《기술자료》

나노인덴테이션법의 원리와 응용

홍주화 · 추준식 · 채홍철
충북대학교 재료공학과

Principle and Application of Nano indentation

J. W Hong, J. S Chu and H. C Chae
Department of Materials Engineering, Chungbuk National University, Cheongju 361-763, korea

1. 서 론

최근 제품이 경량화, 박형화가 되는 추세이고, 이에 따라 제품의 특성을 평가하는 기술도 함께 발전하여 왔다. 특히 제품의 기계적인 특성을 평가하기 위해 지금까지는 Micro scale의 장비를 주로 이용해 왔다. 그러나 박막이나 도금층의 경우 미세한 구조를 가지고 있어서 기존의 압입시험법으로는 측정이 불가능 하였다. 따라서 새로운 기계적인 특성을 측정할 수 있는 방법이 요구되었다. 최근 나노인덴테이션법이 나노소재의 기계적 물성을 평가하는 방법으로 널리 활용되고 있어서 이에 대한 원리 및 응용에 대하여 소개를 하고자 한다.

2. 나노인덴테이션

2.1 역사적 배경

1970년대 초기 Submicron scale 재료의 물성평가 방법에 대한 연구가 Bulychev, Alckhin, Shorshorov 등에 의해서 많이 이루어 졌다. 이들은 하중과 변위의 거동을 통하여 탄성계수의 측정을 주목적으로 하였고, 또한 이들의 연구를 바탕으로 Pharr, Oliver, Brotzen 등은 어떠한 형태의 indenter(Vickers, flat ended punches등)에도 적용할 수 있는지에 대한 연구를 많이 하였다. 1980년대 초기, Oliver, Hutchings, Pethica 는 하중 대 변위 곡선과 indenter tip 형상함수를 제안하였다. 초기 indenter는 직접적으로 압입 면적(A)을 계산하는 방식이 아니어서, 물성을 분석하는데 어려움이 있었다. 그래서 이들은 압입 tip의 형상함수를 만들어 직접 적으로 압입 면적(A)을 계산함으로써 경도 와 탄성계수를 측정 하려고 하였다. Doerner와 Nix는 위의 연구자들의 실험을 종합하여 경도와 탄성계수를 측정하는 신뢰성 있는 방법을 창안하였고, .최근에 많은 연구자들에 의하여 인덴테이션 기법이 발전하고 있다.

2.2 Nano-indentation의 원리

아래 그림 1은 Nanoindentation과 일반적인 경도기와 시험기의 Scale을 비교한 것이다. 미세한 하중을 가해줄 수 있는 기술은 미세한 변형을 감지할 수 있을 때 사용할 수 있기 때문에 미소시편의 측정이 가능하게 된다.

일반적으로 가장 널리 쓰이는 Conventional Microhardness의 경우 최소하중이 0.01 kg이고, Brinell은 1000 kg, Universal testing system은 1×10^{-4} kg

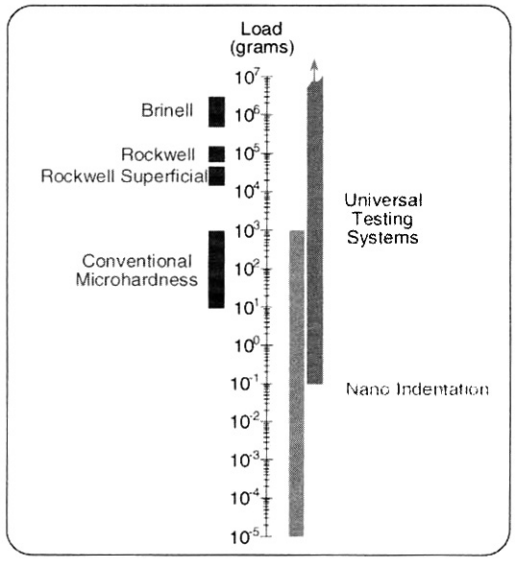
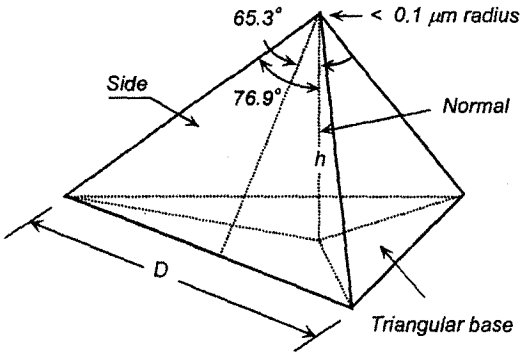


Fig. 1. Loading resolution of mechanical testers.



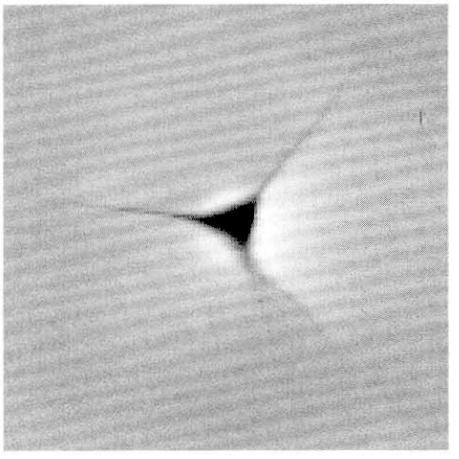


Fig. 2. Small Berkovich indentations.

이다. 따라서 nano scale 단위의 물성을 평가를 할 경우 최소임계하중이 너무 커서 측정이 불가능 하다. 하지만 Nano indenter의 경우 최소하중이 5×10^{-8}이여서 모재의 영향 없이 표면의 미세한 물성까지 평가할 수 있다. 하지만 압입 면적의 측정에서 최소 임계하중이 너무 작아서 AFM, STM, SFM등의 분석장비와 연동해서 사용해야하는 단점을 가지고 있다.

위의 그림 2는 Indenter에서 주로 사용하는 3면의 Berkovich tip의 형상 과 AFM 사진이다. 일반적으로 인덴터에서는 Berkovich 다이아몬드 tip을 만이 사용하는데, 4면의 Vikers tip의 경우 기하학상 팁의 첨단을 하나의 점으로 만들기가 어렵지만, 3면의Berkovich tip은 하나의 점으로 만들기가 유리하기 때문이다.

그림 3은 Nanoindenter XP System의 CSM 모드를 이용하여 측정한 하중-변위 곡선의 전형적인 그림이다. CSM 모드는 진동하고 있는 하중으로 압입

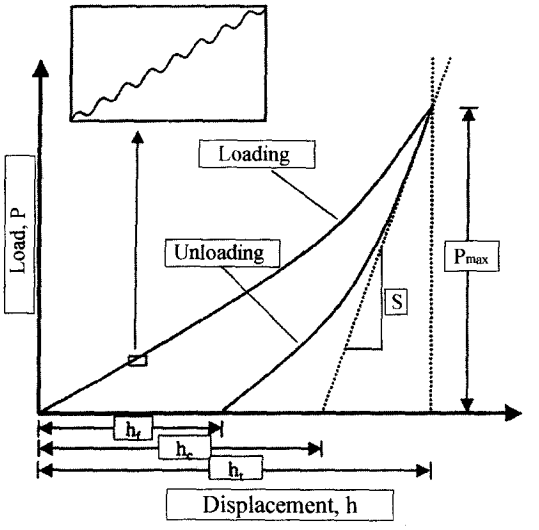


Fig. 3. Load-displacement data.

하는 방식이다. 이를 보면 하중 P를 가했을 때, 표면으로부터의 최대압입깊이 ht, unloading curve 선단의 기울기S, 최종 소성변형 깊이 hf 그리고 시간 등을 알 수 있으며, 이 data로부터 탄성계수 E와 경도 H를 산출한다.

탄성계수는 아래 식에 표시한 Sneddon Stiffness Equation으로부터 산출하는데 이식은 압자의 모양이 원통일 때를 기준으로 한 것으로 다른 형태의 압자로 시험하는 경우에는 식(1)에 압자형상 보정 상수 β를 곱한 식 (2)를 이용하여 산출한다.

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}}\sqrt{A}E_r \tag{1}$$

$$E_r = \frac{1}{\beta}\frac{\sqrt{\pi}}{2}\frac{S}{\sqrt{A}} \tag{2}$$

여기서 stiffness, S는 unloading curve 선단의 기울기이며, 압자형상 보정상수 β는 구형 혹은 원형 압자의 경우 1, 사각 뿔 형태의 Vickers indenter의 경우 1.012, 삼각뿔형태의 Berkovich tip의 경우 1.034이다. E_r은 환성 탄성계수로 시편의 탄성계수 E_s, 압자의 탄성계수 E_i와 다음과 같은 관계에 있다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-v_s^2)}{E_s} + \frac{(1-v_i^2)}{E_i} \tag{3}$$

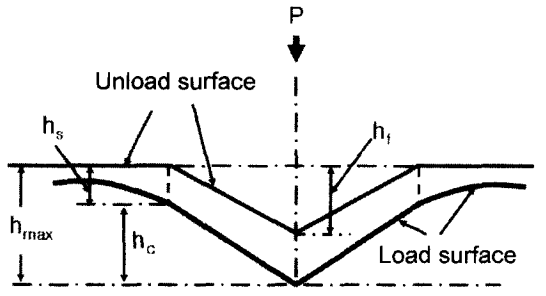


Fig. 4. Nano-indentation of thin film.

여기서 v_s와 v_i는 각각 시편과 압자의 Poisson's ratio로 여기서 E_i와 V_i는 알고 있어야 한다. 다이아몬드tip의 경우 E_i = 1141 GPa, v_i = 0.07이다.

시편의 경도는 압입 하중과 접촉투영면적 (contact area)으로부터 계산할 수 있는데 그 관계는 다음과 같다.

$$H = \frac{P_{max}}{A} \tag{4}$$

여기서 접촉투영면적 A는 contact depth (hc)의 함수로 실험적으로 얻는다.

그림 4에 나타난 것처럼 indentation의 총변위량은 hs+hc이지만 실제로 indenter와 박막과 접촉하는 깊이는 hc만큼이고 나머지 hs는 unloading 후에 회복되는 양이다. 따라서 접촉면적(A)은 Berkovich indenter의 경우 기하학적인 관계로부터 다음과 같이 주어진다.

$A = 24.5h_c^2$ ideal berkobich tip

$$A(h_c) = 24.56h_c^2 + \sum_{i=0}^{8} C_i h_c^{\frac{1}{2^i}}$$

experimental tip function

3. Nano-indentation의 응용

Nano-indentation으로 평가할 수 있는 기계적 물성은 다음과 같다. 재료의 탄성계수, 경도, Yield Strength, Residual Stress, Fracture Toughness 등이고, 현재 마이크로소재 및 나노소재의 물성 평가에 활발한 연구가 진행되고 있다.

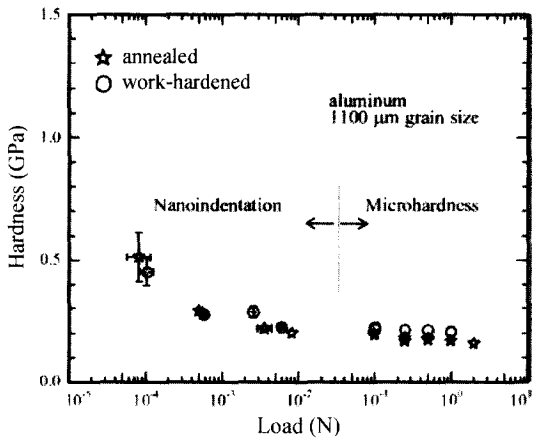


Fig. 5. Hardness vs indentation load for aluminum samples.

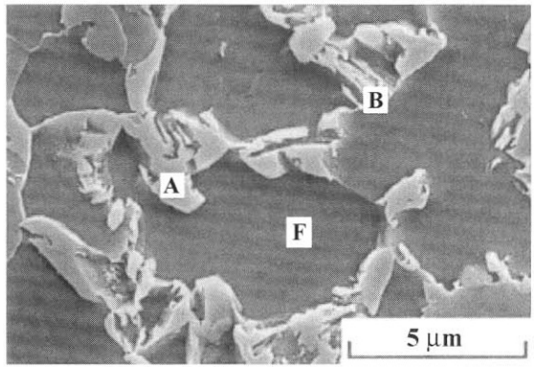


Fig. 6. SEM micrograph showing the typical microstructure of a TRIP- assisted multiphase steel.

그림 5는 어닐링 또는 가공경화에 의한 경도차이, grain size에 의한 경도값의 변화, 하중에 의한 경도값의 변화를 복합적으로 보여주고 있다.

위의 그림 6처럼 multiphase steel에서 1-2um 크기의 각 phase의 경도분석을 할 수 있다.

또한 작은 석출물의 경도 분석 또한 가능하다.

위의 그림 7은 인덴테이션 기법에 의한 잔류응력 측정 방법이다. 일반적으로 압축이나 인장응력이 발생하면 격자의 변형이 생겨서 일정한 깊이에 따른 최대하중의 변화가 생긴다. 그림을 보면 Stress free 상태에서는 압입깊이 h_t 에따른 하중이 L_0 이지만 Tensile stress가 작용하고 있는 시편에서는 L_T 이

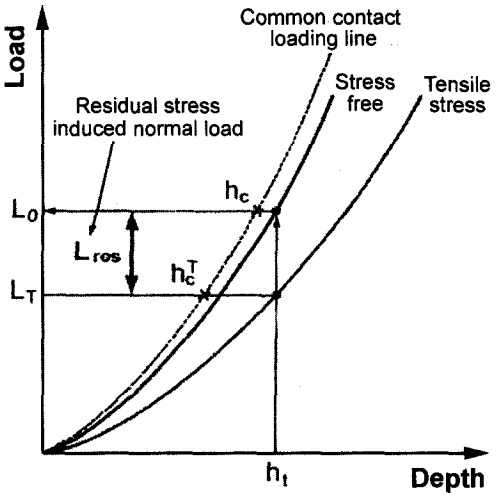


Fig. 7. Nano-indenter P-h curve.

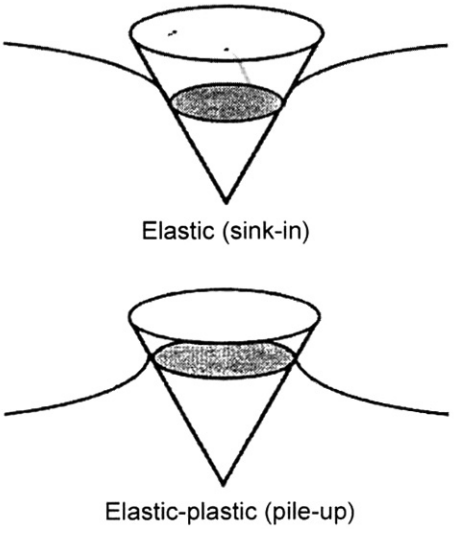


Fig. 8. Sink-in and Pile-up.

다. 또한 Compressive stress가 작용하는 시편의 경우 하중(L_c)은 L_0보다 크다. 따라서 이 하중의 차이로 잔류응력을 계산한다. 이러한 잔류응력의 측정은 열처리 부품 표면의 응력상태의 예측을 가능하게 한다.

위의 그림 8은 하중을 가하는 동안 재료 표면의 거동을 나타낸 모식도 이다. Pile-up이 모든 재료에서 다 일어나는 건 아니다. 하지만 Pile-up이 발생하면 탄성모델로 예상했던 것보접촉면적은 더 커진다.

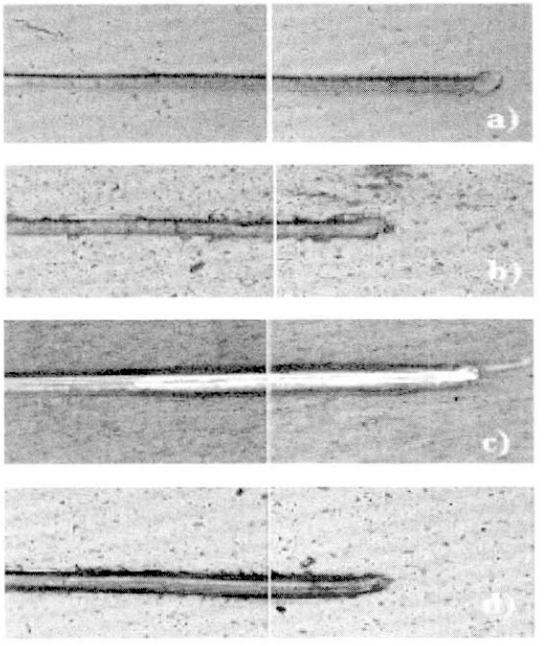


Fig. 9. Optical image of scratch test tracks of CrN coating.

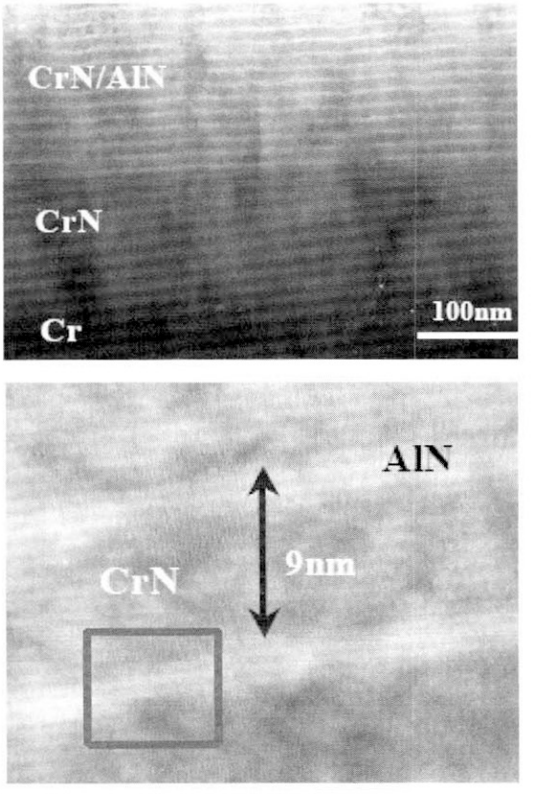


Fig. 10. Cross-sectional TEM image of CrN/AlN film.

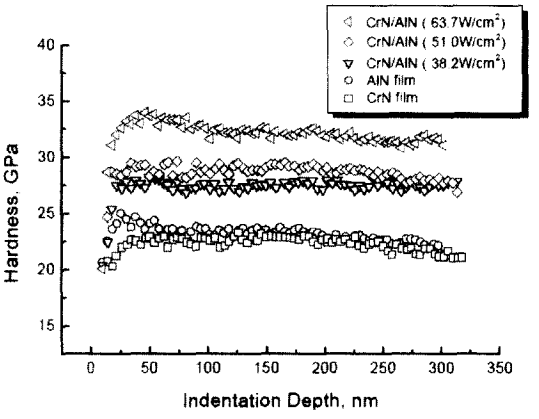


Fig. 11. Hardness of CRN/AlN film.

순수한 탄성 접촉은 Sink-in이기 때문이다. 그리고 그 재료의 특성들은 P-h곡선 데이터로부터 유도된 접촉면적에 따라 달라지므로 경도와 탄성계수는 과대 평가가 되어진다.

위의 그림 9는 박막의 밀착력측정을 위하여 인덴터의 스크래치 트랙을 광학 현미경으로 관찰한 것으로 그 측정 기준은 박리균열(delamination crack 혹은 lateral crack)을 관찰하여 평가한다.

위의 그림 10, 11은 CrN/AlN 다층박막의 깊이에 따른 경도를 측정한 것이다. 인덴터의 가장 큰 장점 중에 하나는 깊이에 따른 Depth profile이 가능하다는 것으로 침탄, 질화등의 표면개질 부분의 측정을 할 수 있다는 것이다.

4. 결 론

나노인덴테이션법은 Nano scale의 부품의 경도, 탄성계수, 잔류응력 측정을 측정 할 수 있으며 또한 깊이에 따른 depth profile이 가능한 새로운 기계적 성질 측정법이다.

현재 열처리와 표면처리를 위해서 플라즈마, 진공열처리, 이온질화 처리 등을 사용하고 있는데, 나노인덴터법은 이러한 표면 개질면 에서 응용가능성이 매우 크므로 이에 대한 열처리의 응용이 기대되고 있다.

참고문헌

1. MTS System Corp. "The Nano Indenter XP manual".
2. MTS System Corp., "Mechanical Testing by Indentation (Course notes)".
3. J. L. Hay, G. M. Pharr, "Instrumented Indentation Testing".
4. W. C. Oliver, G. M. Pharr, Journal of Materials Research, vol 7, 6 (1992).
5. B. N. Lucas, W. C. Oliver, J. E. Swindeman, "The Dynamics of Frequency-Specific, Depth-Sensing Indentation Testing".
6. Mike O'Hern, "Development in Diamond Indentation and Scratch Tips: Introducing the AccuTip Family of Diamond Tips".
7. A. A. Elmustafa, D. S. Stone, Acta Materialia 50 (2002) 3641-3650.
8. Stefan Habelitz, Grayson W. Marshall Jr., Mehdi Balooch, Sally J. Marshall, Journal of Biomechanics 35 (2002) 995-998.