

다양한 SiC 섬유를 적용한 실리콘 용융 침투 공정 SiC_f/SiC 복합재료의 제조 및 특성 변화 연구

송종섭** · 김세영*† · 백경호** · 우상국* · 김수현*

Liquid Silicon Infiltrated SiC_f/SiC Composites with Various Types of SiC Fiber

Jong Seob Song**, Seyoung Kim*†, Kyeong Ho Baik**, Sangkuk Woo*, Soo-hyun Kim*

ABSTRACT: Liquid silicon infiltration, which is one of the methods of producing fiber reinforced ceramic composites, has several advantages such as low fabrication cost and good shape formability. In order to confirm LSI process feasibility of SiC fiber, SiC_f/SiC composites were fabricated using three types of SiC fibers (Tyranno SA, LoxM, Tyranno S) which have different crystallinity and oxygen content. Composites that were fabricated with LSI process were well densified by less than 2% of porosity, but showed an obvious difference in 3-point bending strength according to crystallinity and oxygen content. When composites in LSI process was exposed to a high temperature, crystallization and micro structural changes were occurred in amorphous SiOC phase in SiC fiber. Fiber shrinkage also observed during LSI process that caused from reaction in fiber and between fiber and matrix. These were confirmed with changes of process temperature by SEM, XRD and TEM analysis.

초 록: 섬유강화 세라믹 복합재료 제조 방법 중 실리콘 용융 침투 공정법(Liquid Silicon Infiltration-LSI)은 낮은 제조단가 및 짧은 공정 시간 등의 장점을 가진다. 본 연구에서는 고온 내산 특성이 우수한 SiC 섬유를 LSI 공정에 적용하기 위해 결정화도와 산소함량이 다른 세 가지 SiC 섬유(Tyranno SA, LoxM, Tyranno S)를 이용하여 SiC_f/SiC 복합재료를 제작하고 그 적용 가능성을 확인하였다. LSI 공정을 통해 제조된 SiC_f/SiC 복합재료는 모두 2% 미만의 기공률로 치밀화 되었지만, 섬유의 결정화도와 산소함량에 따라 3점 굽힘강도는 큰 차이를 나타냈다. 이는 1450°C 이상의 높은 LSI 공정 온도에 SiC 섬유가 노출 될 경우 비정질 SiOC상이 결정화되며 수축하는 현상과 섬유 내 잔존 산소-모재 내 탄소의 반응으로 인한 미세구조 차이에 기인하는 것으로 판단된다. 이는 SEM, XRD 및 TEM 분석을 통해 섬유 종류별 공정온도에서의 특성 변화로 확인하였다.

Key Words: 탄화규소섬유/탄화규소 복합재료(SiC_f/SiC composites), 용융침투공정(Liquid silicon infiltration), 산소함량(Oxygen content), 결정화도(Crystallinity)

1. 서 론

SiC는 내산화성, 내마모성 및 고온안정성이 우수하여 diesel

particulate filter (DPF), 가스 터빈, 로켓노즐, 우주항공, 원자력 및 여러 산업분야에서 연구되고 있다[1,2]. 최근 미국, 일본 등에서는 우수한 특성을 갖는 SiC의 다양한 산업분야 적

Received 31 March 2017, received in revised form 22 April 2017, accepted 27 April 2017

*Korea Institute of Energy Research, Energy Material Research Lab.

*†Korea Institute of Energy Research, Energy Material Research Lab., Corresponding author (E-mail: saykim@kier.re.kr)

**Chungnam National University, Department of Materials Science & Engineering

용을 위해 고성능 SiC fiber에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 현재 상용화된 고성능 SiC 섬유는 Si와 C의 비율이 1에 가깝지만, 탄성률이 크기 때문에 직조성이 떨어지며 고가이다[3,4]. 상용화된 SiC 섬유 중 UBE industries의 Tyranno SA 섬유는 Si와 C의 비율이 1에 가깝고, 산소함량이 낮은 결정질 구조의 섬유이다. 반면 Si와 C의 비율이 1에서 벗어난 LoxM과 Tyranno S 섬유는 비정질 구조의 산소함량이 높은 특성을 가진다[5-7]. 이러한 SiC 섬유는 CVI(chemical vapor infiltration), PIP(polymer impregnation and pyrolysis), LSI(liquid silicon infiltration) 공정 등을 통해 SiC_f/SiC 복합재료로 제작된다. CVI법은 비교적 저온공정으로 계면, 기지상 및 외부 코팅층 등을 가스상의 전구체를 매개로 하여 제조하는 기술로서 열적, 기계적 특성이 우수하지만, 제조단가가 높고 낮은 증착속도와 치밀화도에 따른 높은 기공률 등의 단점이 있다[8-10]. PIP법은 preform에 polycarbosilane (PCS)과 같은 전구체를 반복적으로 함침/열분해를 시킨 후 제조하는 기술로서 균일한 SiC를 형성할 수 있지만, 열전도도가 낮고 SiC 생성 수율이 낮아 치밀화에 한계가 있다[11,12]. 이러한 CVI와 PIP법은 장시간의 제조공정 및 낮은 치밀화도에 따른 문제점을 갖는 반면, German Aerospace Center에서 개발한 LSI법은 탄화 공정을 통해 얻은 다공성 성형체에 용융된 Si를 모세관력으로 함침시키는 공정으로 우수한 열전도도, 낮은 제조단가, 짧은 제조 시간 및 형상화의 용이함 등 많은 장점을 갖는다[13,14]. 용융침투공정은 세 단계로 나뉘는데, 첫째 섬유/고분자 복합재료 제조, 둘째 1000°C 이상의 불활성 분위기에서 고분자를 탄소로 전환하여 섬유/탄소 복합재료를 제조하는 탄화공정, 셋째 탄화 공정에 의해 생성된 기공으로 1420°C 이상의 진공 분위기에서 Si를 용융 침투하여 모재에 SiC를 형성하여 섬유/SiC 복합재료를 제조하는 단계이다. 본 연구에서는 결정화도와 산소함량이 서로 다른 SiC 섬유를 이용하여 LSI 공정 SiC_f/SiC 복합재료를 제작하였으며, 이를 통해 LSI 공정에 적합한 SiC 섬유를 도출하고자 하였다.

2. 실험 및 방법

2.1 SiC_f/SiC 복합재료 제조

복합재료 제조에 사용된 섬유는 2D 평직구조로 UBE industries의 Tyranno SA(E:2.8 GPa)와 LoxM(E:3.3 GPa) 그리고 Tyranno S(E:3.3 GPa)이며, 섬유 내에 존재하는 산소함량은 각각 1 wt% 미만, 11 wt%, 18 wt%이다. 10 × 10 cm의 SiC 섬유 20장과 레졸타입의 페놀수지 (KRD-HM2, Kolon Chem, South Korea)를 이용하여 hand lay-up 적층하였으며, 진공백킹 후 180°C에서 경화하여 FRP(fiber reinforced plastic)를 제작하였다. 이후 다공성 프리폼을 제조하기 위하여 1000°C 질소분위기에서 탄화 하였으며, LSI 공정을 이용하여 SiC 모재 형성 및 치밀화 하였다. SA 적용 다공성 프리폼에는

70wt%, LoxM 프리폼에는 100 wt%, 그리고 S 프리폼에는 120wt%의 Si이 1600°C 진공 분위기에서 용융 침투되어 최종 SiC_f/SiC 복합재료가 제조되었다.

2.2 실험방법

물성이 서로 다른 섬유로 제작된 SiC_f/SiC 복합재료는 아르키메데스법을 이용하여 밀도와 기공률을 측정하였다. 3점 굽힘강도 시험은 3 × 4 × 45 mm의 사이즈로 가공한 뒤 ASTM C1341-13에 의거하여 span 40 mm, cross head 속도 1 mm/min로 각 조건별 10개씩 재료시험기(Landmark, MTS, USA)를 사용해 측정하였다. 또한 섬유가 공정 온도에 노출되기 전, 후 산소함량의 변화를 확인하기 위해 EDX 분석을 수행 하였으며, 성분 및 상변화 확인은 XRD(D/Max-2200, Rigaku, Japan, $\lambda_{\text{CuK}\alpha}=1.54178 \text{ \AA}$)를 이용해 분석했다. 열처리 온도에 따른 섬유의 미세구조 변화와 탄화 수축율 그리고 다공성 프리폼은 SEM(S-4800, Hitachi, Japan)과 dilatometer (DIL402C, Netzsch, Germany)를 이용해 관찰하였다. 또한 TEM (JEM ARM 200F, JEOL, Japan) 분석을 통해 LSI 공정 중 섬유의 수축과 결정구조 변화에 미치는 영향을 분석하였다.

3. 결과 및 토의

Fig. 1에는 결정화도와 산소함량에서 다른 SiC 섬유로 제조된 복합재료 시편들의 밀도와 기공률 결과를 나타내었다. SiC_f/SiC 복합재료의 기공률은 모든 시편에서 2% 이내의 결과를 보였으며, 이는 사용된 SiC 섬유의 종류와는 무관하게 SiC_f/SiC 복합재료 제조과정에서 기공이 억제되었음을 나타낸다. 그러나, 밀도 결과에서는 S, LoxM 그리고 SA 섬유로 제작한 SiC_f/SiC 복합재료 각각 2.75 g/cm³, 2.82 g/cm³ 그리고 2.89 g/cm³의 밀도 결과를 보여 섬유의 산소함량이 낮을수록 그리고 결정화도가 높을수록 증가하는 것으로 확인되었다.

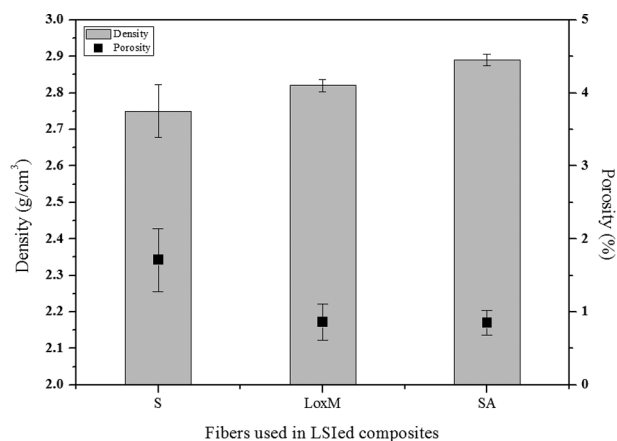


Fig. 1. Density and porosity of SiC_f/SiC composites with various SiC fiber

Fig. 2에는 각 섬유를 적용한 SiCf/SiC 복합재료의 3점 굽힘강도 결과를 나타내었으며, 밀도 결과와 비례하는 강도 값을 나타냈다. LoxM 섬유가 적용된 시편의 경우 SA 섬유가 적용된 시편에 비해 큰 차이는 나타나지 않았지만, 편차가 상대적으로 크게 나타나 불안정한 물성을 보이는 것으로 판단되었다.

종류가 다른 SiC 섬유를 적용한 복합재료의 강도, 밀도 그리고 기공률 결과가 서로 상이하게 나타나는데, 이러한 원인은 섬유의 결정화도와 산소함량이 공정 중 복합재료 내부에 영향을 주어 나타나는 것으로 판단되며, 이를 규명하기 위해 아래의 Fig. 3과 같이 SiC 섬유를 LSI 공정온도인 1000~1900°C 진공 열처리 한 후 표면을 관찰하였다. S 섬유

는 1000°C 이후 표면 조도가 증가하고 1600°C에서는 핀홀이 발생하는 변화를 나타내었다. LoxM 섬유는 1600°C 열처리 후에 표면변화가 나타났으며, 1900°C 이후 많은 핀홀을 확인할 수 있었다. 그러나 SA 섬유의 경우 처리하지 않은 섬유와 1900°C 열처리 후의 표면에 큰 변화는 없는 것으로 관찰 되었다. S, LoxM와 같이 공정 온도구간에서 표면의 변화, 핀홀의 생성 등 섬유 미세구조의 변화는 복합재료의 물성 저하를 야기하지만, 고온에서 안정한 SA 섬유로 제작한 복합재료는 Fig. 1과 같이 우수한 기계적 특성을 나타냈다.

Fig. 4는 1600°C 열처리 이후 표면변화가 확인된 섬유의 결정상을 처리하지 않은 섬유와 비교한 XRD 분석결과이다. SA 섬유는 열처리 전 후 동일한 β -SiC 상이며, 1600°C처

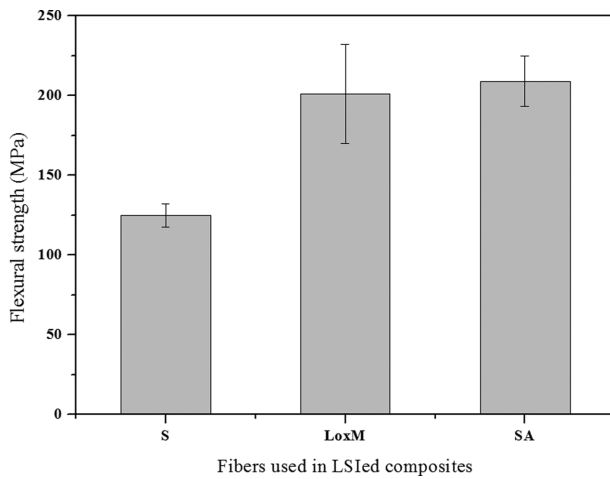


Fig. 2. Flexural strength of SiCf/SiC composites with various SiC fiber

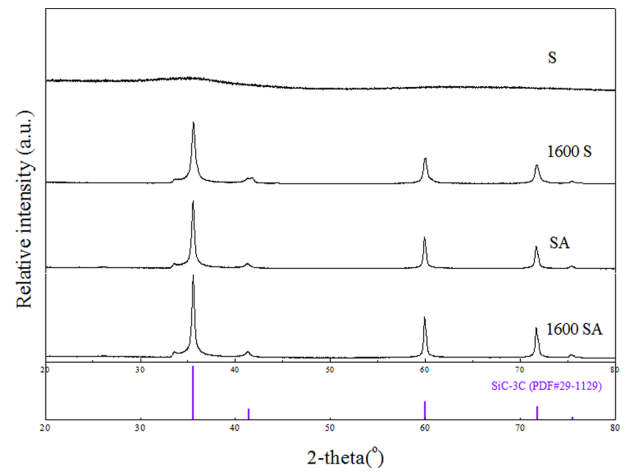


Fig. 4. SiC (S and SA type) fiber XRD result after exposure at liquid silicon infiltration process temperature

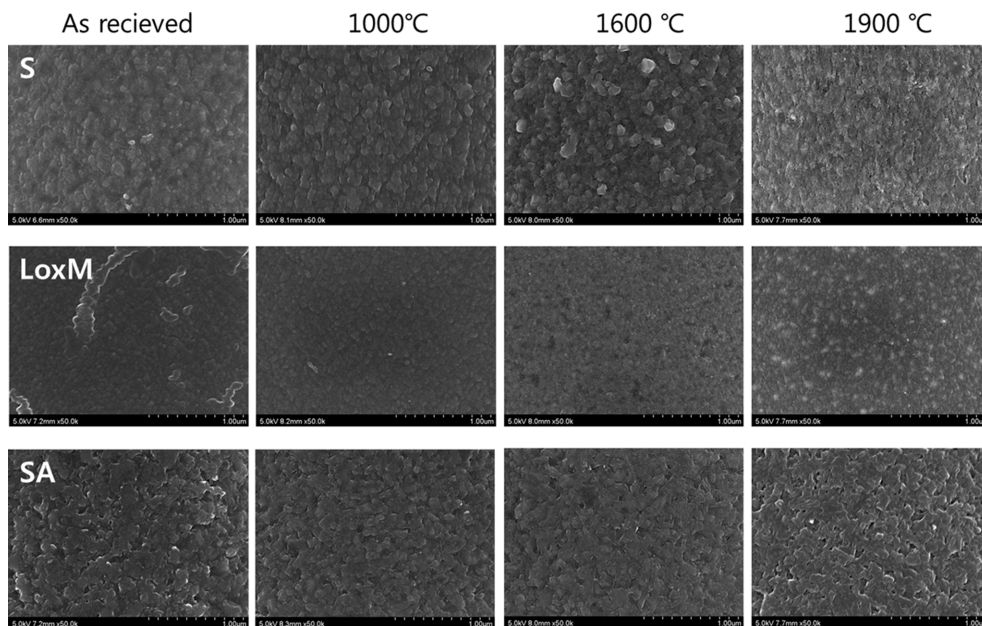


Fig. 3. SiC fiber surface observation after exposure at liquid silicon infiltration process temperature

리 후 약간 좁아진 peak의 폭 변화로 결정화도가 증가함을 확인할 수 있었다. 반면 S 섬유는 열처리 전 비정질 구조를 보였지만, 1600°C 처리 이후 β -SiC 상으로 결정질 구조로 변화한 것을 확인할 수 있었다(β -SiC상 111면에서 $2\theta = 35.6$, 220면에서 $2\theta = 60$, 311면에서 $2\theta = 71.8$). 비정질 Si-O-C 상은 1000°C 이상에서 $Si_xO_yC_z \rightarrow xSiC + zCO \uparrow + (y-x-z)C$ [식 (1)]과 같은 반응이 일어나기 때문에 1600°C 열처리 후에 SiOC

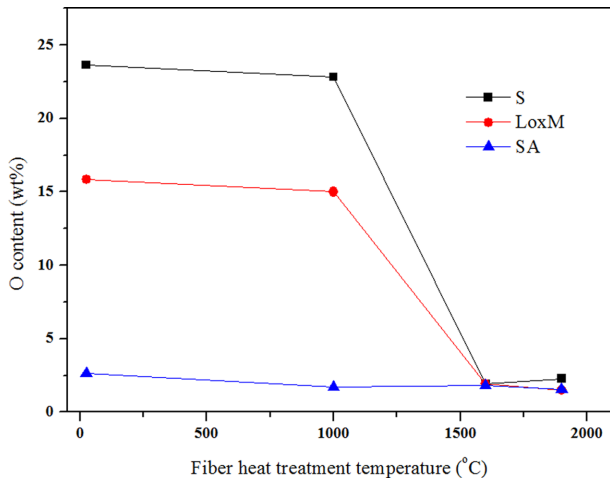


Fig. 5. EDX result of SiC fiber after exposure at liquid silicon infiltration process temperature

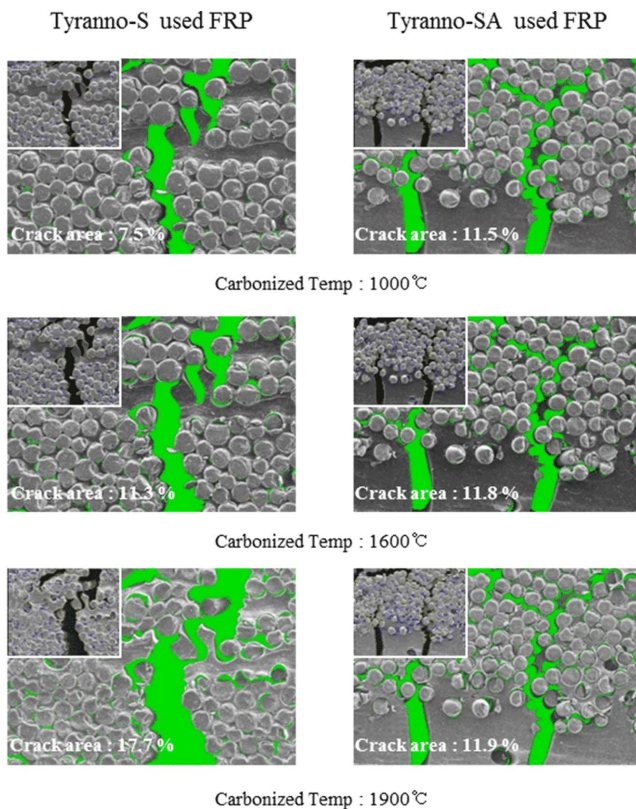


Fig. 6. Crack area measurement after carbonization process with various SiC fiber

상이 SiC와 CO 및 C로 열분해 된 것으로 판단된다. 또한 이러한 결과는 Fig. 3의 미세구조 변화와도 잘 일치한다.

또한 식(1)을 정량적으로 분석하고자 산소함량의 변화를 EDX를 통해 분석하였다. Fig. 5에 각 섬유의 열처리 온도에 따른 산소함량의 변화를 나타내었는데, SA 섬유는 온도가 높아짐에 따라 산소함량의 변화가 거의 없었지만 LoxM, S 섬유는 초기에 비해 1600°C 처리 후 감소되었음을 확인할 수 있었다. LoxM 섬유는 13.9 wt%의 감소를 보였고, 특히 S 섬유의 산소함량은 21.7 wt%의 급격한 감소를 보였다. 이는 식 (1)에 의한 CO(g) 생성으로 산소함량이 감소하는 것을 잘 뒷받침해 주고 있는데, 이러한 CO(g)의 발생은 내부 기공을 증가시키기 때문에 섬유의 강도를 감소시키고 복합재료의 밀도와 기공률 및 기계적 물성 차이에 영향을 주었을 것으로 판단했다.

Fig. 6은 1000°C, 1600°C 탄화공정 후 다공성 프리폼 모재 내 균열 면적을 확인한 결과이다. SA 다공성 프리폼의 균열 면적은 1000°C에서 1900°C까지 0.4% 증가하였지만, S는 1000°C에서 7.5%, 1900°C에서 17.7%로 10.2%의 증가를 보였다. 이와 같은 균열 면적의 증가가 나타나는 원인은 섬유수축 뿐만 아니라 S 섬유 내 존재하는 산소가 감소하며 생긴 결과로 판단된다. SiOC 결합은 주변 C이 존재하면 1450°C 이상에서 반응식 $SiOC + C \rightarrow SiC + CO \uparrow$ 와 같은 carbothermal 반응이 일어나므로, 탄화공정 중 S 섬유의 SiOC는 C로 구성된 모재와 반응하여 SiC와 CO(g)를 생성한다. 또한 반응식 $SiC + 2SiO_2 \rightarrow 3SiO \uparrow + CO \uparrow$ 에 의해 섬유 내 존재하는 SiC와 SiO₂에 의해 SiO(g)와 CO(g)로 열분해 되며, Fig. 5의 탄화온도에 따른 산소함량변화의 결과와 잘 일치한다.

결과적으로 모재의 균열 면적에서 차이를 보이는 것은 결정화도가 낮은 섬유의 수축 및 산소함유에 따른 열분해에 의한 것으로 판단된다. 또한 1600°C 탄화 전후의 다공성 프리폼 내 섬유의 직경을 추적하여 섬유 수축률을 계산한 결과 탄화 후 SA 섬유는 1.3%의 낮은 수축률을 보였지만,

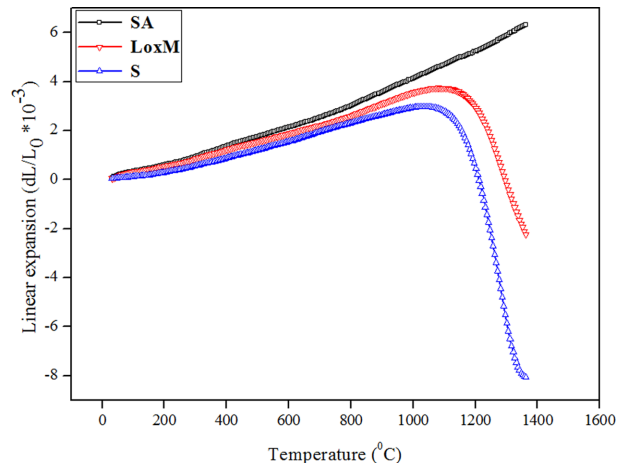


Fig. 7. Thermal expansion result of FRP during carbonization process with various SiC fiber

S 섬유 수축률은 4.2%로 결정화도가 높은 SA 섬유보다 높은 비율의 수축이 일어난 것을 확인할 수 있었다. 섬유 수축 등에 의해 탄화 공정 후 모재의 균열 면적이 증가 할 경우 LSI 공정을 거치면 기공의 중심에는 잔류 Si이 존재하게 되며, 이는 결과적으로 복합재료의 기계적 물성을 저하시킨다. 이는 LSI 공정에서 Si이 균열로 침투하고 탄소로 이루어진 모재와 반응하여 SiC가 생성되며 그 후 탄소의 확산 이동으로 10~15 μm 두께의 SiC층으로 형성되는데, 균열 면적이 클 경우 확산 거리가 멀어 탄소가 충분히 확산하지 못하게 되는 것에 기인한다.

또한 섬유의 수축이 복합재료 제조 공정 중 발생시키는 변화를 확인하기 위해 열팽창 분석을 수행하였으며 그 결과는 Fig. 7과 같다. 각각의 SiC 섬유로 FRP를 제작 후 N_2 분위기에서 1400°C까지 측정하였다. 1000°C까지 모든 시편에서 열팽창 현상이 관찰되었으며, SA로 제작한 FRP는 열팽창률이 더욱 증가하는 경향을 보였다. 그러나 LoxM, S 섬유로 제작한 FRP는 약 1100°C 이상에서 열팽창률이 감소

하는 경향을 보였다. 또한 LoxM으로 제작된 FRP는 1300°C 이상에서 수축을 하기 시작하였고, S로 제작된 FRP는 이보다 낮은 온도인 1200°C 이상에서 수축이 급격하게 진행되었다. 이는 먼저 섬유 내에 존재하는 다량의 산소가 반응식 (1)에 의해 열분해 되고 생성된 $\text{CO}(\text{g})$ 는 기공을 형성하기 때문으로 판단된다. 또한 비정질 구조에서 결정 구조로의 상변화는 수축을 동반하게 되는데, 위의 결과에서 1100°C 이후 산소함량이 더 높은 섬유를 사용한 복합재료가 더 높은 수축량을 보이는 것도 이러한 이유로 설명될 수 있다.

Fig. 8은 FRP의 탄화 온도에 따른 다공성 프리폼 밀도와 기공률을 나타내었다. 모든 시편은 1000°C에서 탄화 후 유기물들의 분해로 인해 급격한 기공률 증가와 밀도 감소를 보였다. 또한 SA 섬유로 제작한 다공성 프리폼은 1900°C까지 밀도와 기공률의 변화가 매우 작지만, LoxM, S 섬유로 제작한 다공성 프리폼의 경우에는 상대적으로 기공률이 크게 증가하고 밀도가 감소함을 확인할 수 있었다. 이는 Fig. 6에서 확인한 섬유 수축과 산소반응에 의한 것으로 판단된다.

Fig. 9와 Fig. 10에는 각각 SA와 S의 처리하지 않은 섬유와 LSI 공정을 통해 제작된 복합재료 내에 존재하는 섬유의 TEM 분석결과를 나타냈다. Fig. 9의 (a), (b)는 SA의 처리하지 않은 섬유의 HR image (high resolution image)와 SAED (selected area electron diffraction)이며, (c), (d)는 LSI 공정 후 섬유의 HR image와 SAED 결과이다. Fig. 9(b)의 공정 전 SA 섬유의 selected area electron diffraction (SAED) 분석결과와 [011] zone axis에서 2.468 Å, 2.127 Å, 1.492 Å의 면간 거리를 갖는 $(\bar{1}11)$ 면, (200) 면 그리고 $(02\bar{2})$ 면이 나타나는 3C 구조의 결정질 상을 확인할 수 있었으며, Fig. 9(d)와 같이 LSI 공정 후에도 3C 구조의 결정질이 형성되어 있음을 보였

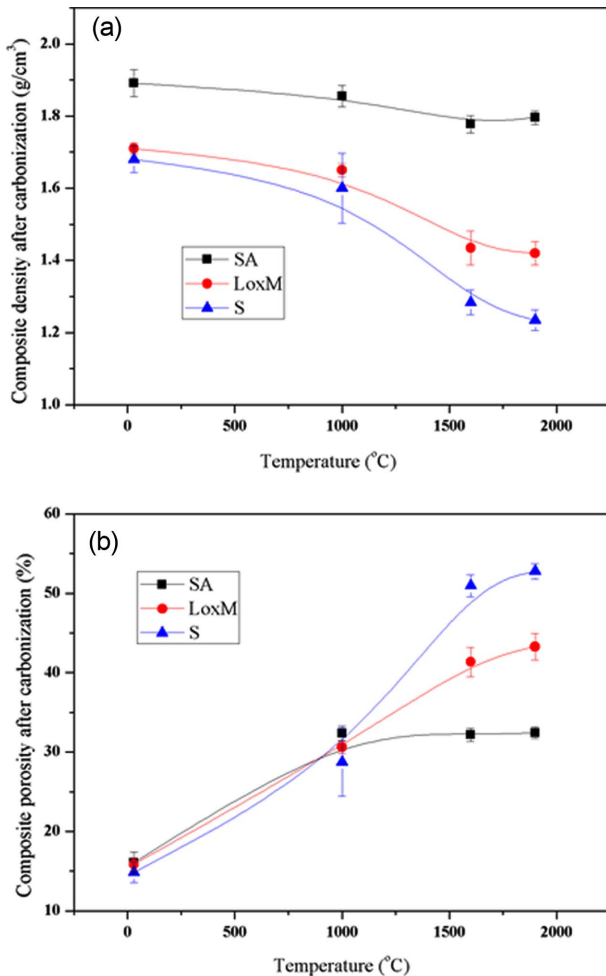


Fig. 8. (a) Density results during carbonization process with various SiC fiber, (b) Porosity results during carbonization process with various SiC fiber

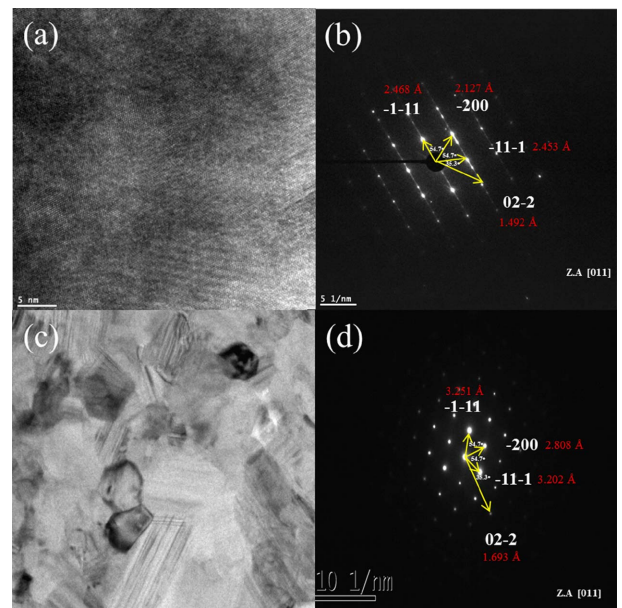


Fig. 9. TEM results of S fiber after LSI process

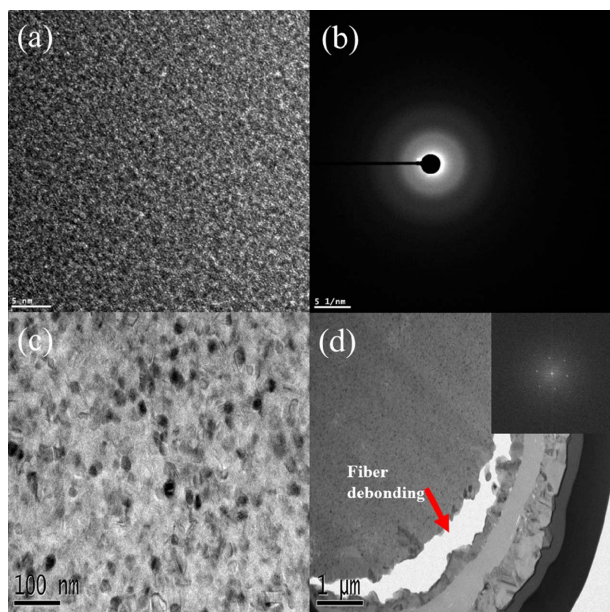


Fig. 10. TEM results of SA fiber after LSI process

다. Fig. 9(a)와 Fig. 9(c)를 통해 높은 공정 온도로 인한 섬유 내 SiC 입자의 조대화 현상을 확인할 수 있었고, 이는 최종 복합재료의 물성감소에 영향을 주었다고 판단된다.

Fig. 10에서 (a), (b)는 S의 처리하지 않은 섬유이며, (c), (d)는 LSI 공정 후 섬유의 TEM 결과이다. Fig. 10(a), (b)와 같이 공정 전 전형적인 비정질 형태의 image와 SAED pattern을 확인할 수 있었지만, 공정 후 Fig. 10(c), (d)에 나타난 분석 결과와 같이 처리하지 않은 섬유와 다르게 결정질 상을 확인할 수 있었고, 이는 고온 LSI 공정에서 SiOC 결합의 반응으로 비정질에서 결정질 상으로 변화한 결과로 판단된다. TEM image 및 XRD 결과로 SA 섬유는 입자의 조대화가 진행된 것으로 판단되며, S 섬유는 비정질에서 결정질 구조로 상변화가 나타난 것을 확인할 수 있었다. 하지만 S 섬유 적용 시편의 경우에는 SA 섬유 적용 시편에 비해 공정 온도에 따른 섬유의 수축으로 LSI 공정 후 섬유와 모재의 debonding 현상도 관찰되었다.

4. 결 론

본 연구에서는 결정화도와 산소함량이 다른 Tyranno SA, LoxM, Tyranno S 섬유를 이용해 LSI 공정 SiC_f/SiC 복합재료를 제작하였다. 각각의 복합재료는 기공률이 2% 미만으로 치밀화된 복합재료를 얻을 수 있었지만, 3점 굽힘강도는 각각 SA 적용 시편은 (210 MPa), LoxM 적용 시편은 (200 MPa), S 적용 시편은 (130 MPa)로 차이를 나타냈다. 이러한 강도 기계적 특성의 차이는 EDX, SEM 및 TEM 분석 결과로 그 원인을 규명할 수 있었다. 결정화도가 낮고 산소함량이 높은 LoxM, Tyranno S 섬유로 제작한 SiC_f/SiC 복합재료는 고

온의 LSI 공정으로 인해 기계적 물성이 감소한다. 이는 탄화 공정 중 섬유수축을 동반한 CO 가스 생성으로 인해 섬유 손상과 다공성 프리폼의 균열 면적이 크게 증가하기 때문이다. 복합재료 내부에 미반응 Si가 증가함에 기인한다. TEM 분석결과를 통해 비정질 Tyranno S 섬유는 고온의 LSI공정 후 결정화 되어 직경이 감소하고 모재와의 debonding 현상이 발생하는 것을 확인할 수 있었으며, 이는 복합재료의 물성저하를 일으키는 중요한 원인으로 작용하였다. 따라서 고온의 LSI 공정에 섬유 결정구조의 변화 및 수축률이 높은 Tyranno S 섬유는 적합하지 않지만, Tyranno SA 섬유의 경우 섬유 손상이 크게 나타나지 않아 LSI 공정에 적합한 것으로 판단된다.

후 기

본 논문은 산업통상자원부 핵심방산기술개발 사업의 지원을 받았다.

REFERENCES

1. Ishikawa, T., "Advances in Inorganic Fibers", *Advances in Polymer Science*, Vol. 178, 2005, pp. 109-144.
2. Schmalzried, C., and Schwetz, A., "Ceramics Science and Technology", Volume 2: Materials and Properties; Chapter 4, Ed. by R. Riedel and I.W. Chen Wiley VCH, Weinheim, 2010, pp. 131-227.
3. Takeda, M., Saeki, A., Sakamoto, J., Imai, Y., and Ichikawa, H., "Properties of Polycarbosilane Derived Silicon Carbide Fibers with Various C/Si Compositions", *Composites Science and Technology*, Vol. 59, 1999, pp. 787-792.
4. Takeda, M., Sakamoto, J., Imai, Y., Ichikawa, H., and Ishikawa, T., 18th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic Materials A: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Vol. 15, 2008, p. 133.
5. Schawaller, D., Clauß, B., and Buchmeiser, M.R., "Ceramic Filament Fibers - A Review", *Macromolecular Materials and Engineering*, Vol. 297, No. 6, 2012, pp. 502-22.
6. Ishikawa, T., Kohtoku, Y., Kumagawa, K., Yamamura, T., and Nagasawa, T., "High Strength Alkali Resistant Sintered SiC Fiber Stable to 2,200°C", *Nature* Vol. 391, 1998, pp. 773-775.
7. Yamamura, T., Ishikawa, T., Shibuya, M., Hisayuki, T., and Okamura, K., "Development of a New Continuous Si-Ti-C-O Fibre Using an Organometallic Polymer Precursor", *Journal of Materials Science*, Vol. 23, 1988, pp. 2589-2594.
8. Igawa, N., Taguchi, T., Nozawa, T., Snead, L., Hinoki, T., McLaughlin, J., Katoh, Y., Jitsukawa, S., and Kohyama, A., "Fabrication of SiC Fiber Reinforced SiC Composite by Chemical Vapor Infiltration for Excellent Mechanical Properties", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol. 66, 2005, pp. 551-554.
9. Jones, R.H., Giancarli, L., Hasegawa, A., Katoh, Y., Kohyama, A., Riccardi, B., Snead, L.L., and Weber, W.J., "Promise and Challenges of SiC_f/SiC Composites for Fusion Energy Applica-

- tions", *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 307-311, 2002, pp. 1057-1072.
10. Kim, W.J., Kang, S., Park, J., and Ryu, W.S., "Effect of SiC Whisker Formation on the Densification of Tyranno SA/SiC Composites Fabricated by CVI Process", *Fusion Engineering and Design*, Vol. 81, 2006, pp. 931-936.
 11. Katoh, Y., Kotani, M., Kishimoto, H., Yang, W., and Kohyama, A., "Properties and Radiation Effects in High-Temperature Pyrolyzed PIP-SiC/SiC", *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 289, 2001, pp. 42-47.
 12. Jones, R., Szweda, A., and Petrak, D., "Polymer Derived Ceramic Matrix Composites", *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, Vol. 30, 1999, pp. 569-575.
 13. Krenkel, W., "Cost Effective Processing of CMC Composites by Melt Infiltration (LSI process)", *Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 2001, pp. 443-454.
 14. Sayano, A., Sutoh, C., Suyama, S., Itoh, Y., and Nakagawa, S., "Development of a Reaction Sintered Silicon Carbide Matrix Composite", *Journal of Nuclear Materials*, Vol. 271-272, 1999, pp. 467-471.
 15. Takeda, M., Sakamoto, J., Imai, Y., and Ichikawa, H., "Thermal Stability of the Low Oxygen Content Silicon Carbide Fiber, Hi-NicalonTM", *Composites Science and Technology*, Vol. 59, 1999, pp. 813-819.
 16. Kim, Y.W., Kim, S.H., Song, I.H., Kim, H.D., and Park, C.B., "Fabrication of Open-Cell, Microcellular Silicon Carbide Ceramics by Carbothermal Reduction", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 88, 2005, 2949-2951.
 17. Grande, T., Sommerset, H., Hagen, E., Wiik, K., and Einarsrud, M.A., "Effect of Weight Loss on Liquid Phase Sintered Silicon Carbide", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 80, 1997, pp. 1047-1052.
 18. Mulla, M.A., and Krstic, V.D., "Low Temperature Pressureless Sintering of β silicon Carbide with Aluminum Oxide and Yttrium Oxide Addition", *Am Ceram Soc Bull*, Vol. 70, 1991, pp. 439-443.
 19. Fukushima, M., Zhou, Y., Miyazaki, H., Yoshizawa, Y., Hirao, K., Iwamoto, Y., Yamazaki, S., and Nagano T., "Microstructural Characterization of Porous Silicon Carbide Membrane Support With and Without Alumina Additive", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 89, 2006, pp. 1523-1529.
 20. Eom, J.H., Kim, Y.W., Song, I.H., and Kim, H.D., "Microstructure and Properties of Porous Silicon Carbide Ceramics Fabricated by Carbothermal Reduction and Subsequent Sintering Process", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 464, 2007, pp. 129-134.
 21. Patel, M., Saurabh, K., Prasad, V.B., and Subrahmanyam, J., "High temperature C/C-SiC Composite by Liquid Silicon Infiltration: a Literature Review", *Bulletin of Materials Science*, Vol. 35, 2012, pp. 63-73.
 22. Schulte-Fischedick, J., Zern, A., Mayer, J., Rühle, M., Frieß, M., Krenkel, W., and Kochendörfer, R., "The Morphology of Silicon Carbide in C/C-SiC Composites", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 332, 2002, pp. 146-152.