

## W 활성소결체의 Ni-rich 상의 양이 응력 파단 성질에 미치는 영향에 관한 연구

박대규\*, 김수성, 이경섭

\*현대전자 반도체연구소 공정개발 2실  
한양대학교 금속공학과

A study on the effect of Ni-rich phase on the stress-rupture  
properties of Ni microalloyed W

Dae Gyu Park\*, Su Seong Kim and Kyung Sub Lee

\*Semiconductor Research and Development Laboratories Hyundai Electronics Industries Co. Ltd.,  
Department of Metallurgical Engineering, Hanyang University

**초 록** W-0.4wt% Ni, W-0.8wt% Ni 활성 소결체의 Ni rich상의 양이 응력 파단 성질에 미치는 영향을 조사하기 위하여, direct load creep tester를 사용, 1000°C~1200°C, 수소 분위기에서 응력 파단 시험을 하였다. 100시간 응력 파단 강도는 니켈 함량이 0.4wt%, 0.8wt%로 증가 함에 따라, W-0.2wt% Ni의 경우와 비교하여 1000°C에서 43%, 90%, 1100°C에서 35%, 60% 높았으며, 이는 초기 결정립 조대화, 비이론밀도의 상승과 시험 중 결정립 성장 때문으로 생각된다. W-0.4wt% Ni의 크리프 변형 활성화 에너지는 81.3kcal/mol으로, 변형기구는 Ni rich 상을 통한 W 확산과 결정립 내부 변형이다. 응력 파단 시험 후, 파단면은 입계 파괴 양상을 나타내었다. 소결시 생성된 고립 기공이 결정입계에 있는 Ni rich상을 따라 전파하였기 때문이다.

**Abstract** The effect of Ni-rich phase on the stress-rupture properties of Ni microalloyed W were studied using direct load creep tester at 1000°C, 1100°C, and 1200°C in H<sub>2</sub>. The stress rupture strength of 100hrs. of W-0.4wt% Ni was 43% higher at 1000°C and 35% higher at 1100°C than that of W-0.2wt% Ni due to the larger initial grain size, the higher relative density and the higher grain growth during test. That of W-0.8wt% Ni was 90% higher at 1000°C and 60% higher at 1100°C than that of W-0.2wt% Ni. The activation energy of W-0.4wt% Ni for creep was 81.3 Kcal/mole. It was considered that creep deformation was controlled by the diffusion of W in the Ni rich phase between the grains and the deformation of grains. All of the specimens showed intergranular fracture by grain boundary cavitation and growth of cavity throughout the entire specimen cross-section.

### 1. 서 론

텅스텐은 금속 중 가장 높은 용점(3410°C), 낮은 열 팽창 계수 및 타 재료에 비하여 고온 강도대 비중의 비율이 비교적 높기 때문에 고온 재료로서 중요하다. 이러한 텅스텐에 니켈과 같은 미량의 철족 천이 원소를 첨가하여, 소결 온도를 저하시키는 장점의 활성 소결법<sup>1-3)</sup>은 활성제로 첨가한 원소들이 소결 후, 결정입계에 분산, 석출하여 기계적 성질의 저하 및 나쁜 가공 특성을 나타내는 단점이

있다<sup>4,5)</sup>.

지금까지 텅스텐 활성 소결체의 실용화를 위한 고온 기계적 성질에 관한 자료나 연구는 미흡하다. 특히 응력 파단 성질은 0.2wt% 니켈을 첨가한 텅스텐의 활성 소결체를 응력 파단 실험하여, 파단 변형의 지배적인 기구는 Ni rich상을 통한 텅스텐의 확산 때문이라고 보고한 것이 있을 뿐이다<sup>6)</sup>.

따라서 본 연구에서는 활성제로 첨가한 니켈의 양이 결정 입계에 분산 석출하므로써 응력 파단 성질에 미치는 영향을 정량적으로 조

사하고자, W-0.4wt% Ni, W-0.8wt% Ni의 소결체를 응력 파단 시험한 후, 기 발표한 W-0.2wt% Ni 소결체의 시험 결과<sup>6)</sup>와 비교, 검토하였다.

또한 금속학적 고찰을 통하여, 크리프 변형에 미치는 니켈의 역할을 조사, 연구하였다.

2. 실험 방법

응력 파단 시험용 시편 제조에 사용한 텅그스텐 분말은 순도 99.7%, 평균입도 1.19 $\mu$ m 이었고, 화학 조성과 입도분포는 표 1과 같다.

Table 1. (a) Particle size distribution of W powder.

Powder	size( $\mu$ m)	0-1	1-2	2-3	4-5
1.19 $\mu$ m	w/o	42.7	41	11.4	1.7

(b) Chemical composition of W powder.(ppm)

O <sub>2</sub>	Fe	Co	Ca	Mg	Na	Si	Cr	Ni	Sn	Mo	Cd
2300	10	10	10	10	10	10	10	10	10	25	25

텅그스텐 분말에 최종조성이 0.4wt%, 0.8wt%가 되도록 Ni을 Slurry 방법으로 첨가한 후, 650 $^{\circ}$ C에서 환원한 다음, 550MPa에서 등압 성형하였다.

성형체는 1400 $^{\circ}$ C 수소분위기에서 1시간 소결하였고, 응력 파단 시험용 시편은 소결체를 연마 가공하여, 평행부위 직경 2mm, 길이 25mm인 환봉형으로 그림 1과 같이 제작하였다.

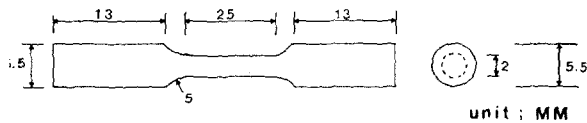


Fig. 1 Configuration of tested specimen.

응력 파단 시험은 온도 1000~1200 $^{\circ}$ C, 하중 1.0~9.0kg/mm<sup>2</sup>, 수소를 0.5 l/min.로 주입하여, 환원성 분위기에서 수행하였다.

시편의 변형량은 시험장치의 하부 풀링 로드(pulling load)에 LVDT를 부착하여  $\pm 1.0 \times 10^{-6}$ m까지 측정할 것과 시편 평행부에 표시

한 표점거리를 실험 전·후에 버니어캘리퍼스로 측정할 것을 비교, 검토 함으로써 상기의 측정치를 보정하였다. 크리프 속도에 미치는 응력 및 온도의 영향을 분석하여, 응력지수, 크리프 변형에 필요한 활성화 에너지를 구하였다. 크리프 시험 전 후, 니켈 rich 상의 존재 위치 및 모양 변화를 관찰하고자, 시험 전에는 광학현미경, 시험 후에는 표면에서 SEM으로 조사하였다. 응력 파단 시험 후의 결정립 내의 변형은 평행부위에서 가해진 응력의 수직방향으로 시편을 절단한 후, 기계적

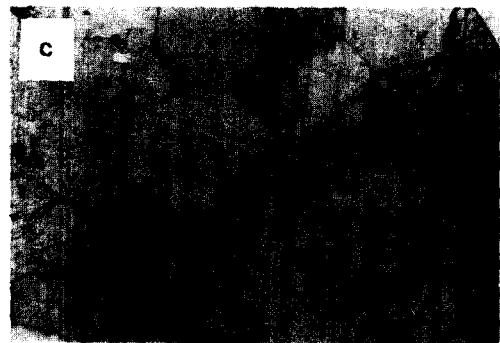
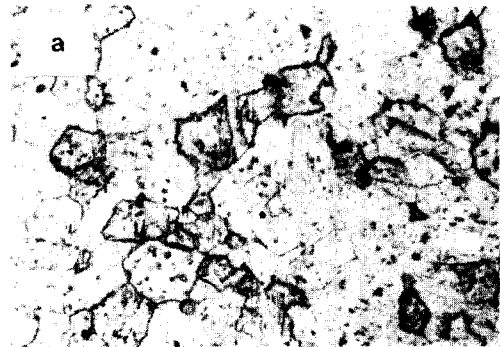


Fig. 2 Microstructure of Ni microalloyed W sintered for 1hr. at 1400 $^{\circ}$ C in H<sub>2</sub>( $\times 200$ )

(a) W-0.2wt% Ni (b) W-0.4wt% Ni (c) W-0.8wt% Ni

연마로 0.1mm, 전해연마로 100 Å 두께의 TEM시편으로 조사하였다. 사용한 TEM은 JEOL-200이었고, 가속 전압은 200KV이었다.

### 3. 실험결과 및 고찰

#### 3-1. 시편조직

그림 2는 실험에 사용한 1시간 활성 소결체의 기본조직사진으로 a)는 W-0.2wt% Ni, b)는 W-0.4wt% Ni c)는 W-0.8wt% Ni이다. 세 조직 모두 등축 결정립이었고, 활성제 니켈의 첨가량이 0.2wt%에서 0.4wt%, 0.8wt%로 상승함에 따라, 결정립 크기는 a)의 13 $\mu$ m에서 b)의 15 $\mu$ m, c)의 20 $\mu$ m으로 증가 하였으며, 비이온밀도(실제밀도/이론밀도) 95.3%에서 97.0%, 97.3%으로 증가하였다. 활성제 양의 증가로 인하여, 결정입계에 불연속적으로 분산 석출된 Ni rich상이 더 많아지고, 이를 통한 텅스텐의 확산이 촉진되어 조밀화 및 결정립이 성장하였다. 또한, 결정립 합체(coalescence)와 결정립 곡률에 의한 성장도 기여하였다고 생각된다.

#### 3-2. 응력 파단 시험

그림 3은 1000°C, 4.5kg/mm<sup>2</sup>에서 응력 파단 시험한 W-2.0wt% Ni, W-0.4wt% Ni, W-0.8wt% Ni의 전형적인 크리프 곡선이다.

각 시편 공히 3차 크리프 영역은 관찰되지 않았다. 변형률은 W-0.2wt% Ni의 경우 5.11% W-0.4wt% Ni의 경우 5.48%, W-0.8wt% Ni는 5.6%로 유사하였고, 파단시간은 W-

0.2wt% Ni 시편은 5시간 33분, W-0.4wt% Ni 시편은 68시간 58분이었으나, W-0.8wt% Ni 시편은 336시간 진행 중이었다.

Matlock과 Nix<sup>7)</sup>는 크리프 시험에서 총 크리프 속도에 미치는 결정립 크기의 영향을 보고하였다. 총 크리프 속도는 개개의 크리프 속도의 합으로 주어지고, 각 크리프 속도의 결정립 크기 의존성을 알면, 총 크리프 속도의 결정립 크기 의존성을 알 수 있다고 하였다. 결정립 크기가 작은 경우에 크리프 속도는 결정입계 확산이 크리프를 지배하므로 크리프 속도가 빨라 크리프 강도는 저하되고, 결정립이 큰 경우에는 결정립 변형이 크리프를 지배하므로 크리프 속도가 느려지므로 크리프 강도가 증가한다고 보고 하였다.

Ni함량이 증가함에 따라 파단시간이 증가하는 것은 초기 결정립 크기가 17%, 53% 크고, 선재된 기공의 분율이 3%, 2.7%로 감소한 것과 시험중 결정립 성장이 촉진되기 때문으로 생각된다.

그림 4는 W-0.4wt% Ni, 1시간 소결체를 응력 파단 시험한 결과이다. 실험온도가 1000°C, 1100°C, 1200°C로 상승함에 따라, 파단 시간은 감소하였다. 실험 온도가 1000°C에서 1100°C, 1200°C로 증가함에 따라, 응력/파단 시간의 기울기 변화가 -0.030에서 -0.015, -0.31로 변화 하였다. W-0.2wt% Ni는 각 온도에서 -0.025에서 -0.014, -0.09이었으며, 온도변화에 대한 크리프 강도는 W-0.4wt% Ni이 W-0.2wt% Ni보다 영향이 컸다. 즉 온

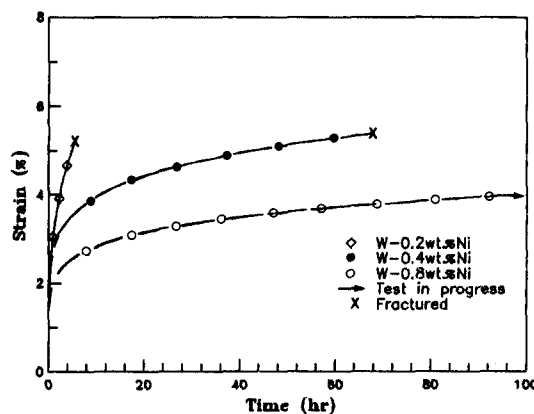


Fig. 3 Creep curves for Ni microalloyed W at 1000°C and 4.5kg/mm<sup>2</sup>.

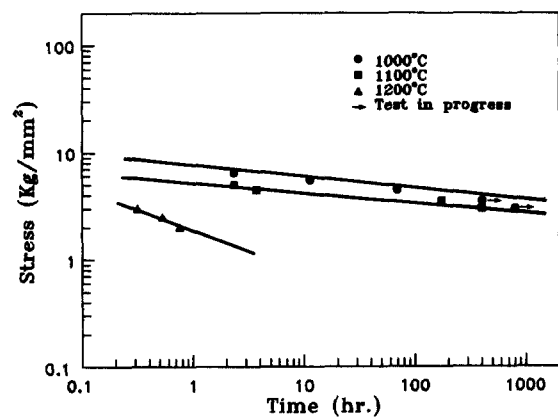


Fig. 4 Stress-Rupture life of W-0.4wt% Ni sintered for 1hr.

도가 상승함에 따라, 단 시간 파단 시험에서는 W-0.4wt% Ni이 W-0.2wt% Ni보다 크리프 강도가 컸으나, 장 시간 파단 시험에서는 W-0.4wt% Ni이 W-0.2wt% Ni보다 크리프 강도가 저하할 것으로 생각된다.

실험 중 크리프 강도는 조직의 변화에 영향을 받는다. 실험 중, 초기에는 결정립 성장에 의하여 크리프 강도는 증가한다. 실험온도가 상승함에 따라 결정립계에 존재하는 Ni rich상의 강도와 viscosity의 감소에 의하여 크리프 강도가 저하한다. 문과 김<sup>6)</sup>은 염용액 환원법의 경우 Ni의 용점은 Geguzin의 식을 수정하여 계산한 결과, 260 °K 정도의 저하가 일어나 1200°C 부근에서도 액상으로 존재할 가능성이 있다고 보고 하였다. 결정 입계에 존재 하며, 텅스텐 결정립 보다 용점이 낮은 Ni rich상의 고온강도가 온도 상승함에 따라 결정립 보다 감소 폭이 크므로, 총 크리프 강도는 결정립 보다 Ni rich상의 강도 감소에 지배 받을 것으로 생각 된다. 또한, Okamoto<sup>9)</sup>는 다결정 MgO에서 결정계에 제 2상(glass)이 크리프 속도에 미치는 영향을 제 2상의 viscosity에 반비례( $\dot{\epsilon} \propto 1/\eta$ ) 한다고 보고하였다. viscosity는 액상 금속의 경우, 온도가 증가함에 따라 감소하므로, 크리프 속도는 증가하고, 크리프 강도는 떨어질 것으로 생각한다. 특히, 1200°C에서는 Ni rich상이 용점에 근접하므로, 고온 강도와 viscosity의 감소가 급격하여 크리프 강도가 크게 저하했다고 생각한다.

그림 5는 W-0.8wt% Ni의 응력 파단 시험한 결과로서, 100시간 응력 파단강도는 1000°C에서 5.7kg/mm<sup>2</sup>, 1100°C에서 4.5kg/mm<sup>2</sup>이었다. 응력/파단시간의 기울기는 1000°C에서 -0.08이고, 1100°C에서 -0.06으로 유사하였다. W-0.2wt% Ni과 W-0.4wt% Ni의 경우, 기울기에 큰 변화량을 보이고 있으나, W-0.8wt% Ni에서는 작은 변화량을 나타내었다. 1000°C에서 1100°C로 온도가 상승 함에 따른 100시간 응력 파단 강도의 감소는 20%로 W-0.2wt% Ni, W-0.4wt% Ni 경우에서의 10%보다 감소 폭이 크게 나타났다. 0.8wt% Ni의 경우, 0.2wt% Ni나, 0.4wt% Ni보다 Ni rich상이 결정립계에 석출량이 많으므로, 온도 상승에 따른 Ni rich상의 고온강도 및 viscosity의

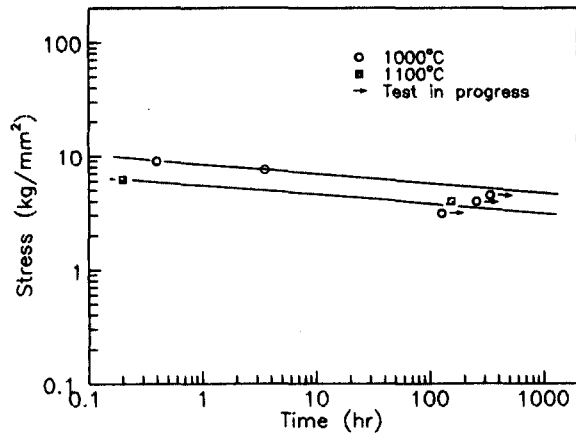


Fig. 5 Stress-Rupture life of W-0.8wt% Ni sintered for 1hr.

감소의 영향이 0.2wt% Ni, 0.4wt% Ni보다 영향이 클 것이므로, 크리프 강도의 감소 폭이 증대한 것으로 생각된다.

그림 6은 1000°C에서의 W-0.4wt% Ni, W-0.8wt% Ni의 실험결과를 W-0.2wt% Ni 실험 결과<sup>6)</sup>와 비교, 종합하여 나타낸 것이다.

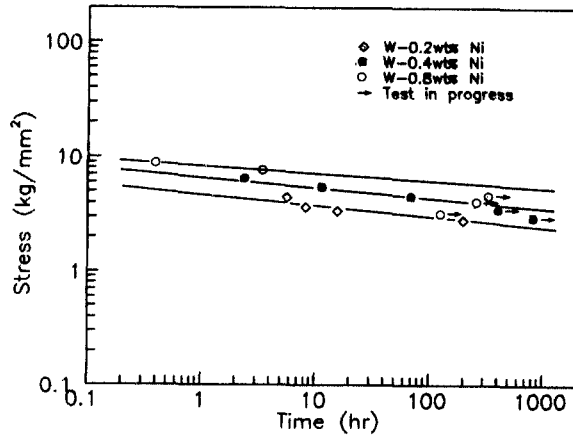


Fig. 6 Stress-Rupture life of Ni microalloyed W tested at 1100°C.

100시간 파단 시간에서의 응력 파단 강도는 W-0.2wt% Ni의 경우 3kg/mm<sup>2</sup>, W-0.4wt% Ni에서는 4.3kg/mm<sup>2</sup>, W-0.8wt% Ni에서는 5.7kg/mm<sup>2</sup>이었다. 니켈 첨가량이 0.2wt%, 0.4wt%, 0.8wt%로 증가함에 따라, W-0.2wt% Ni의 경우와 비교하여 응력파단 강도는 43%,

90% 상승하였다. 단시간 시험에서의 크리프 강도의 증가는 니켈 첨가량이 많아 짐에 따라, 초기 결정립이 커지고, 비이온 밀도가 증가한 것과 실험중 결정립 성장에 따른 영향으로 생각된다.

응력 파단 시험 전, 후 결정립 크기의 변화는 W-0.2wt% Ni, 4.5kg/mm<sup>2</sup>에서 5시간 33분 시험 중, 53 $\mu$ m이었고, W-0.4wt% Ni, 5.5kg/mm<sup>2</sup>에서 11시간 30분 시험 중, 85 $\mu$ m이었으며, W-0.8wt% Ni, 7.5kg/mm<sup>2</sup>에서 3시간 43분 시험 중, 97 $\mu$ m까지의 결정립 성장이 일어났다. 일반적인 결정립 성장지수식<sup>10)</sup>  $D=kt^{1/m}$  ( $D$ : 평균직경,  $k$ : 온도의존상수,  $t$ : 시간,  $m$ : 결정립 성장에 있어서 속도조절지수)를 1000°C 실험에 적용하면, W-0.2wt% Ni의 성장지수는  $m=4.13$ 이고, W-0.4wt% Ni는  $m=3.76$ , W-0.8wt% Ni는  $m=3.42$ 으로 니켈 함량이 증가함에 따라, 성장지수( $m$ )는 감소하였다. Geguzin과 Kibet<sup>11)</sup>은 W-Ni계 소결체의 1300°C, 소둔 실험에서  $m=2$ 는 중간상(interlayer phase)과 결정립 사이의 계면 지배 반응이고,  $m=3$ 은 결정립 사이의 확산 지배 반응으로 보고 하였으며, 특히 Geguzin과 Klinchuk<sup>12)</sup>은 1100°C - 1300°C에서 W-Ni계 소결체의 1300°C, 소둔 실험에서  $m=2$ 는 중간상(interlayer phase)과 결정립 사이의 계면 지배 반응이고,  $m=3$ 은 결정립 사이의 확산 지배 반응으로 보고 하였으며, 특히 Geguzin과 Klinchuk<sup>12)</sup>은 1100°C - 1300°C에서 W-Ni계 소결 시, 결정립 성장 속도 과정을 확산 반응이라고 하였다. 또한 김<sup>8)</sup>은 W세선에 CVD법으로 0.29% Ni을 첨가하여 1200°C에서 소둔 실험한 결과  $m=3\sim 4$ 로 결정립 성장과정이 확산기구에 의하여 일어난 것이라고 보고하였다. 미량의 니켈을 첨가한 소결체의 응력파단시험 중 결정립 성장 지수 값은  $m=3.42\sim 4.13$ 로 Ni rich상을 통한 W의 확산기구에 의하여 지배 된다고 생각한다.

실험 초기에, 결정립 성장에 따른 강도의 증가는 크리프 속도와 결정립 크기가 반비례 관계에서 알 수 있다. 즉, 결정립 성장시 어느 순간에서의 크리프 속도를 동일한 크기의 초기 결정립을 갖는 경우의 크리프 속도로 가정할 때, 결정립 성장으로 인하여 순간 크리프 속도는 저하될 것이므로, 총 크리프 속도는 감소할 것이다. 결정립 성장 속도가 빠른 경

우, 총 크리프 속도는 더 크게 저하할 것이므로, 크리프 강도는 상승할 것으로 생각된다. 또한, 결정립 성장으로 조밀화가 촉진되어 기공감소에 따른 크리프 강도도 기여할 것이다.

그림 7은 1100°C에서 시험결과를 종합, 비교한 것으로 100시간 파단강도는 W-0.2wt% Ni의 경우, 2.8kg/mm<sup>2</sup>, W-0.4wt% Ni는 3.8kg/mm<sup>2</sup>, W-0.8wt% Ni는 4.5kg/mm<sup>2</sup>이었다. 니켈 함량이 0.2wt%에서 0.4wt%, 0.8wt%로 증가함에 따라, 응력 파단 강도는 W-0.2wt% Ni의 경우에 비하여 35%, 60% 증가하였다. 1000°C에서의 43%, 90%의 상승과 비교하여 증가 폭이 줄어든 것은 Ni rich상이 온도가 상승함에 따라 고온 강도의 저하 및 viscosity의 감소 때문으로 생각된다.

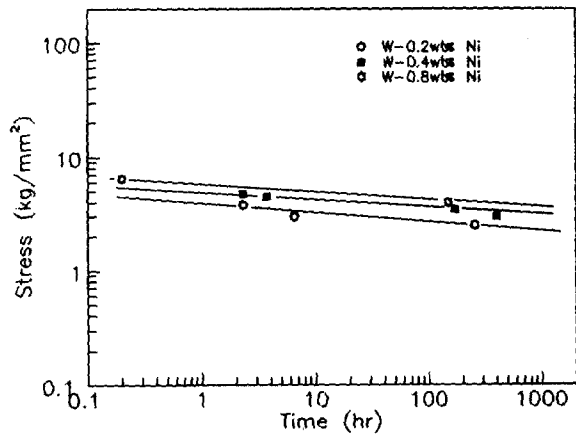


Fig. 7 Stress-Rupture life of Ni microalloyed W tested at 1100°C.

그림 8은 W-0.2wt% Ni와 W-0.4wt% Ni의 응력 파단 강도를 온도와 시간의 변수인 Larson-Miller parameter ( $P+T(C+\log t_r)$ ,  $T$ : 절대온도,  $C$ : 상수,  $t_r$ : 파단 시간)으로 나타낸 것이다. W-0.2wt% Ni시편의 경우  $C=19.3$ 이고, W-0.4wt% Ni시편의 경우  $C=24.1$ 이었다. 응력이 감소함에 따라,  $P$ 는 선형적으로 감소하였다. 이러한 선형성은 1000°C - 1200°C에서 얻은 data를 다른 온도로 외삽이 가능하다는 것을 의미한다. 응력 파단 강도가 W-0.2wt% Ni시편의 경우가 W-0.4wt% Ni시편의 경우 보다 40% 감소된 것을 나타

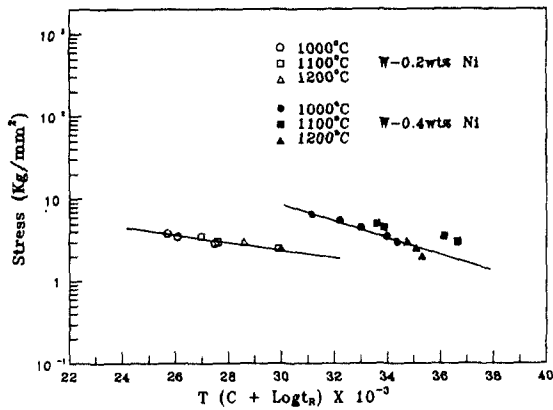


Fig. 8 Stress as a function of the Larson-Miller parameter.

내고 있으며, 그림 6,7과 경향이 일치함을 보여주고 있다.

3-3. 응력 파단 성질의 응력 및 온도 의존성

그림 9는 W-0.4wt% Ni 시편의 정상 상태 크리프 속도의 응력 의존성을 나타낸 것이다. 정상 상태 크리프 속도에 대한 응력 및 온도의 영향은 일반적으로 다음의 식으로 나타낼 수 있다.

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^n \exp(-Q/RT)$$

$\dot{\epsilon}$  : 정상 상태 크리프 속도

$\sigma$  : 주어진 응력

$n$  : 응력지수

$Q$  : 활성화 에너지

$A$  : 응력과 무관한 상수

윗 식을 이용하여 구한 W-0.4wt% Ni의 응력지수 값은 1000°C에서  $n=4.78$ , 1100°C에서  $n=3.49$ , 1200°C에서  $n=3.27$ 이었다. 이 값들은 W-0.2wt% Ni의 1000°C의  $n=7.84$ , 1100°C의  $n=4.74$ 보다는 낮게 나타났다. 실험온도가 1000°C에서 1100°C, 1200°C로 상승함에 따라 응력지수가 감소하는 온도 의존성은, W-0.2wt% Ni의 경우나, 인발한 텅스텐 선에서 실험한 Harris의 결과<sup>14)</sup>에서도 나타나고 있다. 본실험에서 이러한 이유는 실험 중 결정립 성장에 따른 영향 때문으로 생각한다.

W-0.4wt% Ni, 활성소결체의 응력지수  $n=3\sim5$ 는 순수한 금속이나 고용강화 금속의 응력지수  $n=4$ 와 유사한 값을 보이고 있으며,

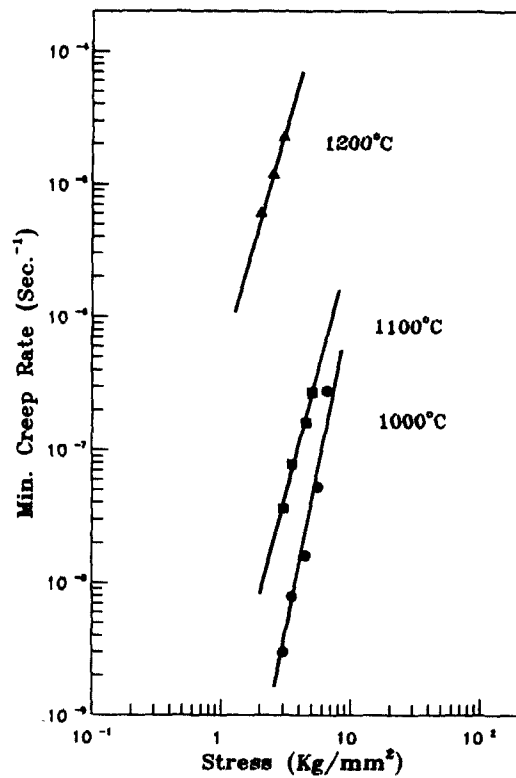


Fig. 9 Minimum creep rate of W-0.4wt% Ni as function of stress and temperature.

전위 상승을 근거로한 크리프 모델의  $n=4$ 와 일치하는 경향을 나타냈다. 그러나, Geguzin<sup>11)</sup>이 wire에 Ni을 electroplating하여 creep 시험한 결과를 diffusion creep( $\dot{\epsilon} \propto \sigma$ )로 유도한 결과나 김<sup>8)</sup>이 텅스텐 foil에 Ni을 2000 Å까지 증착시켜 고온 굽힘 시험한 결과를 diffusion creep으로 해석한 결과와는 다른 경향을 보이고 있다.

그림 10은 W-0.4wt% Ni의 정상 상태 크리프 속도의 온도 의존성을 나타낸 것으로, 위 식으로부터 크리프 변형의 활성화 에너지를 구하였다.

1000°C와 1100°C사이의 온도구간에서 W-0.4wt% Ni 시편의 크리프 변형 활성화 에너지는 81.3Kcal/mole으로, KAS Doped 텅스텐 세선의<sup>14)</sup> 크리프 활성화 에너지가 150~380Kcal/mole, 텅스텐 자기 확산의 활성화 에너지<sup>15)</sup>는 140Kcal/mole, 텅스텐 입계 확산의 활성화 에너지<sup>16)</sup> 90.5Kcal/mole 보다는 적

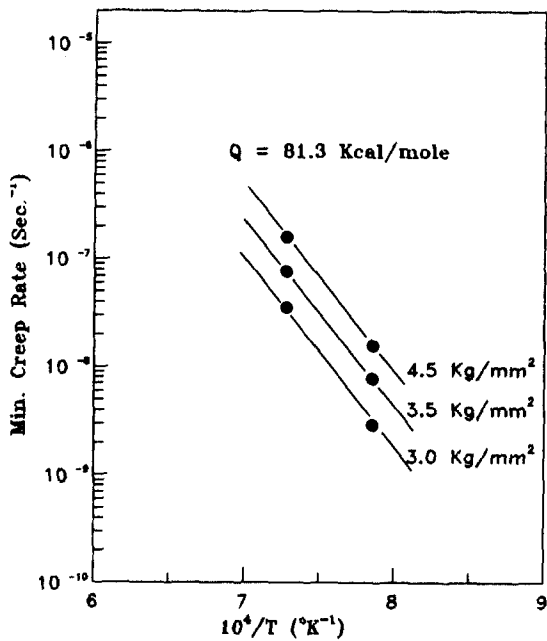


Fig. 10 Temperature-dependence of minimum creep rate of W-0.4wt% Ni.

었다. 그러나, 이 값은 텅스텐 다결정에서 결정입계 활주에 필요한 활성화 에너지<sup>17)</sup> 65.7Kcal/mole 보다는 크게 나타났으며, 기 발표<sup>6)</sup>한 W-0.2wt% Ni 시편의 75Kcal/mole, Ni 내에서의 텅스텐의 확산 활성화 에너지<sup>11)</sup> 70Kcal/mole와는 유사한 값을 보였다.

Moon과 Sticker<sup>18)</sup>도 분말 야금법으로 제조한 텅스텐 세션과 bar에서 크리프 변형 활성화 에너지의 차이를 결정입계활주의 상대적인 기여도에 따라 다르다고 설명하였다. 즉, 텅스텐 bar의 크리프 활성화 에너지가 결정입계 활주로만 크리프 변형을 하는 텅스텐 세션의 경우보다 더 큰 이유는 최소한의 결정입계활주 후, 응력집중이 결정입계 삼중점에서 발생하고, 이 응력 집중으로 인한 결립립의 변형은 결정입계 활주에 필요한 에너지보다 더 많은 에너지를 필요로 하기 때문이라고 보고하였다.

W-0.4wt% Ni의 크리프 변형의 활성화 에너지가 Ni내에서의 텅스텐의 확산 및 결정입계 활주에 의한 변형 에너지 보다 약간 큰 값을 보이는 이유는 텅스텐 결정립내의 높

은 밀도의 전위 형성등에 의한 변형(그림 11, W-0.4wt% Ni, 1000°C, 4.5kg/mm<sup>2</sup>)에 추가적인 에너지가 필요로 하기 때문이라고 생각한다.

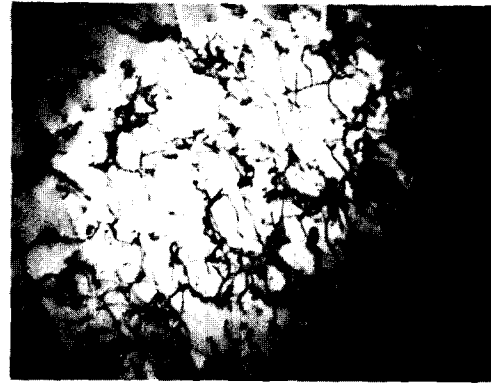


Fig. 11 T.E.M. of W-0.4wt% Ni sintered for 1hr. ruptured after 68hr 50min(×100,000).

### 3-4. 주사 전자 현미경 관찰

그림 12는 니켈 첨가 텅스텐 활성 소결체를 응력 파단 시험 한 후의 SEM 사진으로, 전형적인 입계 파괴 양상을 보이고 있다. (a)는 W-0.2wt% Ni, 3.8kg/mm<sup>2</sup>에서 8hr 3min에 파단된 시편의 파면이고 (b)는 W-0.4wt% Ni, 4.5kg/mm<sup>2</sup>에서 68hr 58min의 파면이고 (c)는 W-0.8wt% Ni, 3.14kg/mm<sup>2</sup>에서 126hr 시험 후, 진행 중, 임의로 파괴시킨 파면의 사진이다.

(a)에서는 소결 상태에서 생성된 것으로 보이는 기공과 2상들이 많이 관찰되었으나, (b), (c)로 니켈 함량이 증가함에 따라, 기공의 크기는 성장하였고, 제 2상의 수는 줄어들었으며, 특히 (c)에서는 Ni rich 상들이 시험 중, 균열을 따라 증발할 것으로 생각되는 흔적이 파면에서 관찰되었다.

### 4. 결 론

W-0.4wt% Ni, W-0.8wt% Ni 활성 소결체의 응력 파단 시험한 결과를 요약하면 다음과 같다.

1. 100시간 파단시간의 응력 파단 강도는 니켈 함량이 0.4wt%, 0.8wt%로 증가 함에

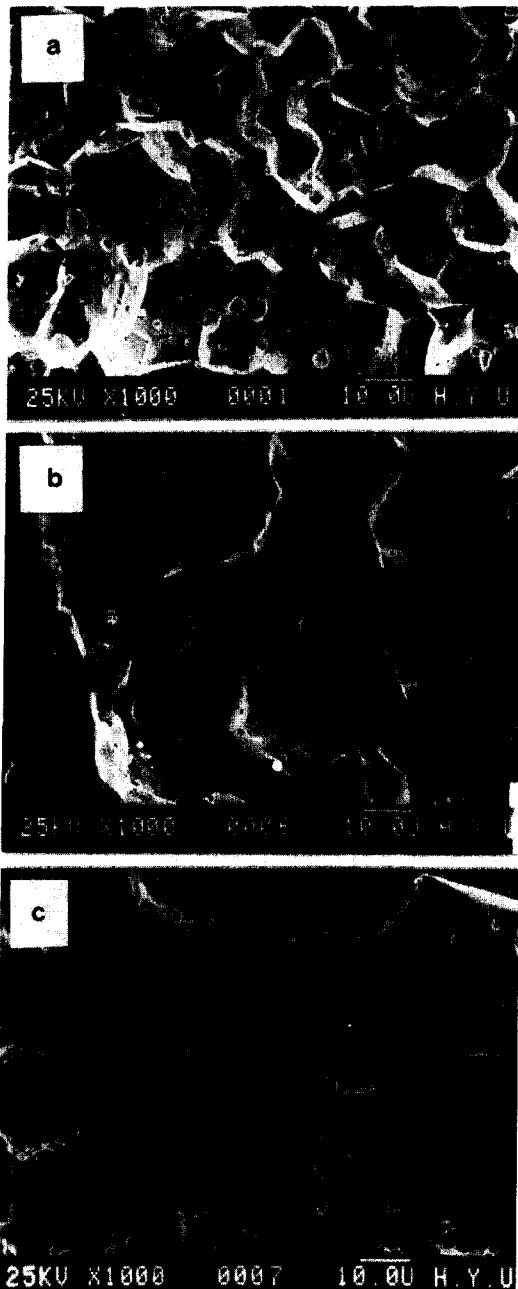


Fig. 12 S.E.M. of Ni microalloyed W ruptured at 1000°C

- (a) W-0.2wt% Ni
- (b) W-0.4wt% Ni
- (c) W-0.8wt% Ni

따라, 1000°C에서 4.3kg/mm<sup>2</sup>, 5.7kg/mm<sup>2</sup>, 1100°C에서 3.8kg/mm<sup>2</sup>, 4.5kg/mm<sup>2</sup>으로 W-0.

2wt% Ni의 경우와 비교하여 1000°C에서 43%, 90%, 1100°C에서 35%, 60% 높게 나타났다. 이는 니켈 첨가량이 증가함에 따라 초기 결정립 조대화, 비이온밀도의 상승과 시험 중 결정립 성장때문으로 생각된다.

2. 1000°C와 1100°C에서 W-0.4% Ni의 크리프 변형 활성화 에너지는 81.3kcal/mol으로, 변형기구는 Ni rich 상을 통한 W 확산과 결정립 내부변형이 지배적이라고 생각된다.

3. 응력 파단 시험 후, 파단면은 입계 파괴양상을 나타내었다. 결정입계에 선재한 고립기공이 결정입계에 있는 Ni rich상을 따라 전파하기 때문으로 생각된다.

### 참 고 문 헌

1. C. Agte and J. Vacek, NASA Trans. F135 (1963).
2. J.H. Brophy, L.A. Shepard and J. Wulf, Powder Metallurgy, 113 (1961).
3. I.J. Toth and N.A. Lockington, J. Less Common Metals, 12, 353 (1967).
4. I.H. Moon and Y.S. Kwon, Powder Metall., 17, 363(1974).
5. 김영도, 석사학위논문, 한양대학교 재료공학과 (1983)
6. 김태성, 김수성, 이경섭, 대한 금속 학회지 28, 203(1990).
7. D.K. Matlock and W.D. Nix, Met. Trans. 5, 961(1974).
8. 김영립, 박사학위논문, 한양대학교 재료공학과 (1988)
9. Yasunori Okamoto, Toshihiko Nishida, Kunio Hayashi and Tomozo Nishikawa, "Sinter '87" p.825 Elsevier London (1988).
10. D.A. Porter and K.E. Eastering, "Phase Transformations in Metals and Alloy", p. 139 Van Nostrand Reinhold Co., (1981).
11. YA. YE. Geguzin and Kibet, Fiz. Metal. Metalloved., 36, 1043(1973)
12. YA. Ye. Geguzin and YU. I. Klinchuk, Fiz. Metal. Metalloved., 37, 1099(1974).
13. B. Harris and E.G. Ellison, Trans. ASM, 59, 744(1966).
14. D.L. McDanel and R.A. Signorelli,



- NASA TND-3467, Lewis Research Center, Cleveland Ohio.(1966)
15. S.L. Robinson and O.D. Sherby, Acta Metall., 17, 109(1969)
16. M.F. Ashby, Acta Metall., 20, 887(1972).
17. D.K. Wright, Met. Trans., 9, 955(1978).
18. D.M. Moon and R. Stickler, Phil. Mag., 24 1087(1971)