

## YAG상 첨가 탄화규소-질화규소 복합재료의 기계적특성

이영일 · 김영옥 · 최현진\* · 이준근\*

서울시립대학교 재료공학과

\*한국과학기술연구원 복합기능세라믹스연구센터

(1999년 3월 2일 접수)

## Mechanical Properties of Silicon Carbide-Silicon Nitride Composites Sintered with Yttrium Aluminum Garnet

Young Il Lee, Young Wook Kim, Heon Jin Choi\* and June Gunn Lee\*

Department of Materials Science & Engineering, The University of Seoul, Seoul 130-743, Korea

\*Multifunctional Ceramics Research Center, Korea Institute of Science and Technology, Seoul 130-650, Korea

(Received March 2, 1999)

### 초 록

$\beta$ -SiC,  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 분말들을 출발원료로 사용하여 일축 가압 소결 및 열처리함으로써 등방형의  $\beta$ -SiC 입자들과 길게 자란  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자들이 균일하게 분포된 미세구조를 갖는 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료를 제조하였다. 가압 소결과 열처리 동안에 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의  $\alpha \rightarrow \beta$  상변태에 기인하여 길게 자란  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자들이 형성되었고, 또한 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자의 존재가 SiC의 입성장 및  $\beta \rightarrow \alpha$  상변태를 억제하여 등방형의  $\beta$ -SiC 입자들이 남게되었다. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 함량이 증가함에 따라 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료의 강도와 파괴인성이 증가하였고, 이는 복합화에 기인하는 결함크기의 감소와 길게 자란 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자에 의한 균열회절 및 입계상 강화에 기인하였다. SiC-40 wt% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료의 대표적인 강도와 파괴인성은 각각 783 MPa과 4.2 MPa·m<sup>1/2</sup> 이었다.

### ABSTRACT

Composites of SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> consisted of uniformly distributed, elongated  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> grains and equiaxed  $\beta$ -SiC grains were fabricated with  $\beta$ -SiC,  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powders. By hot-pressing and subsequent annealing, elongated  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> grains were grown via  $\alpha \rightarrow \beta$  phase transformation and equiaxed  $\beta$ -SiC grains due to the inhibited of both grain growth and phase transformation. The strength and fracture toughness of SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composites increased with increasing the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> content, owing to the reduced defect size and enhanced crack deflection by elongated  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> grains, and the grain boundary strengthening by nitrogen incorporation. Typical flexural strength and fracture toughness of SiC-40 wt% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> composites were 783 MPa and 4.2 MPa·m<sup>1/2</sup>, respectively.

**Key words :** Silicon Carbide, Silicon Nitride, Composite, Mechanical Property

### 1. 서 론

탄화규소(SiC)는 강한 공유결합에 기인하여 소결소재의 첨가 없이는 소결이 어려운 재료이다. 1970년대 초에 Prochazka<sup>1)</sup>에 의해 boron과 carbon의 첨가로 SiC의 상압소결이 처음 성공한 이래로 SiC는 고온강도, 내마모성, 내화학성 등의 특성이 우수하여 고온 구조재료로서 활용이 기대되는 재료였다. 그러나 다른 재료에 비해 너무 낮은 파괴인성(2.5~3.5 MPa·m<sup>1/2</sup>)과 높은 소결온도(~2100°C)에 기인하여 다른 우수한 특성에도 불구하고 구조재료로서 SiC의 응용은 제한되었다. 한편 1994년에 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 및 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 첨가하여 액상소결에 의해 제조된 이

중미세구조를 갖는 고인성(8 MPa·m<sup>1/2</sup>) 자기복합 탄화규소가 Padture<sup>2)</sup>에 의해 처음 보고된 이래로 액상소결 탄화규소는 고상소결 탄화규소 보다 특성이 우수하여 주목을 받았다. 그러나 최근에 발표된 연구 결과들은<sup>3-5)</sup> 이러한 액상소결 자기복합 탄화규소에서 길게 자란 육각 판상 입자들에 의해 파괴인성은 증가하나 강도가 낮아지는 "trade-off" 현상을 보고하였다.

재료의 특성을 향상시킬 수 있는 한가지 접근방법은 복합화이다. 예를 들면 SiC-TiC 복합재료는<sup>6)</sup> SiC에 비해 높은 파괴인성을 갖고 있고, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC 복합재료는<sup>7)</sup> Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 보다 높은 강도를 갖고 있다. 지금까지 별로 연구되지 않았던 복합재료는 액상소결 SiC에 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>를 첨가하

여 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료를 제조하는 것이다. SiC는 높은 경도와 산화저항성을 갖고 있고, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>는 높은 강도와 열충격 저항성을 갖고 있어 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료의 제조 및 기계적특성의 조사는 흥미 있는 결과를 산출할 것이 예상된다. Shaoming 등<sup>9)</sup>은 La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 소결조제로 첨가하여 SiC-25 vol% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료를 고온정수압소결(hot isostatic pressing)법으로 제조하였고, 최대 810 MPa의 강도와 액상의 조성이 다른 시편에서 5.5 MPa·m<sup>1/2</sup>의 파괴인성을 보고하였다. 최근에 김 등<sup>10)</sup>은 oxymtride계 액상을 사용하여 SiC-35 wt% Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료를 제조하였고, 1020 MPa의 강도와 5.1 MPa·m<sup>1/2</sup>의 파괴인성을 보고하였다. 그러나 지금까지 SiC의 소결조제로 널리 알려진 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 소결조제로 사용하여 제조된 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료에 대한 연구는 보고된 바가 없다. 따라서 본 연구에서는 Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>(yttrium aluminum garnet, YAG) 조성의 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 소결조제로 첨가하여 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료를 제조하였고, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 함량의 변화가 미세구조 및 기계적 특성에 미치는 영향을 고찰하였다.

## 2. 실험 방법

출발 원료로는 β-SiC(grade Ultrafine, Ibiden Co. Ltd., Nagoya, Japan)와 α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(grade E10, Ube Industries, Tokyo, Japan), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(99.9% pure, Sumitomo Chemical Co., Tokyo, Japan)와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(99.9% pure Shin-Etsu Chemical Co., Tokyo, Japan) 분말을 사용하였다. β-SiC 및 α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 평균입경은 제조회사가 제시한 규격에 의하면 각각 0.27 μm와 0.20 μm 이었다. YAG 조성의 소결조제를 10 wt%로 고정하고, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>를 0~40 wt%로 변화시킨 4개의 원료조합을 준비하였다. 각각의 원료조합은 탄화규소 불과 polyethylene 병을 사용하여 에탄올을 용

매로 24시간 동안 습식 혼합한 후, 슬러리를 건조시키고 과립화 과정을 거쳤다. α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>가 첨가되지 않은 조성의 소결은 1800°C, 25 MPa의 조건에서 Ar 분위기를 사용하여 1시간 동안 일축 가압 소결하였고, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>가 첨가된 조성은 1800°C, 25 MPa의 조건에서 N<sub>2</sub> 분위기를 사용하여 각각 1시간씩 일축 가압 소결하였다. 일부 시편은 소결 후 1900°C에서 3시간 동안 열처리를 하였는데, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>가 첨가되지 않은 시편은 Ar 분위기를 사용하여 열처리를 하였고, α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>가 첨가된 시편은 70 기압의 N<sub>2</sub> 분위기에서 가스압 소결로를 사용하여 열처리를 하였다. 소결 및 소결 후 열처리한 시편들의 조성과 이름은 Table 1에서 보여준다.

소결밀도는 Archimedes 방법을 사용하여 측정하였고, 각 시편의 이론밀도는 β-SiC(3.217 g/cm<sup>3</sup>), α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(3.18 g/cm<sup>3</sup>), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(3.987 g/cm<sup>3</sup>) 및 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(4.906 g/cm<sup>3</sup>)를 사용하여 혼합법칙(rule of mixture)을 사용하여 구하였다. 소결 및 열처리한 시편들을 자르고 연마하여, CF<sub>4</sub>와 7.8% O<sub>2</sub>의 혼합가스로 플라즈마 에칭을 하였다. 미세구조는 주사전자현미경(SEM)을 사용하여 관찰하였고, 결정상을 분석하기 위하여 시편들을 분말로 분쇄하여 Cukα를 사용하여 X선 회절 분석(XRD)을 하였다. 강도는 2.5×3×25 mm 크기의 시편을 사용하여 20 mm의 out span과 10 mm의 inner span에서 4-point bending 방법으로 측정하였고, 파괴인성은 indentation 방법으로 측정하였다.<sup>11)</sup>

## 3. 결과 및 고찰

소결 및 소결 후 열처리한 시편들의 특성을 Table 1에서 보여준다. 일축 가압 소결한 시편들의 경우에 모든 시편이 99% 이상의 밀도를 나타내었고, 소결 후 1900°C

Table 1. Characteristics of the Sintered and Annealed Samples

Sample designation	Batch composition (wt%)			Relative density (%)	Crystalline phase	
	β-SiC	α-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>		Major	Trace
H1 <sup>a</sup>	90	-	10	99.0	β-SiC	Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>
H2	70	20	10	99.1	β-SiC	β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
H3	60	30	10	99.3	β-SiC	β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
H4	50	40	10	99.3	β-SiC β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	
HA1 <sup>b</sup>	90	-	10	98.5	β-SiC	α-SiC (4H), Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>
HA2	70	20	10	98.6	β-SiC	β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
HA3	60	30	10	98.5	β-SiC	β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
HA4	50	40	10	99.1	β-SiC, β-Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	

<sup>a</sup>Hot-pressed samples.

<sup>b</sup>Hot-pressed and annealed samples.

에서 3시간 열처리한 시편들의 경우에 98.5% 이상의 상대밀도를 나타내었다. 일반적으로 액상소결한 SiC의 경우에 열처리 공정은 상당한 밀도저하를 나타내었으나,<sup>9)</sup> 본 실험에서는 열처리 공정도중의 밀도 저하가 적었다. 이것은 열처리 온도가 1900°C로서 비교적 낮았고, 또한 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 경우에 가스압 소결로를 사용한 N<sub>2</sub> 분위기에서의 열처리 공정이 밀도는 거의 저하시키지 않았기 때문으로 생각된다.

Fig. 1은 일축 가압 소결한 시편들의 미세구조를 보여 준다. SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료에서 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자들은 etching 속도가 SiC 보다 빠르기 때문에 같은 조건에서 etching 하면 오히려 입자들이 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 임을 알 수 있다. 그림에서 보듯이, SiC 단일세라믹스(monolithic)는 (Fig. 1(a)) 미세한(0.1~0.3 μm) 등방성(equiaxed) 입자와 상대적으로 보다 큰(~0.5 μm) 등방성 입자들로 구성된 미세구조를 가지며, 일부 입자들은 화살표로 표시된 것처럼 core/rim 구조를 보여 준다. 이는 소결중 입자성장이 용해-재석출 공정으로 일어났음을 나타낸다.<sup>12)</sup> SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료들은 등방성의 SiC 입자들과 비교적 장경비가 큰 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자들이 잘 분산된 전형적인 입자 강화 복합재료의 미세구조를 보여주며, 질화규소 첨가에 따라 탄화규소 입자의 성장이 억제되어 입자크기가 작아짐을 알 수 있다. 용해-재석출 공정을 통해 일어나는 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>의 입자성장 또한 SiC 입자에 의해 방해되어진다고 생각된다. 또한 Fig. 1의 (b) 및 (c)에서 화살표로 표시한 것처럼 미세한(20~100 nm) SiC입자들이 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자 내에 갇혀있는 것도 관찰할 수 있다. 이러한 결과는 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiC 나노복합재료와 비슷한 결과이다.<sup>13)</sup> SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료에서 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자의 형상은 전형적인 자기복합 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>와 비교해 볼 때,<sup>14)</sup> 침상 구조가 잘 발달하지 않은 것을 관찰할 수 있는데 이는 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 입자의 성장이 SiC의 존재에 기인하여 억제되었기 때문이다.

Fig. 2는 소결 후 열처리한 시편들의 미세구조를 보여 주는데 SiC 단일세라믹스(HA1, Fig. 2(a))는 등방성 입자형상을 보여주며, 상분석 결과 열처리 동안에 약간의 3C → 4H 상변태가 일어났음에도 불구하고(Table 1 참조) β → α 상변태에 기인하는 길게 자란 판상 입자들은 관찰되지 않았다. 이는 비교적 낮은 열처리 온도(1900°C)에 기인하며, β-SiC에 YAG상을 첨가하여 1950°C에서 1시간 동안 상압소결한 시편과 비슷한 결과를 보여준다.<sup>15)</sup> SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료의 경우에(Fig. 2(b) 및 (c)) 1900°C에서 3시간의 열처리가 미세구조에 미치는 영향이 거의 없었고, 일축 가압 소결한 시편들과(Fig. 1(b) 및 (c)) 비슷한 미세구조를 보여주었다. 열처리 과정에서 70 기압의 질소분위기는 Table 1의 XRD 결과에서 보듯이 SiC의 화학적 안정성에 영향을 미치지 않았고, 이러한 결과

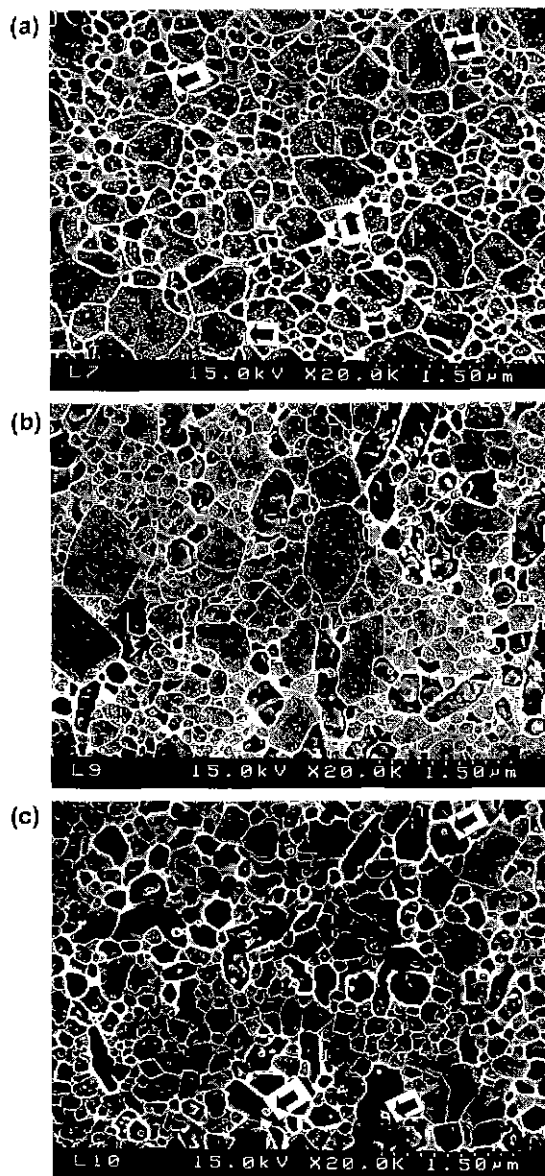


Fig. 1. Microstructures of hot-pressed samples: (a) H1, (b) H3 and (c) H4 (refer to Table 1). Note the large grains show the core/rim structure and the small SiC particles entrapped in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> grains (marked by arrows).

는 Herrmann 등의 결과와 일치 한다.<sup>16)</sup> 이러한 결과로부터 SiC-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 복합재료의 미세구조가 열처리 공정에 대해 매우 안정하며, 초소성 재료로서 가능성이 있는 재료임을 알 수 있다. 또한 상분석 결과 SiC의 상변태는 전혀 관찰되지 않았는데(Table 1 참조) 이는 YAG-SiO<sub>2</sub>계 액상에 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>가 용해되어 oxynitride계 액상을 형성함으로써 β-SiC의 안전성을 향상시켰기 때문이다.<sup>17)</sup> 반면에

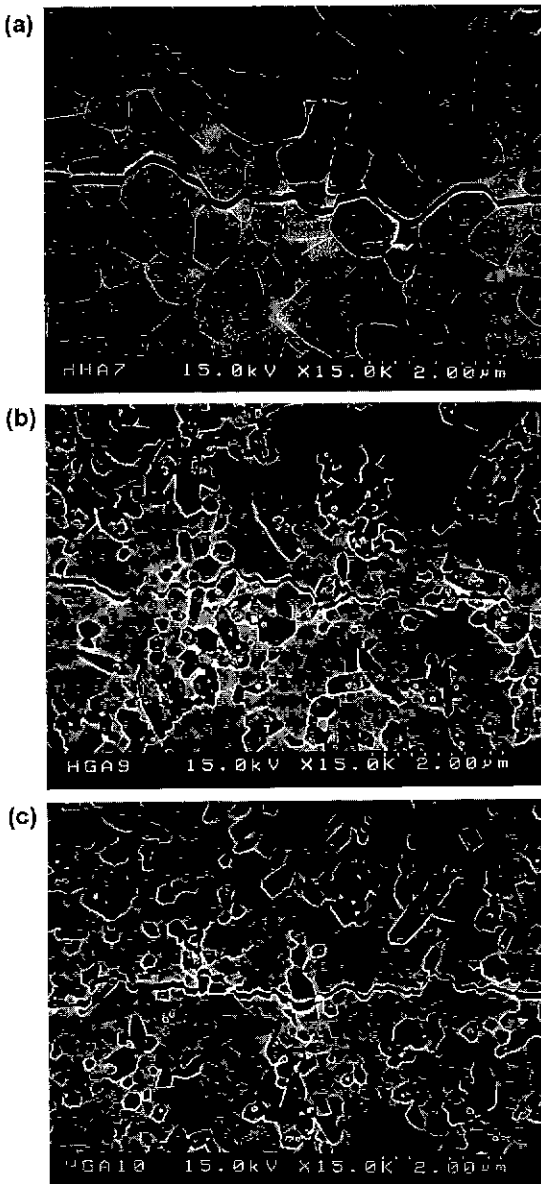


Fig. 2. SEM micrographs of crack paths induced by a Vickers indenter for (a) HA1, (b) HA3 and (c) HA4 (refer to Table 1).

$\text{Si}_3\text{N}_4$ 는 일축 가압 소결 동안에  $\alpha \rightarrow \beta$  상변태가 완료되어, 열처리 후에도  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 가 존재하였다. 이러한 결과는  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 상변태는 SiC의 존재에 크게 영향을 받지 않는다는 것을 나타낸다.

열처리한 시편의 대표적인 파단면은 Fig. 3에서 보여주는데, 일축 가압 소결한 시편뿐만 아니라 열처리한 시편에서도 파괴양상은 단일 SiC 세라믹스 및 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료에서 모두 입계파괴임을 알 수 있다. 이러한 결

요업학회지

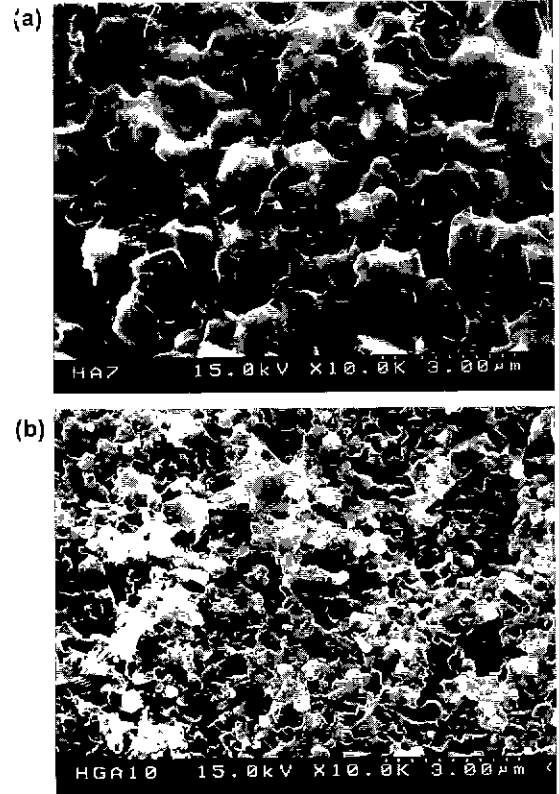


Fig. 3. SEM micrographs of the fracture surfaces of the hot-pressed and annealed samples : (a) HA1 and (b) HA4 (refer to Table 1).

과는 YAG계 입계상이 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료에서 균열회절 및 균열편향 등의 파괴인성 증진 기구가 작용하기에 적합한 액상임을 나타낸다.

Fig. 4는 소결 후 열처리한 시편들에서  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 함량 변화가 강도 및 파괴인성에 미치는 영향을 보여준다. 그림에서 보듯이  $\text{Si}_3\text{N}_4$  함량이 증가할수록 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 파괴인성이 증가하는 것을 알 수 있다. 이러한 파괴인성의 증가는 Fig. 2(b)와 (c)에서 보듯이 SiC 입자보다 장경비(aspect ratio)가 큰  $\text{Si}_3\text{N}_4$  입자에 의한 균열회절이 증가되어 파괴인성이 증가되었다고 생각된다. 또한, 1900°C에서 열처리 할 때 70 기압의 질소 분위기는  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ 계 액상 중에 질소함량을 증가시켜 입계상의 기계적 특성이 향상되며 이에 따른 입계상 강화가 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 파괴인성증가에 어느정도 기여하였다고 생각된다.<sup>17)</sup> Fig. 4는  $\text{Si}_3\text{N}_4$  함량이 증가함에 따라 강도도 증가하는 것을 보여주는데, SiC-40 wt%  $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 경우에 약 780 MPa의 강도를 나타내며, 이는 본 실험에서 얻어진 단일 SiC 세라믹스의 강도에 비하여 2배 이상 높은 값이다.  $K_{IC}=1.35\sigma_c^{1/2}$  식과

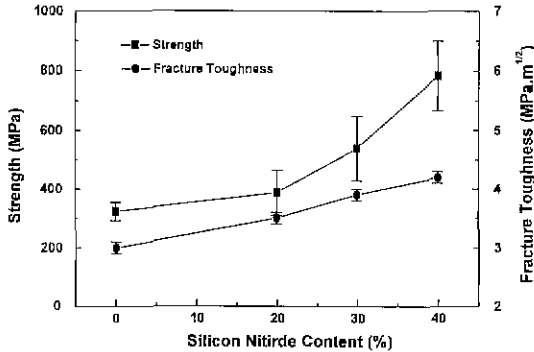


Fig. 4. Variation of the flexural strength and fracture toughness of the hot-pressed and annealed samples as a function of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  content.

측정된 파괴인성 및 강도 값을 사용하여 계산한 입계 결합 크기가 단일 SiC 세라믹스의 경우(HA1) 약  $50 \mu\text{m}$  정도인데 비하여 SiC-40 wt%  $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 경우(HA4)  $16 \mu\text{m}$  정도로 현저하게 감소하였다. 이러한 입계 결합크기의 감소는 SiC에  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 의 첨가가 보다 균일한 미세구조를 산출하였기 때문이며, 이러한 결과는 oxynitride를 첨가하여 제조한 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료에서 얻어진 결과와 동일한 것이다.<sup>10</sup> 따라서  $\text{Si}_3\text{N}_4$  함량이 증가함에 따라 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 강도 증가는 주로 복합화에 기인하는 입계결합 크기의 감소에 기인하며,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  입자의 존재에 기인하는 파괴인성의 증가도 강도 증가에 부분적으로 기여하였다고 생각된다. 일반적으로 자기 강화 SiC에서 강도와 파괴인성은 반비례적인 관계를 보여 주며, 강도와 파괴인성을 동시에 증가시키는데 한계가 있어 보인다,<sup>9</sup> SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료에서는  $\text{Si}_3\text{N}_4$  함량이 증가함에 따라 강도와 파괴인성이 동시에 증가하는 것을 보여주며 미세구조 최적화로 보다 향상된 기계적 특성의 달성이 가능할 것으로 생각된다.

#### 4. 결 론

$\text{Si}_3\text{N}_4$  함량을 0~40 wt%로 변화시킨 SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합 재료를 YAG 조성의 소결조제를 사용하여 일축 가압소결 및 열처리공정으로 제조하였다. SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 미세구조는 등방형의  $\beta$ -SiC 입자들과 주상의  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  입자 및 비정질 입계상으로 구성되었고, SiC 입자들과  $\text{Si}_3\text{N}_4$  입자들이 균일하게 분포되어있었다. SiC- $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합재료의 상온 강도와 파괴인성은  $\text{Si}_3\text{N}_4$  함량이 증가함에 따라 증가하였는데, 강도증가는 복합화에 기인하는 입계결합 크기의 감소에 기인하며, 파괴인성의 증가는 주상의  $\text{Si}_3\text{N}_4$  입자에 의한 균열회절 및 고압질소 처리에 의한 입계상 강화에 기인하였다. SiC-40 wt%  $\text{Si}_3\text{N}_4$  복합

재료의 대표적인 강도와 파괴인성은 각각 783 MPa 및  $4.2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$  이었다.

#### 감사의 글

본 연구는 한국과학재단 특정기초연구(98-0300-06-01-3) 지원으로 수행되었으며 이에 감사드립니다.

#### REFERENCES

1. S. Prochazka, "The Role of Boron and Carbon in the Sintering of Silicon Carbide," pp. 171-178 in Special Ceramics 6. Ed. by P. Popper, British Ceramic Research Assoc., Manchester, 1975.
2. N. P. Padture, "In Situ-Toughened Silicon Carbide." *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(2), 519-523 (1994).
3. D. H. Cho, Y.-W. Kim and W. I. Kim, "Strength and Fracture Toughness of In Situ-Toughened Silicon carbide," *J. Mater. Sci.*, **32**, 4777-4782 (1997).
4. C. S. Lee, Y.-W. Kim, D. H. Cho, H. B. Lee and H. J. Lim, "Microstructure and Mechanical Properties of Self-Reinforced Alpha-Silicon Carbide," *Ceram. Int.*, **24**, 489-495 (1998).
5. Y.-W. Kim, M. Mitomo, H. Emoto and J. G. Lee, "Effect of Initial  $\alpha$ -Phase Content on Microstructure and Mechanical Properties of Sintered Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(12), 3136-3140 (1998).
6. G. C. Wei and P. F. Becher, "Improvements in Mechanical Properties in SiC by the Addition of TiC Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **67**(8), 571-574 (1984).
7. K. S. Cho, Y.-W. Kim, H. J. Choi and J. G. Lee, "In Situ-Toughened Silicon Carbide-Titanium Carbide Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(6), 1711-1713 (1996).
8. K. Niihara, "New Design Concept of Structural Ceramics-Ceramic Nanocomposites," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **99**(10), 974-982 (1991).
9. D. Shaoming, J. Donghang, T. Shouhong and G. Jungkun, "Hot Isostatic Pressing of SiC/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  Composite with Rare Earth Oxide Additions," *Ceram. Int.*, **21**, 451-455 (1995).
10. Y.-W. Kim, Y. I. Lee, M. Mitomo, H. J. Choi and J. G. Lee, "Fabrication and Mechanical Properties of Silicon Carbide-Silicon Nitride Composites with Oxynitride Glass," *J. Am. Ceram. Soc.*, accepted for publication.
11. G. R. Anstis, P. Chantikul, B. R. Lawn and D. B. Marshall, "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness. I. Direct Crack Measurements," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 533-538 (1981).
12. L. S. Sigl and H.-J. Kleebe, "Core/Rim Structure of Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(3), 773-776 (1993).

13. H. J. Park, H. E. Kim and K. Niihara, "Microstructure and High-Temperature Strength of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -SiC Nanocomposite," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **18**, 907-914 (1998).
14. D. S. Park, S. Y. Lee, H. D. Kim, B. J. Yoo and B. A. Kim, "Extra-Large Grains in the Silicon Nitride Ceramics Doped with Yttria and Hafnia." *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(7), 1876-1880 (1998).
15. Y.-W. Kim, H. Tanaka, M. Mitomo and S. Otani. "Influence of Powder Characteristics on Liquid Phase Sintering of Silicon Carbide." *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **103**(3), 257-261 (1995).
16. M. Herrmann, C. Schuber, A. Rendtel and H. Hubner, "Silicon Nitride/Silicon Carbide Nanocomposite Materials : I. Fabrication and Mechanical Properties at Room Temperature," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(5), 1095-1108 (1998)
17. Y.-W. Kim and M. Mitomo, "Fine-Grained Silicon Carbide Ceramics with Oxynitride Glass," *J. Am. Ceram. Soc.*, accepted for publication.