유한요소해석을 이용한 연성재료의 나노인덴테이션에 관한 연구

한승우† (한국기계연구원)·이현우* (부산대학교)·이학주** (한국기계연구원)
고순규** (한국기계연구원)·김재현** (한국기계연구원)

A Study on Nano-Indentation for Ductile Materials Using FEA

S. W. Han, H. W. Lee, H. J. Lee, S. G. Ko and J. H. Kim

Key Words: Nanoindentation(나노압입), FEM(유한요소법), Pile-Up(파일업), Sink-in(싱크인)

Abstract

Nano-indentation is used for measuring mechanical properties of thin films such as elastic modulus and hardness. For ductile materials, pile-up around the indenter causes the calculation of inaccurate projected contact area. This phenomenon was found by measurement of indentation shape using an atomic force microscope. In present study finite element analysis of nano-indentation was performed to compensate the effects of pile-up on the contact area. The result of finite element analysis was compared with that of nano-indentation for a ductile material. The analysis has demonstrated that the true contact area is greater than that calculated by nano-indentation. It is verified that the consideration of the effects of pile-up in nanoindentation for ductile materials using the finite element method is reasonable.

1. 서 론

일반적인 인덴터는 약 100여년간 재료의 경도 측정에 대부분 사용이 되어 왔다.[1] 최근에는 인덴터의 성능을 개선시켜 하중과 압입변위를 통해 작은 단위의 재료의 기계적 물성을 측정하는 방법이 사용되고 있다.[2] 기존의 인덴터가 대부분 경도측정에 국한 된데 반해, 새롭게 개발된 나노인덴터는 압입하중과 압입깊이를 고 분해능으로 측정할 수 있도록 제작되어, 경도와 탄성계수를 측정하고, 잔류응력, 파괴인성, 강도 등을 측정하는 데에 응용되고 있다.

나노인덴테이션의 장점은 시험의 재현성이 좋고, 시험편의 제작이 용이하다는 장점이 있다. 그러나 나노인덴터로 측정되는 나노 크기의 구조물이나 박막의 물성은 재료자체의 물성뿐만 아니라 모재의 영향까지 받는 물성이 측정되며, 물성 측정에 사용되는 접촉투영면적은 압입깊이에 따라 계산된 값으로 산정하는 단점을 가진다. 이러한 단점으로 인해 연성재료의 경우 모재의 영향이 심해지고, 접촉투영면적이 정확히 계산되지 않아 실제 고유의 물성 값보다 큰 값을 가지는 것처럼 결과를 보여주게 된다.

† 한국기계연구원 마이크로응용역학그룹
E-mail : swhan@kimm.re.kr
TEL : (042)868-7426 FAX : (042)868-7884
* 부산대학교 기계공학부
** 한국기계연구원 마이크로응용역학그룹

2. 나노인덴테이션의 이론

2.1 나노인덴테이션

나노인덴터는 정교하게 가공된 다이아몬드 압자(Indenter)를 시험편 표면에 눌러 생기는 반발력

과 압입 깊이를 측정해서 압흔 면적을 계산하고, 이로부터 시험편의 탄성계수와 경도를 측정할 수 있다.

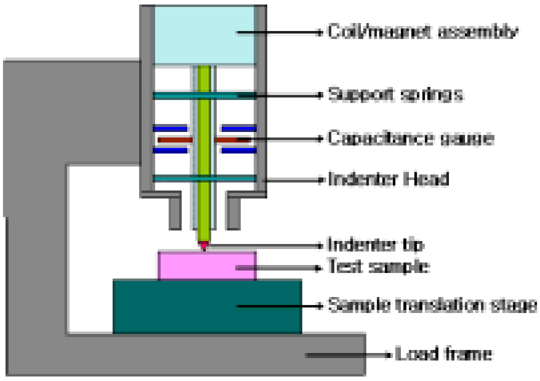

Fig. 1 Schematic of Nanoindenter[3]

본 연구원에서 보유한 나노인덴터(MTS, Nano Indenter XP and DCM)의 구조를 Fig. 1에 나타내었다. 나노인덴터에서 압자는 가장 상부에 위치한 Coil/magnet assembly 부분에서 구동되며 이때 가해진 전기적 신호로부터 하중을 계산하며, 중간부에 위치한 용량형 변위 센서(Capacitance gage)에서 압자의 상하변위를 측정한다.

2.2 압입시험 이론

인덴터를 이용한 물성측정에 있어서 Oliver와 Pharr[4,5]는 제하(unloading) 곡선에서 최대 변위와 시험이 끝난 후 생기는 변위에 대해 적용되는 식을 제시했다. P는 하중, h는 하중에 따른 변위, h_f는 최종 시험 후 생긴 변위 이다. B와 m은 곡선회귀변수이다.

$$P = B(h-h_f)^m \quad (1)$$

제하시의 강성(Stiffness), S는 식 (1)을 미분해서 얻어진다. 이때 최대하중에서 전개하면, $h=h_{max}$로 변환된다.

$$S=\frac{dP}{dh}(h=h_{\max})=mB(h_{\max}-h_f)^{m-1} \quad (2)$$

압입 시험에 있어서 측정되는 결과는 경도와 탄성계수이다. 경도 H의 측정은 압입하중 P를, 압자에 의해 시험편 표면에 압입된 투영접촉면적(projected contact area) A로 나눈 것이다.

$$H = P_{\max} / A \quad (3)$$

탄성계수는 인덴터 압자의 형상과 강성, 압입에 의해 투영접촉표면넓이로 다음과 같이 계산될 수 있다.

$$E_{eff}=\frac{1}{\beta}\frac{\sqrt{\pi}}{2}\frac{S}{\sqrt{A}} \quad (4)$$

여기서 β는 인덴터의 형상계수로 Berkovich 압자의 경우 1.034의 값을 갖는다. E_{eff}는 시험편과 다이아몬드 압자 사이의 유효탄성계수이므로 다이아몬드의 물성을 알면 시험편의 탄성계수를 구할 수 있다.

3. 나노인덴테이션 실험

3.1 재료의 선정

나노인덴테이션의 표준시험편으로 사용되는 Fused Silica와 MEMS와 반도체 공정에서 많이 사용되는 Au 박막을 재료로 선정하였다.

Au는 전성 및 연성이 매우 크고, 전기 및 열의 양도체이며, 공기나 물에서는 변하지 않으며, 빛깔의 변화도 없고, 강한 산화제에 의해서도 변하지 않는다. 이러한 장점으로 반도체의 구성요소나 MEMS 구조물에 있어서 널리 사용되고 있다.

3.2 시험방법

본 연구원에서 보유한 나노인덴터는 추가적으로 CSM (Continuous Stiffness Measurement) 기능을 제공하고 있다. 기존 인덴터는 제하 곡선을 이용해서 강성을 결정하는 방식인데 반하여, CSM은 일정 주파수(보통 75Hz)와 진폭(보통 1nm)으로 인덴터를 가진시키면서 압입시험을 수행하고 시험편의 동적응답특성으로부터, 시험편의 강성을 연속적으로 압입깊이에 따라 측정하는 방식이다[3]. 이를 이용하여 Fused Silica와 Au의 두께에 따른 물성의 변화도 함께 측정하였다.

4. 나노인덴테이션의 유한요소해석

4.1 2차원 나노인덴테이션 모델

나노인덴터에서 사용되는 Berkovich tip을 2차원 유한요소모델링을 하였다. 2차원으로 모사될 때 내각은 형상함수로 주어지는 70.3°이다. Berkovich tip의 형상과 압입시험에 의한 재료의 압흔을 Fig. 2에 나타내었다.

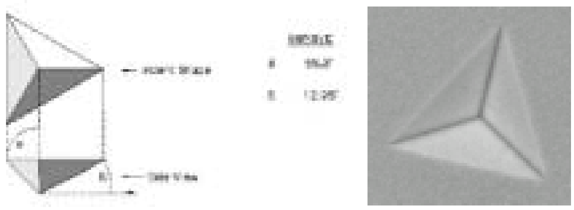

Fig. 2 Shape and residual impression of Berkovich tip[3]

Fig. 3은 인덴테이션에 대한 경계조건을 나타낸 그림이다. 압자와 시험편의 축대칭 부분은 y축 이동이 가능하게 하고, x축을 고정했다. 시험편의 바닥부위는 y축 방향으로만 고정하였다. 압자와 박막 간에 접촉조건을 부여하고, 압입 깊이를 고려하여 마찰력은 0으로 가정하였다.

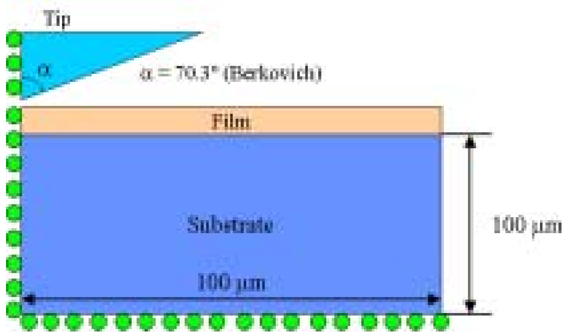

Fig. 3 Schematic of Nanoindentation by FEM

4.2 유한요소모델의 조건과 물성

시험 모델은 박막의 두께에 따라 4-노드 축대칭요소(CAX4 element type)로 Table 1에 박막의 두께별로 요수의 수를 나타내었다. 요소의 최소 크기는 10 nm이며 대칭축과 압자와 시험편간의 표면에 가까워질수록 작아지도록 하였다. 유한요소모델을 Fig. 4에 나타내었다. 압자의 압입깊이는 박막의 두께의 50%로 선정하였으며, 해석은 압자로 압입하는 과정과 압자를 제거하는 과정으로 나누어 수행하였다.

Table 1 Number of element

Film Thickness	Film Element	Substrate Element	Tip Element	Total Element
400 nm	4,000	7,500	625	12,125

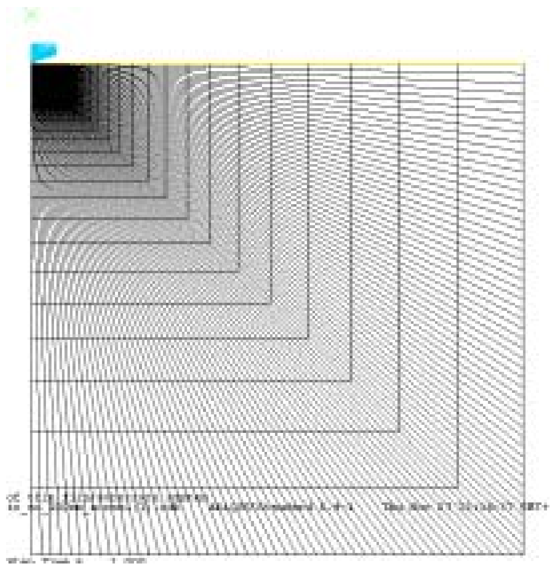

Fig. 4 Finite element model (1)

재료의 물성은 참고문헌을 통해 얻었으며 Table 2에 나타내었다. 물성은 탄소성 모델로 가정하였다.

Table 2 Material properties of Au[6], Si[7], Fused Silica[3] and Diamond[3]

Material	E [GPa]	ν
Au	77.2	0.42
Si	188.0	0.20
Fused Silica	72.0	0.18
Diamond	1016	0.007

5. 실험과 유한요소해석의 비교

5.1 표준시험편

나노인덴터의 표준시험편으로 사용되는 Fused Silica를 소재로 압입시험을 모사하고 Nano-indenter XP(MTS)장비의 실험결과와 SP1 소프트웨어(MTS)를 서로 비교하여 유한요소모델의 타당성을 검증하였다. 하중-변위 선도를 Fig. 5에 나타내었고, 탄성계수와 경도의 비교를 Table 3에 나타내었다. Fig. 6에서는 실제시험에서는 측정되지 않고 압입 깊이에 따라 계산되는 접촉투영면적과 유한요소해석을 통해 얻어진 값을 비교하였다.

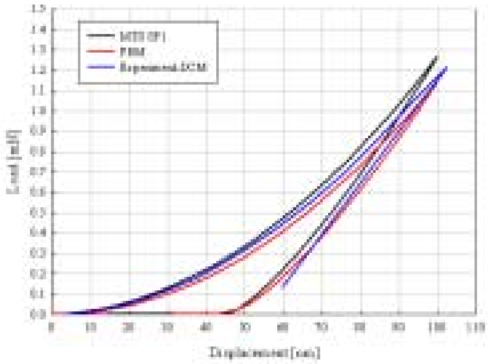

Fig. 5 Load-displacement curve for fused silica

Table 3 Modulus and hardness of fused silica

	Modulus [GPa]	Hardness [GPa]
Experimental	71.9	9.06
FEM	71.6	9.77
SP1	75.4	9.71

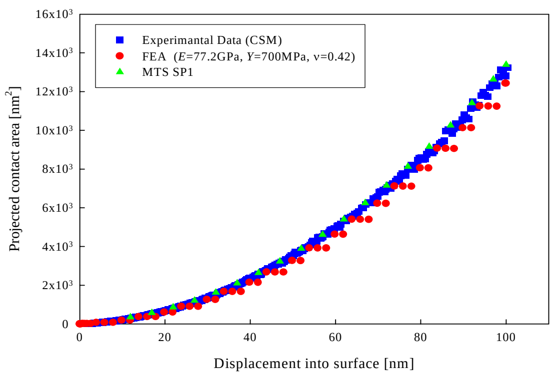

Fig. 6 Projected contact area for fused silica

이 결과 유한요소해석 모델과 표준시험편간의 결과에서 탄성계수와 경도 값을 비교해서, 충분히 신뢰할만한 모델임을 검증하였다.

3.2 Au 박막의 결과

Au 박막의 탄성계수와 포아송비는 77.2 GPa과 0.42로 고정하였고 항복응력을 변수로 탄소성 모델을 사용하였고, 모재인 실리콘웨이퍼의 물성은 탄성계수 188 GPa, 포아송비 0.2의 탄성체로 산정하였다. 분석결과 Au의 일반적인 항복응력이 120 MPa인데 반하여 박막의 두께가 얇을수록 항복응력이 증가한다고 사려 된다. 그래서 400 nm Au 박막의 항복응력은 450 MPa로 가정하였다. 실험결과와 유한요소해석에 의한 결과를 비교를 Fig. 7과 Table 6에 나타내었다.

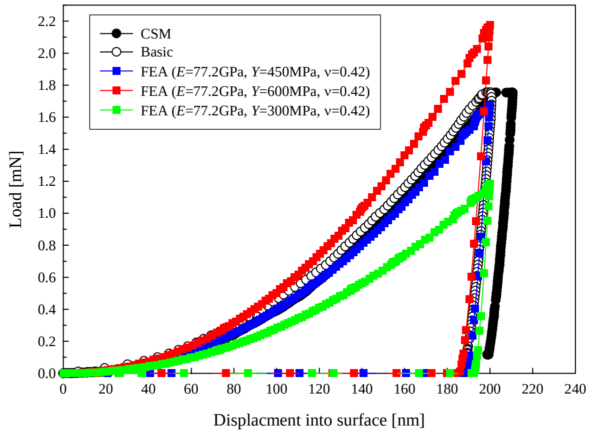

Fig. 7 Load-displacement curve for 400nm Au thin film

Table 6 Modulus and hardness of 400nm Au thin film

	Modulus [GPa]	Hardness [GPa]
Basic	181	1.874
CSM	164	1.706
Y=300MPa	136.4	0.764
Y=450MPa	131.8	1.169
Y=600MPa	133.7	1.554

6. 연성재료의 물성평가

나노인덴터는 하중과 변위는 실제의 측정값을 이용하고, 투영접촉면적은 압입깊이에 따라 계산하는 방법을 쓴다. 특히 접촉투영면적의 계산식에 이용되는 표준시험편(Fused silica)이 sink-in모델이므로, Au 박막과 같은 연성재료의 pile-up을 고려하지 않고 있다. Fig. 8에서 비교해보면 sink-in과 pile-up 모델 사이의 접촉투영면적 차이를 분명히 보여준다. Fig. 9는 400 nm Au 박막의 나노인덴터와 유한요소해석을 통한 접촉투영면적의 차이를 보여준다. 이로서 실제 투영접촉면적보다 작은 값을 실험에서 산정하여 사용하므로 해석에서 얻어진 결과보다 높은 값을 가지게 된다. 나노인덴터에 있어서 하중-변위 결과는 신뢰할만하다 믿어지지만, 재료의 특성에 따른 접촉투영면적에 대한 측정 또는 유한요소해석이 필요하다 판단되어진다.

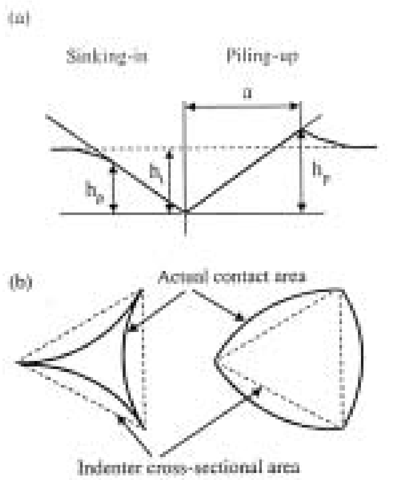

Fig. 8 Effect of Pile-up and Sink-in on the actual contact area

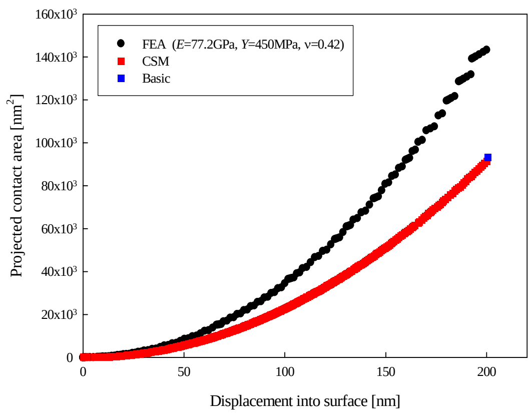

Fig. 9 Projected contact area for 400nm Au thin film

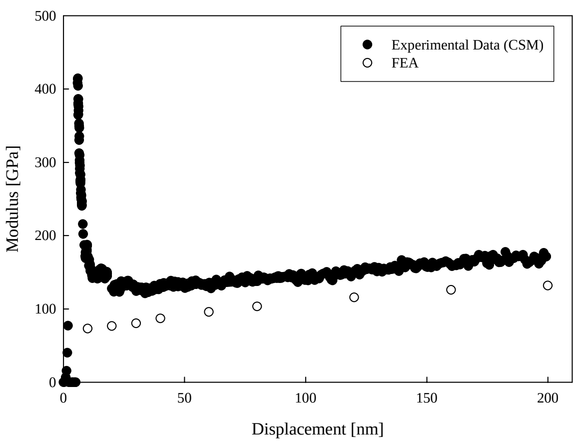

Fig. 10 Modulus of Au thin film obtained by nano-indentation and FEA

접촉투영면적의 차이에 의해 얻어진 물성 값의 차이는 Fig. 10에서 보여 지고 있다. CSM방법에 의해 압입깊이에 따라 얻어진 탄성계수와 압입깊이를 달리해서 각각 얻어진 유한요소 해석 모델을 비교 했을 때, 모재효과에 의해서 압입깊이가 깊어질수록 탄성계수가 증가하는 경향은 보이지만 pile-up이 고려되지 않은 실험값은 해석 값보다 크게 보여 지고 있다. 또한 유한요소해석결과를 볼 때, 모재효과는 박막의 표면에서부터 나타나고 있음을 알 수 있다.

400 nm 박막의 유한요소해석에서 압흔의 형상의 결과를 Table 7에 나타내었다. 실제 압흔을 원자현미경(AFM, Atomic Force Microscope)을 이용하여 Fig. 11에 형상을 나타내었다. 박막의 표면의 편차는 약 5 nm정도였고, pile-up과 impression depth는 각각 54 nm와 -193 nm이었다. 압흔의 형상을 Fig 12에 나타내었다. 이 결과 유한요소해석의 접촉투영면적에 대한 결과가 신뢰성 있음을 검증하였다.

Table 7 Residual impression in 400nm thin film by FEM

	Pile-Up	Impression Depth
Y=300MPa	52.2 nm	-187.7 nm
Y=450MPa	50.2 nm	-184.3 nm
Y=600MPa	45.2 nm	-191.2 nm

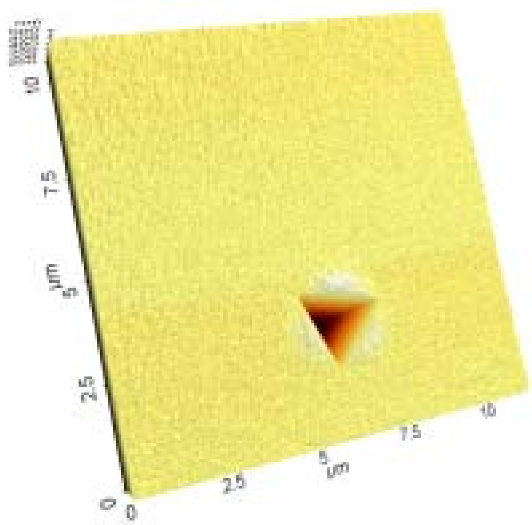

Fig. 11 AFM image of residual impression in 400nm thin film

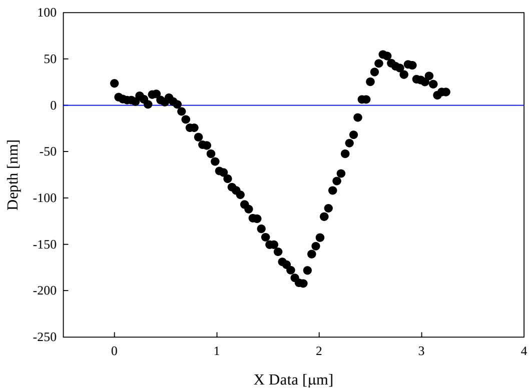

Fig. 12 Indentation profile on 400 nm

Table 8 Modulus and hardness of experimental data using projected contact area by FEM

Thickness	E=77.2GPa ν=0.42	Modulus [GPa]	Hardness [GPa]
400 nm	Y=300MPa	113.1 (-38%)	1.113 (-41%)
	Y=450MPa	118.3 (-35%)	1.204 (-36%)
	Y=600MPa	119.8 (-34%)	1.232 (-34%)

나노인덴터에서 얻어진 하중-변위결과에 해석 모델별로 각각 sink-in을 고려한 나노인덴터의 접촉투영면적 계산식이 아닌, pile-up을 고려한 유한요소해석의 접촉투영면적을 이용하여 보정한 탄성계수와 경도를 Table 8에 나타내었다. 앞서 실시한 세 가지 조건을 이용하여 결과를 얻음에 따라 나노인덴터에 의해 도출된 결과보다 얼마나 작은 결과를 얻었는지 백분율로 나타내었다.

7. 결 론

본 연구에서 제시한 유한요소모델을 검증차원에서 나노인덴테이션의 표준시험편으로 사용되는 Fused Silica의 해석을 수행한 결과 타당한 모델임을 확인하였다. Au 박막의 두께에 따라 항복강도가 증가하고, 이를 정량화 하여 실제 시험의 결과와 서로 비교 분석할 필요성을 확인하였다. 또한 연성재료의 모재효과는 작은 압입 깊이에도 나타난다고 판단할 수 있었다. 나노인덴터의 접촉투영면적 계산식은 sink-in 모델을 기준으로 하고 있어 연성 재료의 측정에 있어서는 유한요소해석과 병행한 pile-up의 측정과 보정이 필요하다는 결론을 얻었다.

후 기

본 연구는 나노메카트로닉스개발사업단(과제번호 03-K14-01-013-1-0)의 지원으로 수행된 연구결과의 일부입니다.

참고문헌

(1) D. Tabor, 1951, The Hardness of Metals, Oxford, London

(2) Y. T. Cheng, C. M. Cheng, 2000, What is indentation hardness?, Surface and Coating Technology, 133-144, 417

(3) MTS, Nano Indenter XP User Manual, 2002, MTS Systems Corporation

(4) W. C. Oliver, G. M. Pharr, 1992, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6

(5) G. M. Pharr, 1998, Measurement of mechanical properties by ultra-low load indentation, Materials Science and Engineering, A253, 153

(6) www.matweb.com

(7) Mohamed Gad-el-Hak, 2001, The MEMS handbook, pp. 3-22