

나노 인덴테이션을 이용한 산화알루미늄(AAO, Anodic Aluminum Oxide)구조물의 물성치에 대한 연구

고성현[†] · 이대웅^{*} · 지상은^{**} · 박현철^{*} · 이건홍^{**} · 황운봉^{*}

The study on properties of AAO(Anodic Aluminum Oxide) structures using nano indentation

Seong Hyun Ko, Dae Woong Lee, Sang Eun Jee, Hyun Chul Park, Kun Hong Lee and Woonbong Hwang

Key Words : Anodic Aluminum Oxide(AAO, 양극 산화 알루미늄), Nano indentation(나노 압입), Hole effect(홀 효과)

Abstract

Porous anodic alumina has been used widely for corrosion protection of aluminum surfaces or as dielectric material in micro-electronics applications. It exhibits a homogeneous morphology of parallel pores which can easily be controlled between 10 and 400nm. It has been applied as a template for fabrication of the nanometer-scale composite. In this study, mechanical properties of the AAO structures are measured by the nano indentation method. Nano indentation technique is one of the most effective method to measure the mechanical properties of nano-structures. Basically, hardness and elastic modulus can be obtained by the nano-indentation. Using the nano-indentation method, we investigated the mechanical properties of the AAO structure with different size of nano-holes. In results, we find the hole effect that changes the mechanical properties as size of nano hole.

1. 서 론

21 세기 시작과 함께 전 세계적으로 나노 기술의 개발 경쟁이 가속화 되고 있으며 이러한 나노 기술에 대한 관심이 커지면서 나노 사이즈를 갖는 구조에 대한 연구 및 측정 방법이 개발되고 이를 통하여 더욱 정밀한 방법이 연구되어지고 있다. 그리고 우리가 알고 있는 거시적인 세계에서 일어나는 현상이 나노 차원의 세계에서는 적용이 불가능한 면이 많이 존재한다. 예로서 사이즈 효과(size effect)를 살펴보면 사이즈가 작아질수록 우리가 알고 있는 물성이 달라져 더 크거나 혹은 더 작게

나타나게 된다. 이는 큰 힘을 갖는 핵력과 같은 인자들이 영향을 미치기 때문이다. 따라서 나노 크기를 갖는 구조물에서는 기존의 물성을 이용할 수 없게 된다. 그러므로 이를 측정하고 이에 미치는 영향들을 고려하여야 할 것이다.

현재 나노 구조물에 대한 물성 측정 방법은 나노 압입 방법이 쉽게 접근할 수 있어 많은 연구자들이 이용하고 있는 방법이다. Sneddon⁽¹⁾, W.C. Oliver⁽²⁾ 등은 나노 압입 방법에 대한 원리 및 응용 분야에 대해 설명을 했으며, Q. Lu⁽³⁾ 등은 나노 크기의 구멍을 가지는 재료에 대한 압입 시험을 수행하여 압입 깊이에 따른 탄성 계수 및 경도의 변화를 측정하였다. 그리고 G. Alcala⁽⁴⁾ 등은 저항층(Barrier Type)의 알루미늄에 대해 나노 압입 시험을 수행하여 탄성 계수 등 기계적 물성치를 측정하였다.

사용된 시편은 나노 사이즈의 홀(hole)을 갖는 구조체로서 재질은 알루미늄(Al_2O_3)로 이루어져 있다. 이건홍⁽⁵⁾ 등이 제시한 방법으로 만들어진

[†] 포항공대 기계공학과

E-mail : shko@postech.ac.kr

TEL : (054)279-2837 FAX : (054)279-5899

^{*} 포항공대 기계공학과

^{**} 포항공대 화학공학과

AAO(Anodic Aluminum Oxide) 시편에서 홀의 크기는 직경 30~80 nm 이며, 전체적으로 정렬된 구조를 지니고 있다. 또한 미세한 크기의 구조를 만들게 되면 작아진 크기에 비하여 제작 시 생성되는 잔류 응력이 크므로, 많은 영향을 끼치게 된다. 그러므로 미세 구조체를 만들기 위해서는 반드시 잔류응력에 대한 평가를 하여 이를 이용 또는 제거해야 한다. 구조물에 잔류 응력이 존재하면 재료의 피로 강도나 파손 특성에 심각한 영향을 끼칠 수 있다.⁽⁶⁾

본 연구에서는 양극 산화 알루미늄(Anodic Aluminum Oxide)를 이용한 구조체를 만들기 위한 선행 시험으로 일정한 규칙으로 배열된 AAO 박막의 홀의 크기에 따른 기계적 물성 및 경도를 나노 압입 장비를 통하여 측정하였고, 이와 더불어 AAO 시편에 존재 하는 잔류응력을 평가하기 위하여 열처리 후 압입 시험을 통하여 결과 값을 비교하여 잔류응력의 유무 또는 크기 측정을 수행하였다.

2. 이론

2.1 양극 산화 알루미늄(AAO) 구조물

산 용액 속에서 알루미늄을 전기적으로 양극 산화시키면 알루미늄산화물(Al₂O₃) 막이 표면에 형성된다. 이 공정을 양극 산화(Anodic Oxide)라 부른다.

양극 산화 초기에는 알루미늄의 표면에 수직으로 구멍들이 형성되기는 하지만, 그 배열은 불규칙하다. 그러나, 알루미늄이 알루미늄으로 변하면서 부피가 증가하여 생기는 스트레스로 인하여, 시간이 지나면서 이 구멍들은 가장 스트레스를 덜 받을 수 있는 배열로 저절로 정렬(self-align)이 된다. 양극산화 알루미늄의 구조에서 주어진 공간을 가장 효율적으로 활용할 수 있도록 조밀 육방 구조(hexagonal close-packing)가 형성이 되는데 이 때 구멍들은 육각형으로 배열이 되고 결과적으로 벌집과 같은 육각형의 구조가 형성된다. 양극산화가 진행될수록 스트레스 간 균형으로 인해 저절로 정렬되어 표면으로부터 수십 마이크로 깊이부터는 규칙적인 배열을 가지게 된다. 따라서 알루미늄과 알루미늄산화물의 경계면 근방에서는 규칙적인 배열을 가지게 된다.

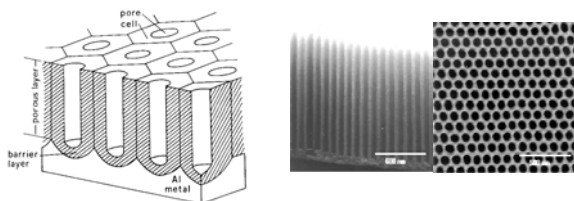


Fig. 1 Schematic and SEM image of AAO

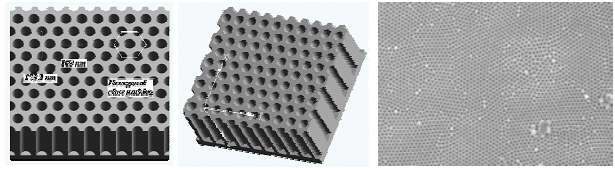


Fig. 2 Geometry of AAO structure

규칙적인 배열을 가진 구멍(pore)이 필요한 경우에는, 양극산화에 의해서 생긴 알루미늄 층을 일단 녹여내면 알루미늄 표면이 노출되는데, 이는 알루미늄의 흔적으로 인해 규칙적인 배열을 가진 구조를 가지며 이를 딩플(dimple)이라 부른다. 이때 동일한 조건에서 다시 2 번째 양극산화를 진행하면 규칙적으로 배열된 구멍을 얻을 수 있다. 여기에 추가로 적당한 산 용액 속에 시편을 담고 일정한 교반 조건 및 온도 조건을 유지할 경우 시간에 따라 구멍의 내부가 고르게 깎여 나가게 된다. 따라서 시간 및 산의 농도를 조절하여 구멍의 깊이와 구멍간의 간격을 처음과 같이 유지하면서 구멍의 크기만 크게 만들 수 있는데 이러한 공정을 구멍확장(pore widening)이라고 한다. 이러한 양극 산화 알루미늄의 개략도와 SEM 사진을 Fig. 1에 나타내었다.

3. 나노 압입 실험

본 실험에 사용 하는 시편은 정렬된 홀이 있는 구조이며 Fig. 2 를 보면 일정한 거리와 일정한 방향성을 가진 벌집(honeycomb)형상 구조를 가짐을 알 수 있다. 따라서 이는 등방성이라 할 수 없는 비등방성(anisotropic)의 물질이며, 이의 방향성에 대한 조사가 필요하다.

z 축과 다른 축의 물성이 다르므로 이 물질은 직교성(orthotropic)을 갖는다는 것을 알 수 있다. 하지만 x 축과 y 축이 서로 독립성을 갖지 않고 일정한 관계에 의해 종속된 관계이고 실제 시편의 형상을 보면 조밀하게 조직 경계부(grain boundary)가 존재하여 횡등방성 물질(transversely isotropic materials)이라 할 수 있겠다.

일반적인 등방성(isotropic) 물질에서의 압입 실험은 다음과 같은 이론을 가지고 압입 방향의 기계적 물성인 탄성계수를 구한다. 나노 압입 방법에 의한 압입 시험 중에 측정하는 것은 압입 하중(L), 표면으로부터의 압입 깊이(h)이며 이 데이터로부터 탄성 계수(E)와 경도(H)를 산출한다.

$$S = \frac{dL}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \sqrt{A_c} E_r \quad (1)$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (2)$$

여기서 E_r 은 환산탄성계수, A_c 는 접촉투영면적, P 는 하중이다.

탄성계수는 식 (2)로부터 산출할 수 있으며 구형 혹은 원추형 압입자의 경우 β 는 1, 사각 뿔 형태의 비커스 압입자(Vickers tip)의 경우는 1.012, 삼각 뿔 형태의 베르코비치 압입자(Berkovich tip)의 경우는 1.034이다

시편의 탄성계수(E_s)는 압입자의 탄성계수, 환산탄성계수와 관계가 있으며 그 식은 다음과 같다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_s^2)}{E_s} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (3)$$

여기서 ν_s 와 ν_i 는 각각 시편과 압입자의 포아송(poission's ratio) 비이다. 실험에 쓰이는 압입자의 경우 다이아몬드 압입자를 사용하므로 E_i 는 1140 GPa, ν_i 는 0.07을 사용한다

시편의 경도는 압입 하중과 접촉투영면적으로부터 계산이 가능하며 다음과 같이 구할 수 있다.

$$H = \frac{L}{A_c} \quad (4)$$

여기서 접촉투영면적(A_c)은 접촉깊이의 함수로 계산하며 본 실험에서는 큐브 코너(cube corner) 압입자를 이용하였다. 압입 실험의 대표적인 결과인 하중-압입 깊이 곡선(load-displacement curve)으로 하중제거(unloading) 곡선의 기울기로 탄성계수를 구할 수 있으며, 최대 압입 깊이를 이용하여 재료의 경도를 구할 수 있다.

본 실험에서는 환산 탄성계수(E_r)를 횡등방성 재료에서 적용하였다. 이를 위하여 환산 탄성계수(E_r)를 횡등방성 압입 계수(M_{TI})라고 정의하여 이 값이 나노 사이즈의 홀이 있을 때에 보여지는 현상을 살펴보았다. 실험에서 구한 횡등방성 압입 계수는 각 방향 탄성계수의 조합 평균값이라 할 수 있다.

위에서 살펴본 이론 중 식(3)은 등방성 물질의 경우 쉽게 사용되어지는 식이다. 따라서 AAO와 같은 횡등방성 물질에서는 이러한 환산 탄성계수와 탄성계수의 관계가 아직 규명되고 전개되어지지 않아서, 본 논문에서는 기본 압입 현상에 의해 구해지는 환산탄성계수(E_r)을 횡등방성 물질에서는 횡등방성 압입 계수(M_{TI})이라 하였으며, 그 관계는 다음과 같다.

$$S = \frac{dL}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta \sqrt{A_c} M_{TI} \quad (5)$$

$$M_{TI} = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (6)$$

4. 잔류응력 평가

인덴터 실험을 할 때에 사용하는 시편이 제작시 발생하는 상 변화 및 증착, 흡착으로 인하여 잔류 응력을 갖고 있을 수가 있다. 또한 박막 및 박막 응용 구조물(thin film application structure)에서는 압입자를 이용하여 물성을 측정할 수 있다.

압입 실험 시 실제 나타나는 현상으로는 압축 응력이 존재 할 경우는 접촉 영역 주위로 pile-up 현상이 나타나게 되고, 인장응력이 발생할 경우에는 sink-in 현상이 압입자 주위로 나타나게 되어 압입자의 압입 깊이는 달라지지만 접촉 깊이 (h_c)는 그대로가 된다. 따라서 압입 하중을 일정하게 유지 하면서 잔류응력을 제거하고 이를 비교하면 고유 경도는 일정하게 나타난다.⁽⁷⁾

4.1 일반 박막의 잔류응력 평가⁽⁷⁾

이와 더불어 사용되어진 이론이 Doerner, M.F.⁽⁸⁾ 등에 의해 유도된 평면 펀치 이론(flat punch theory)이다. 이 이론에 의하면, 이와 같이 잔류응력의 유무에 의한 시편 압입 시험을 원형인 평면 펀치 접촉 양상을 가지고 모델링 할 수 있고 인덴터 압입자에서, 평면 펀치 이론에 의해 적용되는 유효 반경을 a_{eff} 라 한다. 이를 식(7)에 나타내었고, 식(8)에 의해 무응력 상태의 접촉 영역 외부의 탄성 굽힘 깊이(h_s)와 압입 하중(L_0)과의 관계식을 나타낼 수 있다.

$$2.598h_c^2 = A_c = \pi a_{eff}^2 \quad (7)$$

$$h_s = \frac{(1-\nu^2)}{2E_r a_{eff}} L_0 \quad (8)$$

압입 깊이는 식(5)에 의하여 식(9)과 같이 나타낼 수 있다.

$$h_d = \frac{(1-\nu^2)}{2E_r a_{eff}} L_{T-res} \quad (9)$$

여기서 L_{T-res} 는 추가 압입을 위한 인장 잔류 응력 유도 하중 (tensile residual stress induced load)이라 정의를 하겠고, 이는 어떠한 물질에서 압입 깊이 h_d 를 추가로 발생시키기 위한 잔류응력 유도 하중이다. 이는 압입 실험에 의해 얻어지는 환산 탄성 계수와 시편의 푸아송 비에 의한 함수로 나

타내어진다. 식(9)를 다시 하중에 대해서 정리를 해주면 인장에 의한 잔류응력은 식(10)과 같이 나타낼 수 있다.

$$\sigma_{res} = \frac{L_{T-res}}{A_c} = \frac{2E_r a_{eff}}{(1-\nu^2)A_c} h_d \quad (10)$$

4.2 횡등방성 물질의 잔류응력평가

이러한 잔류응력 평가에서도 이는 횡등방성 재료임을 고려해야 할 것이다. 따라서 특정 방향의 값을 표기하기 보다는 환산 탄성 계수의 용어를 대신할 횡등방성 압입 계수 (M_{II})와 횡등방성 푸아송 비(ν_{II})를 대입하여, 횡등방성 잔류 응력 압입력 (Transversely Isotropic Residual Stress Load, L_{TI-res})을 구하고, 이를 통해 식(10-a)와 같이 관계를 구한 후 이를 횡등방성 잔류 응력(Transversely Isotropic Residual Stress, σ_{TI-res})이라 명하였다. 특히, ν_{II} 는 탄성 굽힘 영역에서 횡등방성 푸아송 비이다.

$$\sigma_{TI-res} = \frac{L_{TI-res}}{A_c} = \frac{2M_{II} a_{eff}}{(1-\nu_{II}^2)A_c} h_d \quad (10-a)$$

위에서 구한 이러한 값 또한 시험한 시편의 종류에 따른 응력의 방향 및 이의 크기를 가늠하는 지표가 된다.

5. 실험

압입 실험 방법으로는 10 초 동안 하중 증가 (loading) 과정과 5 초 동안 최대 하중으로 유지 (holding)한 후 40 초 동안 하중 제거(unloading)과정을 거쳐 실험을 수행하였다. 나노 압입 실험은 주위 환경에 민감하기 때문에 짧은 시간동안 실험을 수행하여 주위 환경 변화에 영향을 덜 받도록 하기 위해 총 15 초간의 loading-holding 과정으로 하였다. 그리고 중요한 지표로서 박막이 모재 (substrate)의 영향을 받지 않고 실험하기 위해서는 박막 두께의 1/10~1/20 에 해당되는 깊이만큼만 압입을 수행하여야 한다.

Table 1 Porosity of each specimen

Specimen	Radius(nm)	Porosity(%)
30	15	8
40	20	15
50	25	23
60	30	33
70	35	44
80	40	58

그리고 본 실험에서는 기공률(porosity)에 따른 나노 물성을 측정하는데 이 기공률 측정은 홀 간의 거리가 100 nm 로 같고 깊이에 따라 일정하게 뚫려 있기 때문에 시편 면적을 홀이 있는 부분과 없는 부분의 비율을 계산하면 된다. 이러한 식은 식 (11)에 나타내었으며 홀의 크기에 따른 기공률은 Table 1 에 나타내었다.

$$V.F.(porosity) = \frac{\pi r^2}{5000\sqrt{3}} \quad (11)$$

이렇게 구한 데이터를 가지고 기공률에 따라 깊이에 의한 면적 함수와 힘과의 관계를 바탕으로 각각의 물성을 얻는다. 이 때 얻어지는 물성은 각 시편의 기공률에 따른 경도와 횡등방성 압입 계수 (M_{II})이다.

한편 시편에 얼마나 큰 잔류 응력을 갖고 있는지 알아보기 위해 열처리를 통하여 잔류 응력의 감소를 측정하였다. 열처리 전후의 횡등방성 압입 계수 값과 동일 힘에서의 압입 깊이 차이의 비교로 시편 제작 시 생기는 잔류 응력의 유무와 그 크기, 방향도 가늠해 볼 수 있다.

열처리 과정은 500°C 의 온도에서 20 시간을 유지 시켰고 온도 증가율은 10°C/min 으로 상온 20°C에서 48 분 만에 이 온도에 도달하였다. 그리고 온도 감소율은 가열로의 자체 비열과 단열 성질에 의해 대략 50 시간 정도를 거쳐 느린 속도로 식혔다.

전체적인 실험에서 중요한 것은 온도와 습도를 맞추어 주어야 한다는 것이다. 온도와 습도가 크게 다른 환경에서 수행한 시험은 서로 비교의 대상으로서의 가치가 많이 떨어지기 때문이다. 특히 습도 과다는 시편의 재질을 무르게 만들기 쉽다. 이 시험에서는 온도를 20~25 °C 사이에 있게 하고, 습도는 50~54 % 이내 에 드는 상태에서만 시험을 수행 하였다.

6. 결과

6.1 열처리 전 시편에 따른 물성 측정

시험 시편은 AAO 구조를 가지며 구멍의 크기가 30, 40, 50, 60, 70, 80 의 시편을 가지고 시험을 수행하였다.

AAO 구조물의 나노 압입 시험 결과를 Fig. 3 에 나타내었으며 이는 실험 기기에서 얻은 횡등방성 압입 계수 값이다. 구멍의 지름이 커질수록 환산 탄성 계수로부터 정의된 횡등방성 압입 계수(M_{II})와 경도(H)가 작아짐을 알 수 있다.

Ishizaki⁽¹¹⁾ 등에 의하면 기공을 가지는 재료 (porous material) 에 대한 계수 값은 다음 관계에

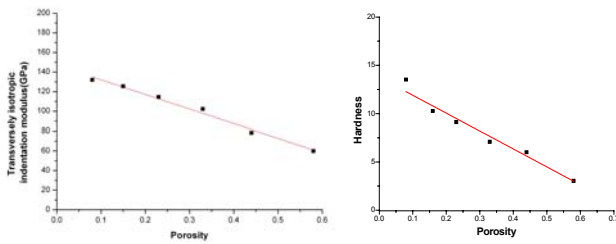


Fig. 3 Transversely isotropic indentation modulus and hardness vs. porosity before annealing

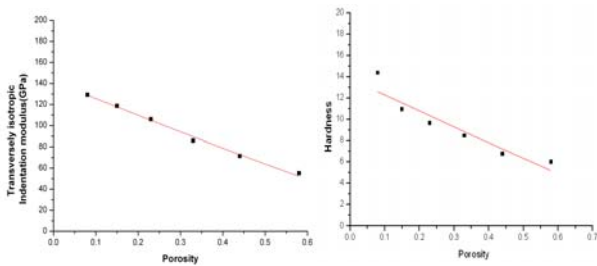


Fig. 4 Transversely isotropic indentation modulus and Hardness vs. porosity after annealing

의해 나타낼 수 있다.

$$\frac{M_{TI}}{M_{TI0}} = (1-P)^\alpha = \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^\alpha \quad (12)$$

$$\frac{H}{H_0} = (1-P)^\alpha = \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^\alpha \quad (13)$$

이 식에서 M_{TI0} 는 구멍이 없을 때의 횡등방성 압입 계수, P 는 기공률, ρ 는 재료의 밀도, α 는 상수이다.

식 (12)의 형태로 곡선접합(curve fitting)을 했을 경우 Fig. 3 와 같은 결과를 얻을 수 있으며, M_{TI0} 는 146.9 GPa, α 는 1.01 이다.

그리고 경도에 대한 그래프를 Fig. 3 에 나타내었는데, 탄성계수와 같이 기공률과 경도 사이에도 또한 식(13)의 관계가 있다고 가정하여 곡선 접합을 수행했다. H_0 는 15.29 GPa, α 는 1.0 이다.

6.2 열처리 후의 시편에 따른 물성 측정

두 번째 실험에서는 열처리를 통하여 잔류응력

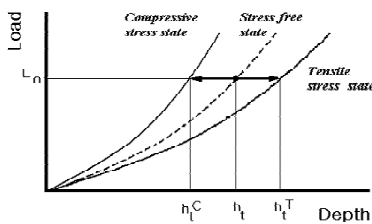


Fig. 5 Change of indentation depth

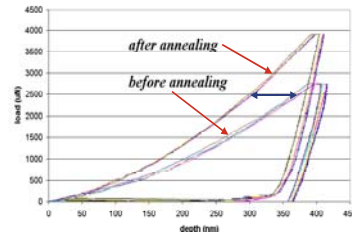


Fig. 6 Comparison of indentation graph

을 제거하고 나서 나노 크기의 구멍을 가지는 양극 산화 알루미늄(AAO)에 대해 나노 압입 방법을 이용하여 나노 물성을 재 측정하였다.

잔류응력 제거후의 AAO 구조물의 나노 압입 시험 결과를 Fig. 4 에 나타내었으며 이는 실험 기기에서 얻은 횡등방성 압입 계수 값이며 이 또한 잔류 응력 제거 전과 마찬가지로 구멍의 지름이 커질수록 횡등방성 압입계수(M_{TI})와 경도(H)가 작아짐을 알 수 있다.

이 실험에서도 마찬가지로 식 (12)의 형태로 곡선접합(curve fitting)을 했을 경우 Fig. 4 와 같은 결과를 얻을 수 있으며, M_{TI0} 는 141.8 GPa , α 는 1.15 이다. 그리고 경도에 대한 그래프를 Fig. 4 에 나타내었는데, 탄성계수와 같이 기공률과 경도 사이에도 식(13)의 관계가 있다고 가정하여 곡선 접합을 수행했다. 이때의 H_0 는 13.85 GPa, α 는 1.13 이다.

6.3 잔류응력 평가

Fig. 5, 6 를 보면 잔류응력을 제거한 경우와 제거하지 않은 경우가 나타나는데, 잔류응력이 없는 경우가 좌측에 존재하고, 잔류응력이 있는 경우가 오른쪽에 존재를 하게 된다. 따라서 이 시편에는 인장 잔류응력이 존재한다는 것을 알 수가 있다. 그리고 각 시편, 즉 홀의 크기에 따라서 잔류응력이 얼마의 크기로 존재 하는지 또한 구하였다. 이 때 사용된 식은 식(10-a) 이다.

이 식에 의하여 잔류응력을 구하기 위하여 우리가 구해야 할 것은 h_d 와 M_{TI} 이다. 여기서 h_d 값은 일정 압입력, 1500 μN 상태에서 두 그래프의 압입 깊이의 차이이다. v_{TI} 는 앞에서 언급했듯이 탄성 굽힘 영역에서 횡등방성 푸아송 비이다. 일

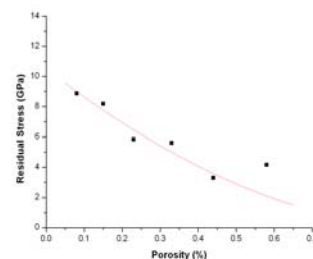


Fig. 7 Porosity vs. residual stress

단 탄성 굽힘 영역에서의 탄성 굽힘 깊이를 보면 잔류 응력이 없는 상태에서 450 nm의 압입 깊이를 가질 때 대략 30~40 nm의 깊이를 보이고, 이는 압입자 표면 접촉을 통하여 힘을 직접 받는 부분이 아니라 탄성적인 거동에 의해 구부러져 들어가는 깊이이다. 따라서 이 깊이가 미세하고 이 실험에서는 잔류응력의 현상학적인 거동 분석에 목적이 있으므로 푸아송 비를 LT 방향 및 일반 알루미늄의 값으로 가정하여 0.22로 놓고 계산하였다. 그리고 실험에서 구한 횡등방성 압입계수 (M_{TI})를 대입하여 구한 평균값을 Fig. 7에 나타내었다.

$$\frac{\sigma_{TI}}{\sigma_{TI0}} = (1-P)^\alpha = \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^\alpha \quad (14)$$

이 값을 식 (14)의 형태로 곡선접합(curve fitting)을 했을 경우 Fig. 7와 같은 결과를 얻을 수 있으며, σ_{TI0} 는 10.5, α 는 1.85이다.

양극 산화 알루미늄 구조물의 나노 압입 실험 결과를 보면 구멍의 지름이 커질수록 압입 계수 (M_{TI})와 경도(H)가 작아짐을 알 수 있다.

7. 결론

본 연구에서는 나노 크기의 정렬된 수직 구멍을 가지는 AAO 구조물에 대해 나노 압입 방법을 이용하여 물성치를 측정했으며 홀 크기에 따른 물성치 변화를 살펴보았다.

먼저 AAO 구조물의 횡등방성 물성치를 측정해 본 결과, 구멍의 크기가 커질수록 즉, 기공률이 커질수록 횡등방성 압입 계수 및 경도 값이 선형적으로 작아지는 홀 효과(hole effect)를 볼 수 있었다. 횡등방성 압입 계수 및 경도의 경우에서도 일정한 오차 안에서 물리적인 특성을 보았다.

또한, 연속체에서 볼 수 있었던 기공률에 따른 물성치 감소 현상이 나노 구조물에서도 나타남을 알 수 있다.

이 실험은 AAO가 이후 특정한 형상의 구조물을 이룰 때 이의 기계적 특성을 만족시키는 설계를 하기 위한 물성치를 구하기 위한 선행 실험이라 할 수 있겠다.

기공률에 따른 물성치의 측정과 함께 응력의 유무를 측정하기 위하여 수행한 것이 잔류응력의 평가이다. 이는 잔류응력을 제거한 후의 압입 실험 결과와의 비교로 어느 정도의 응력이 존재하며 또한 그 값의 크기를 알아보았다.

결과적으로 제작한 시편은 인장 잔류 응력이 존재하며 이 인장 잔류 응력의 크기 또한 홀의 크기가 작아질수록 모재의 비체적이 넓어지므로 이

에 의해 많은 응력을 내포하고 있음을 보았다. 다시 말해 홀이 커질수록 내포된 인장 잔류 응력 값이 작아짐을 볼 수 있었다.

후 기

본 연구는 과학기술부가 지원하고 한국과학기술평가원이 주관하는 특정연구개발과제 중 나노 핵심기술개발 과제의 지원으로 수행되었으며, 이에 관계자 여러분들께 감사의 말씀을 올립니다.

참고문헌

- (1) Sneddon, 1965, "The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile," *Int. J. Eng. Sci.*, Vol. 3, pp. 47~57
- (2) Oliver, W. C. and Pharr, G. M., 1992, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. of mater. Res.*, Vol. 7, pp. 1564~1583
- (3) Lu, Q., Alcala, G., Skeldon, P., Thompson, G. E., Graham, M. J., Masheder, D., Shimizu, K. and Habazaki, H., 2002, "Porous tantalum and alumina film from non-thickness limited anodizing in phosphate/glycerol electrolyte," *Electrochimica Acta*, Vol. 48, pp. 37-42
- (4) Alcala, G., Skeldon, P., Thompson, G. E., Mann, A. B., Habazaki, H. and Shimizu, K., 2002, "Mechanical properties of amorphous anodic alumina and tantalum films using nanoindentation," *Nanotechnology*, Vol. 13, pp. 451 - 455
- (5) *Naniscala materials Technology*, 2002, Korea Institute of Science and Technology Information
- (6) Noyan, I. C. and Cohen, J. B., 1987, "Residual stress," Springer-Verlag, New York
- (7) Lee, Yun-Hee, Jang, Hae-il and Kwon, Dongil, 2002, "Evaluation of thin film residual stress through the theoretical analysis of nanoindentation curve," *J. of the KSME*, Vol. 26, No. 7, pp 1270~1279
- (8) Doener, M. F. and Nix, W. D., 1986, "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments," *J. Mater. Res.*, Vol. 1, pp. 601~609
- (9) Karlsson, L., Hultman, L. and Sunggren, J-E., 2000, "Influence of residual stress on the mechanical properties of TiCxN1-x thin films deposited by arc evaporation," *Thin solid films*, Vol. 371, pp. 167~177
- (10) Uhlmann, E. and Klein, K., 2000, "Stress design in hard coatings," *Surface and coating technology*, Vol. 131, pp. 448~451
- (11) Ishizaki, Sheppard, Okada, Hamasaki, Huybrechts, 1993, "Ceramic transaction - Porous materials," *The American Ceramic Society*, Vol. 31, pp 233-242