

## 가압소결에 의한 자체강화 탄화규소 세라믹스의 제조

박종곤 · 이종국 · 서동석 · 김민정 · 이은구 · 김 환\*

조선대학교 재료공학과

\*서울대학교 재료공학부

(1999년 9월 16일 접수)

### Preparation of Self-reinforced Silicon Carbide Ceramics by Hot Pressing

Jong-Gon Park, Jong-Kook Lee, Dong-Seok Seo, Min-Jeong Kim,  
Eun-Gu Lee and Hwan Kim\*

Department of Materials Engineering, Chosun University, Kwang-ju 501-759

\*Division of Materials Engineering, Seoul National University, Seoul 151-742

(Received September 16, 1999)

#### 초 록

출발원료의 상분을 제어와 가압소결 및 열처리에 의하여 자체강화 미세구조를 갖는 탄화규소 세라믹스를 제조하여 그 특성을 고찰하였다. 자체강화 탄화규소 세라믹스는 알파상과 베타상 탄화규소 분말을 혼합한 모든 원료조합으로부터 얻어졌으며, 이러한 미세구조는 열처리 동안 베타상 탄화규소 입자가 긴 막대상 입자 형태를 갖는 4H 상의 알파 탄화규소로 상변태하면서 형성되었다. 긴 막대상의 탄화규소 입자의 파괴분율 및 장단축비는 베타상 탄화규소 분말의 함유량이 50%인 시편에서 가장 크게 나타났으며, 이로 인하여 이 시편은 제조된 시편 중에서 가장 높은 인성을 나타내었다.

#### ABSTRACT

Self-reinforced silicon carbide was prepared by hot pressing and the control of starting phases of raw materials, and its microstructural characteristics was investigated. The specimens with self-reinforced microstructure were obtained from the compacts with mixed compositions of  $\alpha$ - and  $\beta$ -SiC powders. Self-reinforced microstructure which is composed of large dispersed grains with rod-like shape and matrix with small equiaxed grains was formed by the transformation to the  $\alpha$ -SiC with 4H polytype from  $\beta$ -SiC and anisotropic grain growth during the heat treatment. Of all specimens, the values of volume fraction, maximum length, and aspect ratio for large grains with rod-like types were the highest at the specimen with 50 vol%  $\beta$ -SiC in the starting SiC powder, and, therefore this specimen showed the highest fracture toughness due to the crack deflection by rod-like grains during crack propagation.

**Key words :** Silicon carbide, Self-reinforced microstructure, Hot-pressing

#### 1. 서 론

고경도 내마모성 재료로 오래 전부터 사용되어온 탄화규소 세라믹스는 우수한 열적, 기계적, 화학적 특성을 보유하고 있으나 낮은 파괴인성이 단점으로 지적되고 있다.<sup>1,2)</sup> 탄화규소 세라믹스의 낮은 파괴인성은 구성원자 간에 강한 공유결합을 형성하고 있을 뿐 만 아니라 이로 인하여 높은 소결온도에서 치밀화를 행하게 되고, 결과적으로 큰 입자크기의 소결체를 얻기 때문인 것으로 알려져 있다. 따라서 낮은 파괴인성을 개선하기 위한 연구가 여러 가지 형태로 진행되어 왔는데, 그 중에서도 제조공정중 상

변태를 이용한 자체강화 세라믹스(self-reinforced or *In-situ ceramics*)가 활발하게 연구되고 있다.<sup>1,7)</sup>

서로 다른 물질들을 혼합시켜 제조하는 이중 복합재료와는 달리 자체강화 세라믹스는 동일조성의 분말을 사용하여 소결 중 또는 소결 후 열처리 과정에서 상변태에 의한 입자형상을 변화시키므로써 기존의 인성강화 복합재료에서 보이는 균열편향, 입자 pull out 효과 등에 의해 파괴인성을 증진시킬 수 있다.<sup>4,9)</sup> 이러한 방법은 이중 복합재료에 비하여 물질확산이 용이하고, 입자간 결합력이 커서 강도의 약화가 없으면서도 인성 증진을 기대할 수 있는 장점을 가지고 있는데, 이중 복합재료의 경우

두 물질간에 확산에 의한 원자이동이 억제되어 소결중 치밀화가 방해되고, 두 물질 계면에서의 결합력이 취약해져 인성은 증진되나 강도는 낮아지게 된다.

자체강화 세라믹스가 가장 성공적으로 제조된 것으로는 질화규소 세라믹스를 들 수 있는데,<sup>8-11)</sup> 질화규소 세라믹스의 경우 출발원료인 베타상 분말에 일부 알파상을 첨가하여 소결과 열처리를 행하고, 이 기간 동안 기지상은 등면체인 베타상 질화규소 입자로 만들며 초기 알파상 분말은 상전이에 의해 막대 모양의 베타상 질화규소 입자를 생성시킴으로서 파괴인성을 10 MPa·m<sup>1/2</sup> 이상으로 증진시킬 수 있었다.

탄화규소 세라믹스의 경우에도 질화규소처럼 출발원료의 상에 따라 소결체내 존재하는 입자형상이 달라지게 되는데,<sup>12)</sup> 출발상으로 알파상 분말을 사용하는 경우에는 등면체상의 입자가 얻어지고, 베타상 분말을 사용하는 경우에는 막대상이나 판상의 입자가 얻어지는 것으로 알려져 있다. 이에 따라 탄화규소 세라믹스의 경우에도 질화규소와 같은 고인성 자체강화 세라믹스를 얻기 위한 시도가 다양하게 진행되었다.<sup>17,18)</sup>

자체강화 질화규소 및 탄화규소 세라믹스의 소결에는 알루미늄, 이트리아, 또는 두 산화물간 화합물을 소결조제로 사용하는데,<sup>4,13)</sup> 이러한 소결조제는 소결중 분말 표면의 실리카와 반응하여 공용액을 형성하여 소결온도를 낮출 뿐 만 아니라 용해-재석출에 의한 액상소결을 촉진시키고, 막대상의 입성장을 용이하게 한다.<sup>14,15)</sup>

본 연구에서는 출발원료 내에서 알파상과 베타상 탄화규소 분말의 비를 달리하여 원료조합을 만들고, 가압소결을 행하여 치밀화시킨 후 열처리 동안 상변태를 유도하여 큰 막대상 입자가 등면체 상의 기지에 분산되어 존재하는 자체강화 미세구조의 탄화규소 세라믹스를 제조하고자 하였다. 아울러 이러한 자체강화 미세구조의 탄화규소 세라믹스에서 파괴인성 변화와 균열전파시 균열편향 및 미세균열 생성에 관하여도 알아보하고자 하였다.

2. 실험방법

본 실험에서 출발원료로 사용한 탄화규소 분말은 sub-micron의 알파상 탄화규소 분말(6H phase)과 베타상 탄화규소 분말(3C phase)이었으며, 소결조제로는 yttrium aluminum garnet(Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>; 이하 YAG 상으로 표기함)를 첨가하였는데, 각 분말의 물성은 Table 1과 같다. 출발원료 내 탄화규소 분말의 조성은 알파상에 대하여 베타상의 비율이 0, 5, 20, 50, 80, 100 mol%가 되도록 각각 변화시켰으며, 각각의 상비로 혼합된 SiC 분말에 소결조제인 YAG 분말을 2mol% 첨가하였다. 원료분말 조성에 결합제로 PEG(polyethylene glycol)를 2.5 wt%

Table 1. Characteristics of Starting Powders

Powders	Particle size(μm)	Purity(%)	Major impurities(%)
α-SiC <sup>6)</sup>	0.45	98.1	Free C; 1.08 Free SiO <sub>2</sub> ; 0.71
β-SiC <sup>6)</sup>	0.43	97.2	Free C; 1.67 Free SiO <sub>2</sub> ; 1.04
YAG <sup>8)</sup>	-	99.99	

<sup>6)</sup>Showadenko Co.(A-1, 6H; 94%, 15R: 6%)

<sup>8)</sup>Showadenko Co.(B-1, 3C: 96%, 2H: 4%)

<sup>1)</sup>High Purity Chem Co.

섞은후, 에탄올을 분산매로 하여 planetary ball mill에서 5시간 동안 각각 혼합하였다. 혼합물은 오븐에서 80°C로 건조시킨 다음 막자사발에 분쇄하였으며, 이후 80 mesh 체로 조립하여 과립분말을 얻었다.

각각의 과립분말을 실린더형의 탄소몰드에 넣고 가압소결(hot-pressing)을 행하였는데, 이 때 소결은 1850°C에서 50 MPa의 압력으로 30분 동안 아르곤 분위기 조건에서 행하였다. 소결이 끝난 후 압력을 제거하고 1950°C까지 온도를 올려 열처리를 행하였는데, 열처리는 아르곤 분위기 하에서 5시간 동안 행하였다. 소결 및 열처리 후 표면을 연마한 다음, 아르키메데스 방법으로 각 시편의 소결 밀도를 측정하였고, X-ray 회절분석을 이용하여 상분석을 행하고 다형(polytypes)을 분석하였다. 탄화규소의 다형분석은 X-ray 회절피크의 크기를 사용하여 Tanaka 등이<sup>16)</sup> 제안한 방법을 이용하였다. 소결시편을 다이아몬드 paste에 정밀 연마한 후 8 vol%의 산소가 함유된 CF<sub>4</sub> 가스 내에서 1시간 동안 플라즈마 에칭을 하였다. 에칭 후 주사전자현미경을 이용하여 입자 형상 등 미세조직을 관찰하였으며, 화상처리기(모텔명, Image-pro, Media Cybernetics, L.P, U.S.A)를 사용하여 입자크기, 장단축비(aspect-ratio) 등을 분석하였다. 여기서 입자의 단축의 길이(d)와 장축의 길이(L)는 이차원 image에서 grain의 가장 짧은 대각선과 가장 긴 대각선으로 하였다. 장단축비(aspect ratio; L/d)의 경우 상위 10% 값을 실제 aspect ratio 값으로 정하였고, large grain은 단축의 버가 3d 이상인 grain으로 정의하였다.<sup>17,18)</sup> 또한 Vicker's Indenter를 사용하여 압인법으로 파괴인성을 측정하였으며, 측정 후 주사전자현미경으로 균열전파 경로를 관찰하여 소결조건 및 입자형상에 따른 파괴인성 및 균열전파거동을 고찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 소결특성 및 미세구조

Table 2에는 소결 후 열처리한 시편의 밀도와 XRD로

**Table 2.** Densities and Phases of Sintered Bodies

Content of $\beta$ -SiC (%)	Density ( $\text{g/cm}^3$ )	Major Phases	Minor Phases
0	3.22	6H	
5	3.21	6H	4H
20	3.19	6H>4H	3C
50	3.18	4H, 6H	2H
80	3.17	4H, 6H	2H, 15R
100	3.17	4H>6H	3C

Sign of inequality (>) is indicated large more than 20% difference between two phases.

상분석한 결과를 나타내었다. 가압소결 후 5시간 열처리 한 시편에서는 출발상의 조성에 관계없이 모두 95% 이상의 상대밀도를 나타내는 고밀도 소결체가 얻어졌으며, 베타상의 비율이 증가함에 따라 소결밀도는 점차 감소하였다. 일반적으로 알파상 탄화규소에 비하여 베타상 탄화규소를 소결할 때 밀도가 약간 감소하는 것은 알파상 탄화규소 소결의 경우 모든 입자가 등면체 형태를 갖게되어 입성장 시 공간을 비교적 치밀하게 충전할 수 있으나, 베타상 탄화규소의 경우 소결 또는 열처리시 알파상 탄화규소로 상변태 하면서 막대상으로 성장하기 때문에 등면체 입자에 비하여 공간 충전율이 낮아지기 때문인 것으로 알려져 있다.<sup>13)</sup>

1950°C에서 열처리한 시편에서는 XRD 분석 결과 모든 시편에서 주상(main phase)은 6H상과 4H상으로 나타났는데, 두 상의 분포 비율은 출발 탄화규소 분말의 상조성에 따라 변화하였다. 즉, 출발분말의 상조성에서 알파상 탄화규소의 비율이 많은 시편에서는 주상이 6H였으며, 출발 탄화규소 분말의 조성에서 베타상의 비율이 증가할수록, 소결체내 4H상의 비율이 증가하였다. 이에 따라 베타상 탄화규소 분말을 0-20% 함유한 시편에서 주상은 6H상이었으며, 80-100%의 베타상을 함유한 시편에서 주상은 4H상이었다. 출발원료내 베타상 탄화규소의 양이 증가할수록 소결체내 4H상의 비율이 증가하는 것은, 베타상 탄화규소(3C phase)가 열처리 시에 알파상(4H 또는 6H)으로 상변태를 하기 때문인데, 상태도에 따르면<sup>10)</sup> 1950°C에서 순수한 탄화규소의 경우 6H상과 4H상이 공존하는 것으로 알려져 있으나, 본 연구의 경우 출발원료가 알파상 탄화규소인 경우 분말에서나 소결체에서 모두 6H상인 점으로 미루어 베타상 탄화규소가 열처리시 상변태를 통하여 주로 4H상으로 변한 것을 확인할 수 있었다.

Fig. 1에는 출발원료 탄화규소 분말에서 베타상을 각각 0, 5, 20, 50, 80, 100%를 함유한 시편의 미세조직

을 주사전자현미경으로 관찰하여 나타내었다. 순수한 베타상이나 알파상을 출발원료로 사용한 시편(Fig. 1의 a와 f)을 제외하고는 대부분 등면체상의 미세입자가 기지상을 형성하고 막대상 입자(Fig. 1의 b,c,d,e)가 분산상 형태로 존재하는 자체강화 세라믹스 형상을 나타내었다. 100% 알파상을 초기 출발 탄화규소 분말을 조성으로 한 시편에서 큰 크기의 판상입자가 나타나는 것은 분말 제조과정에서 6H상이 아닌 다른 다형이 포함되기 때문인 것으로 판단되나 명확하진 않다. 다만 일부에서 알파상 만을 출발원료로 하여도 판상이나 막대상이 형성된다고 최근에 보고된 바 있으나<sup>20)</sup> 입성장 기구가 확실히 밝혀진 바는 없다.

베타상의 함유 비율이 증가할수록 막대상의 분포비율이나 입자크기가 커지는 것은 베타상의 상변태와 연관되는데, Table 2의 XRD 회절분석에서 알 수 있듯이 이러한 막대상 입자들은 베타상 탄화규소(3C phase)로부터 알파상 탄화규소(4H phase)로 상변태하여 성장한 입자들로 고찰되었다. 막대상 입자들이 증가할수록 시편내 기공의 양이 증가하는 것을 알 수 있는데 이는 앞서 서술한 밀도의 감소와 직결된다. 순수한 베타 탄화규소 소결체의 경우 모든 입자가 판상 또는 막대상으로 존재하고 있으며, 입자 사이 사이에 소결시 액상이었던 흰부분(YAG phase)과 액상이 빠져나간 삼각형 모양의 기공이 다수 관찰되었다.

일반적으로 알루미늄이나 이트리아 또는 그 화합물이 소결 조제로 첨가되는 경우에는 소결과정이나 열처리시 액상과 탄화규소가 반응하여 휘발성 성분을 형성시키고 이러한 성분들은 시편의 표면을 통하여 증발되는 것으로 알려져 있다.<sup>14,15,21)</sup> 이에 따라 시편의 내부와 표면간에 미세조직의 차이가 나타나고, 특히 내부의 경우 액상이 대부분 빠져나가 Fig. 1의 f와 같이 입자사이에 많은 미세기공이 형성되는 것으로 보고된 바 있다.

Table 3에는 Fig. 1의 SEM 사진으로 부터 image analyzer로 미세구조를 분석한 결과를 나타내었다. 막대상의 큰 입자(large grain)는 평균입자 크기(d)보다 3배 이상인 입자로 정하여 미세구조와 연관된 값을 구하였으며,<sup>17,18)</sup> 기지상의 작은 입자(small grain)는 막대상의 큰 입자를 제외한 나머지 입자로부터 미세구조와 관련된 값을 구하였다. 기지상을 형성하는 작은 입자의 경우 출발상 조성에서 베타상 탄화규소의 비율이 증가함에 따라 단축(diameter)과 장축(length)의 길이는 약간 증가하였는데, 장축 증가율이 단축의 증가를 보다 크게 나타남에 따라 장단축비(aspect ratio)도 베타상의 함유율이 증가함에 따라 점차 증가하였다. 순수한 베타상을 소결한 경우에는 Fig. 1의 e에서 보았듯이 입자의 대소에 상관없이 대부분의 입자가 막대상을 형성하기 때문에 단축

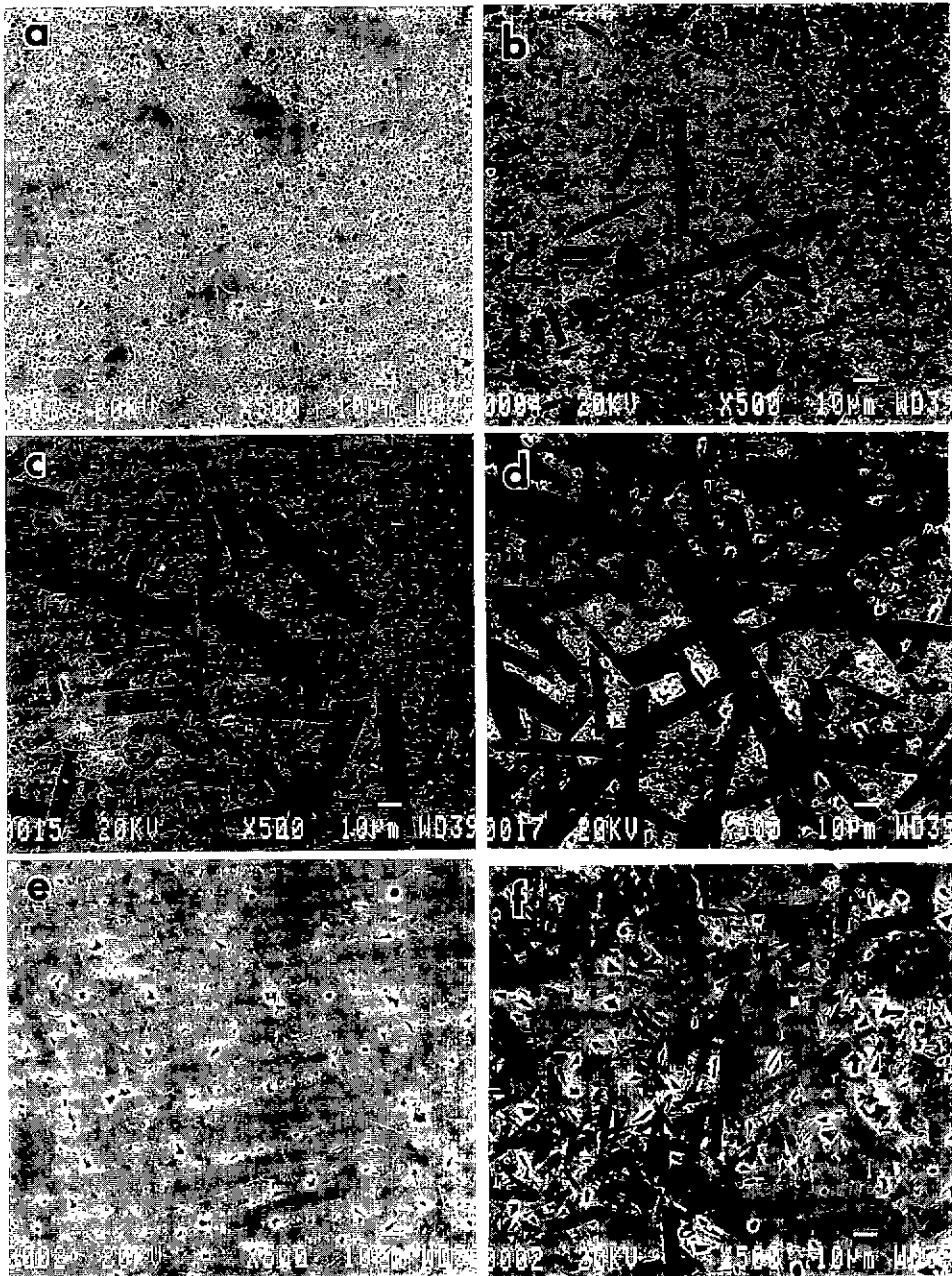


Fig. 1. Microstructure of hot-pressed SiC specimens prepared from the starting powder mixture of  $\alpha$ - and  $\beta$ -SiC; (a) pure  $\alpha$ -SiC, (b) 95 $\alpha$ -SiC/5  $\beta$ -SiC, (c) 80 $\alpha$ -SiC/20  $\beta$ -SiC, (d) 50 $\alpha$ -SiC/50  $\beta$ -SiC, (e) 20 $\alpha$ -SiC/80  $\beta$ -SiC, and (f) pure  $\beta$ -SiC.

(diameter)에 비하여 장축(length)이 상대적으로 크게 나타났으며, 이에 따라 장단축비(aspect ratio)는 8.1로 다른 시편에 비하여 매우 크게 나타남을 알 수 있었다.

막대상을 나타내는 큰 입자의 경우 부피분율은 출발조성 중 베타상 탄화규소의 함량이 20% 이상부터 크게 증

가하였으며, 베타상의 함량이 50% 이상인 경우에는 거의 일정하였다 또한 이 표에서 보듯이 큰 입자의 부피 분율이나 개수는 첨가된 베타상 탄화규소 분말의 부피에 정량적으로 비례관계에 있지 않으며, 따라서 일부 베타상 분말 입자만이 장축을 갖는 큰 입자크기로 성장하는

**Table 3.** Microstructural Characteristics of Sintered Bodies

Content of $\beta$ -SiC(%)	Matrix grains			Large grains			
	Diameter( $\mu\text{m}$ )	Length( $\mu\text{m}$ )	Aspect ratio ( $R_{95}$ )	Volume fraction(%)	Diameter( $\mu\text{m}$ )	Length( $\mu\text{m}$ )	Aspect ratio ( $R_{95}$ )
0	1.4	2.6	3.6	7	5.2	11.4	3.1
5	1.5	2.4	3.4	8	5.1	18.2	8.2
20	1.6	3.1	4.0	20	7.1	35.1	8.7
50	1.5	3.0	4.4	37	7.6	41.2	11.1
80	1.7	3.6	4.6	36	8.7	35.1	7.2
100	1.8	5.0	8.1	35	9.8	30.8	6.3

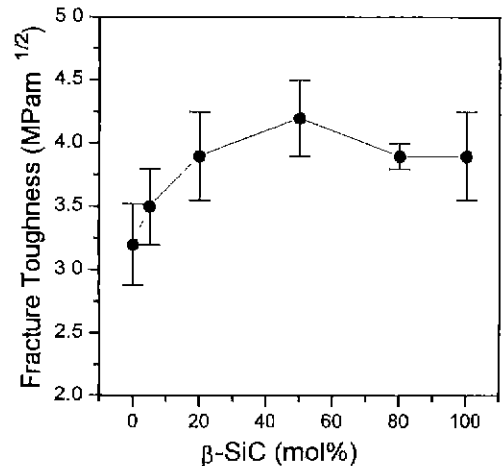
※ The separation points between large grains and small grains were determined from over 3d.  $R_{95}$  is the value of the 10% highest aspect ratios ( $L/d$ )

것으로 추정되었다. 순수한 베타상 탄화규소 분말의 소결체는 위에서 언급하였듯이 대부분 막대상을 나타내었으나 큰 입자의 부피분율이 50-80%의 베타상 함유 분말과 비슷한 것은 화상분석시 큰 입자의 기준을 평균입자 크기의 3배 이상인 입자를 기준으로 하였고, 평균입자 크기가 다른 시편에 비하여 상대적으로 크기 때문에 큰 입자의 부피분율이 다소 낮아진 것으로 판단된다.

큰 입자에서 단축의 크기는 출발조성 중 베타상 탄화규소의 함량이 증가함에 따라 점차 증가하여 순수한 베타상을 소결한 시편에서 가장 큰 값을 나타내었다. 반면에 장축의 크기는 출발조성 중 베타상 함량이 50%까지는 계속 증가하다가 80% 이상의 함량에서는 다소 감소하였다. 이에 따라 큰 입자의 장단축비는 출발조성 중 베타 탄화규소의 함량이 50% 일 때 가장 크게 나타났으며, 베타 탄화규소의 함량이 20% 이하이거나 80% 이상인 경우에는 장 단축비가 상대적으로 감소하였다.

본 연구에서 출발 조성 중 베타상 함유량이 50% 일 때 장단축비가 가장 크게 나타난 것은 이 시편에서 큰 입자의 부피분율이 크면서도 이러한 입자에 있어서 장축 방향으로 성장할 수 있는 공간이 충분히 확보될 수 있었기 때문인 것으로 판단된다. 즉, 출발 조성 중 베타상 함유량이 20% 이하인 시편에서는 막대상을 갖는 입자의 수가 상대적으로 적어 소결 초기부터 긴 입자상으로 성장할 수 있는 확률이 적게 되는데 그 대표적인 경우가 5%의 베타상 함유량을 가진 시편의 경우이다. 출발 조성 중 베타상 함유량이 80% 이상의 시편에서 장단축비가 적어진 것은 많은 개수의 입자가 장축방향으로 성장함에 따라 큰 입자끼리 서로 만나게 되어 장축방향으로의 성장은 둔화된 반면에 단축방향으로의 성장은 그대로 진행되기 때문인 것으로 판단된다.

요약회지



**Fig. 2.** Fracture toughness as a function of  $\beta$ -SiC content in the starting powder.

### 3.2. 파괴인성 및 균열전파 거동

Fig. 2에는 출발조성 중 베타상 탄화규소의 함유량에 따른 소결체의 파괴인성을 나타내었다. 순수한 알파상 탄화규소로 제조된 시편에서 파괴인성이 가장 낮게 나타났으며, 베타상 탄화규소의 함량이 증가함에 따라 파괴인성이 증가하여 50%의 베타상을 함유한 시편에서 가장 높은 파괴인성을 나타내었다. 또한 그림에서 보듯이 80% 이상의 베타상 탄화규소 함유량을 가진 시편에서는 파괴인성이 다소 감소하였는데, 이러한 파괴인성의 변화는 앞에서 살펴본 미세구조의 영향 때문인 것으로 판단된다.

서론에서 언급하였듯이 긴 막대상의 입자가 등면체상의 작은 기지상 입자에 분산되어 분포된 자기복합화 미세구조를 갖게 되면 균열전파시 긴 막대상 입자의 존재에 의해 균열의 편향(crack deflection)이나 미세균열 생

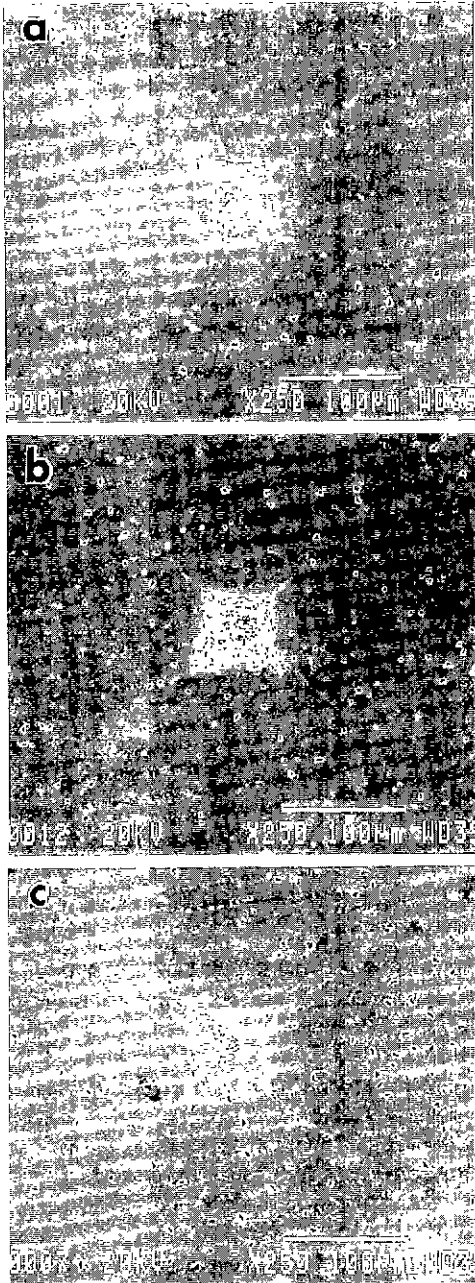


Fig. 3. Scanning electron micrographs of indented specimens: (a) pure  $\alpha$ -SiC, (b) 50 $\alpha$ -SiC/50  $\beta$ -SiC, and (c) pure  $\beta$ -SiC.

성에 의하여 인성이 크게 증가하게 된다.<sup>49)</sup> 따라서 본 연구에서 제조된 시편 중 50% 베타상 탄화규소 분말을 함유한 시편에서 파괴인성이 가장 큰 것은 긴 막대상 입자의 부피분율이 크면서도 장단축비가 가장 크기 때문인 것으로 사료되었다.

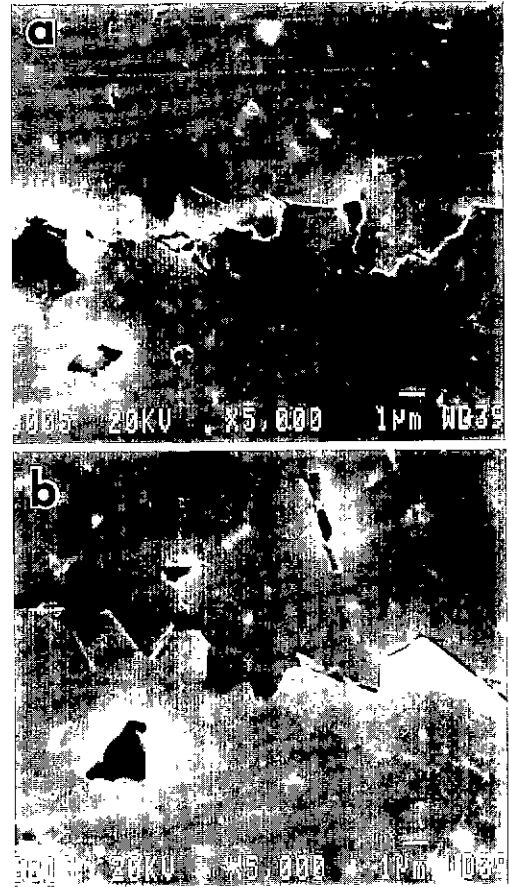


Fig. 4. Scanning electron micrographs of crack paths induced by a Vickers indentation in (a) pure  $\alpha$ -SiC and (b) 50  $\alpha$ -SiC/50  $\beta$ -SiC.

Vicker's 경도계로 98N의 하중으로 압인시험 한 시편의 표면에 나타난 균열의 형상을 Fig. 3 및 4에 각각 나타내었다. 사진에서 보듯이 50%의 베타상 탄화규소 분말을 함유시킨 시편의 경우가 순수한 알파상 탄화규소나 베타상 탄화규소로 제조된 시편의 경우보다 진전된 균열의 크기가 작게 나타나 파괴인성이 상대적으로 큰 것을 알 수 있었다. 압인된 시편에서 균열의 전파모드를 전자현미경으로 관찰한 결과(Fig. 4), 모든 시편에서 대부분 입계균열 형태를 나타내었다. 이러한 입계균열은 탄화규소 입자의 강도에 비하여 산화물 조성(알루미나-이트리아-실리카)의 입계가 비교적 낮은 강도를 갖기 때문이며, 이러한 산화물 조성은 고온에서 강도를 떨어뜨리는 주원인이 되거나 많은 양의 크립을 유발하기도 한다.<sup>27)</sup>

입계파괴를 나타내는 세라믹스의 경우 균열전파 경로의 형태가 파괴인성의 크기와 직결되는데 균열전파시 Fig. 4에서 보듯이 긴 막대상을 많이 보유하고 파괴인성

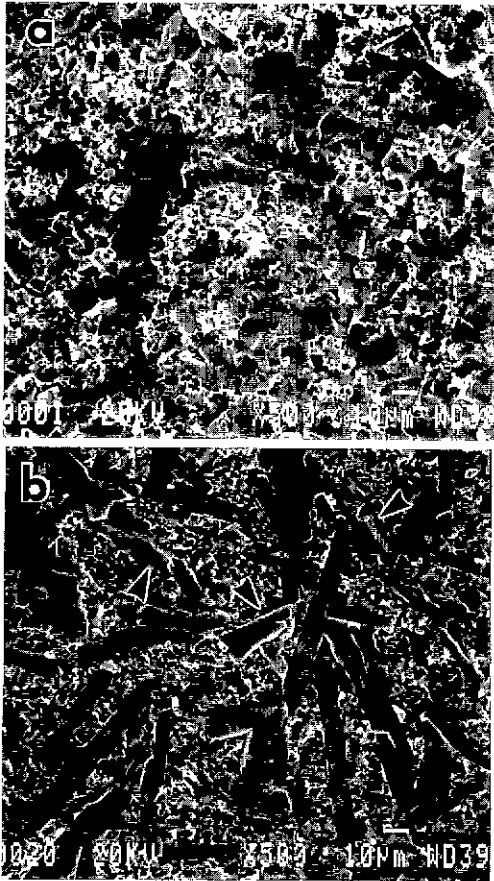


Fig. 5. Scanning electron micrographs of fracture surfaces in (a) pure  $\alpha$ -SiC and (b) 50 $\alpha$ -SiC/50  $\beta$ -SiC

이 큰 시편의 경우(Fig. 4의 b)가 긴 막대상의 분율이 상대적으로 적어 파괴인성이 낮은 시편의 경우(Fig. 4의 b)보다 균열편향이나 균열기교, 미세균열 생성등이 더 많이 일어남을 알 수 있었다.

Fig. 5에는 출발 탄화규소 분말의 조성에서 베타상의 분율이 5%인 시편과 50%인 시편의 파단면을 나타내었다. 큰 입자의 경우 부분적으로 입내파괴를 나타내는 경우도 보이나 대부분의 등면체형 기지상 입자와 막대상 입자에서 입계파괴를 보여주고 있다. 막대상 입자가 적은 시편의 경우(Fig. 5의 a)에서는 파단면의 형상이 비교적 단순한 반면에 긴 막대상의 입자가 많은 시편의 경우(Fig. 5의 b) 이러한 입자들에 의한 균열의 편향을 나타내는 들출입자(화살표로 지시된 입자)들이 다수 발견되었다.

#### 4. 결 론

가압소결 및 열처리에 의하여 자체강화 탄화규소 소결  
요업학회지

체를 제조하였다. 자기복합화 미세구조를 갖는 자체강화 탄화규소 세라믹스는 알파상과 베타상 탄화규소 분말을 혼합한 원료조합으로부터 얻어졌으며, 이러한 미세구조는 열처리 동안 베타상 탄화규소 입자가 긴 막대상 입자 형태를 갖는 4H 상의 알파 탄화규소로 상변태하면서 형성되었다. 긴 막대상의 탄화규소 입자의 부피분율은 베타상 탄화규소 분말의 함유량이 20% 이상에서부터 크게 증가하여 50% 이상일 때 가장 크게 나타났으며, 입자크기 및 형태는 함유된 베타상 분말의 양에 따라 변화하였다. 초기 분말 조성에서 50%의 베타상 탄화규소를 함유한 시편에서 막대상 입자의 최대 길이와 장단축비가 가장 높게 나타났는데, 기지상 입자의 경우 평균길이 및 장단축비가 각각 3.6  $\mu\text{m}$  및 4.6인데 비하여 막대상 입자의 경우 길이 및 장단축비가 41.2  $\mu\text{m}$  및 11.1을 나타내었다. 자체강화 세라믹스 중에서도 막대상 입자의 분율이 가장 큰 시편에서 가장 높은 인성을 보였는데, 이는 균열전파시 막대상 입자들에 의한 균열편향 효과 때문이었다.

#### 감사의 글

본 연구는 한국과학재단(96 특정기초연구, 과제번호: 96-0300-21-01-3) 연구비 지원으로 수행되었으며, 이에 감사사를 드립니다.

#### REFERENCES

1. M. Srinivasan, "The Silicon Carbide Family of Structural Ceramics"; pp. 99-160 in Structural Ceramics, Ed. by J. B. Wachtman, Jr, Academic Press, New York, 1989.
2. K Yamada and M. Mohri, "Properties and Applications of Silicon Carbide Ceramics", pp. 9-29 Silicon-Carbide Ceramics Ed. by S. Somiya and Y Inomata, Uchida Rokakuho Publishing Ltd., Tokyo, 1988.
3. K. Sato, "SiC Sintered Parts," FC(Fine Ceramics) Report **11**(2), 34-39 (1993).
4. N. P. Padture, "In Situ-Toughened Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(2), 519-523 (1994).
5. 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).
6. J. K. Lee, Y. J. Kim and H Kim, "Formation of Self-Reinforced Microstructure by the Control of Starting Phase in Liquid-Phase Sintering Silicon Carbide Ceramics," *J. Mater. Sci. Lett.*, **16**(23), 1958-1960 (1997).
7. Y. W Kim, M. Mitomo, H Emoto and J. G. Lee, "Effect of Initial  $\alpha$ -Phase Content on Microstructure and Me-

- chanical Properties of Sintered Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(12), 3136-3140 (1998).
8. K. Hirao, T. Nagaoka, M. E. Brito and S. Kanzaki, "Microstructure Control of Silicon Nitride by Seeding with Rodlike  $\beta$ -Silicon Nitride Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(7), 1857-1862 (1994).
  9. S. R. Choi and J. A. Salem, "Crack-Growth Resistance of In Situ-Toughened Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(4), 1042-1046 (1994).
  10. A. J. Pyzik and D. R. Beaman, "Microstructure and Properties of Self-Reinforced Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(11), 2737-2744 (1993).
  11. H. Kodama, T. Suzuki, H. Sakamoto and T. Miyoshi, "Toughening of Silicon Nitride Matrix Composites by the Addition of Both Silicon Carbide Whiskers and Silicon Carbide Particles," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(3), 678-683 (1990).
  12. S. K. Lee, Y. C. Kim and C. H. Kim, "Microstructural Development and Mechanical Properties of Pressureless-Sintered SiC with Plate-Like Grains Using  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  Additives," *J. Mat. Sci.*, **29**(20), 5321-5326 (1994).
  13. 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).
  14. M. A. Mulla and V. D. Krstic, "Pressureless Sintering of  $\beta$ -SiC with  $Al_2O_3$  Additions," *J. Mater. Sci.*, **29**(4), 934-938 (1994).
  15. M. A. Mulla and V. D. Krstic, "Low Temperature Pressureless Sintering of  $\beta$ -Silicon Carbide with Aluminum Oxide and Yttrium Oxide Additions," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **70**(3), 439-443 (1991).
  16. H. Tanaka and N. Iyi, "Simple Calculation of SiC Polymorph Content from Powder X-ray Diffraction Peaks," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **101**, 1313-1314 (1993).
  17. M. Mitomo and S. Uenosono, "Microstructural Development During Gas-Pressure Sintering of  $\alpha$ -Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(1), 103-108 (1992).
  18. M. Mitomo, M. Tsutsumi, H. Tanaka, S. Uenosono and F. Sato, "Grain Growth During Gas-Pressure Sintering of  $\beta$ -Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**(8), 2441-2445 (1990).
  19. W. F. Knippenberg, "Growth Phenomena in Silicon Carbide," *Philips Res. Rep.*, **18**(3), 161-274 (1963).
  20. J. Y. Kim, Y. W. Kim, J. G. Lee and K. S. Cho, "Effect of Annealing on Mechanical Properties of Self-Reinforced Alpha-Silicon Carbide," *J. Mat. Sci.*, **34**(10) 2325-2330 (1999).
  21. J. K. Lee and H. Tanaka, "Microstructural Variation between Surface and Inside of Liquid-Phase Sintered  $\beta$ -SiC," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **103**(11) 1193-1196 (1995).
  22. M. Keppeler, H. G. Reichert, J. M. Broadley, G. Thurn, I. Weidann and F. Aldinger, "High Temperature Mechanical Behaviour of Liquid Phase Sintered Silicon Carbide," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **18**(5), 521-526 (1998).