

## 여러 가지 크기의 $\text{SiC}_{\text{platelet}}$ Seed를 함유한 $\text{SiC}$ 세라믹스의 미세구조 및 기계적 특성

최명제 · 박 찬 · 박동수\* · 김해두\*

부경대학교 재료공학과

\*한국기계연구원 요업재료그룹

(1999년 7월 14일 접수)

### Microstructures and Mechanical Properties of $\text{SiC}$ Containing $\text{SiC}_{\text{platelet}}$ Seeds of Various Size

Myoung Je Choi, Chan Park, Dong Soo Park\* and Hai Doo Kim\*

Division of Materials Science and Engineering, Pukyong National University, Pusan 608-080, Korea

\*Ceramic Materials Group, Korea Institute of Machinery and Materials, Changwon 641-010, Korea

(Received July 14, 1999)

#### 초 록

$\alpha$ 상  $\beta$ 상 상을 출발 분말로 하여 2173K, 2273K 각각의 온도에서 상압소결된 탄화규소 소결체를 제작하였다. 크기를 달리하기 위하여 여러 번의 분쇄 및 분급과정을 통하여 마련된 평균입경( $d_{50}$ ), 2.217  $\mu\text{m}$ 과 13.67  $\mu\text{m}$ , 22.17  $\mu\text{m}$ 의 판상의 탄화규소 종결정을 각각 첨가하였다. 액상소결을 위한 소결조제는 6 wt%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 와 4 wt%  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 를 선택하였다. 소결된  $\text{SiC}$ 의 미세구조는 seed가 첨가되어진 경우,  $\alpha$ 상과  $\beta$ 상 모두 미세한 matrix에 조대한 결정립이 분포되어있는 bimodal의 구조를 보였다.  $\beta$ - $\text{SiC}$ 의 경우 2173K에서 2273K로 소결온도가 증가함에 따라 상당량의  $\beta \rightarrow \alpha$ 로의 상변태가 일어났으며, 이로 인해 matrix의 입자 형상은 입상의 형상에서 판상의 형상으로 변화하였다.  $\alpha$ - $\text{SiC}$ 의 경우, 온도증가에 따른 matrix의 형상변화는 거의 없었으나, 조대결정립의 크기는  $\beta$ - $\text{SiC}$ 에 함유되어 있는 조대 결정립과 비교하였을 때 그 크기가 더 큰 결과를 나타내었다. 이는  $\alpha$ -판상 종결정의 입자성장이  $\beta$ -matrix에서 보다는  $\alpha$ -matrix내에서 더 유리함을 의미한다. 종결정의 크기에 따른 3점 굽힘강도는 입자크기효과에 의해 첨가된 seed의 크기가 클수록 감소하는 경향을 보였으며, 파괴인성은 2173K에서 소결되어진 경우보다 2273K에서 소결되어진 경우가 더 큰 경향을 보였다.

#### ABSTRACT

Liquid phase sintered silicon carbides were obtained by sintering of  $\alpha$ - $\text{SiC}$  and  $\beta$ - $\text{SiC}$  powders as starting materials at 2173K and 2273K, respectively. The  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  seeds of different sizes were obtained by a repeated ball mulling and sedimentation. Their mean sizes ( $d_{50}$ ) were 2.217  $\mu\text{m}$ , 13.67  $\mu\text{m}$ , 22.17  $\mu\text{m}$ , respectively. 6 wt%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -4 wt%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  was used as the sintering additives for the liquid phase sintering. The two silicon carbides had a bimodal microstructure consisting of small matrix grains and large platelike grains when the  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  seeds were added. In the case of the  $\beta$ - $\text{SiC}$ , the appreciable phase transformation occurred, as sintering temperature increased from 2173K to 2273K, and resulted in matrix shape change from equiaxed into platelike grains. In contrast, there was no shape change for the  $\alpha$ - $\text{SiC}$ . The size of large grains in the  $\alpha$ - $\text{SiC}$  was larger than that of the large grains in the  $\beta$ - $\text{SiC}$ . These results suggested that the growth of the  $\alpha$ - $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  in the  $\alpha$ - $\text{SiC}$  matrix was more favored than that of the  $\alpha$ - $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  in the  $\beta$ - $\text{SiC}$  matrix. The three point flexural strengths decreased as the added seed size increased. Fracture toughness values of samples sintered at 2273K were higher than those of samples sintered at 2173K.

**Key words :** Silicon Carbide, Sedimentation, Microstructure, Strength, Fracture toughness

#### 1. 서 론

질화규소와 같이 탄화규소는 강한 공유결합성에 기인한 난소결성을 갖으며, 치밀화를 위하여 높은 온도를 필요로 한다. 탄화규소의 소결에는 고상소결과 액상소결로

나누어질 수 있는데, B과 C등을 소결 촉진제로 한 고상소결된 탄화규소는 입계의 결합이 너무 강하여 파괴인성이 낮으며, 2100°C 이상의 높은 소결온도가 요구되어지는 문제점이 있다. 이러한 단점을 보완할 수 있는 새로운 산화물계통의 소결조제가 개발<sup>1)</sup>되었는데 대표적인 것

으로 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 그리고 YAG(yttrium aluminum garnet)를 들 수 있다.<sup>2,4)</sup> 이러한 산화물들은 소결시 SiC 표면에 존재하는 SiO<sub>2</sub>와 저융점 액상을 형성하기 때문에 SiC 입자들은 액상소결에 의하여 비교적 낮은 온도에서 치밀화가 이루어지게 된다.

구조용 세라믹스에 있어서 파괴인성은 최대의 관심사라고 할 수 있는데, 탄화규소의 파괴인성향상은 미세구조와 밀접한 관련이 있는 것으로 알려져 있다.<sup>2,6-10)</sup> 질화규소<sup>11,12)</sup>와 유사한 자기 강화형 탄화규소가 최근 보고되어졌는데, 이들의 보고에 의하면 잘 발달된 판상의 α-SiC 입자들을 통해 파괴인성의 향상을 얻을 수 있었다고 하였다. Padture<sup>3)</sup>는 β-SiC에 0.5 vol%의 α-SiC를 seed로 첨가하여 판상의 α-SiC 입자와 YAG 상으로 구성된 in-situ toughened SiC를 개발하여 보고하였으며, 이승건등<sup>7)</sup>은 소결 후의 미세구조는 출발 SiC 분말의 pollytype에 크게 의존한다고 하였다. 즉 α-SiC의 경우, 소결시간을 달리하여도 입자들의 형상은 입상(equiaxed)의 형상을 유지하며, β-SiC의 경우에는 액상소결중 상변태와 함께 입자성장이 일어나 최초의 입상(equiaxed)의 형상에서 판상(platelike)의 형상으로 변한다고 보고하였다. 김영욱등<sup>10)</sup>은 미세한 β-SiC 분말에 이보다 더 큰 α 및 β-SiC 입자를 seed로 첨가하여 소결 및 후 열처리한 경우, β-SiC를 seed로 하였을 때는 미세한 기지입자에 조대한 판상 입자가 놓여있는 bimodal 구조를 얻을 수 있으며, 이와 반대로 α-SiC를 seed로 첨가하였을 때는 판상의 입자들만으로 구성되어 있는 균일한 미세구조를 얻었다고 보고하였다.

본 연구에서는 α상과 β상의 탄화규소에 크기가 다른 판상의 탄화규소를 seed로 첨가 하였을 때 소결된 탄화규소의 미세구조와 기계적 특성을 조사하였다.

2. 실험방법

2.1. 분말합성 및 소결

Fig. 1은 본 실험절차의 개략도이다. 실험에 사용된 탄화규소 분말은 α-SiC(Grade UF-15, H.C. Starck GmbH, Goslar, Germany), β-SiC(Grade UF. Ibaden, Japan) 두 가지의 경우로 하여 각각에 대해서는 함량은 87 wt%로 하였으며, 소결조제로는 6 wt% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(AKP30, Sumitomo Chemical Co., Osaka, Japan)와 4 wt% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(Fine, H.C. Starck GmbH)를 사용하였다. 종결정으로는 3 wt%의 α-SiC<sub>platelet</sub>(Grade F. C-AXIS in Canada)를 첨가하였는데, 종결정의 크기를 달리하기 위해 Fig. 2와 같이 분쇄 및 분류 공정을 거쳤다. 혼합분말을 제조하기 위해 탄화규소 분말과 소결조제를 용매인 에탄올과 혼합한 후 plastic jar를 이용하여 6시간동안 1차 planetary ball milling하였다. 이때 ball은 직경 5 mm인 내마모 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 재질의 ball

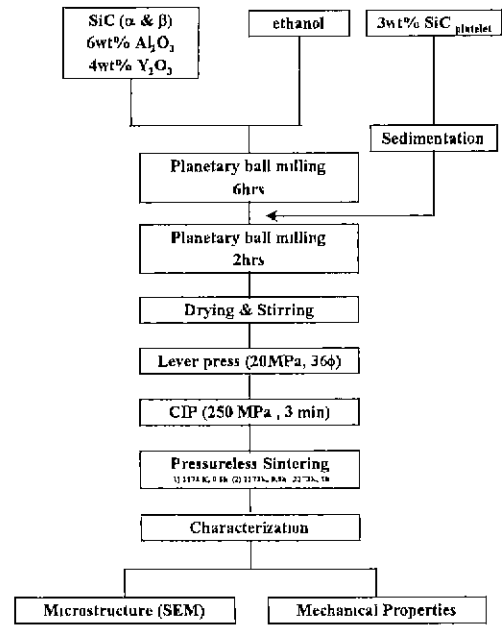


Fig. 1. Schematic diagram of experimental procedure.

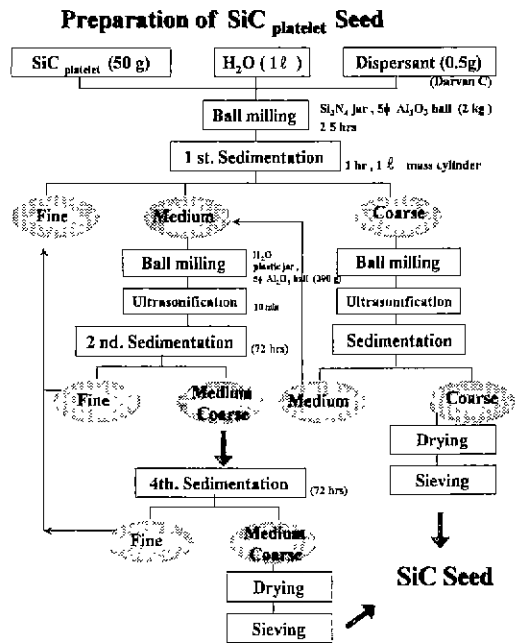


Fig. 2. Schematic diagram of the SiC<sub>platelet</sub> seed preparation.

(SSA-999W, Nikkato, Tokyo, Japan)을 사용하였다. 그 후 종결정의 탄화규소 3 wt%를 각 크기별로 첨가하여 2 시간동안 2차 planetary ball milling 하였으며, 이렇게 제작된 slurry는 ball을 제거한 후 hot plate에서 교반 및 건조 과정을 거쳐 최종 혼합분말로 제조되었다. 제조된 분

말은 직경 36 mm의 볼드를 이용하여 일축 가압 성형한 후 정수압 성형(CIP) 공정을 거쳤으며, 이 때 압력은 각각 20 MPa과 250 MPa로 하였다. 얻어진 성형체는 graphite 도가니에 혼합분말과 같은 조성을 가진 packing powder로 물고 난 후 탄소저항 발열로를 사용하여 flowing Ar gas 분위기 하에서 2173K에서 0.5시간, 2273K에서 1시간 동안 각각 상압소결 되어졌다. 소결되어진 시편의 상대밀도는 아르키메데스 원리에 의해 측정되었으며, 혼합법칙에 준한 이론밀도를 근거로 계산되었다. 소결 후의 상변화를 살펴보기 위해 Cu K $\alpha$  target과 Ni filter를 사용하여 X-선회절분석을 행하였다. 3점 굽힘강도용 시편을 제작하기 위해 #600의 다이아몬드 연삭 휠을 이용하여 표면 가공하였으며, 시편의 규격은 3 mm $\times$ 4 mm의 단면적을 갖도록 절단되었다 그 후 시편의 모든 면을 다이아몬드 페이스트로 1  $\mu$ m까지 표면 연마하여 span 20 mm로 3점 굽힘강도를 측정하였다. 측정조건은 cross head speed 0.5 mm/min로 상온의 공기분위기에서 행하여 졌으며, 3점 굽힘강도 측정 이후 생긴 파단면의 미세조직을 주사전자현미경으로 관찰하였다. 파괴인성은 indentation crack length법을 사용하여 측정되었고, 그때의 하중은 98N으로 하였다.

2.2. SiC<sub>platelet</sub>의 분쇄 및 분급

Fig. 2는 seed용 분말을 만들기 위한 SiC<sub>platelet</sub>의 분쇄 및 분급 공정의 대략적인 공정도를 나타내고 있다. 최초 SiC<sub>platelet</sub> 50 g에 증류수 1l와 함께 분산제(Darvan C) 0.5 g을 혼합한 후 2.5시간동안 ball milling하였다. 이때 SiC<sub>platelet</sub>의 분쇄를 용이하게 하기 위해 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 재질의 ball을 분말의 양과 40:1(wt%)이 되도록 하였으며, 질화 규소 재질의 jar를 사용하였다. Ball milling후에 나온 slurry는 1l의 mass cylinder를 이용하여 1시간동안 침전시킨 후 1차 분급과정을 거쳐 실린더의 상층부를 이루는 미세한 분말의 fine급, 중간층을 이루는 medium급, 조대한 입자인 하층부의 coarse급으로 나누어졌다. coarse급의 입자는 다시 ball milling과 초음파 분산 및 분급과정을 거쳐 조대한 입자에 붙어있는 아주 미세한 입자의 양을 최소화하였다. 그 후 여러 번의 분산 및 분급 과정을 거쳐 최종의 seed를 얻었다. 본 실험에서 사용한 seed는 분쇄 이전의 as-received 상태의 것과 분쇄 이후의 medium급, coarse 급으로 하였으며, 이에 대한 입도분포 조사 및 SEM 관찰을 하였다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 3은 Fig. 2의 분쇄 및 분급 공정을 거친 seed의 입도분포 조사 결과이다 최초의 분쇄되기 이전 as-

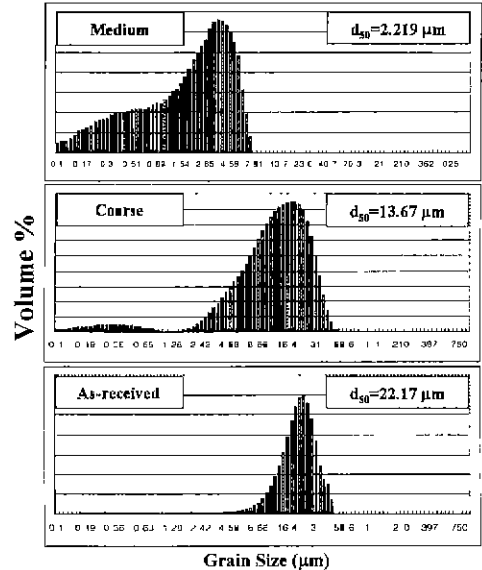


Fig. 3. Particle size analysis for the SiC<sub>platelet</sub> before and after ball milling and sedimentation.

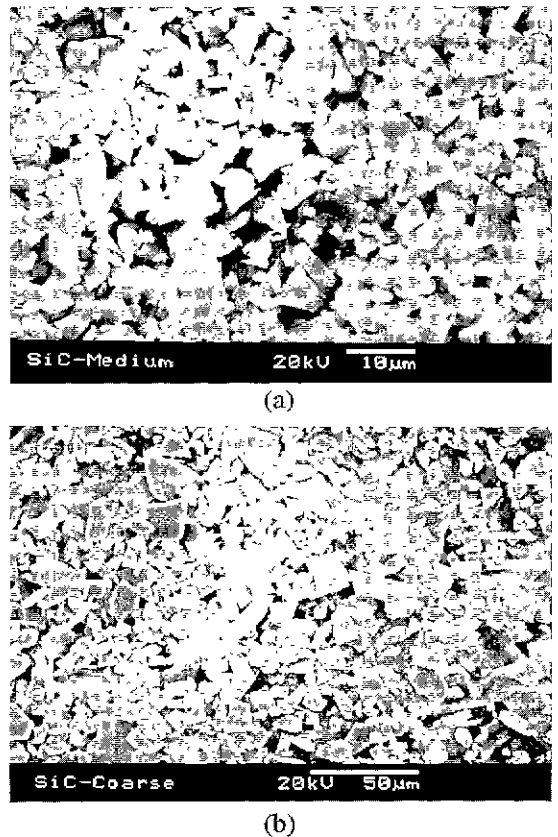


Fig. 4. SEM images of SiC<sub>platelet</sub> after sedimentation : (a) medium size seeds and (b) coarse size seeds.

received 상태의 평균입도( $d_{50}$ )는 22.17  $\mu\text{m}$ 이며, 여러 번의 분쇄 및 분급과정을 거치고 난 후의 입도 분포는 각각 coarse 13.67  $\mu\text{m}$ , medium 2.219  $\mu\text{m}$ 로 점차 작아지는 것을 보여준다 이러한 seed의 SEM 사진을 Fig. 4에 나타내었는데, Fig. 4(a)의 medium급은 최대 직경 10  $\mu\text{m}$ 의 입자와 대략적으로 평균 2~3  $\mu\text{m}$ 의 입자로 구성되어 있으며, Fig. 4(b)의 coarse급은 최대 직경 30  $\mu\text{m}$ 으로 평균 10~15  $\mu\text{m}$ 의 입자로 되어있음을 보여준다. 이는 입도분포 결과와도 잘 일치함을 알 수 있다.

Fig. 5는 상압소결된 시편의 상대밀도를 보여주고 있다. Fig. 5(a)의  $\alpha$ -SiC 경우, 2173K와 2273K 양쪽의 온도에서 첨가되었던 seed의 크기에 관계없이 모두 97.4% 이상의 치밀도를 나타내고 있으며, Fig. 5(b)의  $\beta$ -SiC의 경우는, medium size seed의 경우를 제외하고, 소결온도가 2173K에서 2273K로 증가함에 따라 약 1.5~2%의 밀도증가가 있었다. 이것은  $\beta$ -SiC의 경우  $\alpha$ -SiC와는 달리 2173K에서 완전한 치밀화가 일어나지 않았다는 것을 의미한다. Fig. 6은  $\beta$ -SiC의 2173K와 2273K에서의 XRD 분석결과이다 SiC는 3C(JCDPS Card

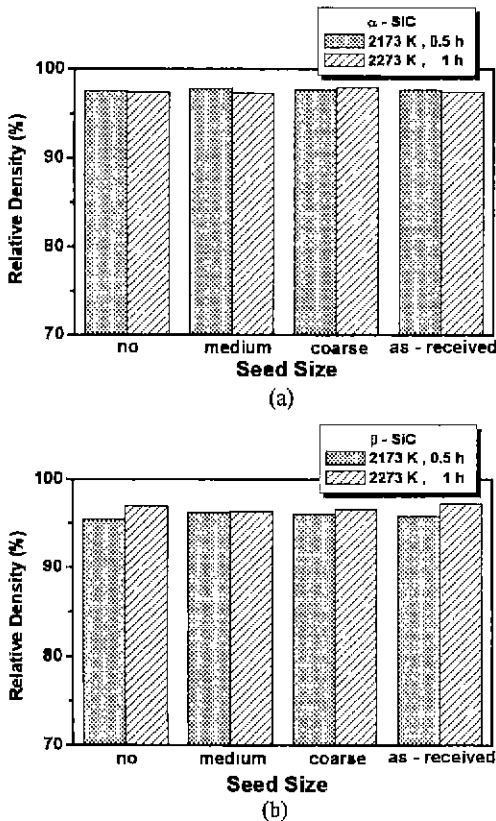


Fig. 5. Relative densities of the samples as a function of containing seed size; (a)  $\alpha$ -SiC and (b)  $\beta$ -SiC.

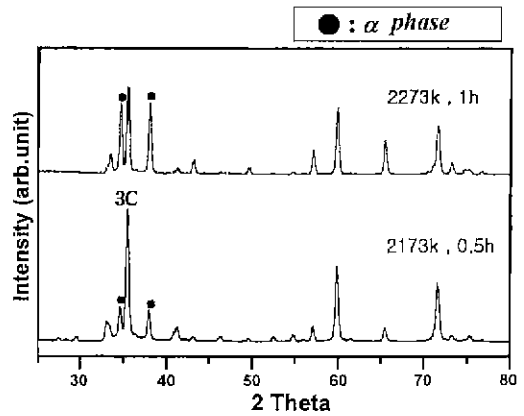


Fig. 6. XRD results of the sintered  $\beta$ -SiC without SiC<sub>platelet</sub> seed.

No 291129)의  $\beta$ 상과 2H(JCDPS Card No. 291126), 4H(JCDPS Card No. 291127), 6H(JCDPS Card No. 291131), 15R (JCDPS Card No. 391196)등의  $\alpha$ 상으로 여러 상들을 가지는 polymorphism으로 상분석시 많은 각에 걸쳐서 overlap이 발생하며, 이러한 overlap을 피하기 위해  $\alpha$ 상과  $\beta$ 상의 겹쳐지는 곳은 상분석시 제외시켰다. overlap이 되지 않는 그림에서  $\alpha$ 상으로 표시된 곳의 intensity를 비교해보면 소결온도가 2173K에서 2273K로 증가하였을 때 그 세기가 증가하였다는 것을 알 수 있으며,  $\beta$ 상인 3C로 표시된 intensity는 그에 비례해 감소한 것을 알 수 있다. 이는 상당량의  $\beta$ 상이  $\alpha$ 상으로 상변태가 일어났음을 보여준다.

Fig 7은 2273K에서 소결된 와 SiC의 파단면에 대한 SEM사진이며, 각각 seed를 함유하지 않은 것과 medium size의 seed를 함유한 경우를 보여주고 있다. 왼쪽 위쪽의 seed를 함유하지 않은 경우, 미세한 입상의 grain으로 구성되어있는 반면, 오른쪽 위쪽의 seed를 함유하지 않은  $\beta$ -SiC의 경우, 화살표로 표시된 미세하지만 판상의 형상의 grain으로 구성되어 있음을 알 수 있다. 이는 XRD 결과에서 보여준 바와 같이, 상당량의  $\beta \rightarrow \alpha$ 의 상변태에 의해 입자의 형상이 입상에서 판상의 형태로 변한 것으로 생각된다.<sup>3)</sup> Fig. 7 아래 쪽 medium size의 seed가 첨가되었을 때,  $\alpha$ -SiC의 경우 여전히 미세한 입상의 matrix가 있음을 알 수 있다. 함유되었던 종결정의 성장으로 인한 조대 결정립들의 크기를  $\beta$ -SiC와 비교하였을 때,  $\alpha$ -SiC의 경우가 더 큰 것을 알 수 있다. 이는  $\alpha$ 상 판상의 종결정의 성장은  $\beta$ 상의 matrix에서보다는  $\alpha$ 상의 matrix에서 더욱 유리하다는 것을 의미한다. 이러한 원인으로서 생각해 볼 수 있는 것은 성장할 수 있는 임계 size를 가지는 SiC<sub>platelet</sub>의 갯수가 많아지게 되면 seed들이 성장하면서 서로 만날 수 있는 확률이 높아지

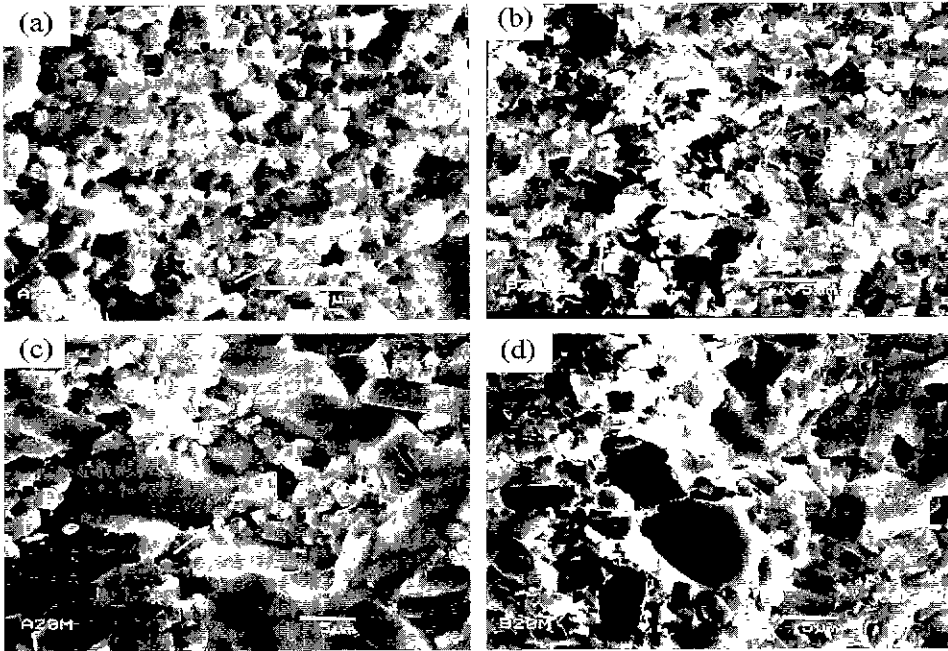
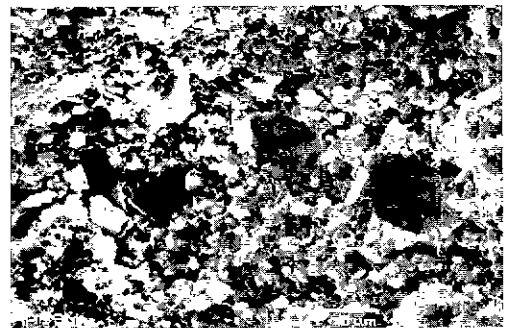


Fig. 7. SEM images of the fracture of  $\alpha$  and  $\beta$ -SiC sintered at 2273K: (a)  $\alpha$ -SiC without the seed, (b)  $\beta$ -SiC without the seed (c)  $\alpha$ -SiC with 3 wt% medium seeds and (d)  $\beta$ -SiC with 3 wt% medium seeds.

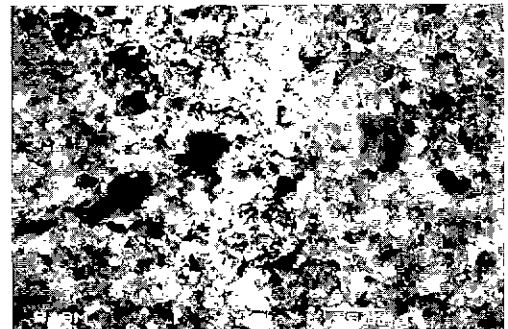
게 되어 그만큼 성장이 방해가 되었는데<sup>10)</sup>,  $\alpha$ 와  $\beta$  matrix내에서 첨가되어진  $\alpha$ 상의  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  seed의 크기와 갯수가 똑같다고 하더라도 성장 가능한 유효 입자의 수는  $\beta$ 상의 matrix에서 더 많아지게 되어 최종 성장되어진 조대 결정립의 크기가 다른 결과를 보인 것이라 생각된다.

Fig. 8는 medium size의 seed를 함유한 2173K에서 소결되어진  $\alpha$ 와  $\beta$  SiC의 파단면에 대한 SEM 사진이다. 2273K에서 소결되어진 경우보다는 낮은 소결온도와 짧은 소결시간에 의해 입자의 크기는 보다 작은 것을 알 수 있지만, seed로부터 성장한 조대 결정립의 크기는  $\beta$ 상의 matrix에서 보다는  $\alpha$ 상의 matrix에서 더욱 큰 것을 알 수 있다.

Fig. 9는 seed를 첨가하지 않은  $\alpha$ -SiC와 각각의 크기의 seed를 함유한  $\alpha$ -SiC를 2273K에서 소결한 시편의 파단면에 대한 SEM 사진이며, 거시적인 미세구조를 관찰하기 위하여 사진의 배율을 작게 하였다. Fig. 9(a)는 함유되어진 seed가 없기 때문에 매우 미세한 구조를 보여주고 있으며, seed를 첨가하지 않았음에도 불구하고 간혹 관찰되는 화살표로 표시된 조대 결정립은 최초 출발 분말에 포함된 입자크기가 비교적 큰 입자에서 성장한 것으로 생각된다. Fig. 9(b)와 (c)를 비교하여 보면, (b)의 경우 (c)와 비교하여 비교적 작은 조대 결정립들이 많이 있다. 이는 출발 seed의 양을 3 wt%로 고정하였는데, 이러한 양을 채우기 위해서는 입자크기가 작을 경우, 입자



(a)



(b)

Fig. 8. SEM images of the fracture surfaces of SiC sintered at 2173K: (a)  $\alpha$ -SiC and (b)  $\beta$ -SiC containing the medium size seeds.

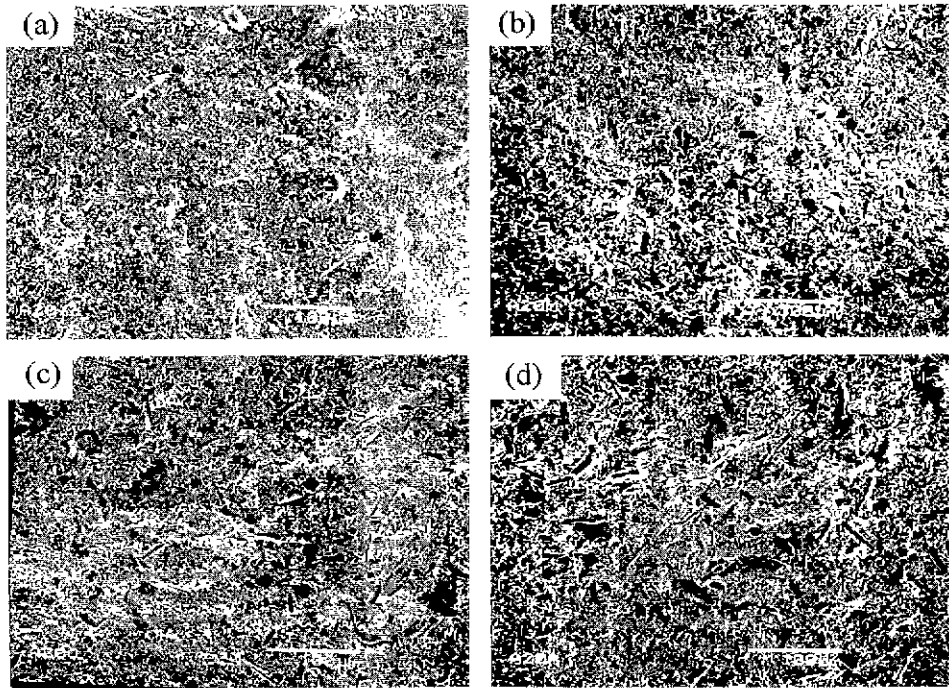


Fig. 9. SEM images of the fracture of  $\alpha$ -SiC sintered at 2273K: (a)  $\alpha$ -SiC without the seed, (b)  $\alpha$ -SiC with 3 wt% medium seeds, (c)  $\alpha$ -SiC with 3 wt% seeds and (d)  $\alpha$ -SiC with 3 wt% as-received seeds.

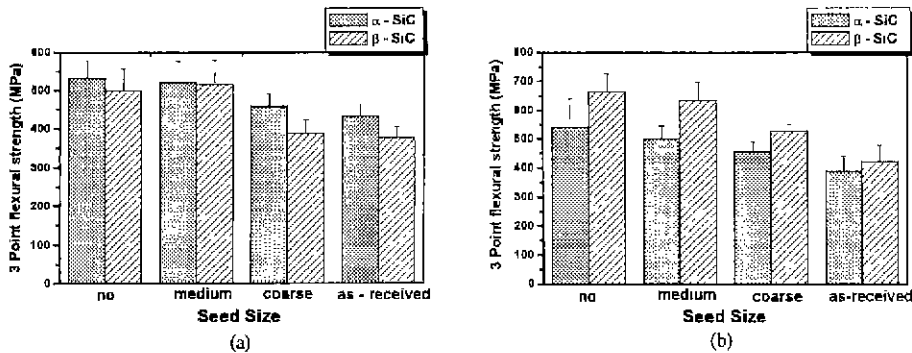


Fig. 10. 3 point flexural strength of sintered SiC as a function of containing seed size, samples sintered at (a)2174K and (b) 2273K

의 갯수가 많아야 하며, 반대로 큰 입자의 경우 적은 갯수로도 같은 양을 만들 수 있기 때문이다 이로 인하여 Fig. 9(b)의 조대결정립의 크기는 작지만 그 수는 많은, Fig. 9(c)의 조대결정립의 수는 작지만 그 크기가 큰 미세구조가 얻어졌다.

Fig 10은 2173K와 2273K에서 소결되어진  $\alpha$ 와  $\beta$  SiC의 함유되어진 seed의 크기에 따른 3점 굽힘강도의 결과를 보여주고 있다. Fig. 10(a), (b) 모두 첨가되어진 seed의 크기가 증가함에 따라 강도는 감소하는 결과를 보여주고 있다.  $\alpha$ -SiC의 경우 2173K와 2273K에서 모두 비

슷한 강도값을 가지는 것과는 반대로,  $\beta$ -SiC의 경우 소결온도가 2173K에서 2273K로 증가되었을 때 입자성장이 일어났음에도 불구하고 더 높은 강도값을 나타내었는데, 이는 2273K 온도에서  $\beta$ -SiC가 더욱 치밀화 되어서 강도의 향상이 이루어진 것으로 생각된다. Fig. 10(b)의 2273K에서 소결되어진  $\alpha$ 와  $\beta$  SiC의 경우, 모두 비슷한 치밀도를 가지고 있지만  $\alpha$ -SiC의 강도값이  $\beta$ -SiC의 경우보다 더 작게 나타난 것은 함유되어진 seed의 최종 성장되어진 후의 크기가  $\beta$ -SiC에서보다  $\alpha$ -SiC에서 더욱 크기 때문에 이러한 seed의 입자크기효과에 의해 더욱

낮게 나타난 것과  $\beta$ -SiC의 미세구조가 서로 얽힌(interlocking) 관상 결정립으로 구성되어 있기 때문이라고 생각된다.

SiC의 파괴인성향상을 위한 연구들을 살펴보면,  $\beta \rightarrow \alpha$ 의 상변태를 이용하여 elongated  $\alpha$ -SiC 입자가 성장한 미세구조를 가짐으로써 인성향상을 얻을 수 있었다고 보고하였으며,<sup>3,7,13)</sup> 또 다른 보고에서는, 입자크기가 큰 종결정을 첨가하여 상변태가 일어나지 않는 비교적 저온에서 장시간 열처리하여 입자성장을 유도함으로써 이들과 유사한 결과를 얻었다고 하였다.<sup>10)</sup> 이들 결과의 공통된 점은 SiC 세라믹스의 파괴인성향상은 조대결정립에 의한 bridging과 crack deflection 효과에 의해 증진된다는 것이다. 이러한 관점에서 Fig. 11(a), (b)의 2173K와 2273K에서 소결되어진 시편의 파괴인성의 결과를 보면 전체적으로 2273K에서 소결되어진 경우가 2173K에서 소결되어진 경우보다 파괴인성 값이 높은 것을 알 수 있다. 이는 보다 높은 소결온도에서 입자의 grain coarsening에 의해 성장되어진 조대한 입자에 의한 파괴인성 증진으로 생각된다. 본 실험에

서 얻어진 파괴인성치는  $\alpha$ 와  $\beta$  SiC 모두 소결온도의 증가에 따라 향상되는 경향을 보였지만, 각 소결온도에서의 시편의 종류에 따른 변화는 일관된 경향을 보이지 않고, 그 값들의 차이도 크지 않았다. 이것은 본 연구에서 사용된 파괴인성치 측정 방법(indentation crack length)과는 다른 보다 긴 균열을 이용한 파괴인성치 측정법을 이용하면 보다 큰 차이를 나타낼 수도 있을 가능성도 있다고 생각된다. 이에 대하여서는 추후 검토가 필요하다고 여겨진다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 sedimentation 공정을 거쳐 여러 가지 크기로 분류되어진  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$ 을 seed로 사용하여 액상 소결되어진 SiC 세라믹스의 미세구조와 기계적 특성변화를 조사하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1. 다단계의 sedimentation 공정을 거쳐 평균입경( $d_{50}$ ) 2.217  $\mu\text{m}$ 와 13.67  $\mu\text{m}$ 의 크기를 가진  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  seed를 성공적으로 얻을 수 있었다.

2.  $\alpha$ -SiC의 경우, 소결온도 증가에 따른 결정립의 형상 변화는 없었으며, 결정립 성장만 일어났다.  $\beta$ -SiC의 경우, 소결온도의 증가에 따라 상당량의  $\beta \rightarrow \alpha$ 의 상변태가 일어났으며, matrix의 형상은 입상(equaxed)에서 판상(platelike)의 형상으로 변화하였다.

3.  $\alpha$ -SiC 소결체에 함유되어진 조대결정립의 크기는  $\beta$ -SiC matrix에서 성장한  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$  종결정 보다 더욱 조대하였다. 이는  $\alpha$ 상의  $\text{SiC}_{\text{platelet}}$ 의 성장은  $\beta$ -SiC matrix에서 보다는  $\alpha$ -SiC matrix에서 더욱 유리하다는 것을 알 수 있었다.

4. 첨가되어진 seed의 크기가 증가함에 따라 3점 굽힘 강도는 감소하였으며, 2273K에서 소결되어진  $\alpha$ 와  $\beta$  SiC의 경우, 함유되어진 seed의 크기가 큰  $\alpha$ -SiC의 강도값이 보다 낮은 결과를 보였다.

5. 소결되어진 시편의 파괴인성 값은 소결온도가 2173K에서 2273K로 증가하였을 때 보다 높은 값을 나타내었다.

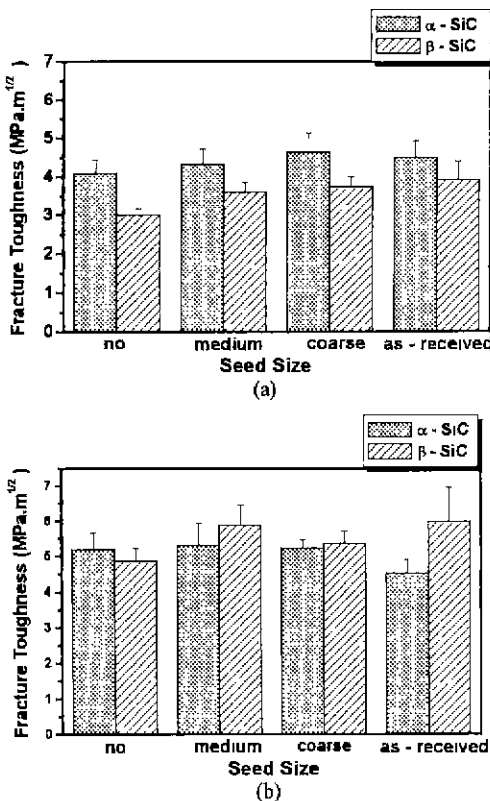


Fig. 11. Fracture toughness of the sintered SiC as a function of containing seed size : samples sintered at (a) 2173K and (b) 2273K.

#### REFERENCES

1. M. Omori and H. Takei, "Pressureless Sintering of SiC," *J. Am. Ceram. Soc.*, **65**, C-92 (1982).
2. N. P. Padture, "In Situ-Toughened Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(2), 519-523 (1994).
3. S. K. Lee and C. H. Kim, "Effects of  $\alpha$ -SiC versus  $\beta$ -SiC Starting Powders on Microstructure and Fracture Toughness of SiC Sintered with  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  Additives," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(6), 1655-1658 (1994).
4. Y. W. Kim, H. Tanaka, M. Mitomo and S. Otani, "Infl-

- uence of Powder Characteristics on Liquid Phase Sintering of Silicon Carbide." *J. Ceram. Soc. Jpn.*, 103(3), 257-261 (1995).
5. L. K. L. Falk. "Microstructural Development during Liquid Phase Sintering of Silicon Carbide Ceramics," *J. Eur. Ceram. Soc.*, 17, 983-994 (1997).
  6. N. P. Padture and B. R. Lawn. "Toughness Properties of a Silicon Carbide with an in Situ Induced Heterogeneous Grain Structure," *J. Am. Ceram. Soc.*, 77(10), 2518-2522 (1994).
  7. S. K. Lee, D. K. Kim and C. H. Kim, "Flaw-Tolerance and R-curve Behavior of Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbides with Different Microstructures," *J. Am. Ceram. Soc.*, 78(1), 65-70 (1995)
  8. Y. W. Kim, M. Mitomo and H. Hirotsuru. "Grain Growth and Fracture Toughness of Fine-Grained Silicon Carbide Ceramics," *J. Am. Ceram. Soc.*, 78(11), 3145-3148 (1995)
  9. 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).
  10. Y. W. Kim, M. Mitomo and K. Hirotsuru, "Microstructural Development of Silicon Carbide Containing Large Seed Grains." *J. Am. Ceram. Soc.*, 80(1), 99-105 (1997).
  11. M. Mitomo and S. Uenosono, "Microstructural Development During Gas-Pressure Sintering of  $\alpha$ -Silicon Nitride." *J. Am. Ceram. Soc.*, 75(1), 103-108 (1992).
  12. N. Hirotsuru, Y. Akimune and M. Mitomo, "Microstructure Characterization of Gas-Pressure-Sintered  $\beta$ -Silicon Nitride Containing Large  $\beta$ -Silicon Nitride Seeds," *J. Am. Ceram. Soc.*, 77(4), 1093-1097 (1994).
  13. J. J. Cao, W. J. MoberlyChan, L. C. D Jonghe, C. J. Gilbert, and R.O. Ritchie, "In Situ Toughened Silicon Carbide with Al-B-C Additions." *J. Am. Ceram. Soc.*, 79(2), 461-469 (1996).