

## 탄화규소 휘스커의 합성 (II) : 적층결함

최현진 · 이준근

한국과학기술연구원 복합기능세라믹스 연구센터  
(1998년 9월 30일 접수)

## Synthesis of Silicon Carbide Whiskers (II): Stacking Faults

Heon-Jin Choi and June-Gunn Lee

Multifunctional Ceramics Research Center, Korea Institute of Science and Technology  
(Received September 30, 1998)

### 초 록

2단계 열탄소환원법으로 탄화규소 휘스커를 기상-고상, 2단계, 기상-액상-고상 성장기구로 각각 합성하였다. 그리고 휘스커에 있는 적층결함을 X-ray와 투과전자현미경을 이용하여 분석하였다. 탄화규소 휘스커에 있는 적층결함은 휘스커의 지름과 상관관계가 있는 것으로 나타났다. 즉, 기상-고상, 2단계 성장, 기상-액상-고상 성장기구에 상관없이 지름이  $1\ \mu\text{m}$  이하로 작아지는 경우 적층결함이 많아지고, 기상-액상-고상 기구로 성장한 지름이  $2\ \mu\text{m}$  보다 큰 경우 적층결함이 거의 없는 것으로 나타났다. 이같은 현상은 휘스커 지름이 작아짐에 따라 휘스커의 비표면적이 증가하기 때문인 것으로 판단되었다.

### ABSTRACT

Stacking faults in SiC whiskers grown by three different growth mechanisms; vapor-solid (VS), two-stage growth (TS), and vapor-liquid-solid (VLS) mechanism in the carbothermal reduction system were investigated by X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). The content of stacking faults in SiC whiskers increased with decreasing the diameter of whiskers, i.e., the small diameter whiskers ( $<1\ \mu\text{m}$ ) grown by the VS, TS, and VLS mechanisms have heavy stacking faults whereas the large diameter whiskers ( $>2\ \mu\text{m}$ ) grown by the VLS mechanism have little stacking faults. Heavy stacking faults of small diameter whiskers was probably due to the high specific lateral surface area of small diameter whiskers.

**Key words :** Silicon Carbide Whiskers, Stacking Faults, Diameter

### 1. 서 론

탄화규소 휘스커(silicon carbide whisker)는 단결정으로 이론강도에 가까운 높은 강도를 갖기 때문에 여러 가지 복합체의 강화제로 널리 사용되고 있으며,<sup>1-3)</sup> 현재 주로  $\text{SiO}_2$ 의 열탄소환원법으로 제조되고 있다.<sup>4-6)</sup> 열탄소환원법에서 탄화규소 휘스커는 기상-고상(vapor-solid mechanism)<sup>7,8)</sup> 2단계(two-stage growth mechanism),<sup>9-10)</sup> 기상-액상-고상(vapor-liquid-solid mechanism)<sup>11-14)</sup> 기구로 성장할 수 있다. 기상-고상 성장기구는 기상으로부터 Si와 C를 포함한 기체가 탄화규소가 성장면에 직접 증착된다. 2단계 성장기구는 금속 불순물을 포함한 원료를 사용할 때 나타나는 성장기구로 금속 불순물이 반응온도에서 휘스커 성장면에 작은 액적을 만

든다. 이 액적은 기상으로부터 Si와 C가 빨리 증착하도록 도와주는 촉매 자리 역할을 하며 한 방향으로 휘스커가 성장하도록 한다. 이것이 첫 번째 단계이며, 두 번째 단계에서는 기상-고상 성장기구에 의해 두께 방향으로 느리게 성장이 일어난다. 이같은 2단계 성장기구로 성장한 휘스커에는 흔히 전위(dislocation)가 관찰된다. 기상-액상-고상 성장기구는 의도적으로 금속 촉매를 첨가하는 경우 관찰되는데, 이때 금속 촉매는 반응온도에서 액상을 형성하면서 기상의 Si와 C를 포함한 기체로부터 Si와 C를 용해 시킨다. 용해된 Si와 C는 촉매안에서 성장면으로 확산하여 SiC로 침전된다. 기상-액상-고상 성장기구가 2단계 성장기구와 다른 점은 액상이 성장면 전체를 덮는다는 것과 Si와 C가 촉매에 용해, 확산, 석출 과정을 거친다는 것이다.

탄화규소 휘스커에서는 항상 적층결합이 발견되며, 이 적층결합은 탄화규소 휘스커의 특성과 휘스커 강화 복합체의 특성에 많은 영향을 준다.<sup>15-17</sup> 적층결합이 발생하는 것은 적층결합을 갖고 있는 구조가 적층결합이 없는 구조보다 낮은 에너지를 갖기 때문인 것으로 설명되고 있다.<sup>7</sup> 그러나 기상-고상 기구, 또는 2단계 성장기구로 성장한 휘스커에 존재하는 적층결합을 자세히 조사한 앞선 연구<sup>7-10</sup>에도 불구하고 아직 적층결합 형성에 영향을 주는 인자들에 대해선 확실히 밝혀지지 않았다. 또한 기상-액상-고상 성장기구로 성장한 휘스커는 문헌에 간단하게 언급되었고<sup>7,12,13,18</sup> 이에 대한 자세한 연구는 보고되지 않았다.

보고된 연구<sup>14,19,20</sup>에서 본 연구자들은 열탄소환원법으로 탄화규소 휘스커를 기상-고상, 2단계, 기상-액상-고상 성장기구로 각각 합성하였다. 본 연구에서는 각 성장기구로 합성한 휘스커를 투과전자현미경(transmission electron microscopy, TEM)과 X-ray 회절(XRD)로 분석하고, 탄화규소 휘스커 적층결합 형성에 영향을 미치는 중요한 인자를 조사하였다.

## 2. 실험방법

탄화규소 휘스커를 합성하는 방법은 보고된 연구<sup>14,19,20</sup>에서 자세히 서술되었으며, 대략적인 방법은 다음과 같다. 탄화규소 휘스커는 일산화규소 [SiO(v)] 발생원료를 담은 흑연보트와 탄화규소 휘스커가 성장하는 흑연 기판으로 구성된 연속 합성로에서 합성하였다. SiO(v) 발생원료는 SiO<sub>2</sub>(Degussa Co., USA, Aerosil 200, >99.8%, 7 nm)와 C(Lucky Co., Korea, CB N-220, ash <0.75%) 혼합체(물 비 1:1.6)나 열처리한 왕겨를 사용하였다. 탄화규소 휘스커 성장기판은 고순도 흑연(NP60, PF Grade, Toshiba Ceramics Co. Ltd., Tokyo, Japan)을 60°C의 HF 용액(농도 45%)에서 4시간동안 처리한 것을 사용하였다. 반응관에 실리카 겔과 450°C로 가열한 구리 해면체를 통과시켜 수분과 산소를 제거한 Ar 또는 H<sub>2</sub>를 흘려주면서 반응온도(1450°C)까지 온도를 올린 후, 반응온도에 도달하면 원료를 담은 흑연보트를 반응 구역으로 계산된 속도로 밀어 넣어 반응구역에서 단위 시간당 일정량의 원료가 반응하도록 하였다. 이때 SiO(v) 발생속도는 원료를 반응조건과 같은 조건의 열시차 분석기(Thermo gravimetric analysis, TGA)에서 반응시켜 나타나는 무게감량과 화학분석 결과를 바탕으로 계산, 조절할 수 있다.<sup>19,20</sup> 이같은 방법으로 SiO(v)를  $9 \times 10^{-5}$ - $7 \times 10^{-4}$  mole/min의 속도로 5시간동안 일정하게 발생시켰다.

위와 같은 연속 합성로에서 고순도 흑연 기판을 사용

하여 금속 불순물이 휘스커 성장에 참여할 가능성을 배제한 상태에서 기상-고상 성장기구로 휘스커를 합성하였다. 그리고 촉매로 Fe 분말(크기 5 μm)을 고르게 입힌 흑연기판을 사용하여 기상-액상-고상 성장기구로 휘스커를 합성하였다. 촉매크기를 줄일 필요가 있을 경우에는 흑연기판에 Fe(NO<sub>3</sub>)·9H<sub>2</sub>O와 NH<sub>4</sub>OH(Junsei Chemical Co., Tokyo, Japan)를 이용하여 Fe(OH)<sub>3</sub>를 침전시켰다. 열탄소 환원반응동안 Fe(OH)<sub>3</sub>는 환원되어 Fe가 되면서 촉매역할을 한다.<sup>6</sup> 마지막으로 불순물을 포함한 열처리한 왕겨를 흑연보트 안에서 반응시켜 2단계 성장기구로 탄화규소 휘스커를 합성하였다. 화학분석 결과 열처리한 왕겨에는 Fe, Mn, Ca, K 등 15종의 금속 불순물이 2.6 wt% 포함된 것으로 나타났다.

반응이 끝난 다음 각 휘스커를 주사전자현미경(SEM, S-4100, Hitachi, Japan)으로 관찰하였다. 탄화규소 휘스커에 포함된 적층결합은 XRD(RINT/DMAX-2000, Rigaku, Japan)와 TEM(CM30, Philips, Netherlands)으로 분석하였다. 적층결합 함량은 XRD 피크에서 33.6°와 41.4°(2θ)의 강도 비( $I_{33.6}/I_{41.4}$ )로 상대적으로 비교하였다. 탄화규소에서 33.6° 피크의 강도는 적층결합 함량이 증가함에 따라 강해지기 때문에, 이를 (200)에서 반사되는 41.1° 피크와 비교하면 적층결합이 포함된 정도를 상대적으로 비교할 수 있다.<sup>21</sup> TEM으로 휘스커를 관찰하기 위해 다음과 같은 두 가지 방법으로 시편을 준비하였다: (1) 전자가 투과할 수 있는 지름이 작은 휘스커는 이소프로필알콜에 분산시킨 후, 한 방울을 탄소가 증착된 3 mm Cu 그리드에 떨어뜨리고 건조시켜 관찰하였다. (2) 전자가 투과할 수 없는 지름이 큰 휘스커는 질화규소 분말과 혼합, 가압소결법으로 복합체를 만들었다. 그리고 복합체를 절단, 연마, 딤플링, 이온밀링하여 TEM으로 관찰할 수 있는 시편을 만들었다.

## 3. 결과 및 고찰

본 연구에서 합성한 탄화규소 휘스커는 크게 다음과 같은 세 가지로 분류할 수 있었다.<sup>19,20</sup> (1) 형태 I: 지름이 아주 작으며(<0.2 μm) 성장방향으로 지름의 변화가 없다. Ar 분위기에서 SiO(v) 발생량이 적거나(약  $4 \times 10^{-4}$  mole/min 이하), H<sub>2</sub> 분위기에서 SiO(v) 발생량이 많을 때(약  $3 \times 10^{-4}$  mole/min 이상) 고순도 흑연기판에서 이같은 탄화규소 휘스커들이 주로 합성되었다. (2) 형태 II: 지름이 비교적 크고(<1 μm), 성장방향으로 지름이 주기적으로 변한다. H<sub>2</sub> 분위기에서 SiO(v) 발생량이 적을 때(약  $3 \times 10^{-4}$  mole/min 이하), 또는 Ar이나 H<sub>2</sub> 분위기의 왕겨안에서 이같은 휘스커들이 주로 합성되었다. (3) 형태 III: 지름이 매우 크고(>2 μm), 성장방

향으로 지름의 변화가 없다. SiO(v) 발생량에 크게 상관 없이 H<sub>2</sub> 분위기에서 Fe 촉매를 입힌 흑연기판에서 이같은 탄화규소 휘스커들이 합성되었다.

이같은 결과에 따라 H<sub>2</sub> 분위기에서 SiO(v) 발생량이 약  $3 \times 10^{-4}$  mole/min 이상일 때 고순도 흑연기판에서 성장한 탄화규소 휘스커를 형태 I의 대표종으로, H<sub>2</sub> 분위기의 왕겨안에서 합성한 휘스커는 형태 II의 대표종으로, 그리고 H<sub>2</sub> 분위기의 Fe 촉매를 입힌 흑연기판에서 합성한 휘스커를 형태 III의 대표종으로 선택하여 분석하였다.

각 휘스커의 미세구조는 Fig. 1에서 보는 것과 같다. Fig. 1(a)에서 보는 것과 같이 형태 I 휘스커는 지름이 0.2 μm 보다 작으며, 성장방향으로 지름의 변화가 관찰되지 않았다. 한편 왕겨안에서 합성한 형태 II 휘스커는 약 0.6 μm 이하 범위에서 다양한 크기의 지름을 갖는 것으로 나타났다(Fig. 1(b)). 이같이 휘스커의 지름이 다양하게 나타나는 것은 왕겨가 반응하는 동안 SiO(v) 발생속도가 일정하지 못했기 때문으로 보인다. 일반적으로 SiO(v) 발생속도가 증가하면 탄화규소 휘스커의 지름이 작아진다.<sup>10)</sup> Fig. 1(c)는 형태 III 휘스커를 보여주는데 지름은 2~8 μm이며, 기상-액상-고상 기구로 성장한 경우에 흔히 관찰되는 휘스커 끝의 액적이 관찰되었다.<sup>7,11-14,18)</sup> 본 연구에서 합성한 휘스커는 XRD 분석결과 모두 <111> 방향으로 성장하며 3C 구조를 갖는 β상의 탄화규소인 것으로 확인되었다.

Table 1에 형태 I, II, III의 성장조건과 휘스커의 특성을 요약하였다. Table 1에 각 휘스커의 XRD 결과에서 33.6°와 41.4°의 강도비인 I<sub>33.6°</sub>/I<sub>41.4°</sub> 값을 정리하였다. 형태 I, II, III의 I<sub>33.6°</sub>/I<sub>41.4°</sub> 값은 각각 2.83, 1.01, 0.11로 나타났다. 탄화규소 휘스커에 존재하는 적층결함 양이 증가함에 따라 I<sub>33.6°</sub>/I<sub>41.4°</sub> 값은 커진다.<sup>8,18)</sup> 따라서 Table 1에 나타난 결과는 형태 I에는 많은 적층결함에 존재하며, 형태 III에는 적층결함이 아주 적게 존재한다는 것을 시사하고 있다.

Fig. 2는 형태 I 휘스커의 TEM 명시야상 이미지(bright field image)와 회절패턴(selected area diffraction pattern)이다. Fig. 2(a)에 나타난 명시야상 이미지에서 휘스커 성장방향으로 명암띠(contrast band)를 볼 수 있고, Fig. 2(b)에 나타난 회절패턴에서는 회절점 사이에 선(streak)이 나타나는 것을 볼 수 있다. 이같은 명암띠와 선은 적층결함 때문에 나타나는 것이다.<sup>7-10,12,13,18)</sup> 따라서 Fig. 2는 형태 I 휘스커에 성장방향으로 많은 적층결함이 존재한다는 것을 보여주고 있다.

Fig. 3은 형태 II 휘스커의 명시야상과 회절패턴이다. 일부 휘스커들은 적층결함이 없는 부분(Fig. 3(a)의 A)

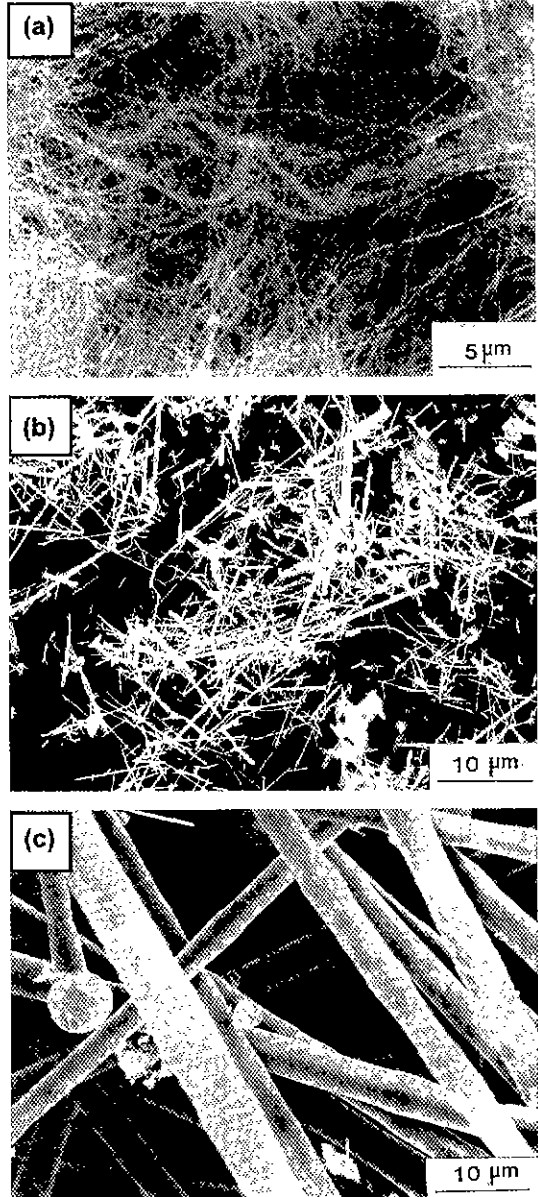


Fig. 1. Representative microstructure of SiC whiskers: (a) Type I, (b) Type II and (c) Type III SiC whiskers.

과 적층결함이 많은 부분(Fig. 3(a)의 B)이 교대로 나타나는 구조를 갖고 있었다. 이 휘스커의 회절패턴에서도 A 부분은 적층결함이 없으며(Fig. 3(b)), B 부분은 적층결함이 많은 것으로 나타났다(Fig. 3(c)). Wang 등<sup>7)</sup>은 기상-고상 기구로 성장한 탄화규소 휘스커에서 지름이 증가함에 따라 형태 I에서 형태 II와 같은 휘스커들이 나타난다고 보고하면서, 이를 시간에 따른 반응기체의 농

Table 1. Growth Conditions and Characteristics of SiC Whiskers

Designation	Growth site	Growth mechanism	Reaction conditions				Diameter ( $\mu\text{m}$ )	Relative intensity ( $I_{335}/I_{414}$ )
			T ( $^{\circ}\text{C}$ )	t (h)	SiO ( $\text{mole}\cdot\text{min}^{-1}$ )	Catalyst		
Type I	Substrate	Vapor-solid	1450	5	$>\sim 3 \times 10^{-4}$	none	$<0.2$	2.83
Type II	Rice-hulls	Vapor-solid, two-stage	1450	5	-	impurities	$<0.6$	1.01
Type III	Substrate	Vapor-liquid-solid	1450	5	$\sim 4 \times 10^{-4}$	Fe ( $5 \mu\text{m}$ )	2~10	0.11

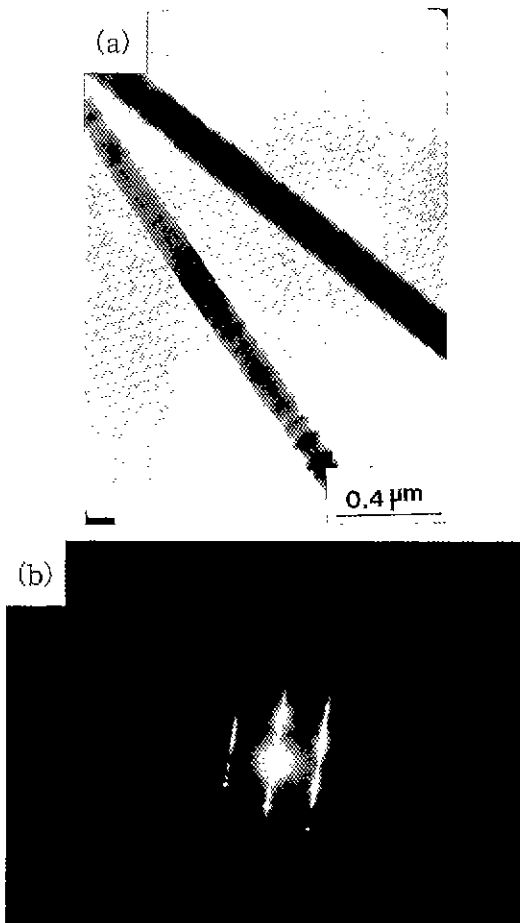


Fig. 2. Bright field image (a) and selected area diffraction pattern (b) of the Type I SiC whiskers.

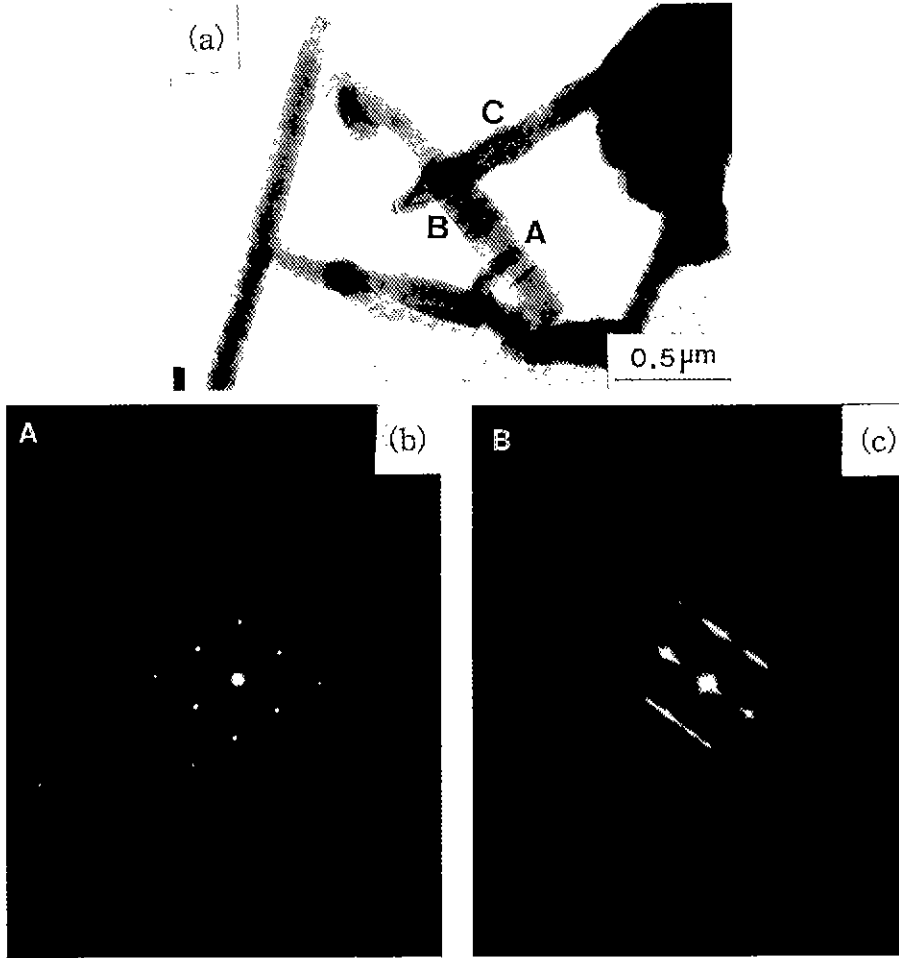
도 변화, 성장방향에 대해  $70.5^{\circ}$ 의 각을 갖는  $\{111\}$  면 (facet)의 형성, 그리고 표면 에너지로 설명하였다. 또한 연구에서 형태 II에 속하며  $\text{H}_2$  분위기의 고순도 흑연 기관에서 기상-고상 성장기구로 합성한 휘스커도 적층결합이 있는 부분과 없는 부분이 교차하는 구조를 가졌

다(Fig. 4). 따라서 이 휘스커는 기상-고상 기구로 성장한 것으로 판단되었다. 한편 Moire 패턴을 나타내는 휘스커(Fig. 3(a)의 C)도 관찰되었는데, 이런 패턴은 휘스커에 적층결합과 전위가 있을 때 나타난다.<sup>15)</sup> 따라서 이 휘스커는 2단계 성장기구로 성장한 것으로 보이며, 이에 따라 왕겨안에서 기상-고상 기구로 성장한 휘스커와 2단계 성장 기구로 성장한 휘스커가 동시에 합성된다는 것을 알 수 있었다.

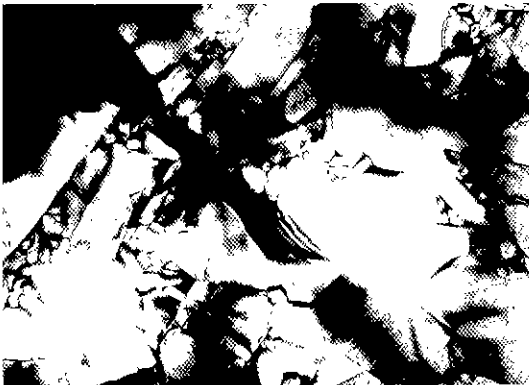
Fig. 5는 형태 III 휘스커의 명시야상과 회절패턴이다. Fig. 5(a)에서 나타난 것처럼 지름이 약  $2 \mu\text{m}$ 인 탄화규소 휘스커는 명시야상에서 명암띠가 없으며, Fig. 5(b)에서 보는 회절패턴에서도 회절점 사이에 선들이 나타나지 않았다. Fig. 5(c)와 (d)는 지름이 약  $7 \mu\text{m}$ 에 달하는 또다른 형태 III 휘스커의 명시야상과 회절패턴을 보여주고 있다. 이 경우 명시야 상에서는 Fig. 5(c)에서 볼 수 있는 것처럼 아주 좁은 부분에서 적층결합 때문에 생기는 명암띠 나타났으나(화살표로 지시한 부분), 회절패턴에서는 선이 나타나지 않았다. 회절패턴에서 선이 나타나지 않는 것은 적층결합 수가 아주 적기 때문인 것으로 보인다. 한편 TEM 시편을 준비할 때 복합체로 만드는 과정에서는 적층결합이 없어지지않는 것으로 확인하였다. 즉 Fig. 4에서 볼 수 있는 것처럼 형태 II 휘스커의 경우 복합체로 만들어도 적층결합은 그대로 남아 있었다. 따라서 형태 III 휘스커는 원래부터 적층결합이 거의 없었던 것으로 판단된다.

TEM에서 관찰한 결과는 XRD로 분석한 결과와 일치한다. 예를 들어,  $I_{335}/I_{414}$  값이 2.83으로 매우 큰 형태 I 휘스커는 TEM에서 많은 적층결합이 발견되었고,  $I_{335}/I_{414}$  값이 0.11로 매우 작은 형태 III 휘스커는 적층결합이 거의 발견되지 않았다.

Table 1에 나타난 결과와 TEM에서 관찰한 결과로부터 탄화규소 휘스커에 존재하는 적층결합의 양과 휘스커 지름이 서로 상관관계를 갖고 있다는 것을 알 수 있다. 즉, 휘스커의 지름이 감소할수록 적층결합의 수가 증가하는 경향이 나타났다. ANNNI 모델(axial next nearest-neighbor Ising model)<sup>7,22)</sup>에 따르면 탄화규소



**Fig. 3.** Bright field image and selected area diffraction patterns of the Type II SiC whiskers: (a) bright field image, (b) selected area diffraction pattern of the section A and (c) selected area diffraction pattern of the section B.



**Fig. 4.** Bright field image of Type II SiC whiskers grown on the high-purity graphite substrate in a  $H_2$  atmosphere.

휘스커에서 적층결함이 발생하면 적층결함이 없는 경우보다 낮은 에너지를 갖는 것으로 계산된다. 또 적층결함에 발생하면 표면에  $\{111\}$  면(facet)이 생긴다. 이  $\{111\}$  면은 적층결함이 없을 때 표면에 생기는  $\{211\}$  이나  $\{110\}$  면에 비해 낮은 표면 에너지를 갖는다.<sup>7)</sup> 따라서 에너지 관점에서 볼 때 탄화규소 휘스커가 성장하는 동안 적층결함이 생기면 이로 인해 자체 에너지가 낮아지고, 또  $\{111\}$  면이 생기면서 부가적으로 표면 에너지가 낮아진다. 한편, 휘스커 지름이 작아지면 상대적으로 휘스커의 비표면적(specific lateral surface area)이 증가한다. 따라서, Wang 등<sup>7)</sup>이 기상-고상 성장기구로 성장한 경우 탄화규소 휘스커의 지름이 약  $0.2 \mu m$ 로 감소함에 따라 적층결함의 수가 크게 증가하는 것을 설명한 경우와 같이, 휘스커 지름이 작아지면서 휘스커가

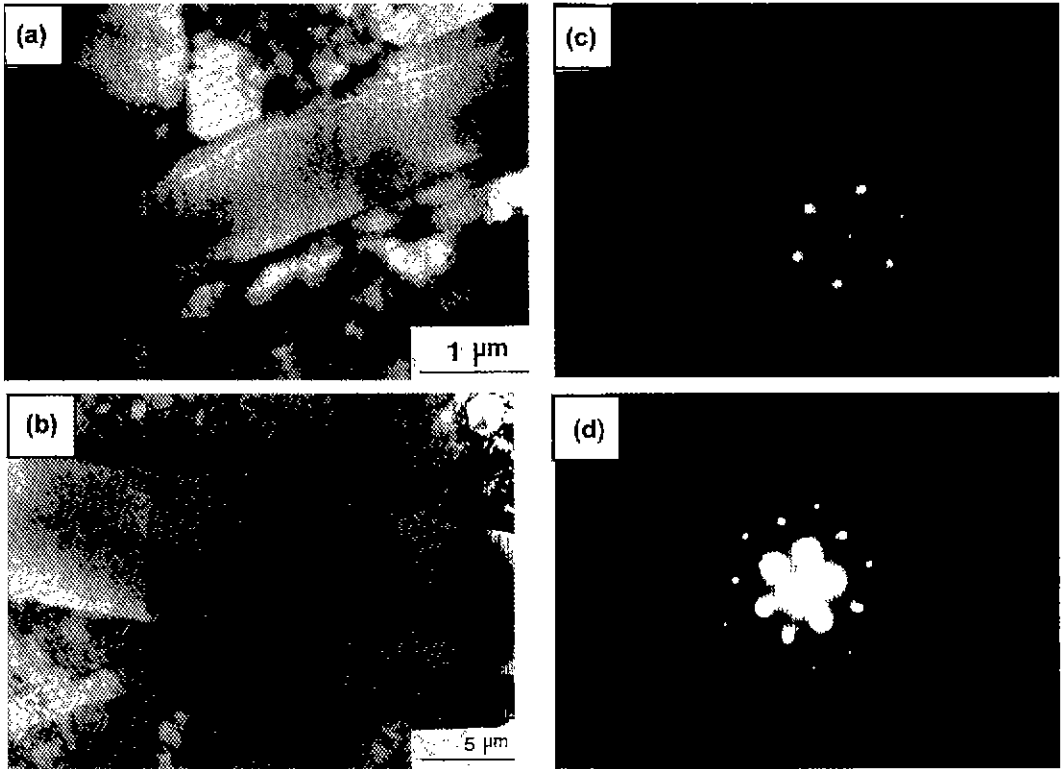


Fig. 5. Bright field images ((a) and (c)), and selected area diffraction patterns ((b) and (d)), of the Type III SiC whiskers.

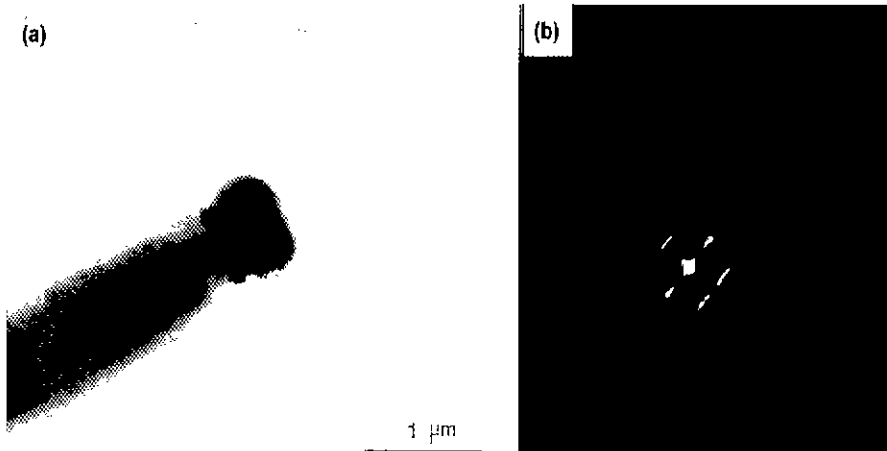


Fig. 6. Bright field image (a) selected area diffraction pattern and (b) of the small diameter Type III SiC whiskers.

형성될 때 표면 에너지가 차지하는 비중이 커지며, 이를 상쇄하기 위해 적층결합이 계속 형성되는 것으로 판단된다.

한편 Seo 등<sup>18)</sup>은 기상-액상-고상 성장기구와 같이 액

상을 통해 탄화규소 휘스커가 성장하는 과정은 기상-고상이나 2단계 성장기구와 같이 기상으로부터 직접 탄화규소 휘스커가 성장하는 과정보다 평형에 가까운 과정이기 때문에 적층결합 생성이 억제될 수 있다고 보고하

였다. Fig. 6은 이 연구에서  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 로 이용하여 촉매 크기를 조절해서 합성한 지름이 작은( $<1 \mu\text{m}$ ) 탄화규소 휘스커의 명시야상과 회절패턴이다. Fig. 6(a)에서 볼 수 있듯이 기상-액상-고상기구의 전형적인 결과인 금속 액적을 휘스커 끝에서 볼 수 있다. 또한 적층결합으로 생기는 명암띠가 있는 부분을 관찰할 수 있고, 회절패턴에서 이 휘스커에는 적층결합이 많이 포함되었다는 것을 알 수 있다(Fig. 6(b)). 이 결과는 기상-액상-고상 기구로 성장한 탄화규소 휘스커에서도 휘스커의 지름이 작아 비표면적이 증가할 경우 많은 적층결합이 발생할 수 있다는 것을 보여주고 있다.

#### 4. 결 론

열탄소환원법으로 탄화규소 휘스커를 각기 다른 성장 기구를 통해 합성하였다. 각 휘스커를 XRD와 TEM으로 분석한 결과 휘스커의 지름이 감소함에 따라 적층결합이 많이 존재하는 것으로 나타났다. 즉, 휘스커 지름이  $1 \mu\text{m}$  이하로 작아지는 경우 적층결합이 많아지고, 기상-액상-고상 기구로 성장한 지름이  $2 \mu\text{m}$  보다 큰 경우 적층결합이 거의 없는 것으로 나타났다. 이것은 휘스커의 지름이 감소함에 따라 비표면적이 증가하는 것과 밀접한 관계가 있는 것으로 나타났다.

#### REFERENCES

- G.C. Wei and P.F. Becher, "Development of SiC-Whisker-Reinforced Ceramics," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **64**(2), 298-304 (1985).
- P.D. Shalek, J.J. Petrovic, G.F. Hurley and F.D. Gac, "Hot-Pressed SiC Whisker/ $\text{Si}_3\text{N}_4$  Matrix Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **65**(2), 351-356 (1986).
- R. Lundberg, L. Kahlman, R. Pompe, R. Carlsson and R. Warren, "SiC-Whisker-Reinforced  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Composites," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **66**(2), 330-333 (1987).
- P.A. Janeway, "ART: Reinforcing Tomorrow Technology," *Ceram. Ind.*, (4), 42-44 (1992).
- J.M. Schoenung, "The Economics of Silicon Carbide Whisker Fabrication," *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, **12**(9,10), 1943-51 (1991).
- J.G. Lee and I.B. Cutler, "Formation of Silicon Carbide from Rice Hulls," *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **54**(2), 195-198 (1975).
- L. Wang, H. Wada and L.F. Allard, "Synthesis and Characterization of SiC Whiskers," *J. Mat. Res.*, **7**(1), 148-163 (1992).
- W.-S. Seo and K. Koumoto, "Stacking Faults in  $\beta$ -SiC Formed During Carbothermal Reduction of  $\text{SiO}_2$ ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(7), 1777-1782 (1996).
- S.R. Nutt, "Microstructure and Growth Model for Rice-Hull-Derived SiC Whiskers," *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**(3), 149-156 (1988).
- K.M. Knowels and M.V. Ravichandran, "Structure Analysis of Inclusions in  $\beta$ -Silicon Carbide Whiskers Grown from Rice Hulls," *J. Am. Ceram. Soc.*, **80**(5), 1165-1173 (1997).
- J.V. Milevski, F.D. Gag, J.J. Petrovic and S.R. Skaggs, "Growth of Beta-Silicon Carbide Whiskers by the VLS Process," *J. Mat. Sci.*, **20**, 1160-1166 (1985).
- H. Wang, Y. Berta and G.S. Fischman, "Microstructure of Silicon Carbide Whiskers Synthesized by Carbothermal Reduction of Silicon Nitride," *J. Am. Ceram. Soc.*, **75**(5), 1080-1084 (1992).
- R.D. Jong and R.A. McCauley, "Growth of Twinned  $\beta$ -Silicon Carbide Whiskers by the Vapor-Liquid-Solid Process," *J. Am. Ceram. Soc.*, **70**(11), C-338-C-341 (1987).
- H.J. Choi and J.G. Lee, "Continuous Synthesis of Silicon Carbide Whiskers," *J. Mat. Sci.*, **30**, 1982-1986 (1995).
- M.E. Brito, Y. Bando, M. Mitomo and S. Saito, "Microstructural Features of Sintered  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$ -Whiskers Composites: Mechanical Integrity Whiskers," *J. Mat. Sci.*, **29**, 250-254 (1994).
- L.M. Russel, K.Y. Donaldson, D.P.H. Hasselman, N. D. Corin, J.J. Petrovic and J.F. Rhodes, "Effect of Vapor-Liquid-Solid and Vapor-Solid Silicon Carbide Whiskers on the Effective Thermal Diffusivity/Conductivity of Silicon Nitride Matrix Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**(4), 874-877 (1991).
- D.P.H. Hasselman, K.Y. Donaldson, J.R. Thomas. JR. and J.J. Brennan, "Thermal Conductivity of Vapor-Liquid-Solid and Vapor-Solid Silicon Carbide Whisker-Reinforced Lithium Aluminosilicate Glass-Ceramic Composites," *J. Am. Ceram. Soc.*, **79**(3), 742-748 (1996).
- W.-S. Seo and K. Koumoto, "Effect of Boron, Carbon, and Iron Content on the Stacking Fault Formation during Synthesis of  $\beta$ -SiC Particles in the System  $\text{SiO}_2$ -C- $\text{H}_2$ ," *J. Am. Ceram. Soc.*, **81**(5), 1255-1261 (1998).
- H.J. Choi and J.G. Lee, "Synthesis of Silicon Carbide Whiskers (I): Reaction Mechanism and Rate-Controlling Reaction," *J. Kor Ceram. Soc.*, **35**(12), 1329-1336 (1998).
- H.J. Choi, "Synthesis Mechanism of Silicon Carbide Whiskers," Ph. D. Thesis, Yonsei University (1996).
- H. Takayama, N. Sutoh and N. Murakawa, "Quantitative Analysis of Stacking Faults in the Structure of SiC by X-ray Powder Profile Refinement Method," *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **96**(10), 1003-1011 (1988).
- C. Cheng, R.J. Needs and V. Heine, "Inter-layer Interactions and the Origin of SiC Polytypes," *J. Phys., C*, **21**, 1049-1063 (1988).