

나노 인덴테이션의 하중-변위 곡선을 이용한 표면처리강판 코팅층의 기계적 특성 결정

고영호* · 이정민* · 김병민**

Determination of the mechanical properties of the coated layer in the sheet metal using load-displacement curve by nanoindentation technique

Y. H. Ko, J. M. Lee and B. M. Kim

Abstract

Mechanical properties such as Young's modulus and hardness of thin film in coated steel are difficult to determine by nano-indentation from the conventional analysis using the load-displacement curve. Therefore, an analysis of the nano-indentation loading curve was used to determine the Young's modulus, hardness and strain hardening exponent. A new method is recently being developed for plasticity properties of materials from nano-indentation. Elastic modulus of the thin films shows relatively small influence whereas yield strength and strain hardening are found to have significant effect on measured data. The load-displacement behavior of material tested with a Berkovich indenter and nano-indentation continuous stiffness method is used to measure the modulus and hardness through thin films.

Key Words : Nano-indentation, Thin films, Young's modulus, Hardness, Yield strength, Strain hardening

1. 서론

차체의 방청대책을 강화할 뿐만 아니라 차체의 내구성강화를 목적으로 사용된 고강도강판의 경우, 성형 중 박판 두께가 얇아짐과 내식성 열화 등의 문제 발생으로 표면처리 강판의 사용양이 점점 증가되고 있는 실정이다.

전기·전자·자동차 분야의 박막특성에 관해 수행된 연구들은 대단히 미소한 변형영역에서 박막의 탄성계수, 경도 등을 측정하여 박막의 특성을 규정하고자 하였다. 그러나 표면처리강판은 대변형 즉, 소성가공을 통하여 자동차 차체나 부품, 가전

제품 등의 제조에 사용되므로 대변형 영역에서 코팅층의 탄-소성 변형거동의 파악이 필수적이다. 현재까지 제품의 내구성 및 기계적 성질 평가를 위한 표준이 확립되어 있지 않기 때문에 보고된 기계적 물성치의 변화폭이 상당히 크다.

특히 나노인덴테이션 실험을 위한 표준으로 제시되고 있는 ISO/CD14577 은 단종 벌크재료에는 적합하지만 박막과 같이 이종재료로 이루어진 복합 층 구조로의 적용은 부적합하므로 이에 대한 연구가 필요하다. 압자를 매우 작은 하중으로 압입하여 박막의 기계적 특성을 측정하는 방법인 나노인덴테이션 방법은 이와 같은 목적을 달성하는

* 부산대학교 정밀기계공학과

** 부산대학교 기계공학과

데 가장 유리한 방법으로 표준화 되지 않았으나 많은 연구가 이루어지고 있다.

본 연구는 압입 깊이에 따른 탄성계수 및 경도 분포를 구하고 유한요소 해석을 수행하여 표면처리강판 코팅층의 항복강도 및 가공경화지수를 결정하고자 한다.

2. 나노인덴테이션 실험

2.1 실험방법

일반적으로 재료의 기계적 성질은 표준화된 시편을 이용한 인장 및 압축 시험을 통해 나타나는 특성을 가시화하여 나타냄으로써 가능하다. 그러나 표면처리강판의 박막의 경우 일반적인 인장 및 압축시험을 통하여 재료의 기계적 물성치를 평가하는 것은 불가능하다. 따라서 표면처리강판의 박막에 작은 압흔을 생기게 하는 힘을 측정함으로써, 박막의 탄-소성 거동을 알 수 있다. 나노인덴테이션에 사용된 장비는 Nanoindentation®XP 가 사용되었으며 실험에 사용되는 압자는 어떠한 형태도 가능하나, 작은 접촉면적을 가진 베르코비치 팁(Berkovich tip)을 사용하였다.

탄성계수는 Sneddon stiffness equation 으로부터 산출되는데 최종적으로 구해야 하는 함수는 E_s 이다. 여기서 E_r 은 환산 탄성계수, E_i 는 압자의 탄성계수, ν_s 와 ν_i 는 각각 시편과 압자의 프와송비(Poisson's ratio)이며 식(1)과 같은 관계를 갖는다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_s^2}{E_s} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (1)$$

시편의 경도는 압입하중과 접촉투영면적으로부터 계산할 수 있는데 그 관계는 식(2)와 같다.

여기서 접촉투영면적 A 는 Contact depth 의 함수로 실험적으로 얻으며, 총 변형량과 탄성 변형량의 차이로 나타낸다.

$$H = \frac{P}{A} \quad (2)$$

실험은 Fig.1 에서와 같이 용융도금강판의 특성상 표면이 고르지 못하고 균열과 기공이 존재할 수 있다는 것을 고려하여 반복 실험을 통해 적정

탄성계수와 나노 경도를 결정하였다.

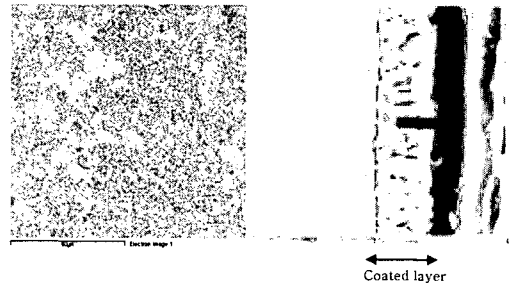


Fig. 1 Scanning electron micrograph of galvanized

2.2 실험결과

나노 압입실험에서 탄성계수나 경도 측정값에 큰 영향을 미치는 인자중의 하나가 최대 압입깊이 결정이다. 실제로 이종재료에 접합된 박막의 경우 모재의 영향을 받지 않도록 thumb rule 에 의해 박막 두께의 10%이하로 압입 깊이를 결정하는 것이 일반적이다.

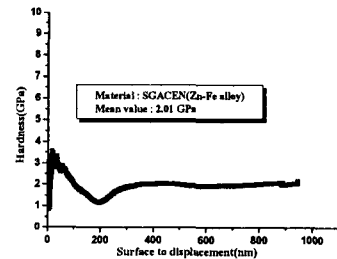


Fig. 2 Plots of hardness versus indentation depth for film of galvanized

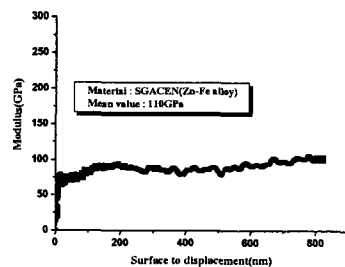


Fig. 3 Plots of hardness versus indentation depth for film of galvanized

나노인덴테이션에서 압입 초기부터 최대 압입 깊이까지의 연속적인 물성을 얻기 위하여 연속강

성측정법(CSM)을 사용하여 용융도금강판 박막의 탄성계수와 경도를 측정하였다. 압입 깊이에 따른 측정 결과 분포를 보면 초기에는 압입 크기효과(Indentation size effect)와 표면거칠기효과(Surface roughness effect)등으로 인해 탄성계수와 경도의 급격한 변화를 관찰할 수 있었다. 그러나 200nm 이후에는 일정한 탄성계수와 경도의 분포를 확인할 수 있다.

3. 유한요소 해석

3.1 해석 모델

인덴테이션의 하중-변위 곡선의 유한요소해석은 FEM 패키지인 ABAQUS 6.3 을 사용하였으며, 2 차원 나노인덴테이션 공정을 축대칭 모델로 해석을 실시하였다. 그리고 실제 Berkovich 다이아몬드 압자에 가깝게 팁 라운드를 100nm 로 하였다. 표면처리강판의 박막은 초기 잔류응력이 없고 등방성이며 프와송비는 0.3 으로 가정하였다.

3.2 항복강도의 영향

표면처리강판의 박막에 있어서 항복강도의 영향을 확인하기 위하여 100Gpa 의 탄성계수를 가진 소재를 이용하여 항복강도를 1Gpa 에서 5Gpa 까지 변화시키면서 해석하였다. 항복강도는 같은 인덴테이션 조건하에서 압입 하중에 뚜렷하게 영향을 주었다. Fig4 에서 보는 바와 같이 항복강도의 증가와 더불어 압입 하중과 탄성회복량이 증가하는 것을 알 수 있다.

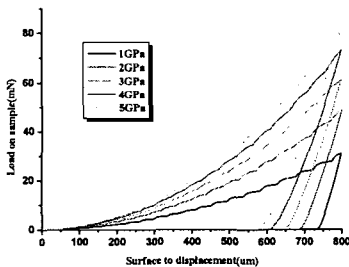


Fig. 4 FEM calculated indentation load-displacement curves for materials with various yield stresses Y_0

Fig.4 를 나노인덴테이션 실험에서의 하중-변위 곡선과 비교해 볼 때, 용융도금강판 박막의 항복강도가 대략 1~2GPa 사이에 존재함을 확인할 수

있었다. 이를 신경망을 사용하여 검증해 본 결과 대략 1.36Gpa 의 항복강도에서 최대 압입 하중과 탄성회복량이 실험 결과와 최대 10%의 오차를 가지며 일치하였다. 최대 압입 하중과 최대 압입 깊이로 스케일(scale)한 좌표계에서 항복강도의 영향을 Fig.5 와 같이 정량적으로 나타내었다.

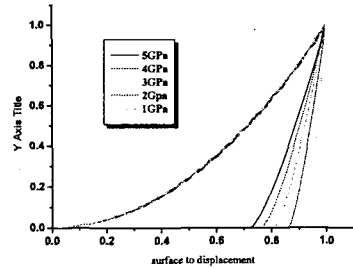


Fig. 5. FEM calculated indentation load-displacement curves for materials with various yield stresses Y_0 , for which the indentation loads were scaled to a same magnitude and so did the penetration

항복강도의 변화에 대해서 로딩(loading)부분은 큰 차이가 없으나, 언로딩(unloading)부분은 뚜렷한 차이가 나타났다. 낮은 항복강도를 가진 소재는 언로딩 부분에서 큰 기울기를 가지는 반면에 높은 항복강도를 가진 소재는 작은 기울기로 표현되었다.

3.3 가공경화지수의 결정

나노인덴테이션에서 나타나는 하중-변위 곡선의 언로딩(unloading)부분은 박막의 탄성영역에서 지배적이지만, 곡선의 로딩(loading)부분은 소성 변형을 포함한다. 현재까지의 연구에서는 탄성계수를 곡선의 언로딩 부분에서 결정하였다. 본 연구에서는 실험에서 결정한 박막의 로딩 곡선과 해석에서 구한 로딩 곡선을 일치시킴으로써 박막의 가공경화지수까지 결정하였다. 실험으로 측정된 하중-변위 곡선의 로딩부분의 2 차함수식을 구하면 식(3)과 같다.

$$f(h) = 64.486h^2 - 4.2577h + 0.0985 \quad (3)$$

식(3)을 바탕으로 유한요소해석을 통해 항복강도와 가공경화지수에 따른 보정 곡선을 결정하고, 자기학습 능력을 가지고 있는 역전파 학습알

고리층인 다층퍼셉트론(Multi-layer perceptron)인공 신경망의 함수 근사능력을 이용하여 최적 근사함수식을 아래와 같이 구하였다.

$$f(h) = 60.431h^2 - 0.0368h + 0.0935 \quad (4)$$

식(4)과 같은 로딩 부분의 함수식에서 항복강도와 가공경화지수가 각각 1.32Gpa 과 0.0347 로 결정되었다. 이 값을 바탕으로 나노인덴테이션 공정에 대한 해석을 수행한 결과 7%의 오차가 발생하였으며 아주 근접한 곡선을 구할 수 있었다.

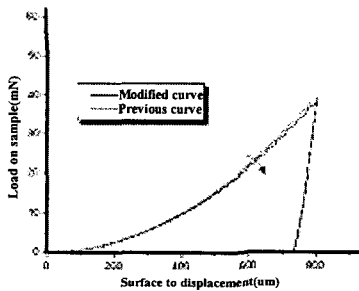


Fig. 6 Comparison of curves between previous and modified data at same indentation

4. 결 론

본 연구에서는 나노인덴테이션을 이용하여 표면처리강판의 일종인 용융도금강판의 탄성계수와 경도를 측정하고, 압입 공정을 유한요소 해석하여 박막의 항복강도와 가공경화지수를 도출하였으며 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

(1) 용융아연도금강판의 합금층을 CSM 방법으로 실험한 결과, 800nm 근처에서 탄성계수와 경도를 측정할 수 있었으며 이 압입 깊이를 적정 압입 깊이로 설정하였다.

(2) 압입 실험에서 적정 압입 깊이를 설정하지 못할 경우 압입크기효과(ISE)와 박막의 표면거칠기에 의해 실제와 다른 경도 및 탄성계수가 측정된다. 따라서 신뢰성 있는 결과를 얻기 위해서는 일정 두께 이상의 압입이 요구된다.

(3) 항복강도의 변화에 따른 압입 하중의 크기를 비교해 본 결과, 항복강도가 클수록 압입하중

과 탄성변형량이 크게 나타났으며 신경망을 이용하여 박막에 대한 항복강도를 결정할 수 있었다.

(4) 나노인덴테이션에서 하중-변위 곡선의 로딩부분은 소성 변형을 포함하므로, 곡선의 로딩부분을 실험과 해석결과를 근사화시킴으로써 가공경화지수를 결정하였다.

후 기

본 연구는 한국산업기술재단(KOTEF)에서 지원하는 지역혁신 인력양성사업 연구과제인 “고기능, 고정도 판재성형 및 금형설계 기술개발 인력양성”의 지원에 의하여 수행되었습니다.

참 고 문 헌

- (1) Zhaohui Shan, Suresh K. Sitaraman, 2003, “Elastic-plastic characterization of thin films using nanoindentation technique”, Thin Solid Films, Vol 437, pp176-181.
- (2) William D. Nix, 1997, “Elastic and plastic properties of thin films on substrates: nanoindentation techniques”, Mat. Sci and Eng, A234-236, pp37-44
- (3) H.Pelletier, J.Krier, A.Cornet, P.Mille, 2000, “Limits of using bilinear stress-strain curve for finite element modeling for nanoindentation response on bulk.”, Thin Solid Films, Vol.379, pp.147-155.
- (4) S. Chowdhury, M.T.Laugier, I.Z.Rahman, 2003, “Measurement of the mechanical properties of carbon nitride thin films from the nanoindentation loading curve”, Diamond and Related Materials
- (5) Anthony. C. Fisher-Cripper, “Nanoindentation”
- (6) Sheddon, “The relation between load and penetration in the axisymmetric boussing problem for a punch of arbitrary profile” Int, J, Eng, Sci, Vol3, pp.47-57
- (7) L. Gan, B.Ben-Nissan, 1997, “The effects of mechanical properties of thin films on nanoindentation data : Finite element analysis”, Com. Mat. Sci. Vol8, pp.273-278