

Direct Strength Evaluation of the CVD SiC Coating of TRISO Coated Fuel Particle with Micro Hemi Spherical Shell Configuration

Hyeon Keun Lee and Do Kyung Kim[†]

Department of Materials Science and Engineering Korea Advanced Institute of Science and Technology (KAIST), Daejeon 305-701, Korea
(Received July 3, 2007; Accepted July 18, 2007)

마이크로 반구 셸 형상의 화학증착 탄화규소 TRISO 코팅층의 파괴강도 직접평가

이현근 · 김도경[†]

한국과학기술원 신소재공학과
(2007년 7월 3일 접수; 2007년 7월 18일 승인)

ABSTRACT

CVD-SiC coating has been introduced as a protective layer in TRISO nuclear fuel particle of high temperature gas cooled reactor (HTGR) due to its excellent mechanical stability at high temperature. In order to prevent the failure of the TRISO particles, it is important to evaluate the fracture strength of the SiC coating layer. It is needed to develop a new simple characterization technique to evaluate the mechanical properties of the coating layer as a pre-irradiation step. In present work, direct strength measurement method with the specimen of hemi-spherical shell configuration was suggested. The indentation experiment on a hemisphere shell with a plate indenter was conducted. The fracture strength of the coating layer is related with the critical load for radial cracking of the shell. The finite element analysis was used to drive the semi-empirical equation for the strength measurement. The SiC hemispherical shells were successfully recovered from the section-grinding of TRISO coated particle and successive heat treatment in air. The strength of CVD-SiC coating layer was evaluated from the experimentally measured critical load during the indentation on SiC hemisphere shell. Weibull diagram of fracture strength was also constructed. This study suggested a new strength equation and experimental method to measure the fracture strength of CVD-SiC coating of TRISO coated fuel particles.

Key words: Silicon carbide coating, Fracture strength, Direct strength measurement method, Finite element analysis

1. 서 론

탄화규소(SiC)는 밀도가 낮고 탄성률, 경도 및 강도 등의 기계적 특성이 우수하며, 고온에서 높은 강도 및 산화 저항성을 가지고 있는 대표적인 엔지니어링 세라믹이다. 소결공정에 의해 제조되는 탄화규소 부품은 고온 기계적 응용분야에 널리 이용되고 있으며, 화학증착법으로 제조되는 탄화규소 코팅층은 핵연료 입자의 코팅층, MEMS, 그리고 고온 고출력 반도체소자 등에 사용되고 있다. 그 중에서 차세대 원자력 에너지원으로 연구되고 있는 고온 가스냉각로(HTGR: High Temperature Gas-cooled Reactor)의 입자형 코팅 핵연료(TRISO)에 응용되는 탄화규소 코팅은 층상구조로 이루어진 TRISO 입자의 코팅층 중의 한 층을 이루고 있으며 입자의 기계적 강도를 유지하는 중요한 역할을 담당하고 있다.¹⁾

고온가스냉각로에 있어 중요한 요소 기술 중 하나인

TRISO입자 핵연료는 핵분열 시 핵 반응 부산물의 유출을 방지하기 위하여 높은 강도와 안정성을 가져야 한다. 이를 위하여 TRISO형 핵연료의 중간층으로서 탄화규소 층이 제안되었고, 많은 연구 개발이 이루어져 왔다.^{2,3)} 이러한 탄화규소 층의 물리적 특성 및 두께, 그리고 파괴강도 등의 기계적 특성을 측정하는 것은 TRISO 입자의 열적/기계적 안정성을 결정하는 데 중요한 역할을 한다. 기존의 TRISO 입자 평가 방법은 조사(irradiation) 및 가열(heating)에 의한 반응 생성물의 누출 확인 실험이었으나 이러한 평가 방식은 복잡한 공정이 요구되며 실험의 안정성에 문제가 있었다.^{4,5)} 따라서, 핵연료 입자 설계, 연료 제조공정의 개발 및 새로운 코팅소재의 개발에 있어서 비교적 간단한 조사 전(pre-irradiation) 단계의 연료입자 코팅층의 기계적 특성 평가를 위한 새로운 특성 평가 기법의 개발이 필요하게 되었다.

본 연구에서는 중성자 조사 전 단계에서 입자형 연료의 코팅층의 기계적 특성 평가를 위해 탄화규소 코팅층으로 이루어진 반구형 셸에 압자로 하중을 가하여 셸의 안쪽 밑면에 집중된 인장응력을 측정하는 특성 평가 기

[†]Corresponding author : Do Kyung Kim
E-mail : dkkim@kaist.ac.kr
Tel : +82-42-869-4118 Fax : +82-42-869-3310

법(direct strength measurement method)을 이용하였다. 코팅층으로 이루어진 반구형 셀을 인텐테이션 시 안쪽 표면에 집중된 인장응력으로 인해 균열이 발생하게 되고 이 균열을 나타내는 임계 하중 값과 코팅 구조 변수와의 관계를 토대로 코팅층의 파괴강도를 예측할 수 있다. 이 평가방법은 서로 다른 탄성률을 갖는 2중층이나 3중층의 구조로부터 코팅층의 강도를 평가하는 이전 결과와 비교하여 직접 마이크로 셀의 강도를 평가하는 방법이다.⁶⁻⁹⁾ 이를 위하여 인가하중 및 마이크로 셀의 변수에 따른 응력 분포를 유한요소해석을 통해 분석하였고, 최종적으로 강도 평가식을 도출하였다. 이어서 실험적으로 탄화규소 마이크로 반구 셀에 균열이 발생하는 임계하중을 측정하였으며, 도출한 평가식에 의하여 TRISO 입자의 화학증착 탄화규소 코팅층의 강도 값을 평가하고 파괴강도의 Weibull 분포를 나타내었다.

2. 강도평가식의 도출을 위한 유한요소 해석

직경 1 mm 정도의 소형 탄화규소 반구형 셀의 강도를 측정하기 위하여 direct strength measurement 방법을 적용

하였다. Direct strength measurement 방법은 반구형 셀의 위 표면을 평판형 압자로 하중을 인가할 때 반구의 안쪽 밑면에 인장 응력이 집중되어 균열이 발생하여 파괴가 일어나는 것을 이용한 방법으로 Fig. 1에 개략적인 실험 장치를 나타내었다. 이 방법을 강도 측정에 적용하기 위해

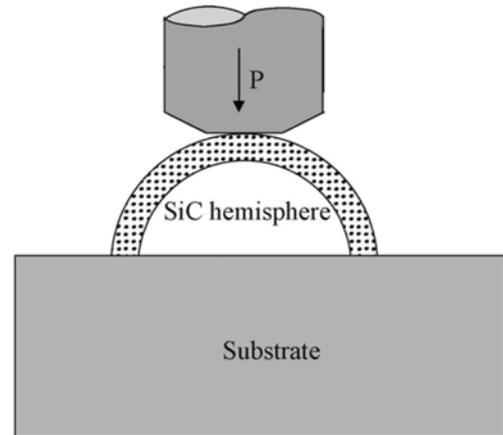


Fig. 1. Schematic of direct strength measurement method experimental setup.

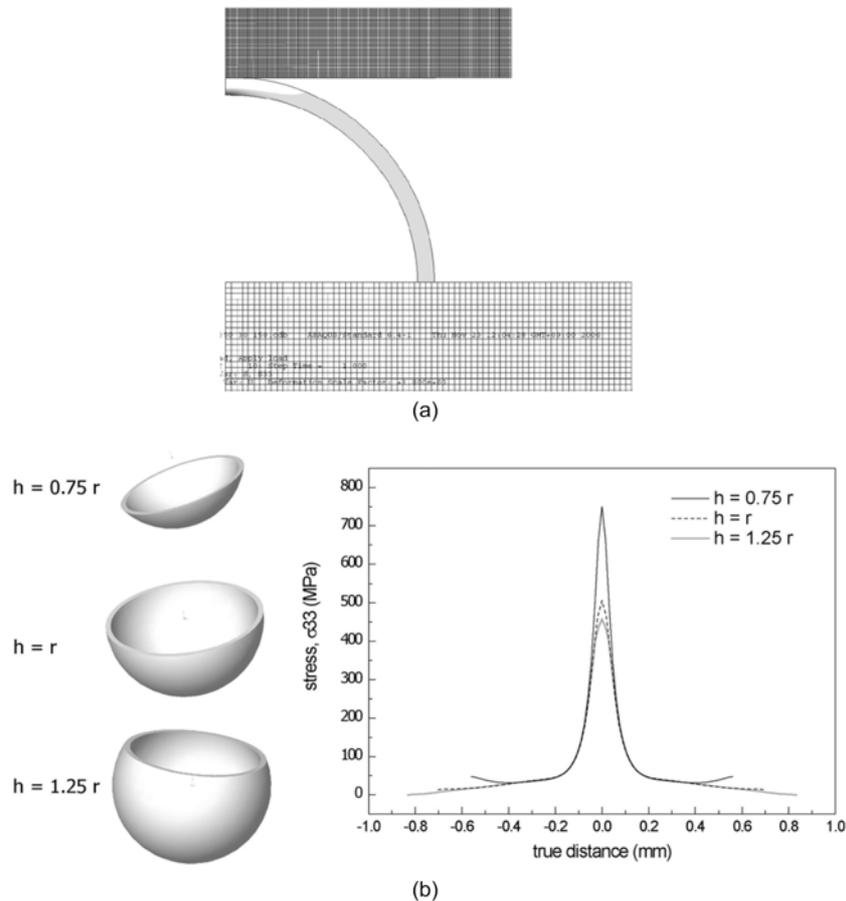


Fig. 2. (a) Tensile stress distribution with indentation load 2 N and (b) schematic shape of SiC shell and tensile stress distribution with each SiC shell shape.

서는 인텐테이션 시에 파괴가 일어나는 하중과 반구형 셸의 강도와의 관계식이 필요하게 된다.

본 연구에서는 direct strength measurement 방법에서의 강도 평가식을 도출하기 위하여 유한요소 법을 이용하여 응력분포를 해석하였으며 유한요소 법 해석을 위해서 ABAQUS를 사용하였다. 인텐테이션 시 반구 셸에 작용하는 응력 분포를 보기 위하여 실험모델의 기초 계산을 실행하였다. 인가하중이 2N인 경우 인텐테이션 시 반구 셸 내의 응력 분포를 Fig. 2 (a)에 나타내었다. 그림에서 보면 반구 셸의 안쪽 밑면에 응력이 집중되는 것을 확인할 수 있으며, 이러한 응력이 재료의 강도에 도달한 경우에 균열이 발생하며 파괴가 일어남을 예측할 수 있다. Fig. 2 (b)에는 반구 셸의 형상과 그에 따른 응력분포의 변화를 나타내었다. 반구 셸의 모양은 Fig. 2 (b)에 나타낸 것처럼 반구보다 작은 모양인 높이 $h=0.75r$ 인 경우, 정확한 반구 ($h=r$), 반구보다 큰 모양($h=1.25r$)의 세 가지를 고려하였다. 높이가 반구보다 작은 모양의 경우에는 응력의 크기가 정확한 반구에 비해 크게 나타나며, 반구보다 큰 모양의 경우는 정확한 반구인 경우와 큰 차이가 없음을 확인할 수 있었다. 각각의 경우 모두 접촉부위 바로 안쪽 부분에 응력이 집중되는 것으로 나타났으며 이를 바탕으로 본 연구에서는 셸의 모양은 반구로 가정하고 진행하였다.

Direct strength measurement 방법으로 강도 평가 시에 적용 될 수 있는 변수들인 인가 하중, 반구의 반경, 반구의 두께, 시료 및 압자의 탄성률을 고려하여 유한요소해석을 행하였다. 유한요소법 해석에서 반구는 반경 R 과 두께 t 를 가지고 있으며, 탄성률은 $E_{hemisphere}$ 의 값을 갖는다고 하였다. 반구를 기관 위에 놓고 $E_{indenter}$ 의 탄성률 값을 가지는 평판형 압자로 하중 P 를 가하였으며, 압자와 반구의 탄성률을 하나의 복합 탄성률인 E^* 로 합하여 강도 평가식에 적용하였다.

인텐테이션 실험 시 반구 셸의 아래 표면에 인장응력이 걸리는 구조는 다음과 같은 준 경험식으로 표현될 수 있다.

$$\sigma = f(R, t, E_{hemisphere}, E_{indenter}) \times P \quad (1)$$

함수 f 를 결정하기 위하여 유한요소 해석 결과를 사용하였다. 본 연구에서 해석하고자 하는 TRISO 입자의 탄화규소 코팅층의 파괴강도인 500~1000 MPa의 범위에서는 인가 하중이 증가함에 따라 반구 셸 안쪽 밑면의 인장응력이 선형적으로 증가한다고 가정하고 해석을 진행하였다.

먼저 반구 셸의 크기와 두께에 따른 응력 변화를 알아보기 위하여 반경이 300, 350, 400 μm , 두께가 25, 30, 35 μm 인 조건에서 해석하였으며 그 결과를 Fig. 3와 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 3에서 보면 반경이 300~400 μm 까지 변함에 따라 각각의 두께에서 집중된 응력 값이 5%를 오차

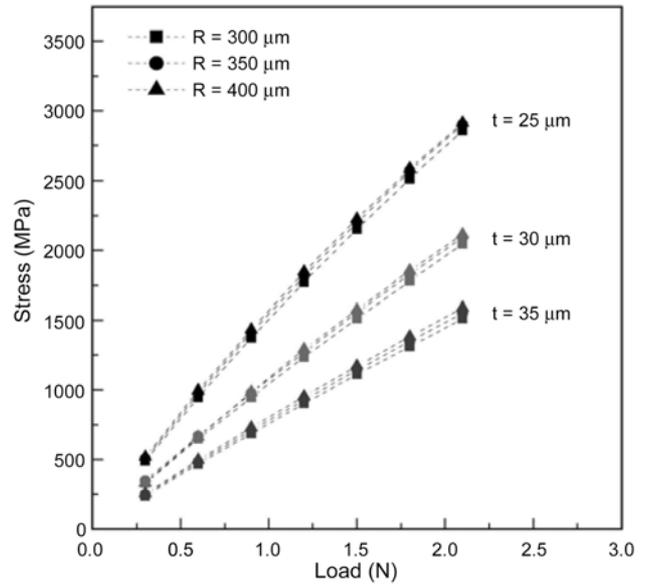


Fig. 3. Induced tensile stress on bottom surface of hemisphere shell versus indentation load with various radii and thickness of hemisphere shell.

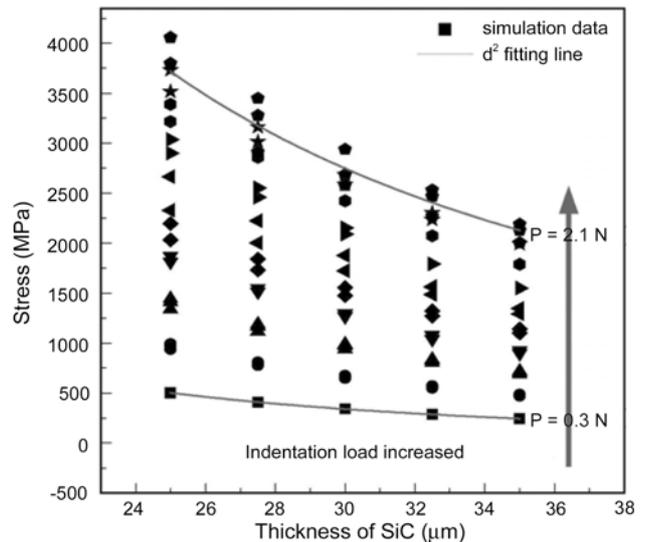


Fig. 4. FEA data for tensile stress as a function of thickness of hemisphere shell for increasing indentation load 0.3 to 2.1 N.

범위에서 일치 하는 것을 볼 수 있다. 이 결과를 볼 때 direct strength measurement 방법에서 반구 셸의 반경의 영향은 TRISO 입자의 탄화규소 코팅의 범위인 300~400 μm 에서 크게 고려하지 않아도 무방하다는 것을 알 수 있다. Fig. 4는 반구 셸의 두께에 따른 응력의 변화를 보인 것으로 인가 하중을 0.3N에서 2.1N까지 변화시켜 가면서 FEM 계산한 응력크기의 결과이다. 그래프의 각 데이터 포인트는 유한 요소 해석 결과를 나타내며 실선은 두께의 제곱에 비례한 식(d^2)을 나타내는 것으로 인가

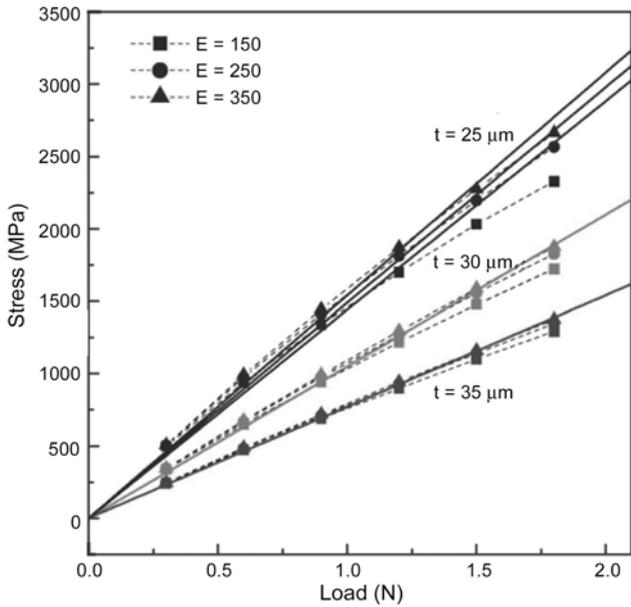


Fig. 5. FEA data for tensile stress as a function of indentation load with various elastic modulus and thickness of hemisphere shell. Solid curves were regenerated from equation 4.

하중이 증가함에 따라 유한 요소 해석 결과와 두께의 제곱에 비례한 식이 잘 일치하는 결과를 보여준다. 이상의 결과로부터 강도 식은 다음과 같이 표현할 수 있다.

$$\sigma = \frac{1}{t^2} \times f(E^*) \times P \quad (2)$$

유효 탄성률인 E^* 에 대한 영향을 구하기 위해 각각 시편인 반구 셸의 탄성률은 150~350 GPa, 압자의 탄성률은 100~614 GPa의 범위에서 계산하였다. 두 재료의 탄성률을 하나로 고려하기 위하여 복합 탄성률을 사용하였으며 다음과 같은 식으로 계산하였다.

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1}{E_{SiC}} + \frac{1}{E_{indenter}} \quad (3)$$

복합 탄성률 E^* 를 이용하여 실험적인 강도 평가식을 구하였으며, 그 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 해석 결과 구한 강도 식은 다음과 같다.

$$\sigma = \frac{1}{t^2} \cdot \frac{E^*}{(\alpha + E^*)} \cdot P, \alpha = 13.21 \quad (4)$$

무차원의 변수 α 는 유한요소 법 해석 결과를 바탕으로 식 (4)에 fitting함으로서 구하였다. Fig. 5에서는 유한요소 법에 의한 해석 결과(데이터 포인트)와 식 (4)에 의한 예측 결과(연결 곡선)를 본 연구에서 고려하여 계산한 반구 셸의 두께와 복합 탄성률 E^* 의 범위를 포함하여 나타내었다. 인가하중 2 N 이하의 범위에서는 유한요소 법 해석

결과와 본 연구에서 제안한 식의 경향이 잘 일치하고 있음을 보여준다. 따라서 반구 셸에 하중을 가하여 균열이 발생하는 임계하중 값을 측정하는 실험으로부터 제안하는 강도평가식을 활용하면 마이크로 반 구형 셸의 파괴 강도를 평가할 수 있게 된다.

3. 실험 방법

TRISO 입자는 약 1 mm 직경을 갖는 구형 입자로 안쪽에 직경 약 600 μm 의 UO_2 로 이루어진 핵(kernel)이 있으며 그 주위를 버퍼층인 열분해 탄소층, 안쪽 열분해 탄소층, 탄화규소 코팅층 그리고 바깥쪽 열분해 탄소층이 둘러싼 구조를 가지고 있다. TRISO 입자에서 기계적 강도를 담당하는 탄화규소 코팅층은 30~40 μm 의 두께를 가지고 있다. 본 연구에서는 TRISO 입자의 탄화규소 코팅층의 강도를 측정하기 위하여 탄화규소 코팅의 반구를 제작하였다. ZrO_2 의 핵에 각 코팅층을 fluidized bed 방법으로 화학 증착하는 방법을 이용하여 제작한 TRISO 입자를 사용하였다.

TRISO 입자를 이용하여 SiC 반구 셸을 제작하는 과정을 Fig. 6에 나타내었다. TRISO 입자를 마운팅 한 후 폴리싱을 통해 입자의 일정부분을 제거하여 반구 모양을 나타내도록 하였다. 그 후에 마운팅 레진을 제거하여 TRISO 입자 반구를 얻었으며, TRISO 입자 반구의 열분해 탄소층을 제거하기 위하여 열분해 탄소층이 산화되는 조건인

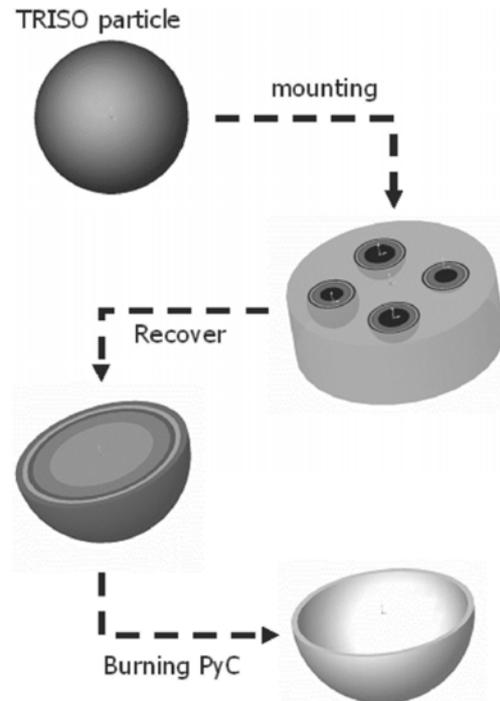


Fig. 6. Schematic of processing SiC hemisphere shell fabrication.

공기 분위기 800 °C에서 1~2 시간 열처리하였다.¹⁰⁾

탄화규소 반구 셸을 인덴테이션 하기 위하여 50 N Load cell이 있는 소형 만능재료시험기(Model 8800D, Instron, Canton, MA, USA)를 사용하였다. 기관 위에 탄화규소 반구 셸을 부착하고 그 위를 평판형 압자로 인덴테이션 하였으며, 압자는 glass 재질의 ($E=100$ GPa) 평판형 압자를 사용하였다. 실험에 사용된 탄화규소 코팅의 탄성률은 나노인덴터(Nanotester, MicroMaterials, Wrexham, UK)를 사용하여 측정하였으며 378 GPa 값을 나타내었다. Berkovich 압자를 사용하였고, 인덴테이션 하중은 최대 100 mN을 가하였으며, 압자의 최대 침투 깊이는 900 nm였다. 인덴터의 크기효과를 배제하기 위해 표준시편으로 실험을 행하여 면적합수를 계산하여 보정하였으며, 기관의 영향을 받지 않기 위해 최대 침투 깊이가 코팅층의 두께인 27~41 μm 의 1/10 이하가 되도록 실험하였다.

4. 결과 및 고찰

Direct strength measurement 방법을 적용하여 TRISO 입자 탄화규소 코팅층의 강도를 평가하였다. 평판형 압자로 탄화규소 반구 셸에 하중을 가할 때 1~2 N의 하중에서 균열이 발생하는 작은 소리가 들리는 것이 관찰되었다. 이는 모델의 전산모사 해석에서 가정한 인가 하중과 시료의 밀면에 인가된 인장응력이 선형적으로 비례하는 구간에서 균열이 발생한 것으로 볼 수 있다. 따라서 본 연구에서는 하중을 가할 때 작은 소리가 처음 관찰되는 하중을 측정하여 임계하중 값으로 놓고, 실험에서 구한 임계하중 값을 유한요소 법으로 도출한 강도 평가식에 적용하여 탄화규소 코팅의 강도를 측정하였다.

탄화규소 반구 셸을 얻기 위해 TRISO 입자를 열처리 하였다. 먼저 폴리싱을 통해 얻은 TRISO 반구를 Fig. 7(a)에 나타내었다. 그림과 같은 TRISO 반구에서 열처리 과정을 통해 열분해 탄소층이 산화되어 핵으로 사용된 ZrO_2 가 탄화규소 반구 셸과 분리되어 떨어져 나오는 것을 확인 할 수 있었으며, 회수된 탄화규소 반구 셸의 사진을 Fig. 7(b)에 나타내었다. 제작된 탄화규소 반구 셸의 두께는 27~41 μm 두께를 나타내었으며, 반구 셸의 직경은 650~750 μm 를 나타내었다. 사용한 TRISO 입자가 완전한 구형을 나타내지 못하고 일그러진 모양을 가지고 있기 때문에 제작한 탄화규소 반구 셸의 모양도 완전한 반구의 모양을 나타내지 못하였다. Fig. 7(c)에 실험에 사용한 탄화규소 코팅의 표면형상의 주사전자현미경 사진을 나타내었으며, 둥근 주상형의 표면형상을 가지고 있음을 관찰하였다.

이러한 탄화규소 반구 셸을 인덴테이션하여 얻은 임계하중 값을 바탕으로 탄화규소 코팅의 강도를 측정하였다. 27~41 μm 두께를 가진 탄화규소 코팅의 강도는 718

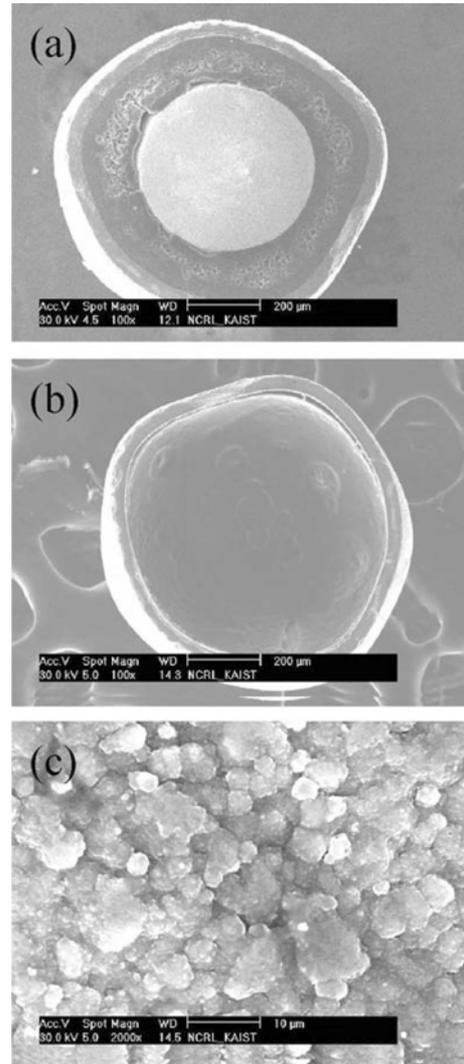
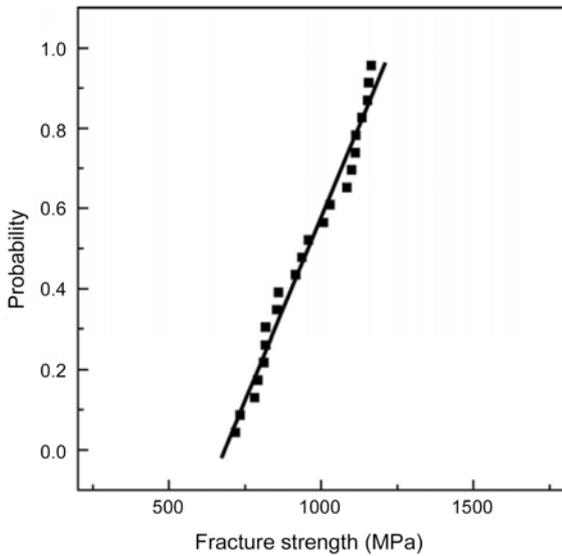


Fig. 7. SEM micrograph of (a) TRISO particle hemisphere, (b) SiC hemisphere shell, and (c) Surface morphology of SiC coating.

~1164 MPa을 나타내었으며 평균 강도 값은 957 MPa, 표준 편차는 153 MPa을 나타내었다. 화학증착 탄화규소층의 강도평가에 대한 연구로써, Kim 등은 1300°C에서 증착된 둥근 주상형의 표면형상을 가진 탄화규소 코팅층의 강도를 삼중층 강도 측정 기법을 이용하여 평가하였으며, 약 20 μm 두께를 가진 탄화규소 코팅층의 강도는 1053 MPa의 값을 가진 것으로 측정하였다.¹¹⁾ 또한 Lee 등은 같은 방법으로 탄화규소 코팅층의 두께와 미세구조 형상에 따라 탄화규소 코팅층의 역학특성을 측정하였다.¹²⁾ Lee 등에 의하면 둥근 주상형의 미세구조를 가지는 탄화규소 코팅층은 20 μm 보다 두꺼운 시편에서 각각 증착온도에 따라 650~850 MPa의 강도를 가진다. 앞의 두 연구에서 측정된 값과 비교해 볼 때, 본 연구에서 direct strength measurement 방법으로 측정된 값이 신뢰할 수 있는 값으로



Material	Specimen	Sample size	Specimen thickness	σ_{mean} (MPa)	m
SiC	Hemisphere shell	22	27~41 μm	1025	6.6

Fig. 8. Weibull diagram for SiC hemisphere shell, tested with direct strength measurement method. The failure probability of the shell was plotted as a function of fracture strength, and the m value indicates the Weibull modulus.

나타남을 확인할 수 있었다. 앞의 두 결과와 강도 값의 차이를 보이는 이유는 두 가지로 설명할 수 있다. 첫 번째는 증착조건, 즉 증착 방법, 증착 온도, 기판 등이 다르기 때문이다. Kim 등과 Lee 등의 실험에서는 LPCVD 방법을 이용하여 흑연 위에 증착하였으며, 각각 증착온도가 1300°C와 1100~1300°C로 다르게 증착되었다. 그러나 본 실험에서 사용된 탄화규소 코팅층은 fluidized bed 방법을 이용하여 상압에서 열분해 탄소층의 기판 위에 증착되었으며, 증착 온도는 1500°C였다. 두 번째로는 실험 방법의 차이로 인한 크기 효과(size effect)를 들 수 있다. 앞의 두 연구에서는 삼중층 강도 평가 기법을 사용하였으며, 본 연구에서는 direct strength measurement 방법을 사용하였다. 인가된 인장응력으로 균열이 일어나는 하중을 측정하는 실험 방식은 같지만 탄화규소 코팅에 인가되는 인장응력의 범위가 다르게 나타나는 크기 효과로 인해 강도 값이 다소 다르게 나타날 것으로 예상된다.

본 연구에서 측정된 화학증착된 탄화규소 마이크로 셸의 강도 값의 Weibull 분포를 Fig. 8에 나타내었다. σ_{mean} 은 1025 MPa였으며, Weibull modulus (m)의 값은 6.66을 나타내었다. 6.66의 m값은 일반적인 세라믹의 m값에 비해 낮은 값을 나타내지만, 실험에서 측정된 시편의 수가 많지 않으므로 더 많은 수의 시편으로 측정할 경우 신뢰할 만한 값이 나올 것으로 판단된다. 이상의 실험 결과와 같이 본 연구에서 제안한 direct strength measurement 방

법에 의해 TRISO 핵연료 입자에 사용되는 탄화규소 코팅층의 기계적 강도를 직접 평가할 수 있었으며 비교적 많은 수의 시료를 신속히 평가 분석할 수 있게 되어 향후 화학증착 탄화규소 코팅층의 기계적 특성을 통계적으로 분석할 수 있는 기반을 마련하였다고 생각된다.

5. 결 론

TRISO 핵연료 입자내의 탄화규소 코팅층의 강도를 평가하는 direct strength measurement 방법을 제시하고 이 방법을 이용하여 파괴강도를 평가하였다. 반구형의 마이크로 셸에 평판형 압자로 하중을 가하여 균열이 발생할 때의 하중을 측정하고 이 임계하중으로부터 강도를 계산하는 direct strength measurement 방법을 적용하였다. 유한요소법을 활용하여 인가하중과 강도와의 관계를 나타낸 강도 평가식을 도출하였다. 탄화규소 코팅의 강도를 측정하기 위하여 TRISO 핵연료 입자를 절단 및 열처리를 통해 탄화규소 반구 셸을 회수하였으며 27~41 μm 의 두께와 650~750 μm 반경의 탄화규소 셸은 718~1164 MPa 범위의 강도 값을 나타내었다. 측정된 강도 값은 Weibull plot으로 나타내었고, 6.66의 Weibull modulus 값과 1015 MPa의 σ_{mean} 값을 얻을 수 있었다. 이들 강도 값은 이전의 연구 결과와 의한 강도 값과 비슷한 값을 나타내고 있었다. 본 연구에서 제시한 마이크로 반구 셸에 대한 direct strength measurement 방법은 TRISO 핵연료 입자의 탄화규소 코팅층의 강도 평가를 위하여 유용한 방법임을 확인하였다.

Acknowledgment

본 연구는 원자력연구소 원자력중장기계획사업 지원으로 수행되었으며 이에 감사 드립니다.

REFERENCES

1. M. Hrovat, H. Huschka, A.-W. Mehner, and W. Warzawa, "Spherical Fuel Elements for Small and Medium Sized HTR," *Nucl. Eng. Des.*, **109** [1] 253-56 (1988).
2. C. Tang, Y. Tang, J. Zhu, Y. Zou, J. Li, and X. Ni, "Design and Manufacture of The Fuel Element for The 10 MW High Temperature Gas-cooled Reactor," *Nucl. Eng. Des.*, **218** 91-102 (2002).
3. G. K. Miller, D. A. Petti, D. J. Varacalle, and J. T. Maki, "Statistical Approach and Benchmarking for Modeling of Multi-dimensional Behavior in TRISO-coated Fuel Particles," *J. Nucl. Mater.*, **317** 69-82 (2003).
4. D. A. Petti, J. Buongiorno, J. T. Maki, R. R. Hobbins, and G. K. Miller, "Key Differences in the Fabrication, Irradiation and High Temperature Accident Testing US and German TRISO-coated Particle Fuel, and Their Implications on Fuel

- Performances,” *Nucl. Eng. Des.*, **222** 281-97 (2003).
5. K. E. Gilchrist and J. E. Brocklehurst, “A Technique for Measuring the Strength of High Temperature Reactor Fuel Particle Coatings,” *J. Nucl. Mater.*, **43** 347-50 (1972).
 6. B. R. Lawn, Y. Deng, P. Miranda, A. Pajares, H. Chai, and D. K. Kim, “Overview: Damage in Brittle Layer Structures from Concentrated Loads,” *J. Mater. Res.*, **17** 3019-36 (2002).
 7. J. H. Kim, P. Miranda, D. K. Kim, and B. R. Lawn, “Effect of an Adhesive Interlayer on the Fracture of A Brittle Coating on A Supporting Substrate,” *J. Mater. Res.*, **18** [1] 222-7 (2003).
 8. H. Chai and B. R. Lawn, “Fracture Modes in Brittle Coatings with Large Interlayer Modulus Mismatch,” *J. Mater. Res.*, **14** [9] 3805-17 (1999).
 9. H. Chai and B. R. Lawn, “Fracture Mode Transitions in Brittle Coatings on Compliant Substrates as a Function of Thickness,” *J. Mater. Res.*, **19** 1752-61 (2004).
 10. Y. Hui-Mei, L. Chang-Wei, Q. Ling-Jun, X. Hua-Qing, X. Tong-Geng, and L. Lan, “Studies on the Thermal Stability of Nano-SiC Powder with Excessive Free Carbon by TG-DTA-MS, XRD and TEM,” *J. Thermal Analysis and Calorimetry*, **85** [3] 657-60 (2006).
 11. J. H. Kim, H. K. Lee, and D. K. Kim, “Strength Measurement of a Brittle Coating With a Trilayer Structure using Instrumented Indentation and in Situ Observation Techniques Strength Measurement of a Brittle Coating with a Trilayer Structure using Instrumented Indentation and in Situ Observation Techniques,” *Phil. Mag.*, **86** 33-5 (2006).
 12. H. K. Lee, J. H. Kim, and D. K. Kim, “Mechanical Properties of Chemical Vapor Deposited SiC Coating Layer(in Korean),” *J. Kor. Ceram. Soc.*, **43** [8] 492-7 (2006).