

SHS Microwave 법으로 합성한 SiC 분말의 고온가압 소결특성

김도경 · 안주삼* · 김익진** · 이형복

명지대학교 무기재료공학과

*연세대학교 세라믹공학과

**한서대학교 재료공학과

(1995년 3월 15일 접수)

Sintering Characterization of Hot-Pressed SiC Prepared by SHS Microwave Method

Do-Kyung Kim, Zou-Sam Ahn*, Ik-Jin Kim** and Hyung-Bock Lee

Dept. of Inorg. Mater. Eng., Myongji Univ.

*Dept. of Ceram. Eng., Yonsei Univ.

**Dept. of Mater. Sci. and Eng., Hanseo Univ.

(Received March 15, 1995)

요 약

SHS microwave 법을 이용하여 단시간에 소결분말로 이용가능한 초미분의 β -SiC 분말을 합성하였다. 합성분말들을 2000°C에서 60분동안 고온가압 소결한 SiC 소결체의 기계적 특성은 B_4C 양을 변화시킨 경우 2.5 wt%에서 99.5% 이상의 높은 상대밀도를 나타내었으며 꺾임강도, 파괴인성 및 경도값은 각각 438 MPa, $4.15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 그리고 28 GPa를 나타내었다. 또한 Al_2O_3 양을 변화시킨 경우 4 wt%에서 99.9% 이상의 높은 상대밀도를 나타내었으며 꺾임강도, 파괴인성 및 경도값은 각각 458 MPa, $4.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 그리고 36.2 GPa를 나타내었다.

ABSTRACT

Ultra-fine β -SiC powders were fabricated by self-propagating high temperature synthesis process (SHS) using microwave oven. The flexural strength, fracture toughness, and hardness of hot pressed sample at 2000°C for 60 min using synthesized SiC powders, which had 2 wt% of Al_2O_3 and 2.5 wt% of B_4C content, showed 438 MPa, $4.15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ and 28 GPa, respectively. The highest strength, fracture toughness, and hardness of composites containing 4 wt% of Al_2O_3 , which had highest relative density of 99.9%, showed 458 MPa, $4.6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ and 36.2 GPa, respectively.

Key words: Ultra-fine β -SiC, SHS microwave oven, B_4C , Composite, Hot press

1. 서 론

SHS 법에 의한 첨단소재의 직접적인 발전계기는 생성물 희석(product dilution)¹⁾이나 예열(preheating)에 의해 반응온도를 제어하면서 부러졌으며, 단열반응 온도가 너무 낮아 합성이 잘 이루어지지 않는 물질은 SHS 반응시 발생하는 부차적인 열원을 합성에 이용하는 SHS 화학로(chemical furnace)법²⁾의 개발로 합성이 가능하게 되었다. 그러나 SHS 마이크로파법에 의한 합성은 단열 온도가 낮아 화학로를 사용하여 합성하였던 물질을 화

학로 사용없이 직접 SHS 반응의 연소파를 유도하여 에너지를 절감할 수 있을 뿐만 아니라 화학로 사용시 연료와 반응 생성물간에 생성될 수도 있는 불순물 방지효과로 고순도의 생성물을 얻을 수 있다.

SHS 마이크로파법에 이용되는 마이크로파의 기본적인 특성은 편광적이며 coherent한 성질을 가지며 광파와 마찬가지로 광학 법칙을 따르고 물질에 따라서 투과 흡수 반사된다. 이 마이크로파는 300 MHz의 주파수 범위의 전자기파로, 1mm에서 1m의 파장 범위를 갖고 있다.

마이크로파 주파수 범위에서 물질이 마이크로파를 흡

수하는 기구로는 다음과 같은 2가지 기구가 있다. 첫째는 분극 현상(polarization)에 의한 유전손실기구이며, 둘째는 물질의 전기전도도에 의한 ohmic 전류 유도에 의한 손실 기구이다. 우선 첫째의 유전손실기구는 전자, 원자 혹은 이온, 쌍극자, 공간 전하분극의 4가지로 나눌 수 있는데³⁾, 마이크로파에 의한 전자 분극은 주로 고분자 물질에서⁴⁾, 공간전하분극은 비교적 낮은 주파수에서 다른 물질들의 경계 영역에서 주로 일어나고 있는 것으로 알려져 있다⁵⁾. 세라믹의 발열은 일반적으로 이온(혹은 원자)분극 및 쌍극자분극에 의한 현상으로 그 중 쌍극자 분극이 주된 발열 기구로 알려져 있다^{6,7)}.

상대유전상수와 유효손실정점은 마이크로파 전계하에서 유전체의 반응을 알아보기 위한 중요한 인자로 흡수 출력과 침투거리(penetration depth)에 많은 영향을 주어, 물질의 부피 발열과 직접 관련이 있다. 또한 상대유전상수의 값은 전계에서 재료의 분극능의 측정값이며, 유효손실정점은 재료 내에서 손실되는 마이크로파 에너지의 측정값이라 볼 수 있다. 한편 Inglesias등⁸⁾은 이들 값이 재료, 주파수, 온도, 밀도, 전계방향에 많은 영향을 받는다고 보고하고 있으며, 특히 온도에 대한 변화는 마이크로파 가열을 조절하는데 가장 중요한 역할을 한다. 세라믹 재료는 온도가 증가함에 따라 상대유전상수가 대체적으로 증가한다. Ho⁹⁾는 이 현상을 부피팽창에 따른 분극능 증가로 설명하였고 $\tan \delta$ 는 온도에 매우 예민한 변수로 저온에서는 $\tan \delta$ 가 온도 변화에 따라 완만히 증가하지만 임계온도에 도달하면 급격히 증가한다. Ho⁹⁾에 따르면 온도가 상승하면 다결정인 세라믹 내에 존재하는 불순물이 입계상으로 이동하거나 유리상의 연화 또는 용융으로 인하여 $\tan \delta$ 가 증가하므로서 이런 현상이 나타난다고 보고하였다.

마이크로파를 이용한 SHS 법의 유도는 복사/전도열에 의해 시편의 표면부터 가열되는 일반의 점화방법과는 다르게, 시편의 내부 및 부피 발열(internal and volumetric heating)에 의해서 열이 발생하므로 시편 내부의 온도구배 및 열흐름이 일반적인 외부점화법에 의한 경우와는 반대로 되어 있다. 시편이 바로 열원이므로 마이크로파 소성에서는 단열체의 선택과 위치등이 시편의 온도구배에 결정적인 영향을 미친다.

따라서 본 연구에서는 SHS 마이크로파를 사용하여 SiC를 합성하고 합성한 분말의 소결특성을 알아보기 위해 Ar 분위기하에서 소결조제로 B₂C와 Al₂O₃의 첨가량을 변화시키면서 2000°C에서 60분간 30 MPa로 고온 가압소결하여 밀도, 쥐임강도, 파괴인성 및 경도값에 대하여 조사하였다.

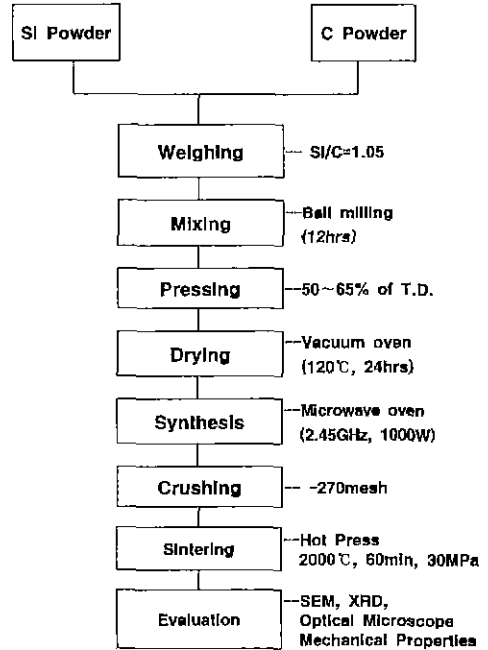


Fig. 1. Experimental procedure.

2. 실험

2.1. 시편제조 및 분말합성

출발물질^{2,10)}은 Si(Alfa Co. Ltd. 28.6 m²/g)와 탄소원은 C(Cabot Co., 220 m²/g)로 bead형 무정형 입자가 서로 응집되어져 있으며 입자크기가 상당히 작은(0.16 nm) 것을 사용하였다. Fig. 1은 SHS microwave 법으로 합성한 탄화규소의 대략적인 실험공정도이다. carbon과 silicon의 몰비를 1.05가 되도록 화학양론적 조성으로 무게를 평량한다. 그 후 ball mill에서 산화방지 용매로 n-hexane을 사용하여 12시간 가량 충분히 습식혼합한 후 진공건조기에서 건조한다. 그 후 혼합분말을 10 g 썬 체취하여 이론밀도의 50~65% 범위의 상대밀도가 되도록 압력을 가하여 성형한다. 20 mm의 pellet형 시편을 제조한 후 성형시편을 120°C의 진공건조기에서 5시간동안 충분히 건조한 후 주파수는 2.45 GHz, 출력은 1000 W이며, 회전판이 부착된 microwave oven(Goldstar, MR-400M)을 사용하였다. 실험에 사용한 insulation box는 저온용 내화벽돌을 microwave oven 밑바닥에 놓고 그 위에 고온용 단열재(Kaowool, Toshiba Monofrax Co., Ltd, Japan)를 올려 놓은 후, 이 속에 시편보다 약간 큰 구멍을 뚫고 시편을 넣었으며 그 위에 같은 재질의 단열재로 뚜껑을 덮었다(Fig. 2). 시편의 온도측정은 전면

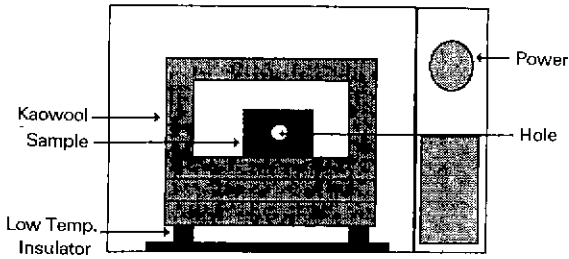


Fig. 2. Schematic view of experimental equipment.

내화물에 있는 지름 8 mm의 구멍을 통하여 광학온도측정계(TR-630A, Minolta Camera, Ltd, Japan)로 측정하였다. 시편은 합성후에 microwave oven 내에서 자연냉각시켰다.

합성분말의 소결특성을 알아보기 위해 Ar 분위기하에서 소결조제로 Al_2O_3 를 2 wt%로 고정하고 B_4C 를 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5 wt%로 변화시킨 경우와 B_4C 를 1.5 wt%로 고정하고 Al_2O_3 를 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 wt%로 변화시키며 첨가하여 2000°C에서 60분간 30 MPa로 고온가압소결하였다.

2.2. 분석 및 측정방법

합성한 분체의 결정상과 반응상을 확인하기 위해 XRD분석(Shimadzu사, model XD-D1, $CuK\alpha$)기를 사용하여 30~80°의 회절각(2 θ) 범위에서 분석하였으며 각각의 합성조건에 따른 입자형태와 크기 및 미세구조를 알아보기 위해 massive 상태를 SEM(ISI ABT사, model SX-30E)으로 관찰하였다.

고온가압 소결체의 상온 격임 강도(MOR)는 Instron(Instron Japan사의 Model 4240)을 사용하여 cross head speed 0.5 mm/min, Span 거리 25 mm의 조건으로 파괴하중을 구한 뒤 3점격임강도를 구하였다. 또한 파괴인성은 Indentation법으로 측정하였으며 이때의 조건은 하중 5 Kg_f, load time 30 sec, loading speed 150 μ m/sec으로 계산하였다.

과단면은 확대경으로 파괴의 전체상을 확인한 후 광학현미경(Leitz, Germany, Type 307-148, 002)을 사용하여 파괴발생원이나 균열의 진행사항을 조사하였다.

소결체의 경도를 측정하기 위해 시편을 경면연마한 후 Vickers 미소경도시험기로 측정하였으며 압입후 15 초간 유지하였다. 1 kg_f의 하중과 40 μ m/sec의 속도조건에서 측정된 압흔의 대각선 길이를 Lee & Brun의 식으로 계산하였다.

또한 입자압입에 의한 파괴인성을 측정할 시에는 압

입시의 하중을 5 kg_f, 70 μ m/sec의 속도조건에서 측정하여 Charles & Evans 식으로 계산하였다.

소결된 시편의 상대밀도는 부피비중을 이론밀도로 나누어 rule of mixture에 의하여 계산하였으며, 소결체의 밀도는 KSL-3114에 따라 소결시편을 100°C에서 3시간 끓인 후 시편의 부유무게와 포수무게를 측정하여 부피를 계산하고 시편의 건조무게로부터 계산하였다.

3. 결과 및 고찰

일반적으로 비표면적이 작은 탄소원을 사용하여 마이크로파 장내에서 nonhybrid heating에 의한 SiC의 합성은 불가능하다. 이를 개선하기 위해서는 실험적인 요소를 많이 변화시켜야 한다. 가장 간단한 방법은 SiC rod나 plate를 사용하여 hybrid heating을 유도하는 경우로 합성시 초기에는 도움이 되나 일정온도 이상에서는 hybrid heating을 유도하는 매질이 많은 microwave energy를 흡수하여 시편에 필요한 energy를 상당부분 흡수한다. 또 다른 방법은 출발물질이 갖는 형상(판상, 구형 etc.)과 혼합시간을 변화시켜 혼합시에 입자형상 자체를 분쇄하거나 또는 일반적인 유발에서의 혼합보다 더 좋은 혼합지수를 갖게 하는 것이다. 입자의 형상자체가 마이크로파 장내에서의 마이크로파와 어떤 역할을 하는 지에 관하여는 이론적인 확립이 이루어져 있지 않으나 일부에서는 금속의 입자형상중 판상형의 날카로운 모서리부분에서 아크를 발생하는 것으로 보고하고 있다. 이러한 아크의 발생은 마이크로파를 이용하여 SHS 반응을 유도하는데는 어느 정도 도움이 되나 실제로 반응자체를 불완전 연소로 유도하여 최종 생성물의 물성에 나쁜 영향을 미치게 된다. 따라서, 아크발생을 억제하기 위해 마이크로파 장내에서의 시편의 위치를 변화시키며 합성하였다. 이러한 이유 때문에 예비실험을 거쳐 nonhybrid heating에 영향을 받지 않는 비표면적이 큰 cabot사 탄소를 선정하여 실험하였다. 고순도 알루미늄으로 제작한 insulation box 내에 pellet형 시편을 중앙에 놓고 점화시키면 10초내에 합성이 이루어진다. Fig. 3은 SHS 마이크로파로 합성한 SiC의 X-선 회절도이다. 약간의 α -SiC를 포함하는 β -SiC가 합성된 것을 알 수 있다. 점화가 확인되면 power를 끄고 시편의 온도를 pyrometer를 사용하여 측정한다. 점화시의 온도는 대략 1200~1300°C로 이는 일반적으로 보고된 합성온도 1450°C 이상보다도 100~200°C 정도 낮다. 이것은 마이크로파에 의한 소결이론과 유사한 경우로 합성분말의 비표면적이 큰 이유도 있지만 빠른 승온 속도에서 기인한 현상이라고

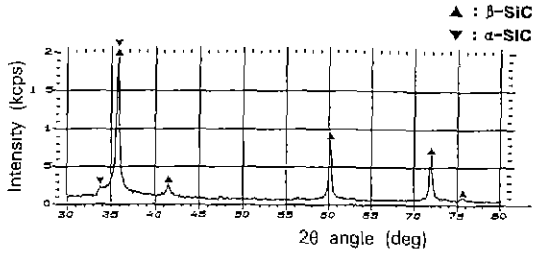


Fig. 3. X-ray diffraction pattern of SiC prepared by SHS microwave.

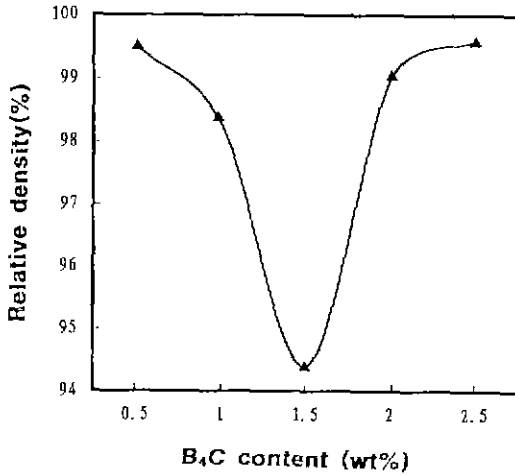


Fig. 4. Relative density of SiC-2 wt% Al₂O₃ hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of B₄C content.

생각된다.

SiC는 공유결합성이 강한 난소결성 물질이므로 소결 조제로 많이 이용되고 있는 물질로는 1wt% 이내의 B와 C¹¹⁻¹³가 보고되고 있다. 이중 주로 소결의 여부를 결정짓는 것은 탄소원의 종류로 분산성에 따라 소결성이 상압소결의 경우 최고 50%까지 좌우하는 것으로 보고되고 있다. 본 실험에서는 소결성을 좀 더 향상시키기 위해 고온가압소결을 행하였고, 소결조제로는 B₄C를 첨가하여 분산성의 영향을 배제하였고 또한 B₄C와 Al₂O₃의 동시첨가로 고상소결과 액상소결을 동시에 일어나도록 하였다.

Fig. 4는 Al₂O₃를 2wt%로 고정하였을 때 B₄C 함량을 변화시키며 2000°C에서 60분간 30 MPa로 고온가압소결한 상대밀도의 변화를 도식한 것이다. B₄C 첨가량이 0.5 wt%에서는 99.4%의 높은 상대밀도를 갖고 첨가량이 1.5 wt%에서 94%로 감소하였다. 그후 다시 첨가량이 증가

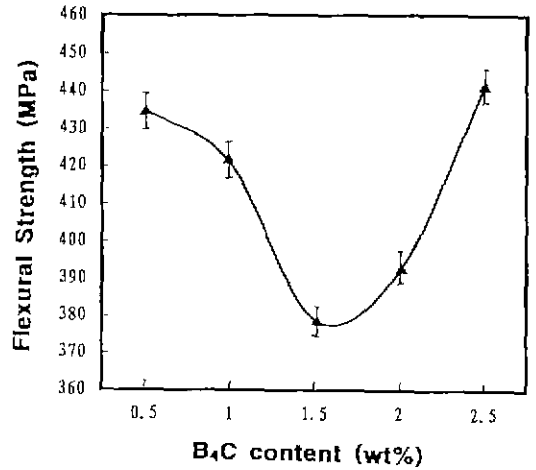


Fig. 5. Flexural strength of SiC-2 wt% Al₂O₃ hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of B₄C content.

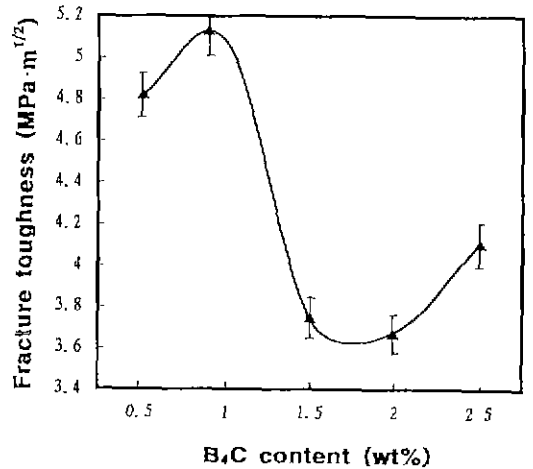


Fig. 6. Fracture toughness of SiC-2 wt% Al₂O₃ hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of B₄C content.

하면 상대밀도가 증가하여 2.5 wt%에서 99.5%의 높은 상대밀도를 갖는다. B가 SiC의 소결조제로서 어떠한 거동을 하는지는 명백히 알려진 바 없으나 소결과정에서 표면확산/기상전달을 억제하여 과대입성장을 방지함으로써 치밀화가 된다고 보고되고 있다. Bind에 의하면 B₄C는 1차적으로 산화피막과 반응하여 γ_{sv} 를 증가시키며 고온부에서 SiC 입자내에 고용되어(2 wt% at 2000°C) γ_{GB} 를 낮추어 소결체의 화학포텐셜을 감소시켜 소결을 촉진한다는 보고¹²⁾와 일치하고 있다.

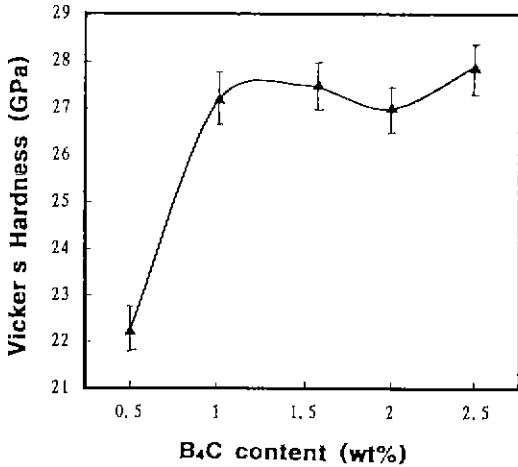


Fig. 7. Vickers hardness of SiC-2 wt% Al₂O₃ hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of B₄C content.

Al₂O₃를 2 wt%로 고정하고 B₄C의 양을 변화시키며 측정된 곡강도값을 Fig. 5에 나타내었다. B₄C의 양이 많아질수록 상온 3점 곡강도측정값은 1.5 wt%를 변곡점으로 감소하다가 다시 증가하는 것을 볼 수 있다. 이는 SiC 내에 고용될 수 있는 B₄C의 최적까지는 증가하다 그후 더많은 양이 들어가 고용의 한계를 넘어서면서 강도나 밀도의 저하를 가져온 것으로 여겨진다. 이 고용한계를 넘어 다시 밀도의 증가를 가져오는 이유는 복합체의 형태로 조직강화를 하여 소결체의 물성에 영향을 미친 것으로 생각된다.

Fig. 6은 Al₂O₃를 2 wt%로 고정하고 B₄C의 양을 변화시키며 측정된 파괴인성값을 나타낸 것으로 밀도나 곡강도와 거의 유사한 경향성을 띠고 있다. Fig. 7은 경도값의 변화를 나타낸 것으로 B₄C의 양이 증가함에 따라 경도가 증가하는데 이는 이전의 밀도와 곡강도 경향과는 다른 것으로 고온가압 소결체의 경도값은 상대밀도값에 관계없이 B₄C 함량이 증가할수록 증가하는 것을 알 수 있다.

Fig. 8은 B₄C를 1.5 wt%로 고정하였을 때 Al₂O₃ 함량을 변화시키며 2000°C에서 60분간 30 MPa로 고온가압소결한 상대밀도의 변화를 도시한 것이다. Al₂O₃가 2 wt% 첨가될 때는 94.5%의 상대밀도를 보이고 3 wt% 이상에서는 거의 이론밀도와 동일하게 나타난다. Al₂O₃로 액상 소결조제로의 치밀화도는 초기의 치밀화에는 효과적이지만 어느 정도 치밀화가 이루어졌을 때에는 Al₂O₃의 첨가가 더 이상 치밀화에 기여하지 못하는 것을 보여주고 있다. 이 액상소결조제로서의 Al₂O₃ 작용은 SiC 중에

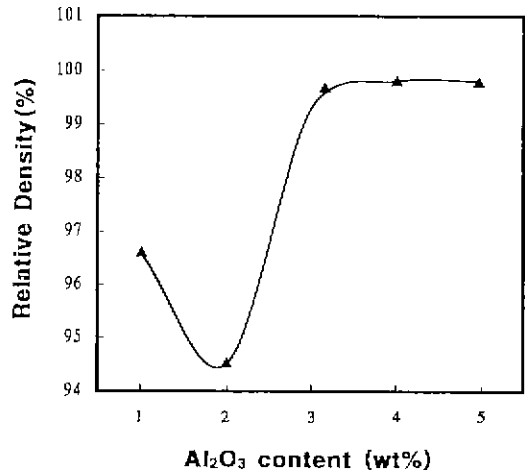


Fig. 8. Relative density of SiC-1.5 wt% B₄C hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of Al₂O₃ content.

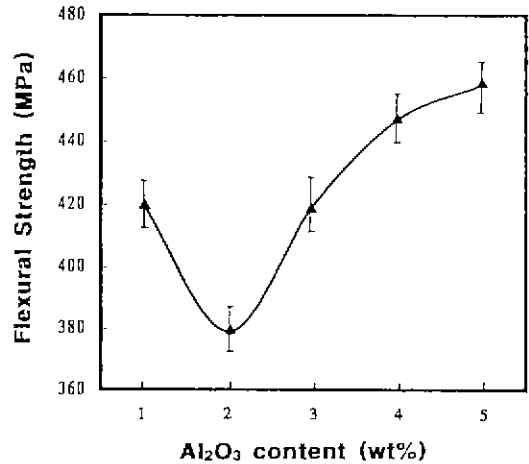


Fig. 9. Flexural strength of SiC-1.5 wt% B₄C hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of Al₂O₃ content.

함유되어 있는 SiO₂ 외의 다른 불순물간에 반응하여 알루미나 규산염을 생성하여 SiC의 고밀도화를 촉진한다고 보고¹⁴⁾하고 있다. 알루미늄계 조제를 첨가할 때는 조건에 따라서는 계내에서 다양한 반응이 일어나는데 Si 증기의 발생이나 Al₂O₃의 생성등을 들 수 있다.

B₄C를 1.5 wt%로 고정하고 Al₂O₃의 양을 변화시키며 측정된 곡강도값을 Fig 9에 나타내었다. Al₂O₃의 양이 많아질수록 상온 3점 곡강도측정값은 2 wt%를 변곡점으로 증가하는 것을 볼 수 있다. 이는 전술한 SiC 내의

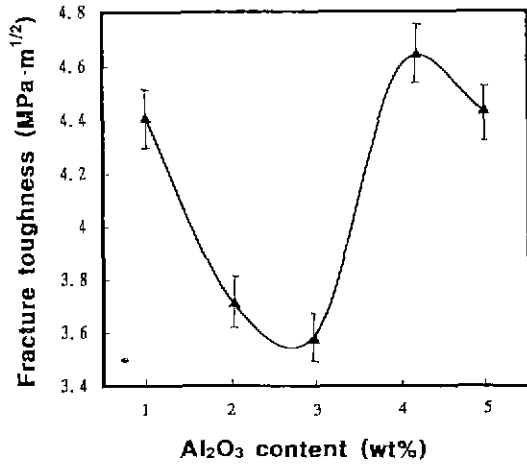


Fig. 10. Fracture toughness of SiC-1.5 wt% B₄C hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of Al₂O₃ content.

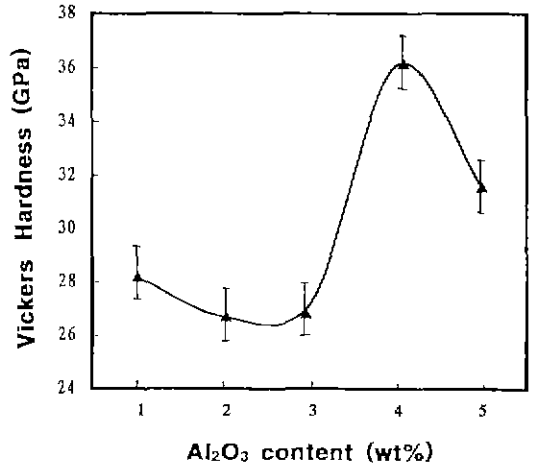


Fig. 11. Vickers hardness of SiC-1.5 wt% B₄C hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min as a function of Al₂O₃ content.

B₄C 고용한계 및 액상소결조제로 작용한 Al₂O₃ 첨가량의 관계로, B₄C를 1.5 wt%로 고정하였을 때의 Al₂O₃의 양은 3 wt% 이상이 적절한 것을 알 수 있다. 또한 Fig. 10의

파괴인성과 Fig. 11의 경도값 결과를 종합해 보면 최적의 첨가량은 Al₂O₃ 4 wt%인 것을 알 수 있다. 5 wt% 이상에서는 비록 소결밀도가 이론밀도에 가깝다고 해도 더

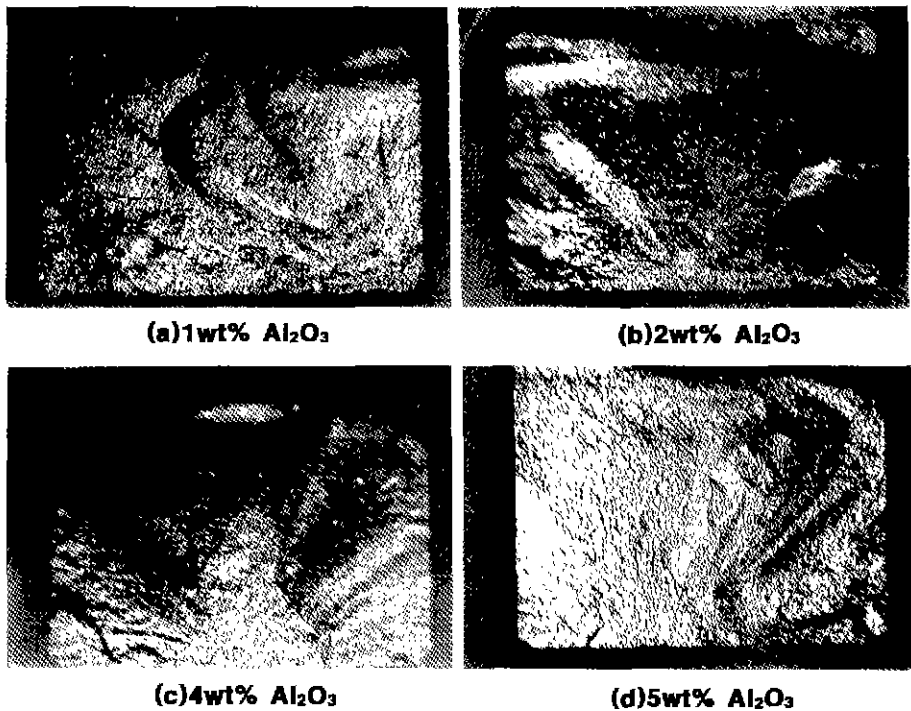


Fig. 12. Optical micrographs of the fractured surfaces for the SiC-1.5 wt% B₄C specimens as a function of Al₂O₃ content.

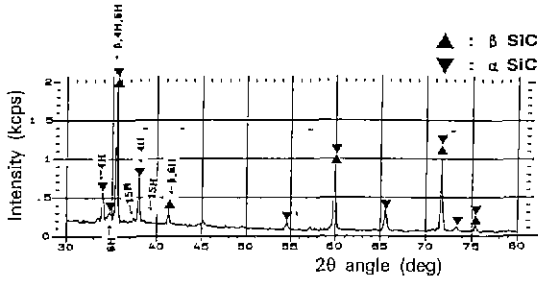


Fig. 13. X-ray diffraction pattern of SiC hot-pressing sintered at 2000°C for 60 min (Al_2O_3 2 wt% + B_4C 0.5 wt%).

이상의 파괴인성과 경도증진효과는 볼 수 없었으며 오히려 감소하고 있다.

Fig. 12는 강도측정후의 파단면사진이다. 주로 내부의 결함에 의한 것으로 (b)는 전형적으로 내부의 파괴원에 기인한 것으로 파괴된 주위의 mirror, mist, hackle이 순차적으로 퍼져나간 것을 볼 수 있다. (d)는 표면의 파괴원에 기인한 것으로 파괴된 주위로 동심원 모양으로 hackle이 퍼져나간 것을 볼 수 있다. 이는 시편가공상의 결함이 아닌 시편의 가공에 의한 결함의 표면노출에 의한 것이다. 이러한 파괴의 발생원인 내부결함이 생기는 이유는 출발원료의 혼합이 불균일하여 소결시 불순물이 응집된 결과로, 좀 더 좋은 소결체를 얻기 위해서는 원료분말과 소결조제를 균질하게 혼합하여 내부결함으로 작용할 가능성을 배제하는 수 밖에 없다.

Fig. 13은 X-선 회절분석에 의하여 고온가압 소결체의 다형변화¹⁵⁾를 조사하였다. 합성분말은 소량의 6H α -SiC를 포함하는 3C β -SiC로 구성되어 있었으나 소결체의 결과는 3C β -SiC 이외에 4H, 6H, 15R α -SiC가 서로 공존하여 존재하고 있는 것을 볼 수 있다. 그림에 의하면 β 의 회절 peak 강도는 감소하고 6H와 4H peak 강도가 증가하는 것으로 보아 상변태에 의한 안정구조는 4H로 나타나고 있다. 이러한 다형변태는 α -SiC보다 β -SiC에서 더 잘 발생하는데 그 이유는 소결시 $\beta \rightarrow \alpha$ 로 상전이가 일어나며 동시에 다형변태를 수반하기 때문이다. 6H α -SiC는 다른 다형에 비해 2200~2600°C 범위에서 가장 안정한 구조를 보이고, 2200°C에서 에너지 준위가 15R에 상당히 접근한다고 알려져 있다. 그러나 본 실험에서는 2000°C에서 고온가압 소결한 것임으로 6H 고온 안정상이 4H에 비해 상대적으로 적게 나타남을 볼 수 있다.

4. 결 론

본 연구에서는 SHS microwave 법을 이용하여 탄화

규소를 합성하였으며, 합성한 분말의 소결특성을 연구하여 다음과 같은 결론을 얻었다.

1. Microwave oven(2.45 GHz, 1000 W)를 사용하여 insulation box 내에서 10초 이내에 합성한 SiC는 미량의 α -SiC를 포함하는 β -SiC이었다.

2. Al_2O_3 를 2 wt%로 고정하고 B_4C 양을 변화시킨 경우 2.5 wt%에서 99.5% 이상의 높은 상대밀도를 나타내었으며 꺾임강도, 파괴인성 및 경도값은 각각 438 MPa, 4.15 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 그리고 28 GPa으로 나타내었다. 또한 B_4C 를 1.5 wt%로 고정하고 Al_2O_3 을 변화시킨 경우 4 wt%에서 99.9% 이상의 높은 상대밀도를 나타내었으며 꺾임강도, 파괴인성 및 경도값은 각각 458 MPa, 4.6 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 그리고 36.2 GPa을 나타내었다.

3. 고온가압소결후의 결정상은 상당부분이 β -SiC \rightarrow α -SiC로 전환된 것을 볼 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 93년도 한국과학재단 특정연구과제(과제번호 : 93-0300-08-01-3) 연구비 지원에 의해 수행되었으며 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. D.K. Kim, S. Park, D.K. Cho, K. Cho and H.B. Lee, "Studies on Synthesis and Sintering Characterization of Ti-Si System Ceramics by Self-Propagating High-Temperature Synthesis," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **31**(3), 265-274 (1994).
2. D.K. Kim, S. Park, D.K. Cho, K. Cho and H.B. Lee, "Synthesis of SiC by Self-Propagating High-Temperature Synthesis Chemical furnace," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **31**(11), 1283-1292 (1994).
3. L.L. Hench and J.K. West, Principles of Electronic Ceramics, John Wiley & Sons, p. 189, New York (1990).
4. R.E. Newnham, S.J. Jang, M. Xu and F. Jones, "Fundamental Interaction Mechanisms between Microwave and Mats," *Ceram. Trans.*, **21**, 51-68 (1991).
5. W.R. Tinga, "Interaction of Microwave with Materials," Proc. of IMPI Short Course for Users of Microwave Power, p. 19-29 (1970).
6. W.R. Tinga, "Fundamentals of Microwave-Material Interaction and Sintering," *Mat Res Soc. Symp. Proc.*, **124**, 33-44 (1988).
7. B.W. Bruce, New Frontiers in the Use of Microwave Energy: Power and Metrology," *Mat Res. Soc. Symp. Proc.*, **124**, 3-15 (1988).

8. J. Inglesias and W.B. Westphal, "Supplimentary Dielectric Constants and Loss Measurements on High Temperature Materials," Technical Report 203, MIT (1967).
9. W.W. Ho, "High-Temperature Dielectric Properties of Polycrystalline Ceramics," *Mat Res. Soc. Symp. Proc.*, **124**, 137-148 (1988).
10. O. Yamada, "Studies on Combustion Synthesis and High Pressure Sintering for Non-Oxide Ceramics," Doctoral Thesis, Osaka Univ. (1989).
11. T. Hosaka, T. Sasaki and H. Suzuki, "Process for Producing Powder of Beta Type Silicon Carbide," U.S. Patent 4, 117, 096 (Sept. 26, 1978).
12. T. Hase and H. Suzuki, "Initial-stage Sintering of β -SiC with Concurrent Boron and Carbon Additions," *日本窯業協會誌*, **88**(5), 258-264 (1980).
13. Bor-Wen Lin, "Hot-Pressing of β -SiC Powder with Al-B-C additive," *J. Am. Ceram. Soc.*, **69**(4), C-67-C-68 (1986).
14. F.F. Lange, "Hot-Pressing Behavior of Silicon Carbide Powders with Additives of Aluminium Oxide," *J. Mater. Sci.*, **10**(2), 314-20 (1975).
15. Y. Inomata, Z. Inoue and K. Kijima, "On the Formation of the 15R-type in the $\beta \rightarrow \alpha$ Transformation of SiC," *日本窯業協會誌*, **77**(9), 313-318 (1969).