

## 액상소결한 탄화규소의 집합조직 발달에 관한 연구

성한규 · 조경식 · 박노진 · 최현진\* · 이준근\*

금오공과대학교 재료공학과

\*한국과학기술연구원 복합기능 세라믹스연구센터

(2000년 1월 25일 접수)

### A Study on Texture Development in Liquid-Phase Sintered Silicon Carbide

Han-Kyu Sung, Kyeong-Sik Cho, No-Jin Park, Heon-Jin Choi\* and June-Gunn Lee\*

Department of Materials Science & Engineering, Kumoh National University of Technology, Kumi 730-701, Korea

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

(Received January 25, 2000)

#### 초 록

$\alpha$ -SiC와  $\beta$ -SiC를 출발원료로 사용하여 가압소결 및 열처리함에 따른 집합조직 발달에 대하여 연구하였다. 결정학적 집합조직은 고온가압 방향에 수직인 면에 대하여 X-선 극점도를 측정하여 분석하였다. 관찰된 모든 극점도는 축대칭(섬유 집합조직)을 이루었다.  $\beta$ -SiC를 출발원료로 사용한 경우에는 열처리 시간이 길어짐에 따라 SiC의 기저면인 (0004)의 극밀도는 증가한 반면에 다른 면들의 극밀도 변화는 거의 없었으며,  $\alpha$ -SiC의 경우에는 모든 조건에서 극밀도의 변화는 없었다. 그리고,  $\beta$ -SiC의 경우에 있어서 입자성장이 많이 일어난 재료에 있어서는 normal 방향으로 (0001)의 약한 집합조직이 형성되었다. 이러한 결과로 인해  $\beta$ -SiC 재료의 파괴강도는 집합조직과 미세구조적 이방성으로 일축가압 방향에 수직인 면이 수평한 면보다 상대적으로 높게 나타나는 경향성을 보였으며,  $\alpha$ -SiC 재료의 경우에는 두 면에서 비슷한 파괴강도 값을 보였다.

#### ABSTRACT

Development of texture in SiC materials by hot-pressing and subsequent annealing was studied. Crystallographic texture type was characterized by measuring X-ray pole figures on the perpendicular plane to the hot-pressing direction. Observed all pole figures were nearly axially symmetric (fiber texture). In case of  $\beta$ -SiC materials, the pole density of basal plane (0004) increased as annealing time increased, in contrast, other planes (hkil) of  $\beta$ -SiC materials and all planes of  $\alpha$ -SiC materials nearly remained unchanged. In the case of  $\beta$ -SiC materials, therefore, a weak texture of (0001) plane at the normal direction took place in the 8h annealed samples, resulting from grain growth. The fracture toughness values of  $\alpha$ -SiC materials measured in both planes parallel and perpendicular to the hot-pressing direction were very similar. However, the fracture toughness of  $\beta$ -SiC materials measured parallel to the hot-pressing direction were higher than that measured perpendicular to the hot-pressing direction, relatively, because of the texture and the microstructure anisotropy.

**Keywords :** Silicon carbide, Preferred orientation, Anisotropy, Fiber texture

#### 1. 서 론

강한 공유결합성의 탄화규소는 우수한 특성을 지녔음에도 불구하고 난소결성으로 제조에 많은 어려움을 갖고 있는 비산화물 세라믹스<sup>1)</sup>이다. 1970년대 초에 Prochazka<sup>2)</sup>에 의해 boron과 carbon의 첨가로 SiC의 상압소결이 처음 성공적으로 제조된 이래로 SiC는 강도가 높고, 내산화성, 내마모성 및 creep 저항성 등의 우수한 특성 때문에 고온 구조재료로서 주목을 받아 왔다.<sup>3)</sup> 그러나, 다른 구조 세라믹스 재료에 비해 낮은 파괴인성 때문에 SiC의 고온 구조 세라믹스로서 그 응용이 제한되어 오고 있다. 지금까지 보고된 대부분의 연구는<sup>3-6)</sup> 공정변수 및 seed의 첨가 그리고 적당한 입계상의 선택을 이용하여 파괴인성 증진 효과를 극대화하는 미세구

조 및 기계적 특성에 미치는 영향을 고찰한 것으로서, 2차원적인 미세구조 해석과 그 결과로 나타나는 기계적 특성과의 상관관계 규명에 따르는 물성 향상에 초점이 되어 왔다. 이러한 방법은 여러 가지 장점에도 불구하고 파괴인성 향상의 한계성, 재현성 결여, 그리고 신뢰도가 낮기 때문에 실제 사용에 있어서는 많은 제한이 되고 있다. 탄화규소를 고온 구조재료로서 이용을 증대시키기 위해 미세구조를 세밀하게 제어하는 연구가 계속 진행되고 있다.<sup>4-7)</sup>

이와 같이 미세구조 조절을 통해 성공적으로 기계적 특성을 향상시킨 것으로 액상소결을 통한 자기 강화(in-situ toughening) SiC 및 SiC 복합체의 기계적 특성은 방향성에 의존한다.<sup>8-10)</sup> SiC의 미세구조는 방향성을 가지는 입자들에 의해 영향을 받으며, 또한 미세구조는 물성에 영향을 미치

는 가장 중요한 인자이기 때문에 파괴인성의 한계성 극복 및 신뢰도 향상을 위해서는 이러한 미세구조의 분석이 매우 중요하다. 다결정에서 이방성을 갖는 재료를 다결정 재료로 제조할 때 결정립들이 무질서(random)하게 배열하지 않으면, 즉, 집합조직을 형성하면, 방위에 의존하는 기계적, 전기적, 열적 성질 등 이방적 특성이 나타난다고 보고되고 있다.<sup>11,13)</sup> Bowman 등<sup>8)</sup>은 AlN에 방향성을 가지는  $\alpha$ -SiC<sub>platelet</sub>를 0, 15, 30 vol% 첨가한 분말을 출발 물질로 하여 상압소결 및 가압소결에 의해 AlN-SiC<sub>platelet</sub> 복합체를 제조하였다. AlN 기지에 분산된 SiC<sub>platelet</sub>들은 축대칭을 이루며, SiC<sub>platelet</sub>는 기지면, 즉, 최밀충진면인 (000)면으로 성장한다고 밝혔다. AlN 기지 역시 SiC<sub>platelet</sub>의 우선방위로의 결정립 성장으로 인해 가압소결에 의해 집합조직이 발달한다고 보고하였다. Sacks 등<sup>9)</sup>은 carbon과 boron을 소결조제로 하여  $\alpha$ -SiC에 0.2 wt%  $\alpha$ -SiC<sub>platelet</sub>(평균크기=24  $\mu$ m)를 첨가한 분말과 2 wt%  $\alpha$ -SiC<sub>platelet</sub>(평균크기=17  $\mu$ m)를 첨가한 분말로 주입성형 공정에 의해 성형하고 상압소결과 열처리하여 집합조직을 분석하였다. 0.2 wt%가 첨가된 시편 보다는 2 wt%가 첨가된 시편이 강하게 집합조직이 발달하였으며, 크고 긴 입자들은 SiC<sub>platelet</sub>의 우선적인 방향(최밀충진면)으로 성장한다고 보고하였다.

이상과 같이 SiC 및 세라믹스에 있어서 이방적 결정립 성장에 따른 집합조직 형성 및 발달에 관련하여 일부 연구가 이루어지고 있지만, 집합조직 분석에 있어서 집합조직 발달 기구 및 우선 방위와 공정 변수와의 상관관계에 대해서 자세하게 언급되지 않았으며, 집합조직 해석에 있어서 준 정량적인 표현만을 제공하고 있는 실정이다. 따라서, 본 연구에서는  $\alpha$ -SiC와  $\beta$ -SiC를 출발원료로 사용하여 가압소결 및 열처리하여 탄화규소를 제조하였다. 출발원료가  $\alpha$ -상인 SiC는 용해-재석출 과정을 통해, 출발원료가  $\beta$ -상인 SiC는 용해-재석출 과정과  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이를 통해 각각 이방적 결정립 성장에 따른 집합조직 발달 기구와 이러한 집합조직의 정량적인 표현 및 해석에 주된 목적이 있다.

## 2. 실험 방법

### 2.1. 시편제조

출발원료로  $\alpha$ -SiC(A-1 grade, Showa Denko, Co., Ltd., Tokyo, Japan),  $\beta$ -SiC(Ultrafine grade, Ibiden, Co., Ltd., Nagoya, Japan), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(AKP-30, Sumitomo Chemical Co., Ltd., Tokyo, Japan)와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(Fine grade, H. C. Stark, Berlin, Germany) 분말을 사용하였다. 88 vol%의  $\alpha$ -SiC 혹은  $\beta$ -SiC에 각각 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>와 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>를 소결조제로 5 : 3 몰 비로 12 vol%의 YAG 조성으로 원료조합하여 준비하였다. 각각의 원료조합은 탄화규소 볼과 polyethylene 병을 사용하여 에탄올을 용매로 24시간 동안 습식 혼합한 후 슬러리를 건조시켰다. 건조된 각각의 조성분말은 1800°C에서 25 MPa

의 압력으로 Ar 분위기에서 2시간 동안 일축가압 소결하였다. 소결된 일부 시편은 1900°C에서 Ar 분위기에서 2, 4, 8시간 동안 각각 열처리를 행하였다.

### 2.2. 시편 가공 및 물성 측정

소결밀도는 Archimedes 방법을 이용하여 측정하였고, 이론밀도는 혼합법칙(rule of mixture)을 사용하였다. 소결 및 열처리한 시편들은 일축가압 방향에 수직인 면과 수평한 면으로 절단한 후 경면연마하여, CF<sub>4</sub>와 7.8% O<sub>2</sub>의 혼합가스로 플라즈마 에칭을 하였다. 미세구조 및 파괴인성은 제조된 시편에서 일축가압 방향에 수직인 면과 수평인 면 두 부분에서 SEM 관찰 및 indentation 방법으로 측정하였다.<sup>14)</sup> X선 회절분석기(D5005, Bruker Axs, Germany)를 이용하여 결정상 분석(2 $\theta$  pattern) 및 집합조직 측정은 bulk 시편을 일축가압 방향에 수직인 면을 경면연마한 후 Co-K $\alpha$  선을 이용하여 Schulz 반사법으로 측정하였다. Fig. 1은 본 연구에서 제조된 SiC 재료를 분석 및 측정을 위한 시편가공 방향을 나타내었다. 일축가압 방향을 Normal Direction(ND)으로 정하였으며, 일축가압 방향에 수직인 면을 Normal Plane(NP)으로 하고, Normal Direction에 수직인 방향을 Radial Direction(RD)으로, 일축가압 방향에 수평인 면을 Radial Plane(RP)으로 정하였다. Table 1은 본 실험에서 사용한 조성, 열처리 조건, 관찰 및 측정을 위한 시편의 기호명을 보여준다.

### 2.3. 집합조직 분석방법

공학적으로 사용되는 많은 재료들은 각 결정립들이 인접 결정립과 방위가 다른 다결정으로 구성되어 있다. 다결정의 방위가 무질서한 분포를 가지는 경우는 매우 드문 일이며, 이와 같이 무질서하지 않은 방위분포를 가진 재료를 우선 방위(preferred orientation) 또는 집합조직(texture)을 가졌다

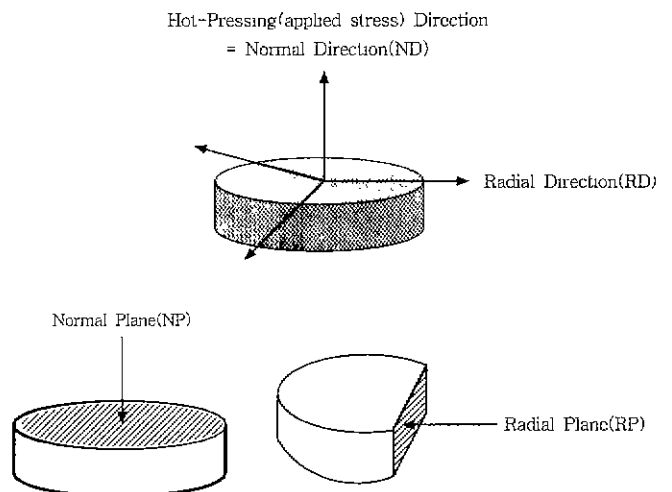


Fig. 1. Specimen preparation of sintered SiC.

고 한다. 집합조직이 존재하는 다결정 재료에서 집합조직은 다결정을 구성하고 있는 결정립들의 방위분포함수(orientation distribution function, ODF)로서 정의되며, 결정립들을 구성하고 있는 시편 좌표계(sample coordinate system)  $K_A$ 를 각 결정립의 결정 좌표계(crystal coordinate system)  $K_B$ 로 변환시키는 방위 혹은 회전  $g$ 를 정의함으로서 아래 식과 같이 표현할 수 있다.

$$K_B = g \cdot K_A$$

따라서, 집합조직이 존재하는 다결정 재료에서 집합조직은 결정갯수의 분포함수로 정의되지만 일반적으로 아래식과 같이 결정의 부피에 대한 분포함수를 사용하고 있다.

$$f(g) = f(\phi_1, \phi, \phi_2) = \frac{dV(g)/V}{dg}$$

본 연구에서는 일축가압 소결 및 열처리한  $\alpha$ -SiC 재료에 대해서는 출발상의 주상이 육방정 6H로서 상전이가 일어나지 않기 때문에 (0006), (1013), (1014), (1120), (1019)의 5개의 불완전 극점도를 측정하였고,  $\beta$ -SiC 재료의 경우, 일축가압 소결한 시편은 주상이 입방정  $\beta$ 상이므로 (111), (220), (311)의 3개의 불완전 극점도와 열처리한 시편은 열처리시  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이에 따른 주상이 육방정인  $\alpha$ 상으로 (1011), (0004), (1012), (1013), (1120), (1016)의 6개의 불완전 극점도를 측정하였다. 그러나, 직접 측정된 극점도는 결정립들의 2차원적인 방위분포를 나타내며, 집합조직의 완전한 해석이 되지 못하기 때문에 측정된 여러 개의 불완전 극점도를 가지고 급수전개 방법<sup>15)</sup>을 이용하여 수학적으로 3차원적인 방위분포함수를 계산함으로써 재료내의 방위분포를 정량적으로 해석하였다. 이렇게 해석한 방위분포를 이용해 다결정재료의 물성에 대한 이방성을 이해할 수 있으며, 또한 정량적인 예측이 가능하다. ODF의 급수전개는  $L_{max} = 14$ 까지 전개하여 집합조직을 분석하였다.

### 3. 결과 및 고찰

소결 및 소결 후 열처리한 시편들의 특성은 Table 1에서 보여준다. 1800°C에서 가압소결한 시편들은 모두 99% 이상의 밀도를 나타내었고, 1900°C에서 열처리한 시편들의 경우, 열처리 시간이 길어짐에 따라 밀도가 감소되었는데, 이는 SiC와  $Y_3Al_5O_{12}$  상 사이의 반응으로  $Al_2O_3$ ,  $Al_2O$ , CO와 같은 휘발성분의 형성으로 열분해가 일어나기 때문으로 생각<sup>4,5)</sup>되며, 본 실험에서 제조된 모든 시편은 95% 이상의 이론밀도를 얻었다.

Fig. 2는  $\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 소결 및 열처리한 시편의 XRD pattern을 보여준다. 소결후 열처리 시간이 길어짐에 따라  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이로 인해 주상이 입방정 3C에서 육

Table 1. Characteristics of SiC Materials

Raw material	Fabrication condition	Sample	Relative density	Crystalline phase	
				Major	Trace
$\alpha$ -SiC materials	Hot-pressed	A0NP*	100	6H	YAG***
		A0RP**			
	Annealed 2h	A2NP	99.4	6H	YAG, 4H, 15R
		A2RP			
	4h	A4NP	96.0	6H	YAG, 4H, 15R
		A4RP			
8h	A8NP	95.4	6H	4H, 15R, YAG	
	A8RP				
$\beta$ -SiC materials	Hot-pressed	B0NP	99.6	3C	YAG, 4H
		B0RP			
	Annealed 2h	B2NP	98.4	3C, 4H	YAG
		B2RP			
	4h	B4NP	97.3	4H	YAG, 6H
		B4RP			
	8h	B8NP	96.5	4H	6H, YAG
		B8RP			

\*NP perpendicular to the hot-pressing direction

\*\*RP : parallel to the hot-pressing direction

\*\*\* YAG :  $Y_3Al_5O_{12}$ (yttrium aluminum garnet)

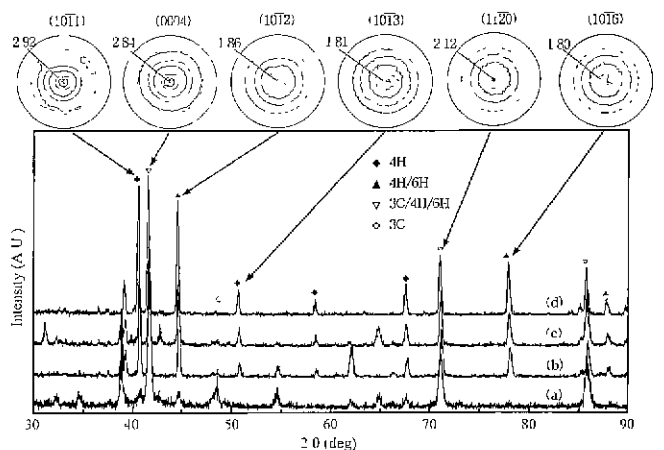


Fig. 2. X-ray diffraction patterns of  $\beta$ -SiC materials on perpendicular plane to the hot-pressing direction for (a) B0NP, (b) B2NP, (c) B4NP, (d) B8NP and pole figures for B8NP.

방정 4H 상으로 변화하였으며,  $\alpha$ -SiC를 출발원료로 하여 소결 및 열처리한 시편들은 출발상이 육방정 6H로서, 열처리함에 따라 상전이가 일어나지 않기 때문에 주상이 모두 6H 상이었다(Table 1 참조).  $\beta$ -SiC를 출발원료로 제조한 시편의 tilting 각도에 따른 XRD pattern 분석결과, 전반적인 상대 강도의 변화는 거의 없었으며, 특정한 각도에서 강한 peak가 나타나지 않은 것으로 보아 소결 및 열처리시 재료가 강

한 집합조직을 형성하는 것은 아닐 것으로 보인다. 이는 Fig. 2의 극점도에서 볼 수 있듯이 모두 ND 방향에서 최대 극밀도 값이 나타나는 것과 일치한다. 또한  $\alpha$ -SiC 재료에서도 같은 경향성을 보이며, 이러한 결과들은 Bowman<sup>8)</sup> 등의 연구와 잘 일치한다.

Fig. 3은 일축가압 소결 및 소결 후 열처리한 시편들의 미세구조를 보여주며, 본 연구에서 제조된 모든 시편에 있어서 일축가압 방향에 수직인 면과 수평한 면에서의 미세구조 차이는 거의 없었다. 그림에서 보듯이, 일부 입자들은 core/trim 구조를 보여주는데 이는 소결 중 입자성장이 용해-재석출 공정으로 일어났음을 나타낸다.<sup>16)</sup> 열처리 시간이 길어짐에 따라  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이가 일어난  $\beta$ -SiC가 상전이가 일어나지 않은  $\alpha$ -SiC에 비해 보다 더 활발한 결정립 성장으로, 비교적 장경비(aspect ratio)가 큰 SiC 입자들이 잘 분산된 전형적인 자기강화 미세구조(Fig. 3 (e), (f))를 보여주고 있다.  $\alpha$ -SiC는 열처리 시간이 길어짐에 따라 이방적 결정립

성장이 일부 진행되어  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이 없이 작은 기지(matrix) 입자들과 크고 길게 자란(elongated) 입자들로 구성된 자기 강화 미세구조를 보여주는데(Fig. 3 (b), (c)), 이는  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이 없이도 출발원료의 작은 입도차이가 열처리 중에 이방적 입자성장의 구동력으로 작용할 수 있음을 보여주며, 이러한 결과는 Lee 등<sup>17)</sup>의 결과와 일치한다.

각각의 재료에서 측정된 불완전 극점도부터 급수전개 방법에 의해 3차원적인 방위분포함수(ODF)를 계산한 극밀도 변화를 Table 2에 나타내었다. 소결 및 열처리에 따른 모든 시편은 축대칭(fiber) 집합조직을 나타내었다. 상전이가 일어난  $\beta$ -SiC와  $\alpha$ -SiC 재료들은 육방정 대칭을 가지고 있기 때문에 집합조직 특성을 분석하기 위한 가장 중요한 면은 (000 $\bar{l}$ ), (11 $\bar{2}0$ )이며, Table 2에서 보듯이,  $\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 제조한 시편은 열처리함에 따라 (10 $\bar{1}1$ ), (10 $\bar{1}2$ ), 및 (11 $\bar{2}0$ )면들의 극밀도는 거의 변화가 없었으나, (0004)의 극밀도는 열처리 시간이 길어짐에 따라 크게 증가하였다. 이

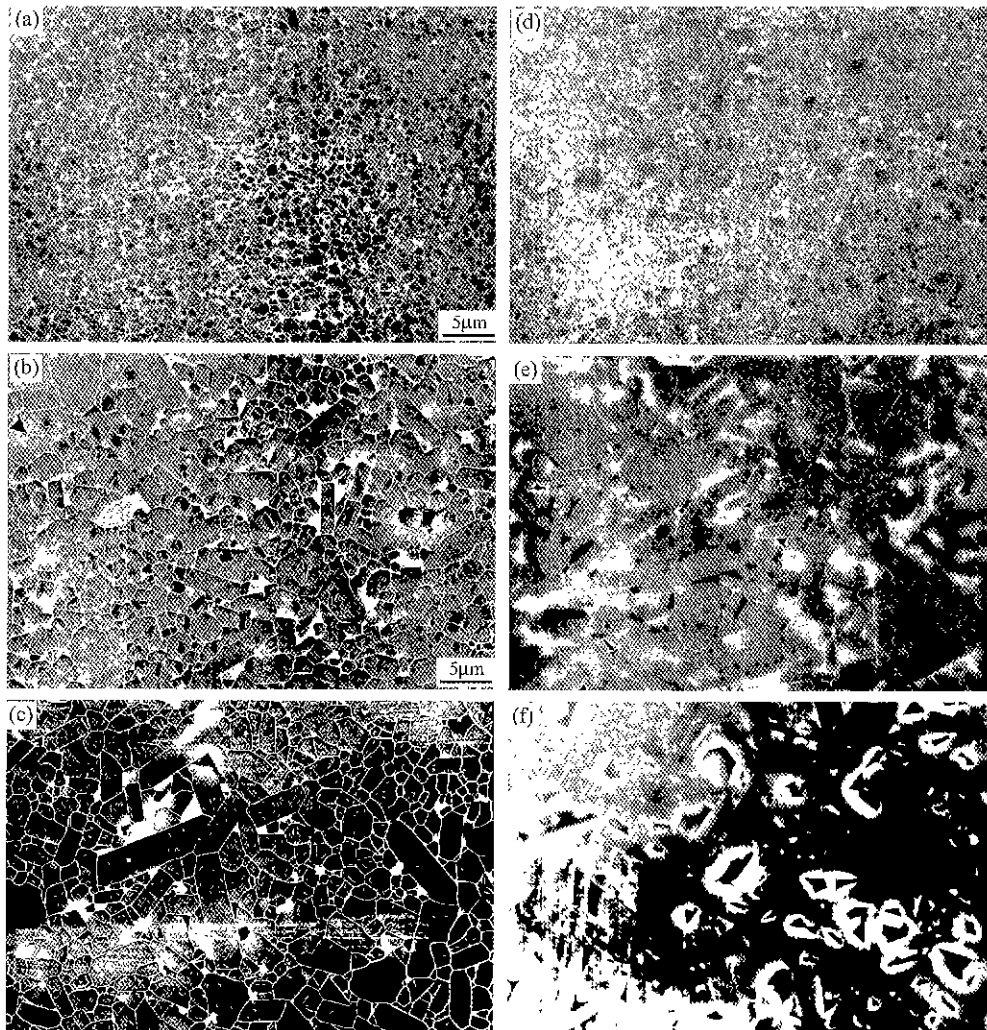


Fig. 3. Microstructures of the hot-pressed and annealed samples measured in perpendicular plane to the hot-pressing direction : (a) AONP, (b) A4NP, (c) A8NP, (d) B0NP, (e) B4NP and (f) B8NP (refer to Table 1).

**Table 2.** Pole Density Variation of Calculated Pole Figure Versus Annealing Time

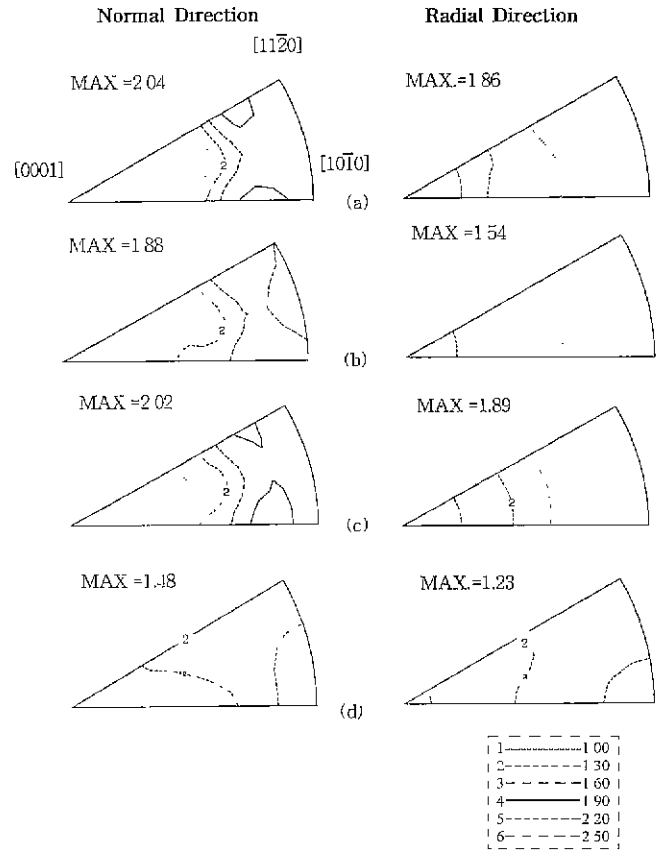
Raw material	Fabrication condition	Normal pole density			
		(0004)* (or(0006)**)	(10 $\bar{1}$ 1)	(10 $\bar{1}$ 2)* (or(10 $\bar{1}$ 3)**)	(11 $\bar{2}$ 0)
$\alpha$ -SiC materials	Hot-pressed	1.81	-	1.20	1.62
	Annealed 2h	1.56	-	1.34	1.75
	4h	1.80	-	1.35	1.81
	8h	1.42	-	1.20	0.84
$\beta$ -SiC materials	Annealed 2h	1.47	1.43	1.11	1.66
	4h	2.01	1.22	1.05	1.11
	8h	2.11	1.15	0.94	1.18

\*in the case of the 4H polytypes

\*\*in the case of the 6H polytypes

는  $\beta$ -SiC가 용해-재석출 및  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이에 의한 이방적 결정립 성장이 기저면, 즉, 최밀충진면인 (0004)면으로 성장함을 알 수 있으며,<sup>8-10)</sup> 4시간과 8시간 열처리한  $\beta$ -SiC의 (0004) 밀도는 random한 상태보다 2배 이상으로 나타났다. 그러나,  $\alpha$ -SiC를 출발원료로 하여 소결 및 열처리한 시편들의 (0006)과 (10 $\bar{1}$ 1), (10 $\bar{1}$ 2), 및 (11 $\bar{2}$ 0)의 극밀도 변화는 거의 없었다. 이는 Fig. 3 (b)와 (c)의 미세구조에 보듯이,  $\alpha$ -SiC가 열처리에 따라  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이가 없이도 용해-재석출 과정에 의해 이방적 결정립 성장에 어느 정도 구동력을 제공함을 알 수 있으나,  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이로 인해 이방적 결정립 성장을 하는  $\beta$ -SiC에 비해 결정립 성장속도가 느리기 때문에 일부만 크고 길게 자란 입자들로 구성되었으며, 이러한 크고 길게 자란 일부 입자들이 극점도 측정시 우선방위에 큰 영향을 미치지 않는 것으로 보인다.

Fig. 4와 Fig. 5는 계산된 극점도로부터 얻은 소결 및 열처리 조건에 대한  $\alpha$ -SiC 재료(Fig. 4)와  $\beta$ -SiC 재료(Fig. 5)의 ND와 RD에서의 역극점도를 나타낸다. Fig. 4에서 보듯이,  $\alpha$ -SiC를 출발원료로 일축가압 소결한 시편과 2, 4시간 열처리한 시편은 ND 방향에서 (11 $\bar{2}$ 2)와 (10 $\bar{1}$ 4)의 약한 집합조직이 형성되었으며, RD 방향으로는 모든 시편이 (0001)면이 어느 정도 배열되어 있음을 알 수 있다. 그러나, 8시간 열처리한 시편은 ND방향과 RD방향에서 모두 random하게 나타났다. 이는 Table 2에서 나타난 결과와 같이 일부 크고 길게 자란 입자로 구성된  $\alpha$ -SiC는 집합조직에 거의 영향을 미치지 않는 것으로 보이며, 일축가압 소결한 시편은 등방적인(equiaxed) 입자들로 구성된 미세구조를 가지고 있음에도 불구하고 약한 집합조직이 형성됨을 알 수

**Fig. 4.** Inverse pole figures of hot-pressed and annealed  $\alpha$ -SiC materials : (a) A0, (b) A2, (c) A4 and (d) A8 (refer to Table 1).

있었다.

$\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 일축가압 소결한 시편(Fig. 5 (a))은 모든 방향에서 random하게 나타났다. 열처리를 행하여도 RD 방향에서는 모두 random하게 나타났으며, ND 방향에서는 2시간 열처리한 시편(Fig. 5(b))은 (10 $\bar{1}$ 0)면이 발달하였으나, 열처리 시간이 길어짐에 따라 (10 $\bar{1}$ 0)면 보다는 (0001)면들로 집합조직이 형성됨을 알 수 있다. 이러한 결과는  $\beta$ -SiC가 용해-재석출 및  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이를 통해 (0001) 기저면으로 입자성장을 하며, 이렇게 자란 이방적 입자들이 시편에서 볼 때 ND 방향, 즉, 응력(압력)을 가하는 방향으로 수직인 방향으로 우선방위가 형성된다는 것을 알 수 있다.

Fig. 6은  $\alpha$ - 및  $\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 제조한 시편의 소결 및 열처리 시간에 따른 파괴인성의 변화를 보여준다. 그림에서 보듯이, 일축가압 소결한 시편에서는  $\alpha$ -SiC가 상대적으로 큰 입자들로 구성되어 있는 것으로 인해 파괴인성이 높게 나타났으나, 열처리를 행함에 따라 용해-재석출 및  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이로 인해 결정립 성장이 활발히 일어나는  $\beta$ -SiC가 전체적으로 높게 나타났다. 이는  $\alpha$ -SiC의 용해-재석출 과정을 통한 입자성장보다는  $\beta$ -SiC의 용해-재석출 과정 및  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이와 입자성장 속도를 조절하여 미세한 입자끼리 길게 자란 입자를 배열시키는 방법이 파괴인성 향상에

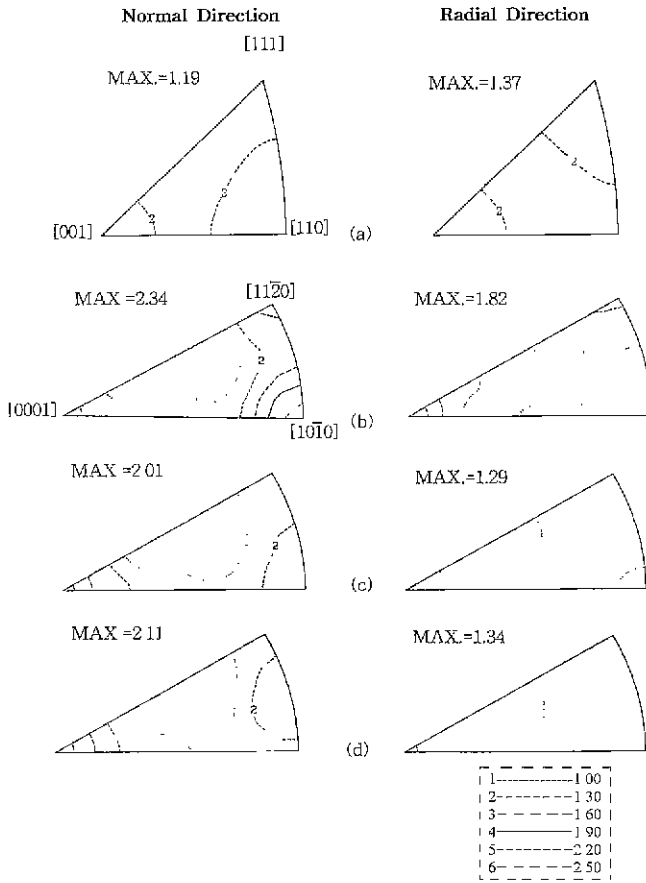


Fig. 5. Inverse pole figures of hot-pressed and annealed  $\beta$ -SiC materials : (a) B0, (b) B2, (c) B4 and (d) B8 (refer to Table 1).

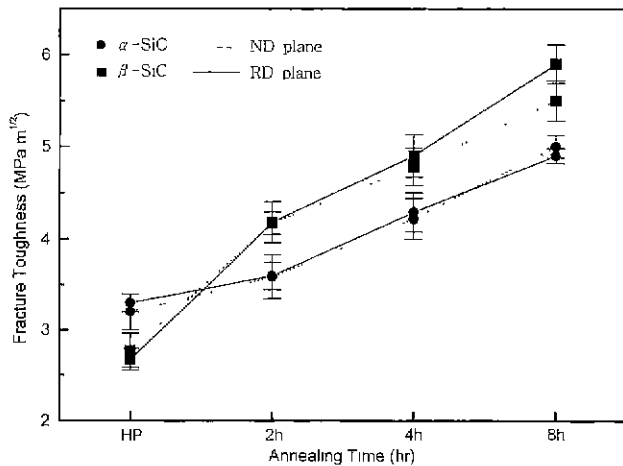


Fig. 6. Variation of the fracture toughness of the hot-pressed and annealed samples as a annealing time.

더 나은 것임을 보여준다. 또한  $\alpha$ -SiC를 출발원료로 하여 소결 및 열처리한 시편들은 모든 조건에서 NP와 RP에서 파괴인성 값의 차이가 거의 없었으나,  $\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 소결 및 열처리한 시편들은 열처리 시간이 길어짐에

따라 NP에서의 파괴인성 값보다는 RP에서의 파괴인성 값이 상대적으로 높다는 것을 알 수 있다. 이러한 결과는  $\beta$ -SiC가  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이를 통해 (0001) 기저면으로 길게 자란 입자들이 시편에서 ND 방향에 수직인 면으로의 우선방위 형성이 영향을 미친 것으로 생각된다.

#### 4. 결 론

$\alpha$ -SiC와  $\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 일축가압 소결 및 열처리에 따라 이방적 결정립 성장에 따른 집합조직 발달 및 파괴인성과의 상관관계를 나타내었다. 일축가압 소결 및 열처리한 시편에서 측정된 모든 극점도는 모두 축대칭, 즉, fiber 집합조직을 형성하였다.  $\alpha$ -SiC를 출발원료로 일축가압 소결 및 열처리한 시편에서는  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이 없이도 크고 길게 자란 입자들로 구성된 자기강화 미세구조를 나타내었으나. 이러한 입자들로 구성된 시편은 집합조직 형성에 크게 영향을 미치지 않았으며, 모든 방향에서 거의 random하게 나타났다.  $\beta$ -SiC를 출발원료로 하여 일축가압 소결 및 열처리한 시편에서는 열처리 시간이 길어짐에 따라,  $\beta \rightarrow \alpha$  상전이로 인해 입자들이 기저면인 최밀충진면으로 성장하였으며, 이로 인해 ND 방향에서 (0001) 집합조직이 발달하였다. 길게 자란 입자들이 시편에서 볼 때 응력(압력)을 가하는 방향에 수직인 방향으로 (0001) 면의 우선방위가 형성됨에 따라 파괴인성 또한 열처리 시간이 길어짐에 따라 일축가압 방향에 수직인 면(NP)보다 수평한 면(RP)에서 상대적으로 더 높게 나타났다.

#### 감사의 글

본 연구는 1999년도 금오공과대학교학술연구비에 의하여 연구된 논문으로, 이에 감사드립니다.

#### REFERENCES

1. K. A. Schwetz, "Silicon Carbide and Its High-Technology Ceramics." Radex-Rundschau. 26-39 (1989).
2. S. Prochazka. "The Role of Boron and Carbon in the Sintering of Silicon Carbide," pp. 171-78 in Special Ceramics 6, Ed. by P. Popper, British Ceramic Research Assoc., Manchester, (1975).
3. S. Dutta. "Sinterability, Strength and Oxidation of Alpha Silicon Carbide Powders." *J. Mater. Sci.*, **19**, 1307-13 (1984).
4. 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), 3145-48 (1995).
5. Y. W. Kim, K. S. Cho and J. G. Lee. "Effect of Large  $\beta$ -Silicon Carbide Seed Grains on Microstructure and Fracture

- Toughness of Pressureless Sintered  $\alpha$ -Silicon Carbide," *Kor. J. Ceram.*, **2**(1), 39-42 (1996).
6. Y. W. Kim, K. S. Cho and H. J. Choi, "Effect of SiC Whisker Addition on Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Carbide," *J. Kor. Asso. of Crystal Growth*, **7**(3), 473-80 (1997).
  7. S. J. Bennison, N. P. Padture, J. L. Runyan and B. R. Lawn, "Flaw-Insensitive Ceramics," *Philos. Mat. Lett.*, **64**(6), 191-95 (1991).
  8. M. S. Snadlin, K. J. Bowman and J. Root, "Texture Development in SiC-Seeded AlN," *Acta Mater.*, **45**(1), 383-96 (1997).
  9. M. D. Sacks, G. W. Scheiffele and G. A. Staab, "Fabrication of Textured Silicon Carbide via Seeded Anisotropic Grain Growth," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(6), 1611-16 (1996).
  10. M. S. Sandlin, C. R. Peterson and K. J. Bowman, "Texture Measurement on Materials Containing Platelets Using Stereology," *J. Am. Ceram. Soc.*, **77**(8), 2127-31 (1994).
  11. L. M. Russell, L. F. Jonhson, D. P. H. Hasselman and R. Ruh, "Thermal Conductivity/Diffusivity of Silicon Carbide Whisker Reinforced Mullite," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(10), C-226-C-229 (1987).
  12. W. P. Liu, N. J. Park and H. J. Bunge, "Texture in Ceramic Superconductors," *Textures and Microstructures*, **33**, 41-50 (1990).
  13. A. Bocker and H. J. Bunge, "Texture Formation in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Substrates," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **14**, 283-93 (1994).
  14. 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 Measurement," *J. Am. Ceram. Soc.*, **64**(9), 533-538 (1981).
  15. H. J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Sciences*, Butterworth, London, (1982).
  16. L. S. Sigl and H. J. Kleebe, "Core/Rim Structure of Liquid-Phase-Sintered Silicon Carbide," *J. Am. Ceram. Soc.*, **76**(3), 773-76 (1993).
  17. 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**, 489-95 (1998).