

Fabrication of Carbon Fiber Reinforced Reaction Bonded SiC Composite Fabricated by a Molten Si Infiltration Method ; I. The Effect of Carbon Fiber Coating Process

Sung-Ho Yun^{***}, Phung Nhut Tan^{****}, Gyung-Sun Cho^{**}, Hun Cheong^{*,†},
Young-Do Kim^{**}, and Sang-Whang Park^{*}

^{*}Materials Science and Technology Research Division, Korea Institute of Science and Technology, Seoul 136-791, Korea

^{**}Department Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

^{***}Department Materials Science and Engineering, Sungkyunkwan University, Suwon 440-746, Korea

(Received July 20, 2008; Revised September 1, 2008; Accepted September 1, 2008)

용융 Si 침윤법에 의해 제조된 반응소결 탄소 섬유강화 탄화규소 복합체 제조; I. 탄소 섬유 코팅 방법에 따른 영향

윤성호^{***} · Phung Nhut Tan^{****} · 조경선^{**} · 정훈^{*,†} · 김영도^{**} · 박상환^{*}

^{*}한국과학기술연구원 재료기술연구본부

^{**}한양대학교 신소재공학과

^{***}성균관대학교 신소재공학과

(2008년 7월 20일 접수 ; 2008년 9월 1일 수정 ; 2008년 9월 1일 승인)

ABSTRACT

Reaction bonded silicon carbide (RBSC) composite for heat-exchanger was fabricated by molten Si infiltration method. For enforcing fracture toughness to reaction bonded silicon carbide composite, the surface of carbon fiber has coating layer by SiC or pyro-carbon. For SiC layer coating, CVD method was used. And for carbon layer coating, the phenol resin was used. In the case of carbon layer coating, fracture toughness and fracture strength were enhancing to $4.4 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ and 279 MPa.

Key words : Silicon carbide, RBSC, Si infiltration, Phenol resin, Heat-exchanger

1. 서 론

최근 다시 증폭되고 있는 고유가로 인하여 에너지 위
기 및 환경오염 문제의 심각성이 대두되면서 전 세계적
으로 대체 및 청정 에너지원 개발을 위한 연구개발이 활
발히 이루어지고 있다. 아직까지 발전 시스템 및 산업체
의 설비에서는 주요 에너지원으로 화석연료가 사용되고
있으며, 국내외에서 발전, 가정 및 산업체 설비 등을 포함
한 모든 에너지 시스템에서 폐가스에 의한 전체 에너지
손실은 30%에 이르고 있으며, 그 중 발전, 제철, 제강, 요
업, 화학공업 등의 고온 공업로에서 발생하는 에너지 손
실율은 70%를 차지하고 있다. 따라서 국내외에서는 근원
적인 에너지원의 사용량을 감소시키기 위하여 탄화규소
열교환기와 같은 고효율 산업체로용 열회수 시스템의 기

술개발이 활발히 이루어지고 있다. 탄화규소 소결체는 고
온강도, 내식성, 내마모성, 내화성, 열충격성 및 기계적 특
성이 우수하기 때문에 세라믹 가스 터빈, 우주 항공용 노
즐재료 내화물 세라믹 필터 고온 열교환기 등의 고온 구
조재료 등에 주로 응용되고 있다.^{1,2)}

용융 실리콘의 침윤 반응을 이용한 반응소결 탄화규소
체(RBSC, reaction bonded silicon carbide)는 1500~1600°C
의 온도 범위에서 기공이 없는 치밀한 소결체를 제조할
수 있다. 또한 소결 후 성형체의 원래 치수와 형상을 유
지하기 때문에 최소한의 가공만으로 원하는 형태의 탄화
규소 제품을 얻을 수 있어 새로운 응용 분야에 적용하는
데 상업적 가치가 높은 것으로 제조 공정으로 평가되고
있다.³⁻⁵⁾ 이 공정은 순수 SiC 소결체의 제조 온도보다 낮
은 온도에서 제조되어지지만 고온 내부식성, 상온강도 및
내마모성은 탄화규소 소결체와 비교하여 큰 차이가 없다.
그러나 반응소결 탄화규소 소결체는 취성파괴 거동을 보
이는 잔류 실리콘의 존재 때문에 낮은 파괴인성 및 신뢰
도의 문제가 제기되고 있으며,⁶⁾ 전형적인 취성파괴 거동

[†]Corresponding author : Hun Cheong

E-mail : hcheong68@nate.com

Tel : +82-2-958-5475 Fax : +82-2-958-5509

Table 1. Characteristics of Start Raw Materials

Materials	Supplier	Remark	Purity
SiC	Showa denko	130, 6.7, 3 1.2 μm	>99.5%
Phenol resin	Kolong chemical	-	55%<Carbon contents<60%
Carbon black	Korea carbon black	N774	Carbon contents>90%
Si ingot	LG siltron	-	>99.9999
Carbon fiber	Toray	-	-

Table 2. Composition of Carbon Fiber Reinforced Reaction Bonded SiC

Sample	SiC (wt%)		Phenol resin(wt%)	Black carbon(wt%)	Carbon fiber(vol%)
	35 μm	6.2 μm			
SCF-0	70	30	5	6	0
SCF-1	70	30	5	6	5 ^a
SCF-2	70	30	5	6	5 ^b

a: CVD coating process, b: phenol resin coating process

을 보이기 때문에 응용분야에서의 사용이 제한적 있었다. 뿐만 아니라 실리콘의 용점 부근(1400°C)에서 고온 강도가 급격히 저하하기 때문에 고온구조재료로서 사용온도에 제한이 된다는 단점을 가지고 있다. 이런 단점을 보완하기 위하여 섬유강화 복합체의 제조에 의한 파괴인성 및 신뢰도 향상에 관한 연구가 최근 활발하게 진행되고 있다. 섬유강화 공정은 주로 long-fiber 형태로 CVD공정에 의한 continuous fiber 강화 탄화규소 복합체,⁷⁻¹⁰⁾ PIP 공정에 의한 강화,^{11,12)} 반응소결(RS),^{13,14)} 그리고 hot-pressing (HP)^{15,16)} 공정이 널리 연구되어 지고 있다.

본 연구에서는 반응소결 탄화규소 소결체의 파괴인성 강화를 위해 탄소 섬유를 혼합하여 소결체를 제조하였다. 첨가된 탄소 섬유 표면이 코팅 처리 되지 않은 경우 침윤된 Si에 의해 탄소 섬유가 반응하여 침식되는 것을 확인할 수 있었다. 따라서 탄소 섬유의 표면을 CVD법을 이용하여 SiC를 코팅하는 방법과 phenol resin을 이용하여 표면에 carbon을 코팅하는 방법을 사용하였다. 이 두 공정에 의해 제조된 탄소 섬유가 Si 침윤에 의해 제조된 탄소 섬유 강화 탄화 규소 복합체에서 탄소 섬유 표면의 코팅층이 파괴인성에 미치는 영향을 관찰하였다.

2. 실험 방법

용융 Si 침윤 공정을 이용한 반응소결 탄화규소 복합체 제조에 사용된 출발 원료는 Table 1에서 보여주는 것과 같다. 반응소결 탄화규소의 기지상 합성원료로 34 μm , 6.7 μm 크기의 SiC 입자, Si ingot, Phenol resin 및 carbon black이 사용되었으며, 파괴인성 강화를 위한 강화 섬유는 Toray사의 평균 직경이 3 μm 인 탄소 섬유를 사용하였다. 파괴 인성을 향상시키기 위하여 첨가될 탄소 섬유는 용융 Si 침윤법으로 제조된 탄소 섬유 강화 탄화규소 복합체에서 용융 Si와 탄소 섬유의 반응성을 제거하기

위하여 탄소 섬유 표면에 코팅 조건을 변화시켜 준비하였으며, 이들 조합을 Table 2에 나타내었다.

Si 침윤법에 의한 반응소결 탄화규소 성형체 및 복합체의 제조 공정은 Fig. 1과 같다. 복합체를 제조하기 위해서 다른 두 종류의 SiC 입자를 먼저 혼합하여 과립으로 제조하였다. 그리고 carbon source를 공급하기 위해 phenol resin, carbon black 그리고 에탄올을 혼합하여 졸을 만든 후 SiC 과립과 4시간 동안 혼합을 실시하였고, 혼합된 과립과 carbon source 졸의 건조를 위하여 120°C에서 1시간 동안 건조를 실시하였다. 건조된 분말과 표면을 코팅한 탄소 섬유를 혼합하여 23 MPa의 압력으로 일축가압 성형하여 12×25×10 mm 크기의 성형체를 제조하

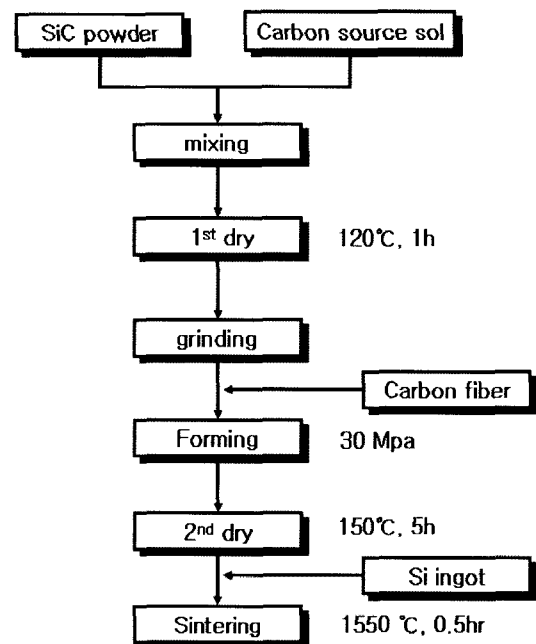


Fig. 1. Experimental process of the Si melt infiltration to fabricate reaction bonded SiC composite.

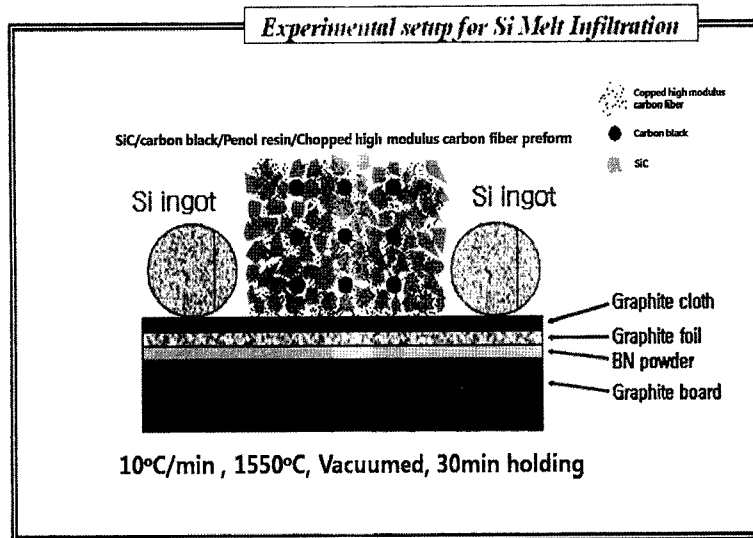


Fig. 2. A schematic of experimental setup for the Si melt infiltration to fabricate a chopped high modulus carbon fiber reinforced reaction bonded SiC.

였다. 성형된 시편은 일정한 성형 강도를 유지하기 위해 150°C에서 5시간 건조하였다. 제조된 SiC/Carbon black/Phenol resin 성형체는 Fig. 2에서 보여주는 것과 같이 BN 분말로 코팅된 Graphite plate 위에 Carbon foil 및 Carbon cloth를 순서대로 적층한 후 SiC/Carbon black/Phenol resin 성형체 및 Si ingot을 위치시켜 graphite 진공로를 사용하여 반응소결 하였다. 용융 Si 침윤 방법에 의한 반응소결 탄화규소체를 제조하기 위하여 진공분위기(10^{-1} torr) 하에서 1550°C까지 10°C/min 속도로 승온하여 1550°C의 온도에서 30분간 유지한 후 노냉 시켰다.

반응소결 탄화규소 복합체 소결 밀도는 ASTM C20 방법에 의하여 겉보기 밀도를 측정하였다.¹⁷⁾ 미세구조를 관찰하기 위하여 복합체 연마표면을 SEM (scanning Electron Microscope)을 사용하여 시편 표면에 전도성 피막 코팅을 하지 않은 상태에서 관찰하였다.

반응 소결된 복합체 시편의 파괴강도 및 파괴인성을 측정하기 위하여 3×4×25 mm의 크기로 절단한 후 연마하였다. 파괴강도는 3점 굽힘강도 측정방법으로 Instron을 사용하여, cross head speed 0.5 mm/min, span 길이 20 mm의 조건으로 측정하였다. 파괴인성은 SENB (single edged notched beam) 방법으로 측정하였다.¹⁸⁾ 시편을 3점 굽힘강도 측정시와 같은 방법으로 준비한 뒤, 시편의 하단면 중앙에 넓이 0.1 mm, 깊이 0.4 mm의 노치를 만들고 3점 굽힘강도와 같은 방법으로 파괴하중을 구한 후 다음식으로 파괴 인성을 구하였다.

$$K_{IC} = \frac{3PL}{2bd^2} a^{1/2} Y$$

(여기서, K_{IC} : 파괴인성, P: 파괴하중, d: 시편의 두께, L: span 길이, a: 노치 깊이, b: 시편의 폭, Y: 형상 계수)

3. 결과 및 고찰

Si 침윤 탄화규소 복합체 제조 실험에서 파괴 인성을 향상시키기 위하여 표면이 코팅된 탄소 섬유를 첨가하는 실험을 실시하였다. 일반적으로 탄소 섬유 강화 복합재료를 제조하기 위해서는 bundle 형태의 탄소 섬유를 사용한다. 하지만 bundle의 형태로 혼합하여 실험한 결과 탄소 섬유와 탄소 섬유 사이에는 혼합된 분말이 완전하게 채워지지 않아 기공이 형성되거나 탄소 섬유가 시편에 전체적으로 균일하게 분산되지 않는 경향을 관찰할 수 있었다. 따라서 본 실험에서는 탄소 섬유 표면의 균일한 코팅과 분산을 위하여 10 mm 크기로 절단한 후 아세톤을 이용하여 표면에 코팅되어 있는 PVA를 제거하고 단섬유로 분리시켜 건조하여 사용 하였다.

Fig. 3은 코팅 처리 되지 않은 탄소 섬유를 첨가하여 열

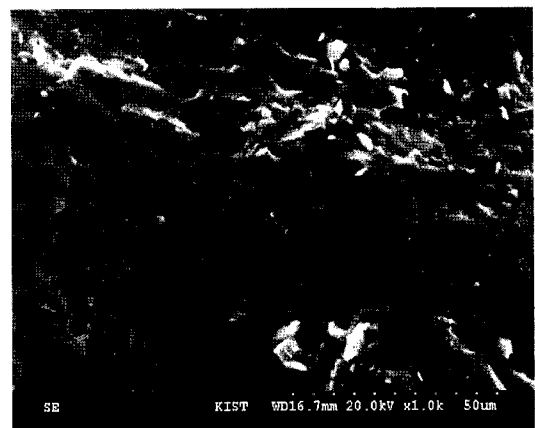


Fig. 3. SEM microstructure of fracture surface of non-coated carbon fiber reinforced reaction bonded SiC fabricated by Si infiltration

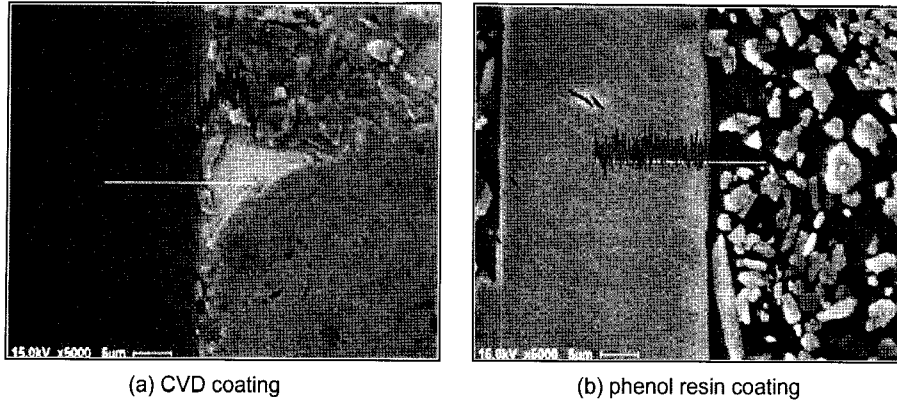


Fig. 4. EDS of carbon fiber reinforced reaction bonded SiC fabricated by Si infiltration process as a function of carbon coating process.

처리된 시편의 판단면 미세구조 사진이다. 탄소 섬유 표면에서 코팅이 되어 있지 않은 경우에는 용융 Si의 침윤과정에서 용융 Si와 탄소 섬유가 반응하여 새로운 SiC가 합성되어 탄소 섬유가 포함되어 있던 곳에 탄소 섬유의 형태로 빈공간이 형성되어 있는 것을 확인할 수 있었다. 그래서 탄소 섬유 표면에 carbon source나 Si와 반응을 억제할 수 있는 코팅 처리가 요구되었다. 따라서 용융된 Si 사이의 계면 반응을 제어하기 위해 두 가지 방법으로 표면 코팅을 실시하였다. 표면 코팅은 아세톤을 이용하여 전처리된 탄소 섬유에 CVD법으로 표면에 SiC를 코팅하는 방법과 phenol resin과 carbon black을 이용하여 탄소 섬유에 코팅하는 방법으로 코팅된 탄소 섬유를 사용하였다.

Fig. 4는 CVD 방법과 phenol resin을 코팅하는 방법으로 표면 개질된 탄소 섬유를 5 vol% 첨가하여 제조된 시편에서 탄소섬유와 용융 Si 계면의 변화를 EDS를 이용하여 관찰한 결과이다. CVD법으로 SiC가 코팅된 탄소 섬유 강화 탄화규소 시편(Fig. 4(a))에서는 표면 개질된 탄소 섬유와 용융 Si계면에서 일부 용융 Si가 탄소 섬유 내부로 침투되는 것이 관찰되었다. 이런 현상은 CVD법으로 코팅할 때 너무 얇은 코팅층이 형성되어 용융 Si가 코팅층에 일부가 확산되어 침투된 것으로 생각된다. 이렇게 탄소 섬유 표면과 Si가 반응하게 되면 탄소섬유 강화의 목적인 파괴 인성을 억제하기 위해 발생되어야 하는 섬유 pullout 현상이 발생되지 않고 Si가 침식된 부분에서 파괴가 일어나게 되어 파괴인성을 향상시키는 영향이 감소하게 된다. 하지만 phenol resin과 carbon black을 이용하여 코팅된 탄소섬유 강화 탄화규소 시편(Fig. 4(b))을 관찰하여 보면 탄소섬유와 용융 Si의 계면에서는 탄소 섬유 내부로 Si의 침식이 관찰되지 않았고 있다. 따라서 탄소 섬유 표면의 phenol resin 코팅층이 탄소 섬유와 용융 Si 사이의 반응을 억제하는 것을 확인할 수 있다.

Fig. 5는 표면 개질된 탄소 섬유가 첨가된 탄소섬유 강화 탄화규소 시편의 성형 밀도와 소성 밀도를 측정된 결과이다. 이들 3종류의 시편에서 성형 밀도가 약간의 차이

를 보이고 있다. SCF-0은 탄소 섬유 없이 SiC 분말로만 성형하였기 때문에 성형 밀도가 가장 높게 나타났다. 하지만 SCF-1의 경우는 밀도가 3.21 g/cm³인 SiC 분말에 밀도가 1.1 g/cm³인 탄소 섬유를 무게비로 5 vol%가 첨가되어 부피 증가로 인하여 성형 밀도가 감소된 것을 알 수 있다. 또한 SCF-2의 경우는 탄소 섬유 코팅을 위해 첨가되는 5 wt%의 phenol resin의 부피가 포함되어 있기 때문에 SCF-1의 경우보다 성형 밀도가 감소된 것으로 생각하고 있다. 성형된 시편을 1550°C에서 열처리한 시편에서는 표면 개질된 탄소 섬유가 첨가되지 않은 시편(SCF-0)의 소성밀도는 3.03 g/cm³, CVD법으로 표면 코팅된 탄소 섬유가 5 vol%가 첨가된 시편(SCF-1)은 2.97 g/cm³, 그리고 phenol resin과 carbon black 줄이 코팅된 탄소섬유가 5 vol% 첨가된 시편(SCF-2)에서는 2.97 g/cm³이었다. SCF-1과 SCF-2의 경우 성형 밀도에서는 차이를 나타내었지만 하지만 최종 소결 후 SCF-2에 포함되어 있던 phenol resin이 용융 Si와 반응하여 새로운 SiC로 합성되기 때문에 소성 밀도는 큰 차이를 보이지 않고 있다.

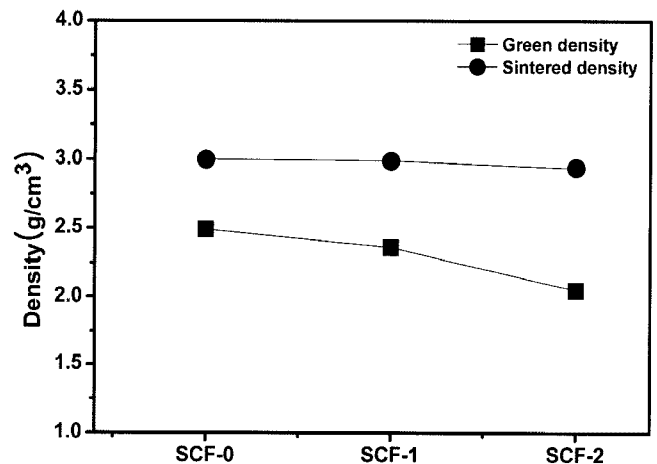


Fig. 5. Variation of density of RBSC fabricated by Si infiltration process as a function of carbon fiber coating process.

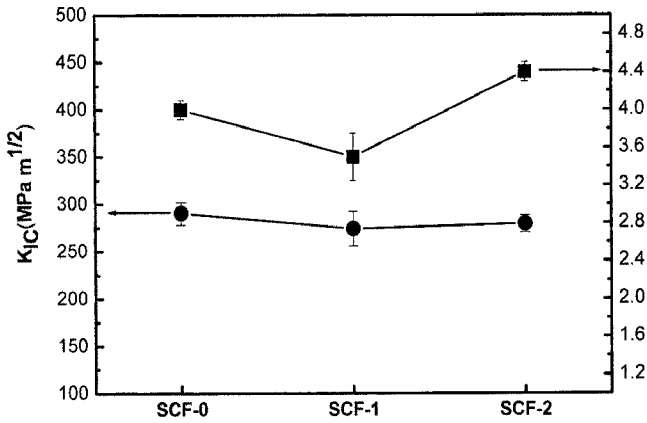


Fig. 6. Variation of 3-point bending strength and fracture toughness of carbon fiber reinforced RBSC composite fabricated by Si infiltration process as a function of carbon fiber coating process.

Fig. 6은 두 가지 방법으로 표면 개질된 탄소 섬유가 첨가된 시편의 기계적 특성 변화를 관찰하기 위해 3점 굽힘 강도와 파괴 인성을 측정된 결과를 보여주고 있다. 3점 굽힘 강도 및 파괴인성 값의 측정은 2개의 시편을 측정하여 얻어진 값의 평균값을 사용하였다. 3점 굽힘 강도의 변화는 표면 개질된 탄소 섬유가 첨가되지 않은 경우 (SCF-0)가 297 MPa로 가장 좋게 나타났지만 표면 개질된 탄소 섬유가 첨가된 두 시편에서 SCF-1은 274 MPa, SCF-2는 279 MPa이었다. 이들 값들을 비교하여 보면 모든 시편에서 10% 이내의 강도값의 차이를 보이고 있다. 따라서 탄소 섬유 첨가에 의한 3점 굽힘강도의 큰 변화는 발생하지 않은 것을 확인할 수 있었다. 하지만 파괴 인성의 변화는 탄소 섬유가 첨가되지 않은 시편, SCF-0의 경우 $4.0 MPa \cdot m^{1/2}$ 의 값을 나타내었고 CVD법 표면처리된 시편, SCF-1에서 도리어 $3.6 MPa \cdot m^{1/2}$ 으로 탄소 섬유 첨가에도 불구하고 감소되어지는 경향을 확인할 수 있다. 하지만 phenol resin으로 처리된 탄소 섬유가 첨가된 시편, SCF-2의 경우에는 $4.4 MPa \cdot m^{1/2}$ 파괴 인성이 탄소 섬유가 첨가되지 않은 시편에서 보다 향상된 것을 확인할 수

있었다.

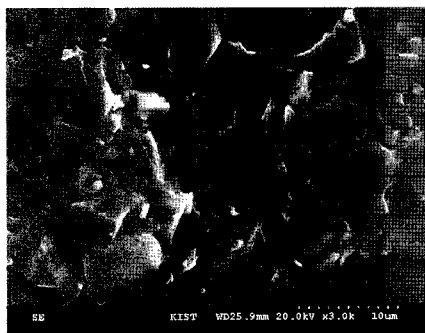
Fig. 7는 두 종류의 표면 개질된 탄소 섬유가 첨가되었을 때 파괴 인성의 변화가 발생하는 현상을 관찰하기 위해 파단면 미세 구조를 관찰한 사진이다. 각 시편의 미세 구조를 관찰한 결과 CVD법에 의해 표면이 SiC로 처리된 탄소 섬유가 첨가된 경우 탄소 섬유 pullout현상이 전혀 관찰되지 않았지만 phenol resin과 carbon black으로 표면 처리된 경우 첨가된 양이 적어 국부적으로 pull-out된 것을 확인할 수 있었다. 이것은 CVD법에 의해 개질된 탄소 섬유가 첨가된 경우에는 탄소 섬유에 침투된 용융 Si에 의해 탄소 섬유가 첨가되지 않고 치밀화된 시편보다 도리어 파괴인성 강화 현상이 감소하는 것으로 판단된다. 하지만 phenol resin과 carbon black으로 표면 처리된 탄소 섬유가 첨가된 반응소결 탄화규소 복합체에서는 탄소 섬유와 침윤된 용융 Si과의 계면에서 반응성이 제어되어 탄소 섬유 첨가에 나타날 수 있는 섬유 pullout 현상에 의해 균열 전파 저항 효과가 나타나 파괴 인성을 증가시키는 것으로 생각되었다.

4. 결 론

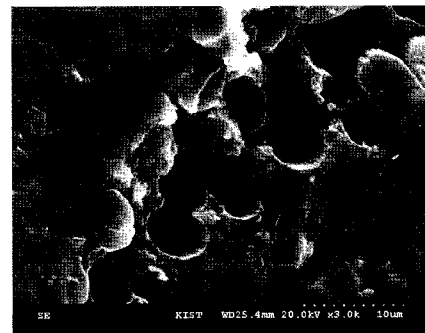
본 실험에서 용융 Si가 침윤된 반응소결 탄화규소 및 탄소 섬유 강화 복합체의 제조로부터 다음과 같은 결론을 얻었다.

Si 침윤법에 의해 제조된 탄소 섬유 강화 탄화규소 복합체 시편에서 기공율이 0.5% 이하이고, 밀도가 $2.97 g/cm^3$ 인 치밀질 탄화규소 복합체를 제조할 수 있었다.

표면 처리 되지 않은 탄소 섬유가 포함된 소결체에서는 용융 Si에 의해 탄소 섬유가 반응하여 SiC로 합성되고 탄소 섬유가 거의 존재하지 않는 것을 확인할 수 있었다. 파괴 인성 강화를 위해 첨가되는 탄소 섬유에서 CVD 방법에 의한 표면 개질된 시편의 파괴인성은 $3.6 MPa \cdot m^{1/2}$ 로 첨가되지 않은 시편의 경우($4.0 MPa \cdot m^{1/2}$)보다 감소되었지만 phenol resin과 carbon black을 이용한 탄소섬유 표면 코팅된 탄소 섬유가 첨가된 경우 파괴인성이 $4.4 MPa \cdot m^{1/2}$ 로



(a) SCF-1



(b) SCF-2

Fig. 7. SEM microstructure of fracture surface of carbon fiber reinforced RBSC fabricated by Si infiltration process as a function of carbon fiber coating process.

첨가되지 않은 경우보다 높게 나타났다. 따라서 표면개질 공정은 CVD법을 이용하여 SiC를 코팅한 경우보다 phenol resin과 carbon black을 이용하여 코팅한 경우에서 향상된 파괴 인성 값을 얻을 수 있었다. 그리고 SEM을 통해 관찰한 결과 제한적이지만 균열 전파 저항효과를 나타내는 탄소 섬유 pullout 현상을 관찰 할 수 있었다.

Acknowledgment

본 연구는 에너지관리공단 에너지·자원기술개발사업의 연구비 지원으로 수행 되었으며, 이에 감사드립니다.

REFERENCES

1. P. Popper, "The Preparation of Dense Self-bonded Silicon Carbide," pp. 207-19, Special Ceramics, Heywood, London, 1960.
2. J. N. Ness and T. F. Page, "Microstructural Characterization of Reaction-Bonded Silicon Carbide," *J. Mater. Sci.*, **21** 1377-97 (1986).
3. C. W. Forrest, P. Kenney, and J. V. Shennan, "The Fabrication and Properties of self Bonded Silicon Carbide Bodies," *Academic Press, Inc Special Ceramics*, **29** 99-160 (1989).
4. C. B. Lim and T. Iseki, "Formation and Transportation of Intergranular and Modular Fine-Grained β -SiC in Reaction-Sintered SiC," *Adv. Ceram. Mater.*, **3** [6] 590-94 (1988).
5. H. C. Park, S. H. Park, and S. C. Choi, "A Study on Fabrication and Properties of Reaction-Bonded Silicon Carbide(2): Microstructure and Mechanical Properties(in Korea)," *J. Kor. Ceram. Soc.*, **33** [10] 1156-62 (1996).
6. R. Naslain and F. Langlais, "Fundamental and Practical Aspects of the Chemical Vapor Infiltration of Porous Substrates," *Carbon*, **27** 221-35 (1990).
7. T. M. Besmann, B. W. Sheldon, R. A. Lowden, and D. P. Stinton, "Vapor-Phase Fabrication and Properties of Continuous-Filament Ceramic Composites," *Science*, **253** 1104-09 (1991).
8. R. Naslain, J. Lamon, R. Pailler, X. Bourrat, A. Guette, and F. Langlais, "Micro/Minicomposites: a Useful Approach to the Design and Development of Nonoxide CMCs," *Compos.*, Part A **30** 537-47 (1999).
9. K. Sato, A. Tezuka, O. Funayama, T. Issoda, Y. Terada, S. Kato, and M. Iwata, "Fabrication and Pressure Testing of a Gas-Turbine Component Manufactured by a Pre-ceramic-Polymer-Impregnation Method," *Compos. Sci. Tech.*, **59** 853-59 (1999).
10. R. Pampuch, J. Bialoskoreki, and E. Walask, "Mechanism of Reactions in the Si+C_r System and the Self-Propagation High Temperature Synthesis of Silicon Carbide," *Ceram. Int.*, **13** 63-8 (1987).
11. S. M. Dong, Y. Katoh, A. Kohyama, S. T. Schwab, and L. L. Snead, "Microstructural Evolution and Mechanical Performances of SiC/SiC Composites by Polymer Impregnation/Microwave Pyrolysis (PIMP) Process," *Ceram. Int.*, **28** 899-905 (2002).
12. A. Sayno, C. Sutoh, S. Suyama, Y. Itoh, and S. Nakagawa, "Development of a Reaction-Sintered Silicon Carbide Matrix Composite," *J. Nucl. Mater.*, **271-272**, 467-71 (1999).
13. S. P. Lee, Y. Katoh, T. Hinoki, M. Kotani, and A. Kohyama, "Microstructure and Bending Properties of SiC/SiC Composites Fabricated by Reaction Sintering Process," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **21** [4] 339-46 (2000).
14. S. M. Dong, Y. Katoh, and A. Kohyama, "Processing Optimization and Mechanical Evaluation of Hot Press 2D Tyranno-SA/SiC Composites," *J. Eur. Ceram. Soc.*, **23** 1223-31 (2003).
15. S. M. Dong, Y. Katoh, and A. Kohyama, "Preparation of SiC/SiC Composites by Hot Press, Using Tyranno-SA Fiber as Reinforcement," *J. Am. Ceram. Soc.*, **86**, [1] 26-32 (2003).
16. S. P. Lee, M. Imai, and T. Yano, "Fabrication and Mechanical Properties of Oriented SiC Short-Fiber-Reinforced SiC Composites by Tape Casting," *Mater. Sci. Eng. A*, **339** 90-5 (2003).
17. ASTM C20, "Standard Test Method for Apparent Porosity, Water Absorption, Apparent Specific Gravity and Bulk Density of Burned Refractory Brick and Shaped by Boiling Water," ASTM Inter., (2000).
18. G. R. Antis, 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] 533-43 (1981).