

나노 인덴테이션의 하중-변위 곡선을 이용한 용융아연도금 강판 코팅층의 기계적 특성 결정

고영호*· 이정민*· 김병민#

(2004년 10월 1일 접수)

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-unloading curve was used to determine the Young's modulus, hardness. A new method is recently being developed for elastic-plastic properties of materials from nano-indentation. Elastic modulus of the thin films shows relatively small influence whereas yield strength is found to have significant effect on measured data. The load-displacement curves of material tested with a Berkovich indenter and nano-indentation continuous stiffness method is used to measure the modulus and hardness through thin films, and then these are computed using the analysis procedure. The developed neural networks apply also to obtain reliable mechanical properties.

Key Words : Nano-Indentation, Thin Films, Young's Modulus, Hardness, Yield Strength, Neural Networks

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 사용량이 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.

현재까지 박막의 기계적 성질을 평가하기 위한 새로운 방법들 중 압입 깊이에 따른 나노인덴테이션 실험 방법은 소재의 압입 정도에 따라 연속적으로 압입 하중의 변화를 기록하는 것이다. 그러나 나노인덴테이션 실험을 위한 표준으로 제시되고 있는 ISO/CD14577은 단종 벌크재료에는 적합하지만 박막과 같이 이종재료로 이루어진 복합

* 부산대학교 정밀기계공학과

교신저자: 부산대학교 정밀정형 및 금형가공연구소

층 구조로의 적용은 부적합하므로 이에 대한 연구가 필요하다. 현재 일부 분야에서는 나노인덴테이션을 이용하여 경도와 탄성계수를 측정하고 있으나 이 기술을 이용한 기계적 물성치를 얻기 위한 효과적인 방법은 연구단계에 있다. 예를 들면, Nix 가 박막에 대한 강도측정을 위해 나노인덴테이션 기술을 사용하였다.⁽¹⁾

본 연구는 표면처리강판과 같은 일종의 이종재료의 코팅층에 대해서 압입 깊이에 따른 탄성계수 및 경도 분포를 구하고 유한요소 해석을 수행하여 표면처리강판 코팅층의 기계적 물성치를 결정하고자 한다.

2. 나노인덴테이션 실험

2.1 실험방법

일반적으로 재료의 기계적 성질은 표준화된 시편을 이용한 인장 및 압축 시험⁽²⁾을 통해 나타나는 특성을 가시화하여 나타냄으로써 가능하지만, 표면처리강판 코팅층의 경우 일반적인 시험을 통하여 재료의 기계적 물성치를 평가하는 것은 불가능하다. 따라서 압입시험으로 코팅층에 작은 압흔을 생기게 하는 힘을 측정함으로써, 박막의 탄소성 거동을 알 수 있다.⁽²⁻³⁾ 나노인덴테이션 실험에는 MTS 사의 Nanoindentation®XP 가 사용되었으며 실험에 사용되는 압자는 어떠한 형태도 가능하나, 탄성계수가 크고 마찰계수와 접촉면적이 작은 베르코비치 팁(Berkovich tip)을 사용하였다.

탄성계수는 Sneddon stiffness equation⁽⁴⁾으로부터 산출되는데 최종적으로 구해야 하는 함수는 E_s 이다. 여기서 E_r 은 환산 탄성계수, E_i 는 압자의 탄성계수, v_s 와 v_i 는 각각 시편과 압자의 프와송비이며 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 접촉깊이(contact depth)의 함수로 실험적으로 얻으며, 총 변형량과 탄성 변형량의 차이로 나타낸다.

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

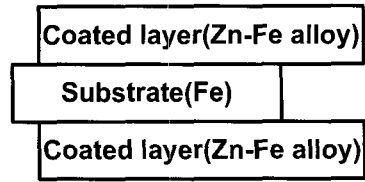


Fig. 1 Schematic representation of galvanized steel sheet

Fig. 1은 용융도금강판의 개략도를 나타내고 있으며, 강판은 DDQ (Deep Draw Quality)급으로 내면과 외면의 도금량이 60g/m²로 동일하다. 압입 시편은 10×10mm의 크기로 제작하였다.

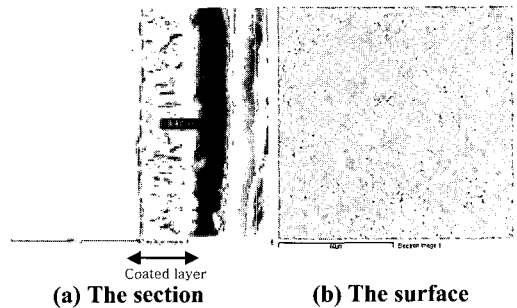


Fig. 2 Scanning electron micrograph of galvanized steel sheet

Table.1 Conditions for nanoindentation test

Conditions	Value
Surface approach sensitivity	30 %
Surface approach velocity	10 nm/s
Allowable drift rate	0.15
Humidity	30 ~ 35 %
Temperature	23.5 °C

Fig. 2(a)의 단면 사진의 경우 왼쪽 부분이 모재, 가운데 부분이 코팅층이고 오른쪽 부분이 수지이며 코팅층의 두께는 약 8μm 정도이다. 소재 특성상 표면이 고르지 못하고 균열과 기공이 존재할 수 있다는 것을 fig. 2(b)로 알 수 있었으며, 이를 고려하여 반복 실험을 수행하였다. 실험조건은 Table.1 과 같다.

2.2 실험결과

나노 압입실험에서 탄성계수나 경도 측정값에 큰 영향을 미치는 인자중의 하나가 최대 압입깊이 결정이다. 실제로 이종재료에 접합된 코팅층의

경우 모재의 영향을 받지 않도록 thumb rule 에 의해 코팅층 두께의 10%정도로 압입 깊이를 결정하는 것이 일반적이다.⁽⁵⁻⁷⁾ Fig.3 은 코팅층에 대한 압입 실험시 모재의 영향을 받게 되는 압입 깊이를 결정하기 위하여 1200nm 로 압입 실험한 결과이다. 하중-변위 곡선에서 하중(loading)부분의 기울기가 800nm 근처에서 급격히 증가하는 것을 확인할 수 있었다.

따라서, 주사전자현미경(SEM) 촬영 결과와 압입 실험 결과로 보면 모재에 대한 영향을 배제할 수 있는 적정 압입 깊이를 800nm 로 판단 할 수 있다.

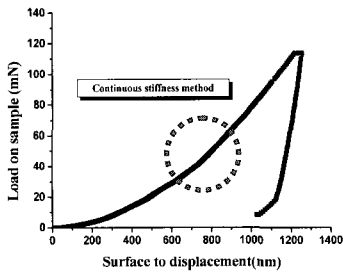


Fig. 3 Plot of load versus displacement for film of galvanized steel sheet at 1200nm

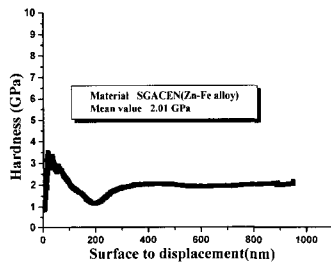


Fig. 4 Plot of hardness versus indentation depth for film of galvanized steel sheet at 800nm

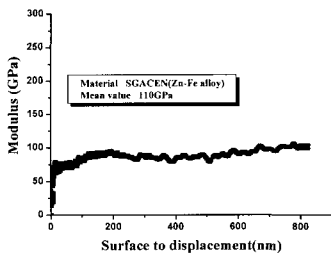


Fig. 5 Plot of modulus versus indentation depth for film of galvanized steel sheet at 800nm

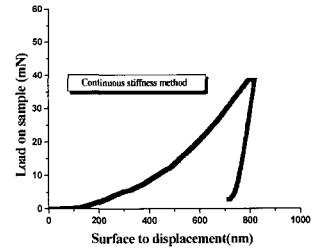
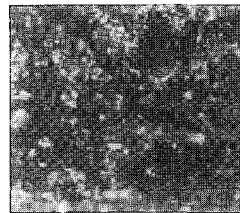


Fig. 6 Plot of load versus displacement for film of galvanized steel sheet at 800nm

나노인텐테이션에서 압입 초기부터 최대 압입 깊이까지의 연속적인 물성을 얻기 위하여 연속강성측정법(CSM)을 사용하여 용융도금강판 코팅층 및 모재의 탄성계수와 경도를 측정하였다. Fig. 4와 Fig. 5에서 볼 수 있듯이, 압입 깊이에 따른 경도 및 탄성계수 측정 결과에서 초기에는 압입 크기 효과와 표면거칠기효과(Surface roughness effect)등으로 인해 탄성계수와 경도의 급격한 변화를 관찰할 수 있었다.⁽⁸⁻⁹⁾ 그러나 200nm 이후에는 일정한 탄성계수와 경도의 분포를 보였으며, 이 구간에서의 평균값을 코팅층의 기계적 물성치로 결정하였다.



(a) The coated layer (b) The substrate

Fig. 7 Optical microscopy for the shape of indentation

Fig. 7(a)와 (b)는 각각 코팅층과 모재에 대해 500배율의 광학현미경으로 관찰한 압흔이다. 베르코비치 압자의 면각 (face angle)을 65.3° 로 가정하고 식(3)을 이용하여 접촉투영면적을 계산하면 Fig. 7의 압흔이 실제 실험한 압흔임을 확인할 수 있다.⁽¹⁰⁾ 베르코비치 압자의 투영면적(A)과 압입깊이(h_p)의 관계식은 아래와 같다.

$$A = 3\sqrt{3}h_p^2 \tan^2 65.3 \quad (3)$$

Table.2 Experimental results of nanoindentation

	Indentation depth	Hardness	Elastic modulus	Maximum load
Coated layer	800nm	2.01GPa	110GPa	38.5mN
Substrate	1000nm	2GPa	210GPa	40mN

3. 유한요소 해석

3.1 해석 모델

유한요소해석에서 나노인덴테이션 압입 공정 해석을 위한 모델을 결정하고 인덴테이션 실험의 하중-변위 곡선을 일치시켜 코팅층의 탄성계수와 항복강도를 결정하였다. 해석은 FEM 패키지인 AB AQUUS 6.3을 사용하였으며, 2차원 나노인덴테이션 공정을 축대칭 모델로 해석을 수행하였다. 그리고 3차원 나노인덴테이션 공정해석으로 압흔의 형상과 파일업의 크기를 예측하였다. 2차원 나노인덴테이션 공정에서는 실제 베르코비치 다이아몬드 압자에 가깝게 팁의 곡률반경을 100nm로 하였으며, 소재 부분의 메쉬(mesh)는 축대칭요소(CAX 4R element type) 7200개로 구성하였다. 메쉬크기는 대칭축에 가까워질수록 작아지며, 해석단계는 하중(loading)단계와 제하중(unloading)단계로 나눈다. 3차원 나노인덴테이션 해석에서는 모서리 부분의 곡률반경도 고려하여 팁 끝부분의 곡률반경을 100nm로 가정하고 점차적으로 0까지 줄여서 모델링하였다. 팁은 600여개의 강체요소(R3D4 element type)로 구성하였고 소재의 메쉬는 45000여개의 8노드 축소 적분요소(C3D8R element type)를 사용하였다. 소재의 바닥은 회전 및 이동의 6자유도를 완전히 고정하였고 팁은 Y 축 이동만 가능하도록 하였다. 2차원 과 3차원 모델 모두 코팅층의 초기 잔류응력은 없고 등방성이며 프와송비는 0.3으로 가정하였다.⁽¹¹⁾

3.2 항복강도와 탄성계수비의 영향

표면처리강판의 박막에 있어서 항복강도의 영향을 확인하기 위하여 100Gpa의 탄성계수를 가진 소재를 이용하여 항복강도를 1Gpa에서 5Gpa까지 변화시키면서 해석을 수행하였다.

항복강도는 같은 인덴테이션 조건하에서 압입 하중에 뚜렷하게 영향을 주었다. Fig. 8에서 보는 바와 같이 항복강도의 증가와 더불어 압입 하중

이 증가하고 제하중 곡선 부분의 기울기가 점차적으로 작게 나타났다.⁽¹²⁾

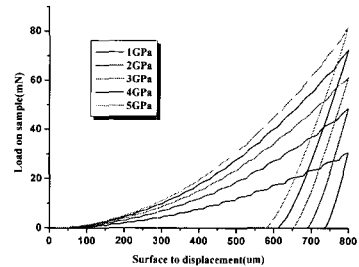


Fig. 8 FEM calculated indentation load-displacement curves for materials with various yield stresses Y_0

나노인덴터를 이용한 압입실험에서 결정한 하중-제하중 곡선(loading-unloading curve)인 Fig. 6과 항복강도에 따른 유한요소해석 결과인 Fig. 8을 비교해 볼 때, 코팅층의 하중-제하중 곡선이 항복강도가 1~2GPa인 곡선 사이에 존재함을 확인할 수 있다. Fig. 9는 하중과 변위를 같은 스케일(scale)로 두고서 하중-제하중 곡선(loading-unloading curve)을 표현한 것이다. 항복강도의 변화에 대해서 로딩 부분은 큰 차이가 없으나, 제하중 부분은 뚜렷한 차이가 나타났다. Table. 3은 최대 압입 깊이에 대한 탄성 회복량의 비로 나타내었으며, 탄성계수 대 항복강도 비가 작을수록 탄성 회복량이 많음을 알 수 있다.

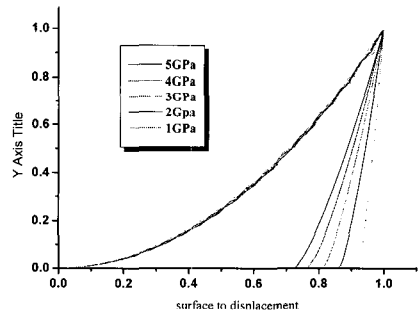


Fig. 9 FEM calculated indentation load-displacement curves for materials with various yield stresses Y_0 , for which the indentation loads were scaled to a same magnitude and so did the penetration

Table.3 Comparison of elastic deformation

E / σ_y	Penetration / Max. Penetration
100	0.91763
50	0.85738
33.3	0.765
25	0.8115
20	0.72075

3.3 2 차원 압입 공정 해석

2차원 압입 공정해석에서는 Fig. 10과 같은 자기 학습 능력을 가지고 있는 다층 퍼셉트론(Multi-layer perceptron) 인공신경망(ANN)과 유한요소법을 이용하였다. 먼저 항복강도와 탄성계수의 비가 하중-변위 곡선에 미치는 영향을 파악하고 신경망의 함수근사 능력을 이용하여 언로딩 부분의 함수식을 결정함으로써 최적의 하중-변위 곡선을 결정하였다. 탄성계수 대 항복강도 비를 100으로 가정하였을 경우 언로딩 부분의 3차함수식을 구하면 식(4)와 같다.

$$f(h) = -14.096h^3 + 41.659h^2 - 36.511h + 9.9448 \quad (4)$$

탄성계수 대 항복강도 비가 50 인 경우의 언로딩 부분 3 차함수식을 구하면 식(5)와 같다.

$$f(h) = -49.735h^3 + 145.53h^2 - 135.45h + 40.659 \quad (5)$$

식(4)와 식(5)를 바탕으로 실험에서 도출한 하중-변위 곡선의 언로딩 부분의 함수식을 일치시켜 1.32GPa 의 항복강도를 결정하였다. Fig. 11은 2차

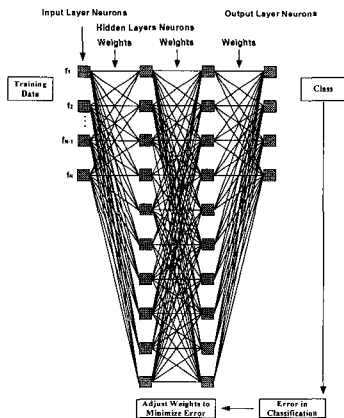


Fig. 10 Sketch of a multilayer feed neural network

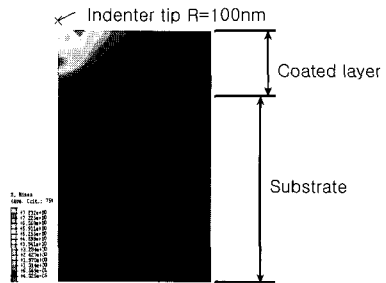


Fig. 11 2D finite element modeling of nanoindentation

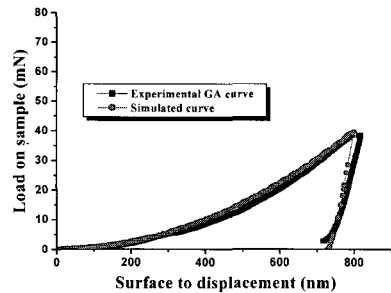


Fig. 12 Comparison of experimental and simulated curve at the same indentation depth

원 압입 공정 해석 모델로써 코팅층 부분의 두께를 8 μ m 로 하였다.

나노인텐테이션 공정에 대한 유한요소해석결과와 인텐테이션 실험에서 결정한 하중-제하중 곡선과 비교하여, Fig. 12와 같이 아주 근접한 곡선을 구할 수 있었다.

3.4 3 차원 압입 형상 예측

실제 압입 공정 해석의 타당성을 검증하기 위하여 2차원 압입 공정 해석으로 결정된 물성치를 바탕으로 3차원 압입 공정 해석을 수행하고 압입 형상과 파일업의 크기를 예측하였다. Fig. 13은 3차원 압입 공정 해석 모델이며, 제하중(unloading) 이후의 Von-Mises 응력분포를 나타낸 것이다. Fig. 14(a)와 (b)는 압흔의 단면과 표면을 나타내었다.

Fig.15 (a)는 압입 해석 동안의 팁과 접촉하는 소재 끝부분의 변위를 나타낸 것이다. 탄성회복 후 최종 변위는 685nm 로 실제 압입 실험과 유사한 결과를 보였고, Fig.15 (b)에서 800nm 압입시 파일업(Pile-up)이 40nm 정도임을 예측할 수 있었다.

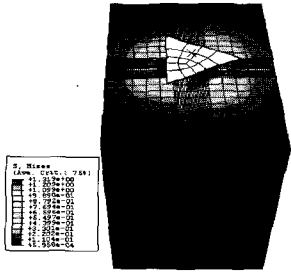
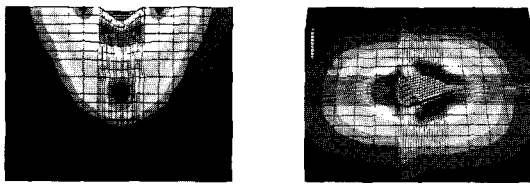
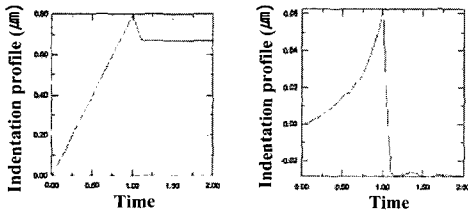


Fig. 13 3D finite element modeling of nanoindentation



(a) The section (b) The surface

Fig. 14 3D image of nanoindentation



(a) Indentation depth (b) Pile-up

Fig. 15 Simulated displacement of indentation depth and pile-up

4. 결론

본 연구에서는 나노인덴테이션을 이용하여 표면처리강판의 일종인 용융도금강판의 물성치를 측정하고, 압입 공정을 유한요소 해석하여 박막의 항복강도와 탄성계수를 결정하였으며 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

(1) 압입 실험에서 적정 압입 깊이를 설정하지 못할 경우 압입크기효과(ISE)와 박막의 표면거칠기에 의해 실제와 다른 경도 및 탄성계수가 측정된다. 따라서 두께가 8μm인 용융도금강판의 경우, 신뢰성 있는 결과를 얻기 위해서는 200nm 이상의 압입이 요구되고 최대 800nm 까지의 압입 실험이 가능하다.

(2) 항복강도의 변화에 따른 압입 하중의 크기를 비교해 본 결과, 항복강도가 클수록 압입하중과 탄성변형량이 크게 나타났으며 신경망을 이용하여 용융도금강판의 코팅층에 대한 항복강도를 1.32GPa로 결정할 수 있었다.

(3) 나노인덴터의 베르코비치 다이아몬드 팁은 모두가 완전한 형태가 아니다. 그러나 베르코비치 팁에 곡률반경을 만들어 해석하게 되면 특정 곡률반경에 대한 압흔의 형상 예측이 가능하다.

후기

본 연구는 한국산업기술재단(KOTEF)에서 지원하는 지역혁신 인력양성사업 연구과제인 “고기능, 고정도 판재성형 및 금형설계 기술개발 인력양성”(TS-32)의 지원에 의하여 수행되었습니다.

참고 문헌

- (1) William D. Nix, 1997, “Elastic and plastic properties of thin films on substrates: nanoindentation techniques”, *Mat. Sci and Eng*, A234~236, pp37~44.
- (2) D. H. Shin, 2001, “Plastic flow characteristics of ultrafine grained low carbon steel during tensile deformation”, *Metals and Materials Int.* Vol.7, No. 6, pp.573~577.
- (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-Criper, “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.
- (8) J. A. Knapp, D. M. Follstaedt, J. C. Barbour, S. M. Myers, “Finite-element modeling of nanoindentation

- for determining the mechanical properties of implanted layer and thin films” NIMB Vol 127/128, pp.935~939.
- (9) H. Elghazal, G. Lormand, A.Hamel, D.Girodin, A. Vincent “Microplasticity characteristics obtained through nano-indentation measurements: application to surface hardness steels” Mat. Sci and Eng, A303, pp. 110~119.
- (10) Yo-Han Yoo, Woong Lee, Hyunho Shin “Effect of work hardening on the critical indentation limit in spherical nano-indentation of thin film/substrate systems”, Surface and Coating Technology. 179, pp. 324~332.
- (11) Ranjana Saha, Zhenyu Xue, Young Huang, William D. Nix, “Indentation of a soft metal film on a hard substrate: strain gradient hardening effects”, J. M. P. S, 49, pp. 1997~2014.
- (12) 이정우, 윤성원, 강충길, “나노 인텐테이션 공정의 유한요소해석 및 실험적 검증”, 한국소성가공학회지, Vol.12, No.4, pp.382~387.
- (13) Dejun Ma, Kewei Xu, Jiawen He, Jian Lu “Evaluation of the mechanical properties of thin metal films”, Surface and Coating Technology, 116~119, pp. 128~132.