

재료의 나노인덴테이션 변형 거동과 3차원 유한요소해석

김지수 · 양현윤* · 윤준도**† · 조상봉***

경남대학교 대학원 재료공학과
*경남대학교 대학원 기계설계학과
**경남대학교 신소재공학부
***경남대학교 기계자동화공학부

Deformation Behaviors of Materials during Nanoindentation Test and Simulation by Three-Dimensional Finite Element Analysis

Jisoo Kim, Hyeonyun Yang*, Jondo Yun**† and Sangbong Cho***

Department of Materials Engineering, Graduate School, Kyungnam University

*Department of Mechanical Design Engineering, Graduate School, Kyungnam University

**Department of Advanced Materials Engineering, Kyungnam University

***Department of Mechanical Automation Engineering, Kyungnam University, Weolyeong-dong, Masan, 631-701, Korea

(2004년 2월 20일 받음, 2004년 6월 17일 최종수정본 받음)

Abstract Elastic and plastic deformation behaviors of the high purity aluminum and the silica glass were studied using nanoindentation and finite element analysis(FEA) techniques. Berkovich- and cone-type indenters were used for the nanoindentation test. Deformation behaviors and nanoindent profiles of elastic, elastic-plastic or plastic materials were clearly visualized by FEA simulation. Effects of the penetration depth and strain hardening on the deformation behavior were examined. Pile-up and sink-in behaviors were studied by using FEA technique. Degree of pile-up or sink-in was found to be a function of the ratio of elastic modulus to yield strength of materials. FEA was found to be an effective method to study deformation behaviors of materials under nanoindentation, especially in the case when pile-up or sink-in phenomena occurred.

Key words nanoindentation, finite element analysis, pile-up, sink-in, deformation profile

1. 서 론

재료의 기계적 특성평가방법으로는 인장, 압축, 꺾임(굽힘), 파괴, 피로 시험 등이 있다. 재료의 경도를 측정하는 방법으로 압입경도 시험법이 약 백여 년 전부터 개발되어 사용되고 있다¹⁾. 현대 산업에서의 재료는 급속도로 그 크기와 무게가 감소하였고, 최근 나노·박막재료가 널리 이용되고 있다. 재료의 크기가 나노미터 범위로 줄어들어 따라 나노미터 스케일에서의 특성 평가에 대한 요구가 증가하고 있고, 이에 따라, 이전부터 이용해오던 압입 경도 시험법을 발전시킨 나노인덴테이션 기법이 개발되었다^{2,3)}. 이 방법은 수 마이크로 뉴턴(μN)의 하중으로 재료를 나노미터(nm) 깊이로 압입하며 재료의 기계적 특성을 평가하는 것으로 압입 중에 하중과 깊이를 측정할 수 있어서 Fig. 1과 같은 하중-변위 곡선을 얻을 수 있다. 하중인가 시에 얻어지는 가하(加荷)곡선과 하중제거 시에 얻어지는 제하(除荷)곡선으로부터 경도와 탄성계수를 측정할 수 있다¹⁾. 이같이 실시간으로 재료의 변

형거동을 관찰할 수 있고 기계적 물성을 압입실험 후 바로 알 수 있어서 그 활용범위는 넓으며, 나노 박막 재료 연구에 적합하다^{4,6)}. 현재, 세계적으로 활발한 연구가 이루어지고 있지만, 국내에서는 아직 생소한 연구 분야로서 그 연구 깊이는 일천하다.

나노인덴테이션 시험시 재료에서는 탄성과 소성 변형이 일어나며 이들 변형 거동에 대한 이해가 중요하다. 변형기구의 연구를 위해서는 압자 아래에서의 재료의 변형 거동을 직접 관찰함이 필요하지만 재료변형을 실험자가 직접적으로 관찰하기는 불가능하다. 하지만 유한요소해석(FEA) 기법을 이용하면 해석적 모사를 통하여 압자 아래 부분에서의 변형 거동을 간접적이지만 관찰할 수 있다. 또한, 재료의 물성을 변수로 입력할 수 있고, 다양한 조건에서의 재료 거동을 모사할 수 있으므로 유한요소해석 기법은 압입 현상의 이해와 검증 연구에 중요하게 활용될 수 있다.

본 연구에서는 나노인덴테이션 기법을 이용해서 재료의 탄성·소성거동을 조사하였다. 압입깊이와 재료의 가공경화율을 변화시키며 압입 거동에 미치는 영향을 조사하였으며 압입시에 일어나는 파일업과 싱크인 거동에 대

†E-Mail : jdyun@kyungnam.ac.kr

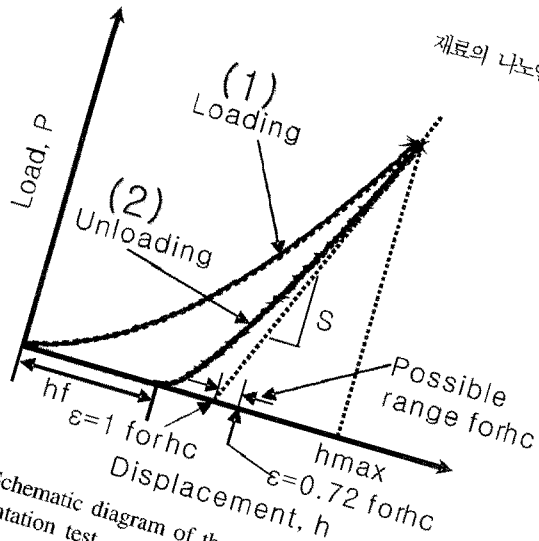


Fig. 1. Schematic diagram of the load-displacement curve for nanoindentation test.

재료 경면 연마한 후 섭씨 300°에서 1.5시간동안 곧 분위기하에서 열처리를 하였다. 일부 알루미늄은 재료만능시험기(UTM)를 이용하여 20 또는 40%의 형률로 압축 변형하여 가공 경화시켰다. 압자는 베르비치형 압자와 원뿔형 압자를 사용하였다. 압입 장비로는 나노인덴테이션 트리보스코프 (미국 하이저트론 회사를 제조)를 사용하였고, 부착된 주사탐침현미경(SPM, 미국 서모마이크로스코프 회사제조)으로 압입 직후에 압흔의 영상을 얻었다. 주사탐침현미경은 AFM (원자간력 현미경) 모드에서 사용하였다.

해서 연구하였다. 압입 변형거동에 대해서 3차원 유한요소해석으로 모사하여 결과를 비교하였다.

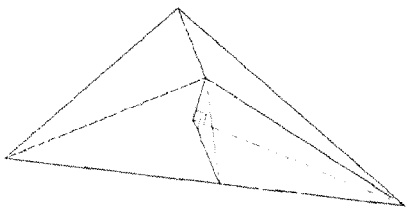
2.2. 3차원 유한요소해석

유한요소해석 연구를 위해 해석차원 3차원으로 모델링을 하였고, 사용 소프트웨어로는 해석 범용 프로그램인 안시스(ANSYS) 7.0을 사용하였다. 메시의 요소수는 9,610개, 사용압자는 대면각 70.3도의 삼각뿔 모양을 갖는 베르코비치 압자(Fig. 2a)를 적용하였고, 압자의 기하학적 대칭성을 고려하여 1/6 크기 부분만을 해석하였다(Fig. 2b). 압자는 전혀 변형하지 않는 강체로 가정하였으며 압자와 시편의 접촉면 사이에는 접촉 조건을 설정하였다. 시편에서 압자와 접촉되는 부분의 요소 크기는 작게 하고 다른 부분의 요소 크기는 크게 하여 요소수를 줄임으로써 해석 시간을 단축하였다(Fig. 2c). 경계 조건으로 시편의 아랫면을 구속하고 대칭조건에 의해 나누어진 옆면에 수직인 방향 또한 구속하였다. 유한요소해

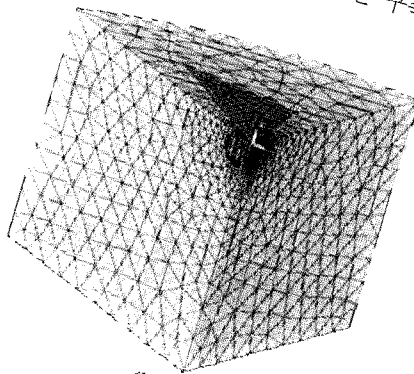
2. 실험 방법

2.1. 나노인덴테이션

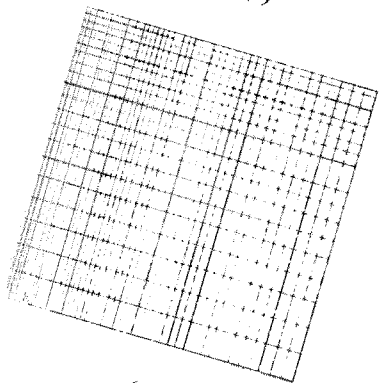
실험용 시편으로는 순도 99.999% 다결정 봉상 알루미늄과 용융석영 유리를 사용하였다. 알루미늄 시편은 직경 10 mm, 높이 10 mm로 가공하였고, 다이아몬드 연마



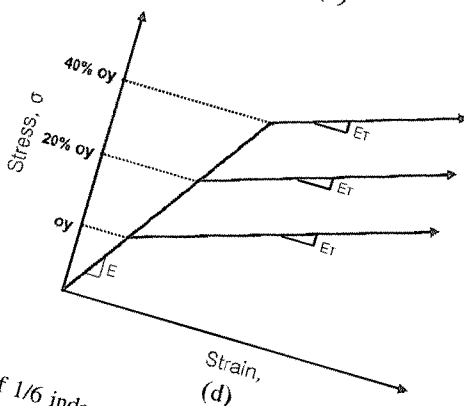
(a)



(b)



(c)



(d)

Schematic diagrams of (a) the Berkovich tip, (b) modeling of 1/6 indenter and specimen, (c) meshes, and (d) stress strain for the three-dimensional finite element analysis.

Table 1. Mechanical properties of materials used for finite element analysis.

재료물성 시편	탄성계수 (GPa)	항복강도 (MPa)	포아손비	소성구간 기울기(MPa)
알루미늄	70	41-197	0.3	110
용융석영유리	70	1,100	0.17	35,000

석에 사용한 재료 물성값은 Table 1과 같다. 재료의 가공경화 정도를 나타내는 소성구간 기울기($ET = \Delta\sigma/\Delta\epsilon$)는 순수 알루미늄의 응력-변형을 곡선에서 직선거동을 보이는 6-25% 구간에서의 기울기 값을 사용하였다⁷⁾. 용융석영 유리의 항복강도 (σ_y), 소성구간기울기(E_T)와 20%와 40%로 가공 경화된 알루미늄의 항복강도(σ_y)는 본 연구의 실험결과 데이터를 사용하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 재료의 탄성거동과 소성거동

용융석영유리와 알루미늄에 대한 나노인덴테이션 시험을 실시하였다. Fig. 3은 원뿔형 압자를 이용하여 나노인덴테이션 시험을 실시한 후에 시편상에 남은 압흔을 AFM으로 관찰한 사진과 시험 도중에 얻은 하중-변위 곡선이다. 200 nm 깊이로 압입하였을 때 Fig. 3a와 3b에서와 같이 두 재료 모두 소성 변형을 일으키며, 압흔을 남기는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 3e와 3f의 하중-변위 곡선에서는 항복강도가 크고 소성 변형을 거의 하지 않는 세라믹 재료인 용융석영 유리는 탄소성 변형 거동을 보이며 하중 제거시에 큰 탄성회복을 보이고 있는 반면에 항복강도가 작고 소성변형을 쉽게 하는 연성금속인 알루미늄은 큰 소성 변형을 일으키며 하중 제거시에도 거

의 탄성회복을 하지 않는 것을 알 수 있었다.

한편, 시편에 매우 작은 하중을 가하여 압입하면 소성 변형을 일으키지 않고 탄성 회복을 하는 것을 관찰하였다. 용융석영유리의 경우 100 μN 의 작은 힘으로 13 nm의 깊이로 압입한 후 압자를 제거했을 때, Fig. 3c와 3g에서와 같이 시편 표면에 압흔이 남지 않았으며 하중-변위 그래프도 원점으로 탄성회복하는 것을 확인할 수 있었다. 이같은 탄성회복거동은 30 μN 의 힘으로 5 nm 깊이로 압입한 알루미늄 시편에서도 관찰되었다(Fig. 3d와 Fig. 3h).

나노인덴테이션 시험 중의 재료 변형거동을 3차원 유한요소해석 기법으로 모사하였다. 압자는 베르코비치형을 사용하였으며 전산 모사에서도 동일한 모양을 사용하였다. 실험과 모사를 통하여 얻은 두 종류의 데이터를 Fig. 4에서 비교하였다. 200 nm 깊이로 압입하였을 때 용융석영 유리의 경우 실험에서 얻은 하중-변위 곡선과 3차원 유한요소해석의 결과는 매우 잘 일치하였는데 반하여 알루미늄의 경우에는 실험 결과와 유한요소해석 결과 사이에 차이가 존재하였다. 알루미늄의 항복강도값을 문헌값인 41 MPa를 사용하였을 경우에는 실험값이 모사한 하중값보다 크게 나타났다. 근접 모사를 시도한 결과 알루미늄의 유효 항복강도값이 175 MPa를 갖는 것으로 나타났다. 이 값은 문헌값 41 MPa보다 높은 것인데 그 원인으로서는 알루미늄 표면층, 압자 끝 부분의 뭉툭함, 시편표면 거칠기, 결정학적 이방성, 팽인 현상, 전위 밀도 구배 등을 들 수 있을 것이다. 공기 중에 보관할 경우 알루미늄 표면에 통상적으로 형성되는 나노미터 스케일의 산화층은 압입하중 값을 높이는 역할을 할 것이며 압자 끝 부분의 뭉툭함도 압입 하중을 높이는 역할을 할 것이다. 시편 표면의 거칠기, 결정학적 이방성, 팽인 현

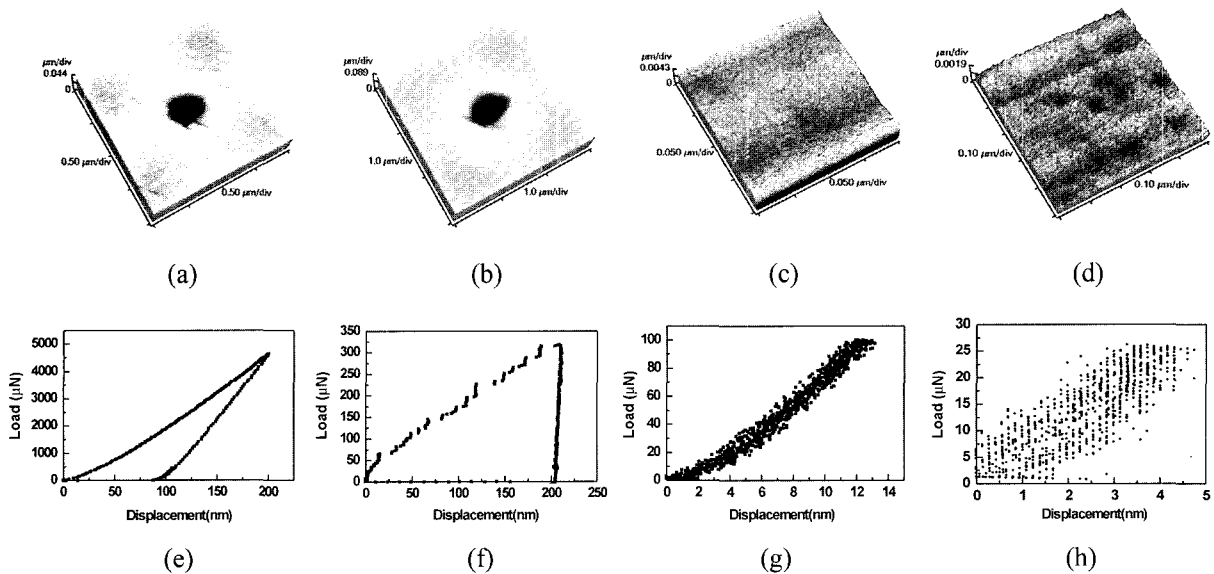
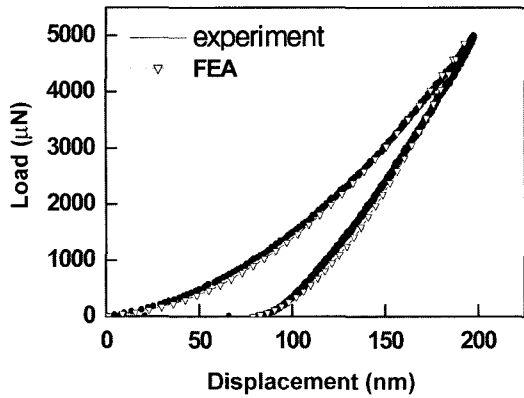
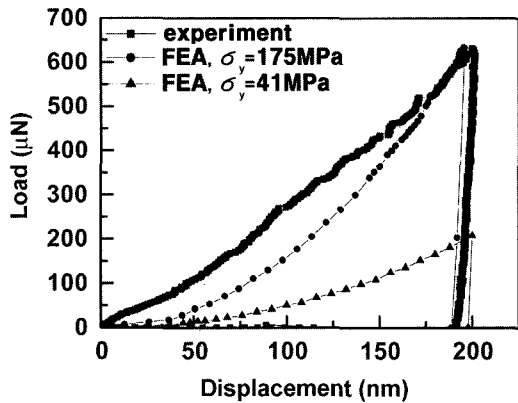


Fig. 3. AFM images recorded from indented (a) silica glass, and (b) aluminum under a small load, and (c) silica glass, and (d) aluminum under a tiny load. Load-displacement curves of (e) silica glass and (f) aluminum, under a small load, and (g) silica glass and (h) aluminum under a tiny load.



(a)

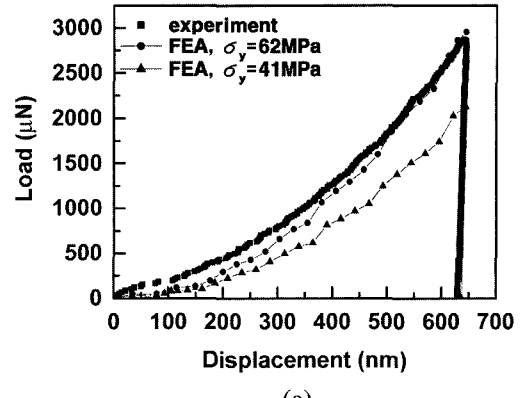


(b)

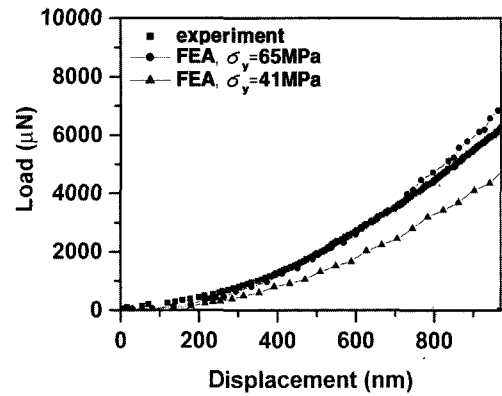
Fig. 4. Comparison of the experimental data with the finite element analysis results for nanoindentation of (a) silica, and (b) aluminum up to a depth of 200 nm.

상은 각각 우연오차를 유발할 것이다. 앞의 두 원인의 경우에는 깊이가 얇을수록 효과가 커질 것으로 생각되는데 깊이를 640 nm와 1000 nm로 3-5배 더 깊게 하여 압입 시험 하였을 때(Fig. 5) 실험과 모사 결과가 비슷해지는 결과를 얻었다.

나노인덴테이션 시험에서 얻을 수 있는 하중-변위 곡선에서 변위는 압자의 끝부분에 대한 것이므로 압흔의 다른 부분에서의 변형에 대한 정보는 주어지지 않는다. 압흔 전체 부위에서의 변형 과정을 이해하기 위하여 유한요소해석을 실시하여 그 단면 프로파일의 변화를 관찰하였다. Fig. 6은 각각 탄성 재료(1), 탄성·소성 재료(2), 소성 재료(3)의 세 가지 대표적 재료의 변형거동을 모사한 결과이다. 각 Figure의 (a)는 모사한 하중-변위곡선이며 (b)는 하중을 50% 인가하였을 때, (c)는 100% 인가하였을 때, (d)는 압입하중을 50% 제거했을 때, (e)는 압입하중을 완전제거 했을 때, 각각의 압흔 단면 형상이다. 각 거동은 재료의 탄성계수(E) 대 항복응력(Y)의 비로 분석할 수 있는데, E/Y비를 이용해서 나노압입시 재료가 가지는 특성에서 탄성·소성 변형에 따른 의존성을 관찰할 수 있다. E/Y비가 작을수록 탄성거동을 하고, E/Y비가 클수록 소성거동을 한다고 보고되었다⁸⁻¹⁰). 이는 탄성계수에 비해서 항복강도가 작을수록 쉽게 항복을 하며,



(a)



(b)

Fig. 5. Comparison of experimental data with finite element analysis results for nanoindentation of aluminum up to a depth of (a) 640 nm or (b) 1000 nm.

낮은 하중에서 소성변형을 일으키기 때문이다.

Fig. 6(1)에서와 같이 E/Y값이 0인 탄성재료는 압입시 압자 주위가 눌러 들어가는 싱크인 현상이 발생하며 하중을 제거하면 압자는 다시 원상태로 회복하여 압흔을 남기지 않았다. 이것은 항복응력보다 탄성계수가 너무 높기 때문에 재료는 소성변형을 일으키지 않기 때문이다. Fig. 6(2)에서 E/Y값이 100인 탄·소성 재료는 하중을 가하면서 압자 주변이 밀려 올라가는 파일업 현상이 일부 일어나고, 하중을 제거할 때 시편은 압자와 접촉한 상태로 수직 방향으로의 균일 탄성회복을 일으키고나서 다음 단계로 접촉 면적이 줄어들면서 압자 끝이 최종으로 접촉에서 벗어나는 불균일 탄성회복이 일어나는 것을 확인할 수 있었다. Fig. 6(3)에서 E/Y값이 3100의 큰 값을 갖는 소성재료는 압입시에 파일업이 발생하고 하중제거시에 거의 탄성회복을 하지 않아서 최대하중에서의 압흔과 하중을 제거한 후의 압흔이 동일한 것을 알 수 있었다.

3.2. 압입깊이 변화의 효과

알루미늄과 용융석영유리 시편에 베르코비치 압자를 사용하여 나노인덴테이션을 실시하였고, 압입깊이를 100 nm, 150 nm, 200 nm로 바꾸며 유한요소해석 결과와 비교하였다. Fig. 7의 실험 결과로부터 알 수 있듯이, 서로 다른 깊이로 압입한 여러 개의 하중-변위 곡선들이 하중

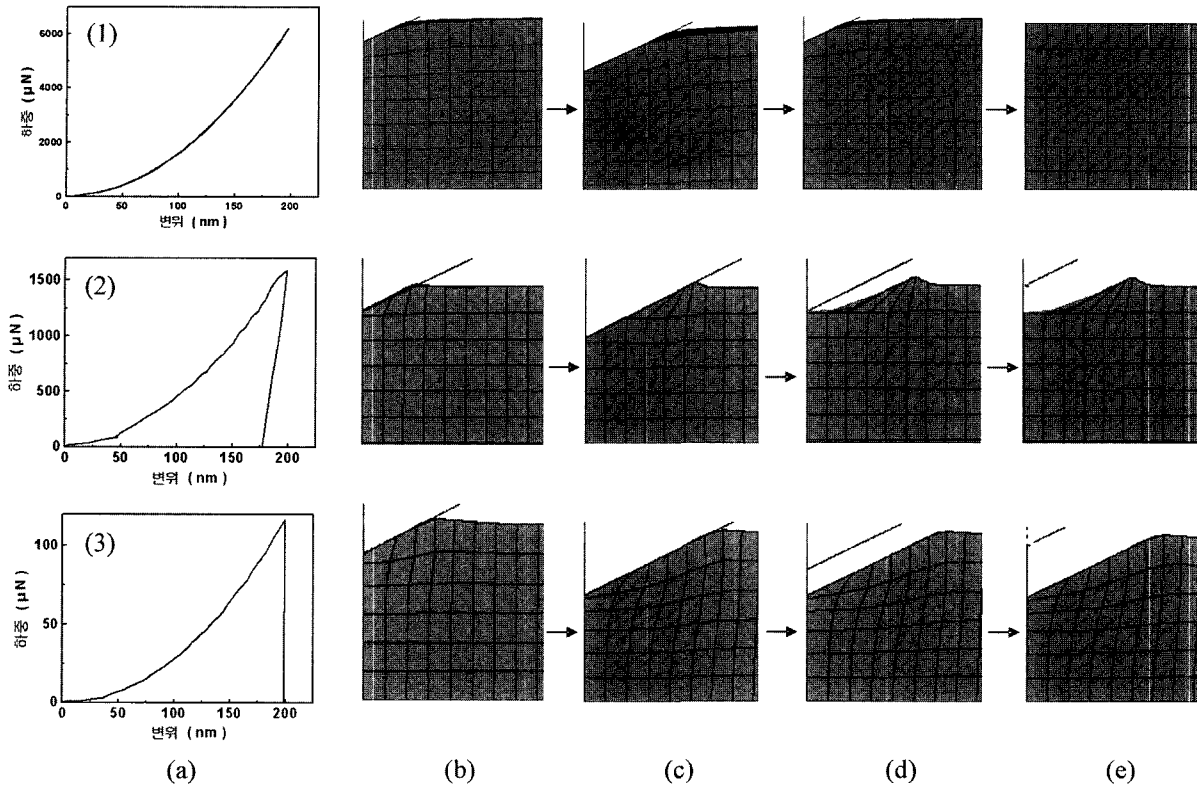


Fig. 6. The results from the three-dimensional finite element analysis for (1) perfectly elastic materials, (2) elastic-plastic materials, and (3) perfectly plastic material. Each case shows (a) load-displacement curve, and (b)-(e) indent profiles at (b) 50% and (c) 100% loading, and (d) 50%, and (e) 100% unloading.

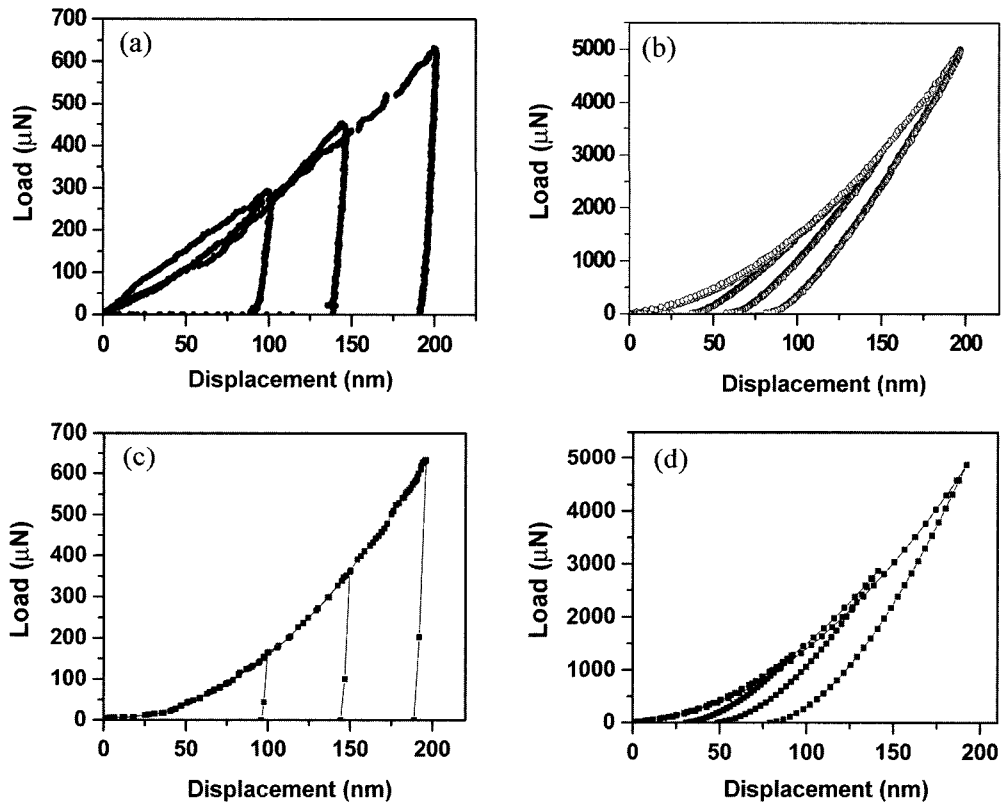


Fig. 7. Load-displacement curves for nanoindentation test with various penetration depths, obtained from experiments in (a) aluminum, and (b) silica glass, and from finite element analysis in (c) aluminum, and (d) silica glass.

인가 부분에서 용융석영유리의 경우에는 잘 일치하고 있는 반면, 알루미늄의 경우에는 잘 일치하지 않는 것을 알 수 있다. 이것은 용융석영유리의 재료가 보다 더 균일하기 때문이며, 알루미늄의 경우 기계연마에 의해 국부적으로 불균일한 연마 상태가 존재하고 팝인 현상이 일부 발생했기 때문일 것이다.

3.3. 알루미늄 가공경화를 변화의 효과

가공경화에 따른 압입거동의 차이를 나노인덴테이션 시험과 유한요소해석법으로 조사하였다. 99.999% 고순도 알루미늄을 재결정화 온도 이하인 300°C 아르곤 분위기에서 어닐링하고, 20% 또는 40%로 압축변형을 일으켜 가공경화를 실시하였다. 나노인덴테이션 시험결과, Fig. 8에서 보면, 어닐링한 알루미늄에 비하여, 20%와 40%로 가공경화된 시편은 200 nm 압입시의 압입하중이 각각 11.3%와, 14.6%씩 증가한 것을 알 수 있었다. 경도는 어닐링한 알루미늄은 610 MPa, 20% 가공경화된 알루미늄은 790 MPa, 40% 가공경화된 알루미늄은 890 MPa를 갖는 것으로 나타났다. 이것은 가공시에 내부 전위의 증식과 교차에 의해 재료의 경도가 증가한 때문으로 생각된다.

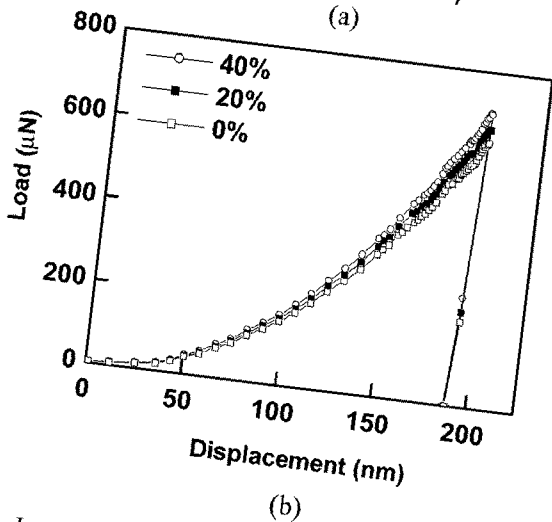
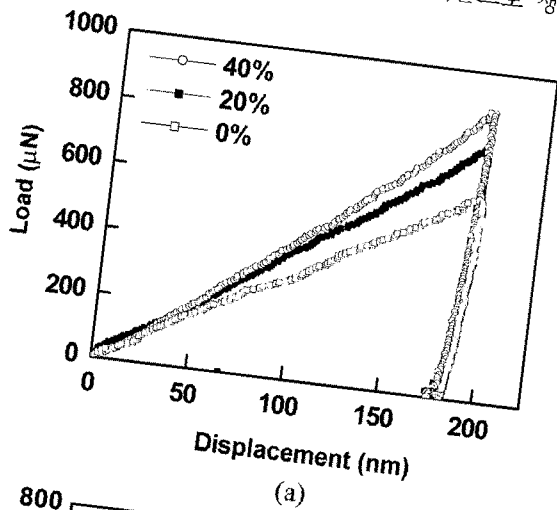


Fig. 8. Load-displacement curves for indentation test of aluminum after different amount of deformation, obtained from (a) experiments and (b) finite element analysis.

다. 3차원 유한요소해석 결과에서도 Fig. 8(b)에서 보는 바와 같이 알루미늄이 가공경화될수록 압입하중이 증가하는 것을 알 수 있었다.

3.4. 파일업과 싱크인에 대한 해석

압입시에 압자 주변의 재료가 밀려 올라가거나 눌러 들어가는 파일업, 싱크인 현상(Fig. 9)은 하중-변위 측정이나 현미경을 이용하여 즉석 관찰할 수 없으며 그 이외의 관찰 방법이 개발된 바가 없다. 현재 가능한 방법은 하중 제거 후에 압흔의 형상을 현미경으로 관찰하는 것인데 압입 깊이가 얇을 경우에는 탄성변형이 크므로 압입도중과 압입 후의 압흔의 크기에 많은 차이가 있게 된다. 따라서, 현재의 가장 좋은 방법은 유한요소해석을 이용하여 실제 상황을 모사하는 것이다. 본 연구에서는 압입시에 일어나는 파일업과 싱크인 거동을 3차원 유한요소해석으로 모사하였다.

파일업 또는 싱크인의 정도는 파일업 계수(S) 대 압입깊이(h)의 비율(S/h)로 정량화하였다. 파일업 계수(S)는 시편과 압자가 접촉하는 접촉점의 시편표면으로부터의 높이를 말한다. S/h의 값은 파일업의 경우 양수이고 싱크인의 경우 음수이다. S/h 비와 탄성계수(E) 대 항복강도

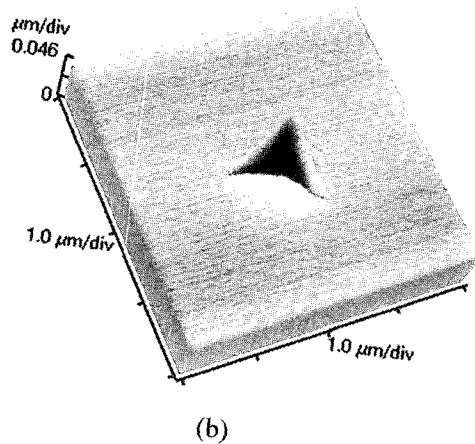
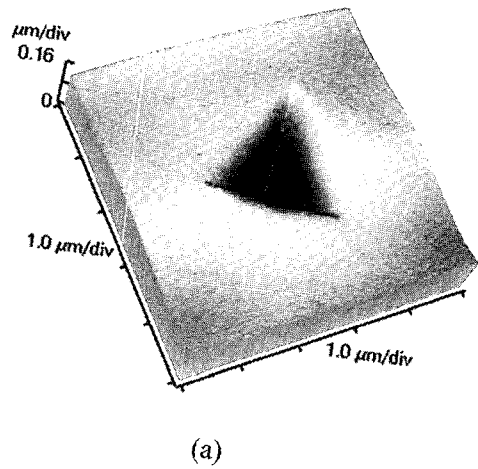


Fig. 9. AFM images after nanoindentation showing (a) pile-up in aluminum, and (b) sink-in in silicon.

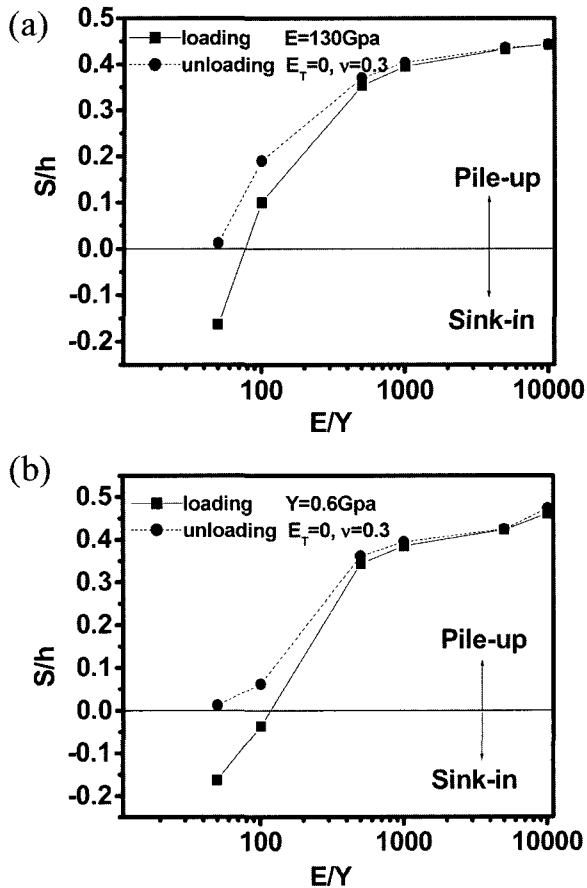


Fig. 10. Degree of pile-up or sink-in of materials as a function of E/Y ratio (a) when Y is a variable with fixed E , and (b) when E is a variable with fixed Y . The data are obtained from finite element analysis.

(Y)의 비(E/Y 비)의 함수 관계를 조사하였다. 모사 결과, E/Y 비가 작을 경우 최대 압입 시에는 싱크인되었다가 하중을 제거하면 파일업되는 경향을 나타내었고, E/Y 비가 증가하면 하중 제거 뿐만 아니라 하중 인가시에도 파일업을 나타내었다. S/h 비가 과연 E/Y 비의 함수인지, 아니면 E 또는 Y 각각에 함수인지를 확인하기 위해서 E 를 고정하고, Y 값을 변화시키거나, Y 값을 고정하고 E 값을 변화시켜 그 변화를 관찰하였다. 그 결과 약간의 차이는 있었으나 E 값과 Y 값 각각의 값에 의해서 파일업과 싱크인이 결정되기 보다는 E/Y 의 비가 크고 작음에 따라서 파일업과 싱크인 거동이 나타나는 것을 알 수 있었다(Fig. 10).

4. 결 론

나노인덴테이션 기법을 이용한 재료시험과 3차원 유한요소해석 기법을 이용한 모사실험의 비교연구 결과, 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 나노인덴테이션 시험에서 매우 작은 하중에서는 완전탄성거동이, 큰 하중에서는 탄성과 소성이 혼합된 거

동을 관찰할 수 있었다. 세라믹인 용융석영유리의 경우, 하중제거 시 큰 탄성회복을 보였으며, 반면에 연성금속인 알루미늄의 경우 하중제거 시 작은 탄성회복을 보였다.

(2) 완전탄성재료, 탄·소성재료, 완전소성재료의 세 가지 재료의 압입에 대해서 3차원 유한요소법으로 단면 분석하여 압자 아래 재료의 거동을 가시화하여 관찰하였다. 완전탄성재료의 경우는 예상대로 완전탄성회복을 하여 압흔을 남기지 않았다. 탄·소성재료의 경우는 압입 후 하중을 제거하면 재료는 일부분 탄성회복을 하고 대부분 소성변형을 일으켜 압흔을 남겼다. 완전소성재료의 경우 최대압입 후 하중을 제거하게 되면 최대하중에서의 압흔과 하중제거 후의 압흔의 형상이 동일하게 남았다.

(3) 나노인덴테이션 시험결과를 3차원 유한요소해석으로 잘 모사할 수 있었다. 압입깊이의 변화나 가공경화의 변화가 있는 경우도 모사할 수 있었다. 알루미늄 시편의 경우에는 압입깊이가 200 nm 이하로 얇은 경우 표면층과 압자 뭉툭함의 영향을 받는 것으로 나타났다.

(4) 나노인덴테이션 시의 재료의 파일업과 싱크인에 대해서 3차원 유한요소해석을 이용해서 연구한 결과 파일업과 싱크인을 결정하는 요소는 탄성계수(E)와 항복강도(Y) 각각의 값 보다는 그 비율인 E/Y 비였음을 확인하였다.

감사의 글

본 연구는 2003년도 경남대학교 학술논문게재 연구비의 지원으로 이루어졌습니다. 본 연구에는 경남대학교 공동기기센터의 나노인덴테이션-주사탐침현미경(NI-SPM)이 이용되었습니다. 본 연구에 기술적 도움을 주신 경남대학교 공동기기센터 전자현미경실의 김봉섭 연구원, 경남대학교 대학원 재료공학과 송현수 씨, 기계공학과 김지설 씨에게 감사를 드립니다.

참 고 문 헌

1. A. C. Fischer-Cripps, Springer-Verlag New York, Inc., New York, USA (2002).
2. B. Kim, J. Yun and J. Kim, Kor. J. Mater. Res., **13**(9), 606-612 (2003).
3. B. Kim, Master's thesis, Kyungnam University, Korea (2001).
4. J. Yun, Ceramist, **5**(2), 8-16 (2002).
5. W. C. Oliver and G. M. Pharr, J. Mater. Res., **7**(6), (1992).
6. K. W. McElhane, J. J. Vlassak and W. D. Nix, J. Mater. Res., **13**(5), (1998).
7. T. G. Pearson, Metall. Rev., **2**(8), 32 (1957).
8. Y.-T. Cheng and C.-M. Cheng, Philosophical magazine letters, **78**(2), 115-120 (1998).
9. A. Bolshakov and G. M. Pharr, J. Mater. Res., **13**(4) (1998).
10. T. T. Zacharia and G. M. Pharr, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **522**, 33-38 (1998).