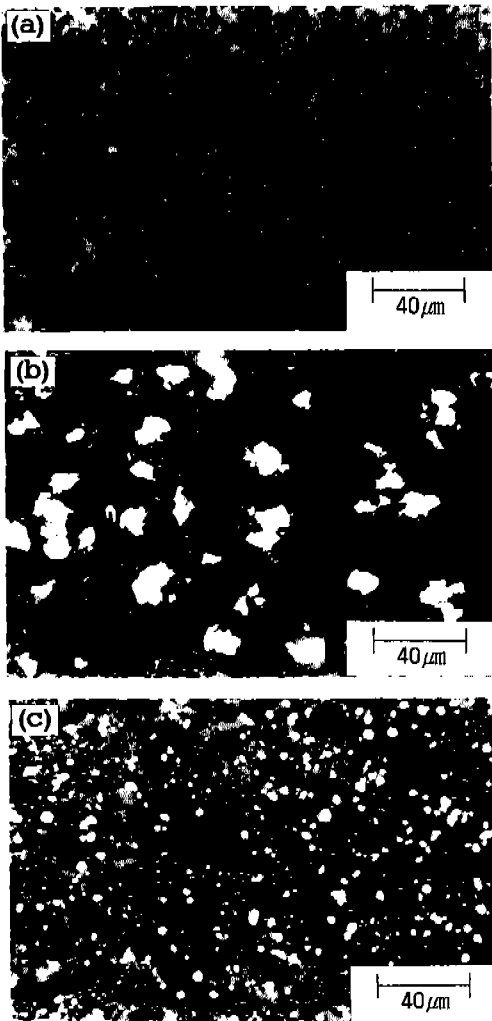


Fig. 1. Optical micrographs of (a) YBCO, (b) YBCO-10vol% Ag made from 'A Powder' and (c) YBCO-10vol% Ag made from 'B Powder'.

Table 1. Strength, fracture toughness, fracture surface energy and elastic modulus of YBCO and YBCO-

Specimens	YBCO	YBCO-10vol.%Ag (A powder)	YBCO-10vol.%Ag (B powder)
Strength (MPa)	88	116	128
Fracture toughness (MPa√m)	1.6	2.6	2.9
Fracture surface energy (MPa·m)	1.16 × 10 ⁻⁵	3.28 × 10 ⁻⁵	4.16 × 10 ⁻⁵
Elastic modulus (GPa)	110	103	101

에 더 높은 에너지나 응력을 필요로 하기 때문이다.

둘째, YBCO의 평균열팽창계수는 $16.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로써 Ag의 $19.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 보다 작은 값을 가지므로 YBCO 기지상에는 잔류압축응력이 유도될 수 있다. YBCO 기지에 유도되는 압축응력은 전파되는 균열 선단에 가해져 균열의 전파를 방해할 것이다.¹⁵⁾

셋째, 제조된 시편의 밀도는 이론밀도의 약 95~96%이므로 많은 양의 기공이 존재하는 것을 알 수 있다. 일반적으로 세라믹재료의 기계적인 성질은 재료에 존재하는 기공의 양, 크기 및 분포 등에 의해 민감하게 영향을 받으며,¹⁶⁾ Wagh 등의 연구에 의하면 YBCO 초전도재료에서 기공의 양에 의한 강도값의 감소변화는 지수상수(t)가 3.07로 측정되었다.¹⁷⁾ 이는 α -alumina($t=2.54$)나 Si_3N_4 ($t=2.98$)와 같은 재료보다도 높은 값으로써 YBCO 재료의 기계적인 성질은 기공에 상당한 영향을 받는 것으로 생각된다. YBCO에서 존재하는 기공의 크기는 YBCO-Ag에서보다 상대적으로 더 크고 넓은 분포를 가지는 것으로 관찰되었으며, 이는 YBCO-Ag에서 미세한 Ag입자가 기공을 채워주는 현상과 부분적으로 관련이 있는 것으로 생각된다. 그러므로 YBCO에서는 큰 기공의 존재로 인하여 지역에서의 응력집중이 YBCO-Ag보다도 클 것이므로 상대적으로 기계적인 성질이 낮아질 것으로 판단된다.

넷째, YBCO-Ag의 강도 및 파괴인성값은 'A 분말'로 만들었을 때보다도 'B 분말'로 만들었을 때 약간 더 높은 것으로 측정되었다. 이는 그림 1에 보듯이 'B 분말'의 시편에서 Ag 입자가 더 미세하고 균일하게 분포된 것과 연관되는 것으로 생각된다. 즉 Ag 입자가 미세하고 균일하게 분포되면 응력집중이 효과적으로 분산되기 때문으로 판단된다.

YBCO의 탄성율은 Ag의 첨가에 따라 미세하게 감소하는 것으로 측정되었는데 이는 Ag의 탄성율이 71 GPa로써, YBCO보다 상대적으로 낮은 값을 가지기 때문으로 생각된다. 파괴면의 에너지는 파괴인성값과 탄성율의 값으로부터 계산되었다.

열충격 사이클에 따른 YBCO와 YBCO-Ag 초전도체의 J_c 값의 변화를 그림 2에 나타내었다. 사용된 급랭속도는 120°C/s 와 60°C/s 이었다. 그림 2로부터 다음의 설명이 가능하다. 첫째, YBCO와 YBCO-Ag 초전도체에서 J_c 값의 변화는 열충격 사이클의 수가 증가할수록 감소하고 이러한 경향은 시편이 파단될 때

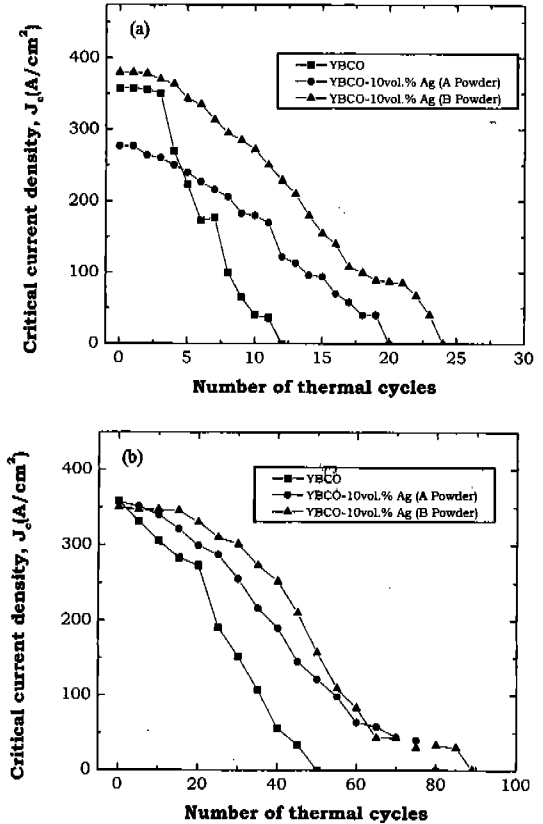


Fig. 2. Dependence of J_c of YBCO and YBCO-Ag on the number of thermal cycles at quenching rates of (a) 120°C/s and (b) 60°C/s .

까지 지속된다. 일반적으로, 열변화에 의해 발생하는 열응력은 재료에 미세균열을 야기시킬 수 있다. 미세균열은 재료 내에 존재하는 결함과 함께 반복되는 열충격 사이클에 의한 피로과정에 의해 그 크기가 증가될 것이다. 이러한 결함들의 증가와 성장은 초전류에 대한 'weak-link'로 작용하여 J_c 값을 감소시키는 것으로 판단된다.¹⁸⁾

둘째, J_c 값을 0 A/cm^2 으로 감소시키는데 필요한 열충격 사이클의 수는 급랭속도가 증가할수록 감소한다. 60°C/s 의 급랭속도로 열충격을 주었을 때 YBCO 시편은 49번째, YBCO-Ag('B 분말') 시편은 89번째 열충격 사이클에서 파단되었다. 반면에 120°C/s 로 열충격을 주었을 때 YBCO 시편은 12번째, YBCO-Ag('B 분말') 시편은 24번째 열충격 사이클에서 파단되었다. 이러한 감소는 급랭속도가 증가할수록 급랭과정에서 발생하는 열응력이 커지기 때문으로 사려

되며, 열응력이 증가하면 재료를 파단 시키는데 필요한 열충격 사이클의 수는 감소된다. 열응력의 증가는 미세균열의 수와 크기를 증가시키고, 이러한 현상은 반복된 열충격 사이클에 의해 더욱 심화되어 J_c 값을 감소시킬 것이다.

셋째, 반복된 열충격 사이클 수가 증가함에 따라 J_c 값의 상대적 감소분은 YBCO 재료보다 YBCO-Ag 복합재료에서 더욱 작게 나타난다. YBCO와 YBCO-Ag 초전도체에서 열충격 사이클에 따른 상대적인 잔류 J_c 값을 비교하기 위해 YBCO의 J_c 값에 대한 YBCO-Ag의 J_c 값의 비를 그림 3에 나타내었다. 그림 3으로부터 J_c 값들에 대한 비는 열충격 사이클의 횟수가 증가함에 따라 향상되는 것을 알 수 있다. 이는 Ag의 첨가로 인해 YBCO 초전도체는 열충격과 열피로에 의해 야기되는 조직손상에 대한 저항이 높아

졌음을 암시하며, 이러한 결과는 복합재료의 기계적인 성질이 향상되었기 때문으로 생각된다. 즉 YBCO-Ag의 증가된 강도 및 인성값은 재료에 열충격으로 인한 미세균열의 발생과 성장을 억제시켜, YBCO에서보다 미세균열의 밀도와 크기가 상대적으로 작을 것이다. 미세균열의 정도가 감소할수록 'weak-link' 효과는 적어지게 되어 J_c 값의 감소분이 상대적으로 완만하게 나타난 것으로 판단된다.¹⁹⁾ 또한 Ag 입자는 YBCO 결정립 사이에 존재하여 결정립간의 접촉을 향상시켜줌으로써 'weak-link' 효과를 감소시킬 수 있는 것으로 보고되었다.¹⁸⁾ 마지막으로 그림 2와 3에서 YBCO와 YBCO-Ag 시편의 초기 J_c 값을 비교해보면 Ag의 첨가는 YBCO 재료의 J_c 값을 저하시키지 않는 것으로 나타나는데, Ag가 YBCO 상과 화학적으로 안정하기 때문이며, 이는 X-선 분석을 통해 알 수 있었다.

식 1-3 으로부터 R, R', R''' 변수값들이 크면 균열의 발생과 성장의 관점에서 열충격저항이 우수함을 나타낸다. Ag의 첨가가 YBCO 초전도체의 열충격저항에 미치는 영향을 파악하기 위해 R, R', R''' 변수값들을 계산하여 표 2에 나타내었다. 강도, 파괴면의 에너지, 탄성률 값들은 표 1에 나타난 값들을 이용하였다. 열팽창계수와 열전도도는 YBCO, YBCO-15vol.% Ag, Ag에서 측정된 참고문헌의 값을 이용하여, 이 물질들이 혼합법칙(rule-of-mixture)을 따른다는 가정 하에 계산하였다.^{20,21)} YBCO와 Ag의 열팽창계수는 각각 $16.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 와 $19.7 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 로, YBCO와 YBCO

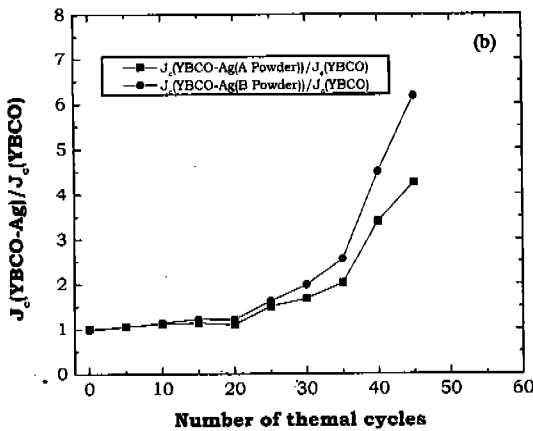
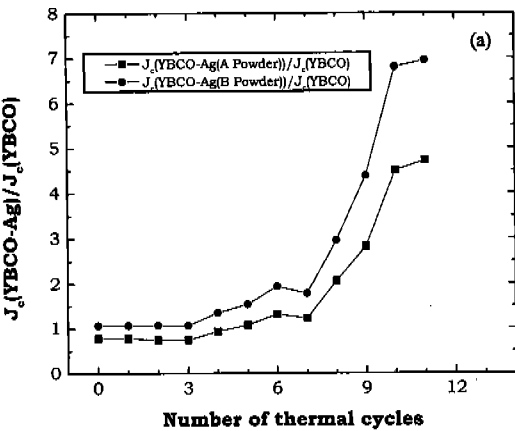


Fig. 3. Dependence of relative values of retained J_c of YBCO-Ag on the number of thermal cycles at quenching rates of (a) 120 °C/s and (b) 60 °C/s.

Table 2. Poisson's ratio, thermal expansion coefficient, thermal conductivity and R, R' and R''' parameters of YBCO and YBCO-Ag

Specimens	YBCO	YBCO-10vol% Ag (A Powder)	YBCO-10vol% Ag (B Powder)
Poisson's ratio	0.261	0.274	0.273
Thermal expansion coefficient($^{\circ}\text{C}$)	1.67×10^5	1.70×10^5	1.70×10^5
Thermal conductivity (W/m-K)	5.1	9.0	9.0
R parameter	35.4	48.1	54.2
R' parameter	180	433	488
R''' parameter	2.23×10^4	3.46×10^4	3.53×10^4

-15vol.% Ag의 열전도도는 각각 5.1 W/m-K와 11 W/m-K로 보고된 값을 계산에 이용하였다.

표 2에서 보듯이 YBCO-Ag 복합초전도에서는 YBCO 보다 R, R', R^{''} 변수값들이 더 큰 것을 알 수 있다. YBCO의 R, R', R^{''} 변수들은 각각 35.4, 180, 2.23×10⁻⁴의 값을 가진다. 반면에 YBCO-Ag 복합초전도에서는 이들 값들이 'A 분말'로 만든 시편에서 각각 48.1, 433, 3.46×10⁻⁴으로 증가하였고, 'B 분말'로 만든 시편에서 각각 54.2, 488, 3.53×10⁻⁴으로 더욱 향상되었다. YBCO-Ag 에서 R, R', R^{''} 변수들이 증가한 것은 표 1과 2에 나타난 것과 같이 강도, 파괴인성, 열전도도 등의 성질이 향상되었기 때문으로 생각되며, 이는 YBCO-Ag 복합재료에서 열충격에 대한 저항이 YBCO 보다도 우수함을 나타낸다. YBCO와 YBCO-Ag에서 계산된 R, R', R^{''} 값들의 상대적인 대소는 그림 2에 나타난 결과와도 일치한다.

4. 결 론

YBCO와 YBCO-10vol% Ag 초전도체의 기계적인 성질(강도, 파괴인성 등)과 열충격내성에 대해 평가하였다. Ag의 첨가로 인해 강도, 파괴인성은 증가하였으며 탄성율은 감소하는 것으로 나타났다. 또한 열충격에 대한 내성은 향상되었는데 이는 언급한 기계적인 성질의 변화와 함께 열전도도가 향상되었기 때문으로 생각된다. 질산염 형태의 AgNO₃ 용액을 혼합하여 만든 복합초전도체가 금속분말 형태의 Ag를 혼합하였을 때보다 Ag 입자가 더욱 미세하고 균일하게 분포되었으며, 이로 인해 강도, 파괴인성 및 열충격 내성이 더 높게 나타난 것으로 판단된다. 그리고 10vol%의 Ag 첨가는 YBCO 재료의 J_c값을 저하시키지 않는 것으로 관찰되었다.

참고문헌

1. N. McN. Alford, J. D. Birchall, W. J. Clegg, M. A. Harmer, K. Kendall and D. H. Jones, *J. Mater. Sci.*, **23** (1988) 761.
2. B. A. Boley and J. H. Winter, *Theory of thermal stresses*, John Wiley and Sons, Inc. (1960)
3. C. H. Kent, *J. Appl. Mech.*, **54** (1932) 185.
4. R. L. Coble and W. D. Kingery, *J. Am. Ceram. Soc.*, **38** (1955) 33.
5. D. P. H. Hasselman, *Ceramurgia International*, **4** (1978) 4.
6. D. H. P. Hasselman, *Mater. Sci. Res.*, V, *Ceramics in severe environments*, 89, eds., W. W. Kriegel and H. Palmour, III, Plenum Press, New York (1971).
7. D. H. P. Hasselman, *J. Am. Ceram. Soc.*, **52**, 11, (1969) 600.
8. J. P. Singh, K. Niihara and D. H. P. Hasselman, *J. Mater. Sci.*, **16** (1981) 2789.
9. J. P. Singh, R. A. Guttschow, J. T. Dusek and R. B. Poeppel, *J. Mater. Res.*, **7**, 9, (1992) 2324.
10. J. C. Borofka, B. C. Hendrix, A. I. Attarwalä and J. K. Tien, *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**, 4, (1993) 1011.
11. J. Joo, J. P. Singh, T. Warzinski, A. Grow and R. B. Poeppel, *Applied Superconductivity*, **2**, 6, (1994) 401.
12. Chan-Joong Kim, Ki-Baik Kim, Il-Hyun Kuk, Gye-Won Hong, Soon-Dong Park, Suk-Woo Yang and Hyung-Sil Shin, *J. Mater. Sci.*, **32** (1997) 5233.
13. W. H. Brown, Jr. and J. E. Scrawley, in *American Society for Testing and Materials, Special technical publication*, 410, 13 (ASTM, PA 1966).
14. J. Krautkraumer and H. Krautkraumer, *Ultrasonic testing of materials* (Springer, New York, 1983).
15. D. S. Kupperman, J. P. Singh, J. Faber, Jr. and R. L. Hitterman, *J. Appl. Phys.*, **66** (1989) 3396.
16. J. P. Singh, *Advanced Ceramic Materials*, **3**, 1, (1988) 18.
17. A. S. Wagh, J. P. Singh and R. B. Poeppel, *J. Materials Science*, **28** (1993) 3589.
18. S. Jin, T. H. Tiefel, R. C. Sherwood, M. E. Davis, R. B. Van Dover, g. W. Kammlott, R. A. Fastnacht and H. D. Keith, *Appl. Phys. Lett.*, **52** (1988) 2074.
19. J. Joo, J. P. Singh, T. Warzinski, A. Grow and R. B. Poeppel, *Applied Superconductivity*, **2**, 6, (1994) 401.
20. J. P. Singh, D. S. Kupperman, S. Majumdar, R. L. Hitterman and D. W. Schroeder, *Proceedings of the International Conference on Micromechanics of Failure of Quasi-Brittle Materials*, Albuquerque, NM, June (1990).
21. C. Camperi, Private communications, Report by Astronautics Technology Center (1990).