

나노 인덴테이션 실험과 유한요소해석을 이용한 전기아연도금강판의 코팅층 체적 거동 결정

고영호*, 이정민*, 김병민#

Determination of Deformation Behavior of Coating Layer on Electronic galvanized Sheet Steel using Nano-indentation and FEM

Young Ho Ko*, Jung Min Lee* and Byung Min Kim#

ABSTRACT

This study was designed to investigate the mechanical properties of the coating layer on electronic galvanized sheet steel as a part of the ongoing research on the coated steel. Those properties were determined using nano-indentation, the finite element method, and artificial neural networks. First and foremost, the load-displacement curve (the loading-unloading curve) of coatings was derived from a nano-indentation test by CSM (continuous stiffness measurement) and was used to measure the elastic modulus and hardness of the coating layer. The properties derived were applied in FE simulations of a nano-indentation test, and the analytical results were compared with the experimental result. A numerical model for FE simulations was established for the coating layer and the substrate separately. Finally, to determine the mechanical properties of the coating, such as the stress-strain curve, functional equations of loading and unloading curves were introduced and computed using the neural networks method. The results show errors within 5% in comparison with the load-displacement measured by a nano-indentation test.

Key Words : Electronic galvanized sheet steel(전기아연도금강판), Nano-indentation(나노 인덴테이션), Coating layer(코팅층), Neural network(신경망), Finite element method(유한요소법)

1. 서론

최근 자동차 차체의 내구성 및 내부식성 향상 요구 증가로 인해 종래의 냉연강판을 대신하여 표면처리 강판의 적용이 점점 증가하고 있다. 그러나 이러한 표면처리강판은 프레스 성형공정, 특히 연

속적인 공정에서 코팅층 손상에 의한 강판의 성형성 열화 및 성형불량 등을 빈번히 야기시키고 있다. 따라서 프레스 성형공정의 비용감소와 제품의 고정도화를 실현하기 위해서는 표면처리 강판의 코팅층 특성을 명확히 규명할 필요가 있다.

현재 두께가 10,000nm 내외인 코팅층의 기계적

접수일: 2004년 9월 25일; 게재승인일: 2005년 8월 9일

* 부산대학교 정밀기계공학과

교신저자: 부산대학교 정밀정형 및 금형가공연구소

E-mail bmkim@pusan.ac.kr Tel. (051) 510-3074

특성을 평가하기 위해 가장 널리 사용되는 방법은 나노 인덴테이션 시험이다. 이것은 미세한 압입자를 코팅층 표면에 압입하고 그 결과로 나타난 하중-변위곡선(로딩-언로딩(loading-unloading)곡선)과 압입흔적을 분석하여 코팅층의 경도 및 탄성계수 등과 같은 기계적 특성을 도출해 내는 방법이다.¹

최근에는 나노 인덴테이션 시험을 통한 코팅층의 탄소성 거동에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다. 이러한 연구의 대부분은 시험을 통해 얻어진 하중-변위 곡선과 유한요소해석 결과를 일치시켜 코팅층의 탄소성 거동을 결정하는 것이다.²⁻⁷

거동 결정하는 방법을 개발하기 위해 고안되었다. 연구 방법은 나노 인덴테이션 시험과 유한요소해석, 신경망 이론 해석을 통해 이루어진다. 최종적으로 코팅층 특성은 체적거동을 표현할 수 있는 유동 응력곡선으로 표현된다.

2. 연구 방법

Fig. 1은 코팅층의 탄소성 거동 특성을 결정하기 위해 본 연구에서 사용된 해석 과정을 나타낸 것이다. 먼저 나노 인덴테이션 시험과 코팅층 단면 주사전자현미경(SEM) 촬영을 통해 적정 압입 깊이를 결정한 후 나노 인덴테이션 유한요소해석을 위한 코팅층의 기초 물성치(탄성계수(E), 항복강도($\sigma_y = H/3$))를 획득한다.

이어서 코팅층의 항복강도를 다양하게 변화시켜 해석을 수행하고, 해석 결과로 얻어진 하중-변위 곡선은 2차함수식으로 표현된다. 함수식들은 신경망 이론 학습의 초기 입력값으로 사용되며 목적함수는 나노 인덴테이션 시험 결과의 하중-변위 곡선 함수식과 일치하는 코팅층의 항복강도를 결정하는 것이다. 설계변수는 코팅층의 항복강도와 최대압입 하중이다. 신경망 학습을 통해 도출된 코팅층의 항복강도는 다시 유한요소해석을 통해 실험결과와 비교되고 하중-변위 곡선이 서로 5%이내의 오차일 경우, 도출된 항복강도는 적절한 것으로 판단한다. 최종적으로 2차원 나노 인덴테이션 유한요소해석을 통해 코팅층의 유동응력 곡선을 도출한다.

3. 나노 인덴테이션 실험

3.1 나노 인덴테이션 시험

나노 인덴테이션 시험에는 MTS사의 Nanoindentation[®] XP가 사용되었고 압입자는 탄성계수가 크고 마찰계수와 접촉면적이 작은 베르코비치 압입자(Berkovich indenter)를 사용하였다. Fig. 2에 베르코비치 압입자의 형상을 나타내었다.¹

시험에는 연속강성측정법(Continuous Stiffness Method)이 사용되었다. 이 방법은 기본적으로 압입 깊이가 제어과정에서 비교적 높은 진동수인 45Hz의 진동을 가함으로써, 연속적인 접촉탄성강성(S)를 얻을 수 있다. 접촉탄성강성은 언로딩 곡선 부분의 초기 기울기로서 압입깊이에 따른 경도 및 탄성계수의 변화를 측정할 수 있다.⁶⁻⁷

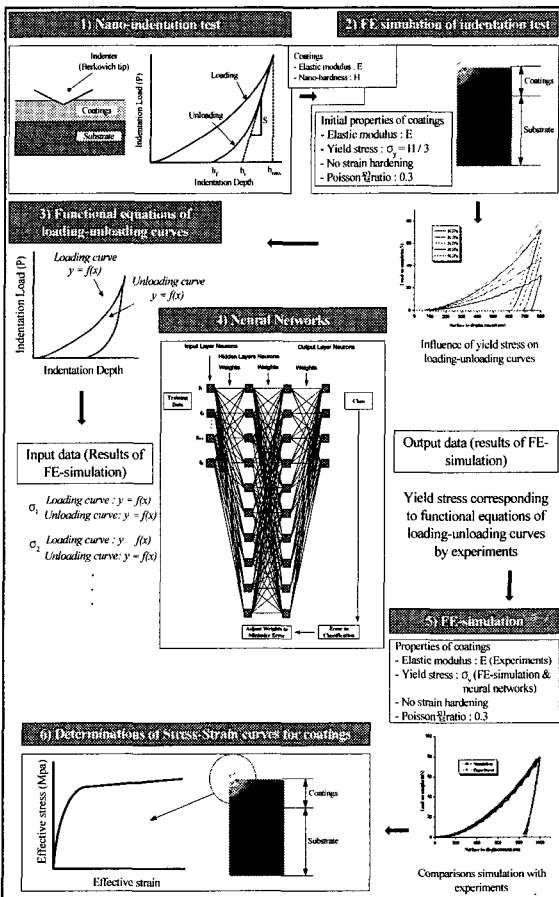


Fig. 1 Process for determining the mechanical properties of coatings

본 연구는 자동차 내판 및 가전분야에서 널리 사용되고 있는 전기아연도금강판의 코팅층 탄소성

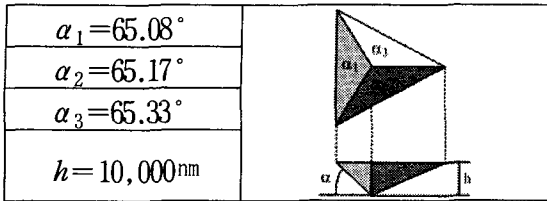


Fig. 2 Shape of Berkovich indenter

시험에 사용된 강판은 DQ(Draw Quality)급의 전기아연도금강판(EZFCD)이며, 내·외면의 도금량은 40/40(g/m²)이다. 나노 인덴테이션 시험을 위하여 시편은 10mm×10mm로 절단 후 초음파 세척하였다. Fig. 3은 시험에 사용된 시편형상이고 Fig. 4는 주사전자현미경을 이용하여 코팅층 단면을 촬영한 것으로 코팅층의 두께는 대략 8,650nm이다.

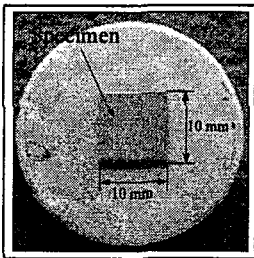


Fig. 3 The sample of electronic galvanized sheet steel

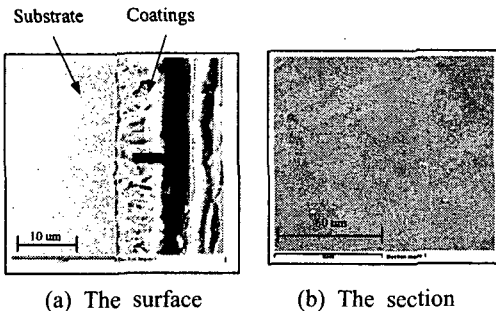


Fig. 4 Scanning electron micrograph of electronic galvanized sheet steel

일반적으로 나노 인덴테이션 시험에서 모재의 영향을 받지 않는 코팅층의 적정 압입깊이는 코팅층 두께의 10%인 것으로 알려져 있다.⁷ 그러나 Fig.

2에서 볼 수 있듯이 소재 특성상 표면이 균일하지 못하고 코팅층 내 균열 및 기공이 존재할 수 있으므로 코팅층 두께의 약 17% (1,500nm)의 압입깊이로 9회 이상 반복 시험하였다. 시험은 코팅층 뿐만 아니라 코팅층을 제거한 모재에 대해서도 수행되었다. Table 1에 전반적인 시험 조건을 나타내었다.

Table 1 Conditions for nano-indentation

Conditions	Value
Surface approach sensitivity	30%
Surface approach velocity	10nm/s
Poisson's ratio of specimen	0.3
Humidity	31%
Temperature	23.5℃
Indenter	Berkovich

나노 인덴테이션 시험을 통해 얻을 수 있는 것은 압입하중(P)과 압입깊이(h)이며 이 데이터로부터 탄성계수와 경도를 산출한다. 탄성계수는 식 (1)에 표시한 Sneddon 강성식⁸으로부터 산출되는데 이 식은 압자형상이 원뿔일때를 기준으로 한 것으로 다른 압자형상을 사용한 경우, 식 (2)와 같이 보정상수(β)를 곱하여 사용한다. 여기서 강성(Stiffness)은 언로딩 곡선의 최대하중 부분의 기울기로부터 구하고 베르코비치 압입자의 경우 보정상수는 1.034이다.⁶

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

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

E_r 은 환산탄성계수로 시편의 탄성계수 (E_s)와 압입자의 탄성계수(E_i)는 식 (3)과 같은 관계를 갖는다.

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

여기서 ν_s 와 ν_i 는 시편과 압입자의 프와송의 비(Poisson' ratio)이다. 다이아몬드 압입자의 경우 $E_i = 1141\text{GPa}$ 이고 $\nu_i = 0.07$ 이다.

경도(H)는 압입하중과 접촉투영면적(A)으로 계산되며 그 관계는 식 (4)와 같다. 앞서 설명했듯이 소재의 표면 상태가 균일하지 못하므로 압입흔적은 베르코비치 압입자의 면각(face angle)을 65.3° 로 가정하고 식 (5)를 이용하여 접촉투영 면적을 계산하였다.

$$H = \frac{P}{A} \quad (4)$$

$$A = 3\sqrt{3}h^2 \tan^2 65.3 \quad (5)$$

3.2 실험 결과

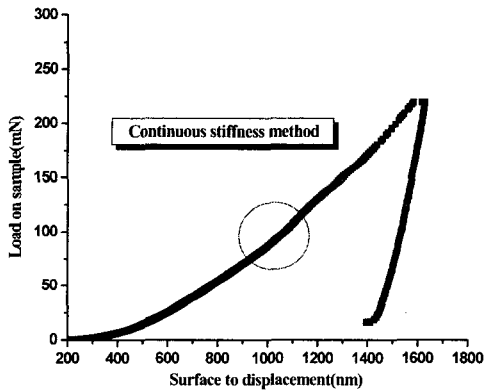


Fig. 5 Load-displacement curve of coatings on electronic galvanized sheet steel at 1,500nm

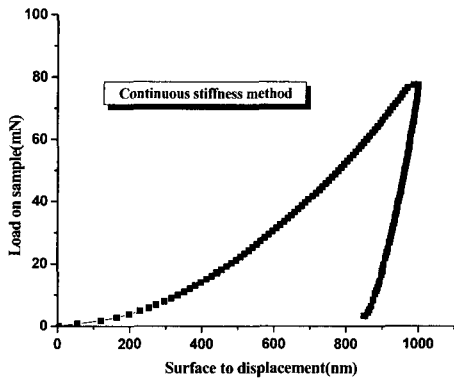


Fig. 6 Load-displacement curve of coatings on electronic galvanized sheet steel at 1,000nm

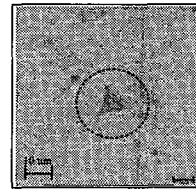


Fig. 7 Optical micrograph for the shape of indentation

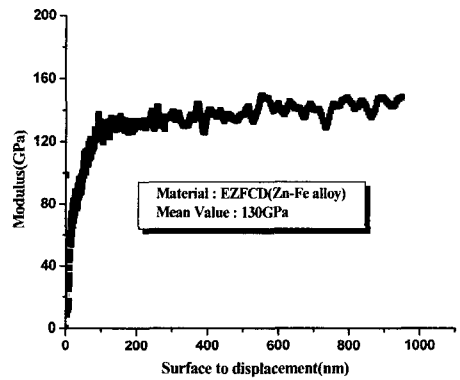


Fig. 8 Elastic modulus-displacement curve of coatings on electronic galvanized sheet steel

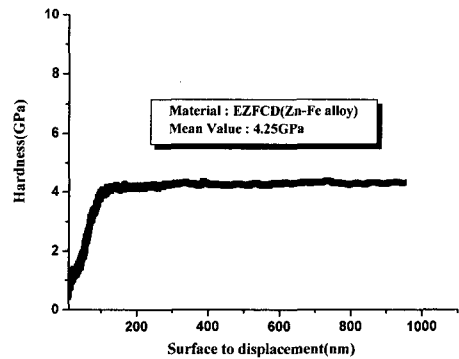


Fig. 9 Hardness-displacement curve of coatings on electronic galvanized sheet steel

나노 인덴테이션 시험에서 코팅층의 정확한 경도나 탄성계수를 얻기 위해 가장 중요한 것은 모재 및 코팅층 표면 형상의 영향을 받지 않는 코팅층의 적정 압입깊이를 결정하는 것이다.^{9,12} Fig. 5는 코팅

층 전체 두께의 17%에 해당하는 1,500nm로 시험한 결과로 하중-변위 곡선을 나타낸 것이다. 시험 결과, 변위 1,000 nm 전후의 지점에서 하중 곡선의 변곡이 발생하였다. 이것은 모재의 영향을 받아 하중이 약간 증가한 것으로 전기아연도금강판의 경우 모재의 영향을 받지 않는 압입깊이는 1,000 nm이하로 결정해야 한다는 것을 알 수 있다.

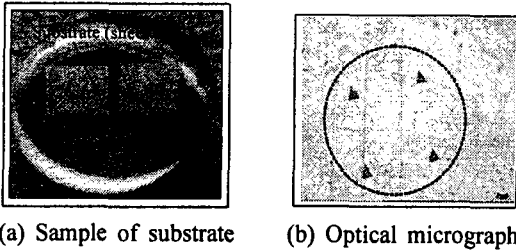


Fig. 10 The image for substrate of electronic galvanized sheet steel

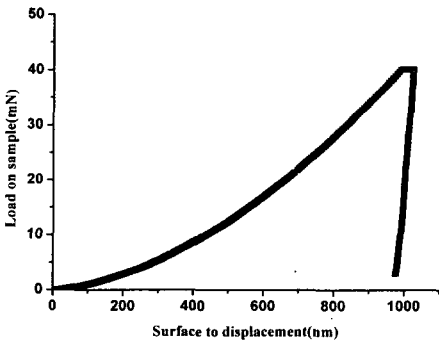


Fig. 11 Load-displacement curve of substrate on electronic galvanized sheet steel

Fig. 6은 코팅층 두께의 11.5%인 1,000nm로 나노 인덴테이션 시험한 결과이다. 그림에서 알 수 있듯이 하중곡선 내 어떠한 변곡도 없음이 확인되었다. 본 연구에서 적용된 전기아연도금강판의 경우 1,000nm가 모재의 영향을 배제한 적정 압입깊이인 것으로 판단된다. 최대 압입 하중은 77.6mN이고 탄성회복후 압입깊이는 850nm로 측정되었다. Fig. 7은 코팅층의 압입흔적으로 나타낸 것이다.

Fig. 8과 9는 압입 깊이에 따른 코팅층의 탄성계수 및 경도를 나타낸 것이다. 측정 결과에서 초기

에는 압입 크기 효과(Indentation size effect)와 표면 거칠기 효과 등으로 인해 곡선의 급격한 변화를 관찰할 수 있었다. 따라서 200nm 이후의 탄성계수 및 경도 분포 평균값을 코팅층의 기계적 물성치로 결정하였다.

Fig. 10은 전기아연도금강판의 모재에 대해 나노 인덴테이션 시험한 시편과 압입흔적을 나타낸 것이다. 모재 또한 코팅층과 동일한 압입깊이인 1,000nm까지 수행하였다. Fig. 11은 모재에 대한 하중-변위곡선을 나타낸 것이다. 최대 압입하중은 40mN이며, 잔류압입깊이는 950nm로 탄성회복량은 약 50nm이다.

Table 2 Experimental results of nano-indentation

	Indentation depth	Elastic modulus	Hardness	Maximum load
Coatings	1,000nm	130GPa	4.25GPa	77.6mN
Substrate	1,000nm	210GPa	2GPa	40mN

Table 2에 코팅층과 모재에 대한 시험 결과를 정리하였다. 탄성계수는 모재가 210GPa, 코팅층이 130GPa로 나타났다. 일반적인 냉연강판의 탄성계수가 210GPa임을 감안할 때 코팅층에 대한 실험 결과는 상당히 신뢰할 수 있을 것으로 사료된다. 반면에 표면 경도는 코팅층이 모재보다 높게 나타났다.

4. 나노 인덴테이션의 유한요소해석

4.1 해석 모델 및 조건

유한요소해석은 코팅층의 항복강도 변화에 따른 하중-변위 곡선변화를 관찰하기 위해 수행되었다. Table 3은 해석을 위해 설정된 코팅층과 모재의 초기 물성치이다. 모재의 경우 나노 인덴테이션 해석에서 코팅층에 영향을 미치지 않으므로 가공경화는 없는 것으로 가정하였다.

Table 3 Mechanical properties of coatings and substrates

	Yield stress	Poisson' ratio
Coatings	1.416GPa	0.3
Substrate	0.66GPa	0.3
No strain-hardening Displacement (δ) : 1,000nm		

코팅층 경도가 4.25GPa이고 그 1/3값은 1.416GPa이다. 또한 항복강도 변화에 따른 하중-변위 곡선은 코팅층 항복강도를 결정하기 위한 신경망 이론 학습 적용시 입력값으로 사용되기 때문에, 실제 코팅층 항복강도 값이 가정된 항복강도 값 내에서 존재하여야 한다. 따라서 코팅층 항복강도 값의 변화는 나노 인덴테이션 시험으로 구한 경도를 기준으로 5개의 값을 설정하였다. Table 4에 설정된 항복강도 값을 나타내었다.

Table 4 Variation of yield stress for FE simulation

σ_{y1}	σ_{y2}	σ_{y3}	σ_{y4}	σ_{y5}
1GPa	2GPa	2.8GPa	3.5GPa	4GPa

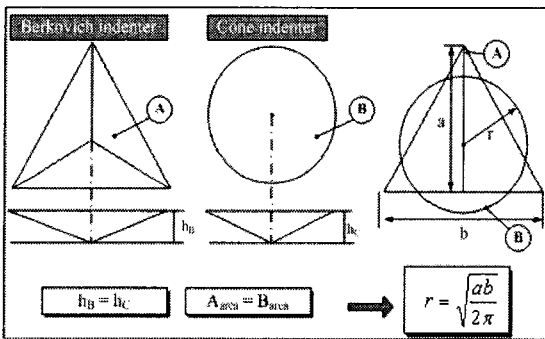


Fig. 12 Determination of cone to the Berkovich indenter for 2D FE simulation

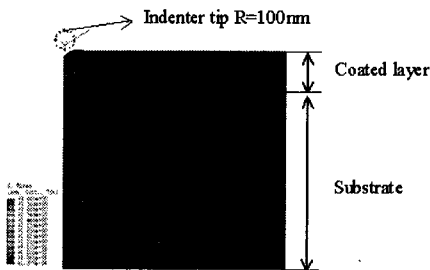


Fig. 13 FE model of nano-indentation test

해석은 2차원 축대칭으로 수행되었으며 해석에 사용된 압입자의 형상 및 치수는 Fig. 12에서와 같이 베르코비치 압입자와 원뿔 압입자의 압입깊이와 접촉면적이 동일하다고 가정하여 생성하였다. Fig.

13은 2차원 해석에 사용된 해석모델을 나타낸 것이다. 나노 인덴테이션 시험에서 실제 베르코비치 압입자의 끝 부분 라운드(Tip round)는 40nm이상이고 반복된 실험으로 인한 마모를 고려하여 100nm로 하였다. 코팅층 두께는 8.65 μ m, 모재 두께는 86.5 μ m로 설정하였고 코팅층 초기 잔류응력은 없으며 등방성으로 가정하였다. 해석은 로딩과 언로딩 단계로 나누었으며 ABAQUS/Explicit를 이용하였다.^{2,3}

4.2 항복강도의 영향

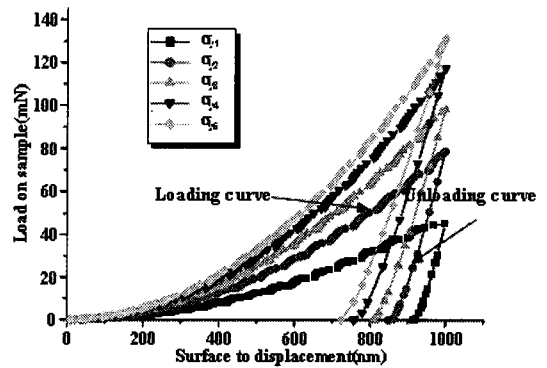


Fig. 14 Load-displacement curves of coatings with various yield stress

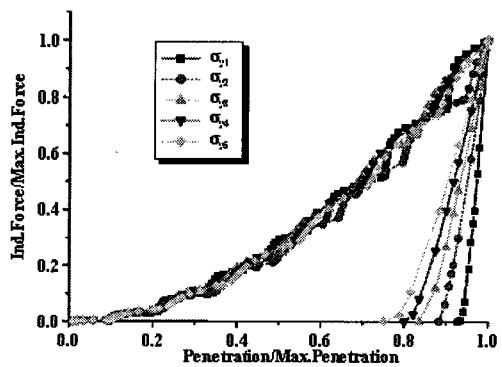


Fig. 15 Load-displacement curves of coatings established to the same indentation loads for various yield stress

Fig. 14는 코팅층의 항복강도 변화에 따른 하중-변위 곡선을 나타낸 것이다. 결과는 항복강도가 증

가할수록 압입하중과 탄성회복량은 증가하였다. Fig. 15는 하중과 변위를 같은 스케일로 두고서 하중-변위 곡선을 표현한 것으로써, 로딩곡선 보다는 언로딩곡선에서 항복강도가 증가할수록 기울기의 감소가 현저하게 나타났다. 이 결과를 나노 인덴테이션 시험에서 구한 하중-변위 곡선(Fig. 6)과 비교해 볼 때, 코팅층의 항복강도는 1~2GPa 사이에서 존재함을 확인 할 수 있다.

5. 신경망을 이용한 코팅층 항복강도 예측 및 유동응력 곡선 도출

Fig. 16은 자기학습 능력을 가지고 있는 다층 퍼셉트론(Multi-layer perceptron) 인공신경망(Artificial neural network) 이론의 개략도를 나타낸 것이다. 앞서 항복강도의 변화에 따라 언로딩 곡선의 변화가 큰 것을 확인하였다. 식 (6)과 (7)은 항복강도가 1, 2GPa일 때, 언로딩 곡선(Fig. 14)의 함수식을 나타낸 것이다. 본 신경망 이론의 학습에서 목적함수는 나노 인덴테이션 시험으로 도출한 하중-변위 곡선에서 언로딩 곡선(Fig. 6)의 함수식으로 식 (8)과 같다.

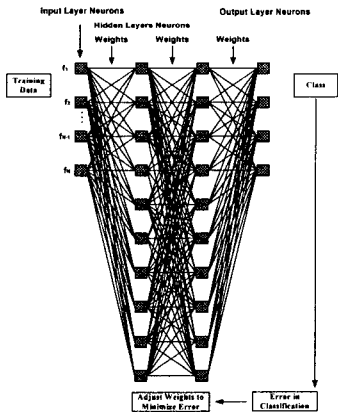


Fig. 16 Sketch of a multilayer feed neural network

$$f(h) = 0.0031h^2 - 5.4187h + 2342.9 \quad (6)$$

$$f(h) = 0.0017h^2 - 2.4982h + 928.58 \quad (7)$$

$$f(h) = 0.0019h^2 - 3.1122h + 1239.9 \quad (8)$$

설계변수는 항복강도 변화에 따른 언로딩 곡선 부분의 함수식뿐만 아니라 최대 압입하중을 선정하

였다. 학습 결과, 식 (8)과 일치하는 코팅층의 항복강도는 1.96GPa로 나타났다. 본 연구에서는 Fig. 13과 동일한 해석모델로 코팅층 항복강도를 1.96GPa로 변화시켜 나노 인덴테이션 해석을 수행하였다.

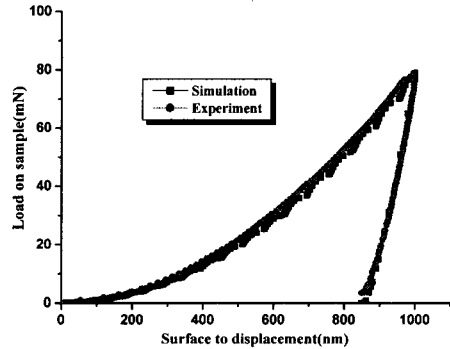


Fig. 17 Comparison of curves between simulation and experimental data at same indentation

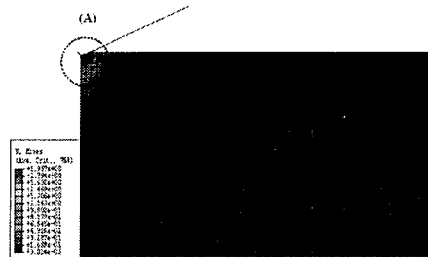


Fig. 18 Effective stress distribution of coatings

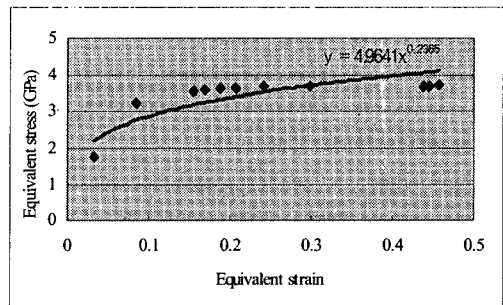


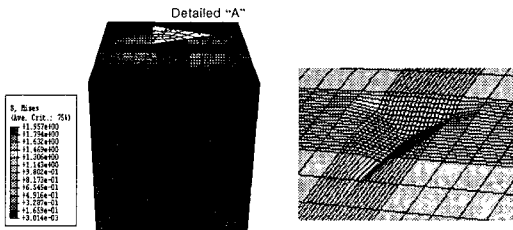
Fig. 19 Stress-strain curve of coatings

Fig. 17은 해석결과와 시험 결과의 하중-변위곡선을 비교한 것이다. 시험결과와의 오차범위는 5%

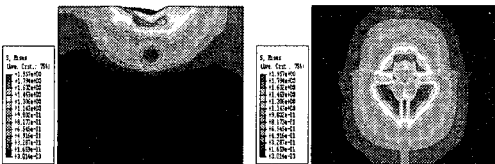
이내로 아주 근접한 곡선을 도출할 수 있었다. 따라서 코팅층의 탄성계수는 130GPa이며 항복강도는 1.96GPa로 결정되었다. Fig. 18은 해석결과, 코팅층의 유효응력분포를 나타낸 것이며, (A)지점에서서의 유효응력과 변형을 변화로 부터 Fig. 19와 같이 코팅층의 응력-변형을 곡선을 도출하였다.

5.1 3차원 나노 인덴테이션 해석

앞선 나노 인덴테이션 시험과 2차원 해석 결과를 바탕으로 3차원 나노 인덴테이션 해석을 수행하였다. 3차원 해석은 앞서 설명했듯이 전기아연도금강판의 경우, 표면상태가 좋지 않기 때문에 코팅층의 압입형상과 파일입 크기를 예측하기 수월되었다. 압입자의 형상은 Fig. 2와 동일하게 모델링하였다. 전반적인 해석 조건은 Table 3과 동일하게 하였으며 코팅층의 물성치는 Fig. 19에 나타낸 데이터를 사용하였다.



(a) Distribution of effective stress (b) Detailed "A"
Fig.20 3D finite element modeling of nanoindentation



(a) The section (b) The surface
Fig.21 3D image of nanoindentation after unloading

Fig. 20은 해석 결과로써 코팅층의 유효응력 분포와 압입형상을 나타내었다. Fig. 21은 압입형상의 단면과 압입흔적을 유효응력 분포로써 나타낸 것이다. 언로딩 후 파일입과 잔류압입 깊이는 각각 55 nm와 820nm로 나타났다. 해석결과는 나노 인덴테이션 시험에서 측정된 잔류압입 깊이와 3.5%의 차이를 보였다. 이러한 오차가 생기는 이유는 유한요소 해석시 압입자의 끝부분 라운드와 표면 거칠기가 실제 실험에서와 같이 고려되지 않았기 때문이다.

6. 결론

본 연구에서는 나노 인덴테이션 시험을 이용하여 전기아연도금강판의 코팅층 물성치를 측정하고, 유한요소해석을 통해 코팅층 항복강도 변화에 따른 하중-변위 곡선을 변화를 관찰하였다. 이를 기초로 신경망 이론 학습을 통해 코팅층의 항복강도를 도출하고, 최종적으로 해석을 통해 코팅층의 유효응력 곡선을 도출하였다. 이상의 연구를 통해 다음과 같은 결론을 도출할 수 있었다.

(1) 나노 인덴테이션 해석에서 코팅층의 항복강도가 클수록 탄성회복량과 언로딩 곡선의 기울기는 증가한다.

(2) 신경망 이론 학습을 통해 도출된 전기아연도금강판의 코팅층 항복강도 값은 1.96GPa이며 이 값을 이용해 도출된 하중-변위 곡선은 시험 결과와 5%이내의 오차범위를 가진다.

(3) 해석을 통해 도출된 코팅층의 유효응력곡선을 이용한 3차원 나노 인덴테이션 해석에서, 탄성회복량은 시험 결과와 약 3%의 오차이며 이것은 압입자 끝부분 라운드와 표면거칠기 때문이다.

(4) 나노 인덴테이션 시험, 유한요소해석, 신경망 이론 학습과 같은 일련의 연구과정은 코팅층의 체적거동을 결정하기에 유용한 방법이며 이는 시험 결과와의 비교를 통해 증명되었다.

후기

이 논문은 2004년도 한국학술진흥재단의 지원에 의하여 연구되었음 (KRF-2004-041-D00057)

참고문헌

1. Anthony, C. Fischer-Cripps, "Nanoindentation," Springer-Verlag, pp. 20-29, 2001.
2. Pelletier, H., Krier, J., Cornet, A., Mille, P., "Limits of using bilinear stress-strain curve for finite element modeling of nanoindentation response on bulk materials," Thin solid film, 379, pp. 147-155, 2000.
3. Bouzakis, K. D., Michailidis, N., Erkens, G., "Thin hard coatings stress-strain curve determination through a FEM supported evaluation

- of nanoindentation test results," *Surface & Coatings Technology*, 142-144, pp. 102-109, 2001.
4. Pethica, J. B., Hutchings, R., Oliver, W. C., "Hardness measurement at penetration depths as small as 20nm," *Philos. Mag. A*, 48(4), pp. 593-606, 1983.
 5. Doerner, M. F., Nix, W. D., "A method for interpreting the data from Depth-sensing Indentation," *J. of Mater. Res.*, Vol. 1, pp. 601-609, 1986.
 6. Hahn, J. H., Lee, K. R., Kim, K. S., Lee, S. Y., "Principal and applications of nanoindentation test," *J. of KSPE*, Vol. 19, No. 3, pp. 19-26, 2002.
 7. Oliver, W. C., Pharr, G. M., "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. of Mater. Res.*, Vol. 7, No. 6, pp. 1564-1583, 1992.
 8. Sheddon, "The Relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile," *Int. J. of Eng. Science*, Vol. 3, pp. 47-57, 1965.
 9. Lu, C. J., Bogy, D. B., "The effect of tip radius on nano-indentation hardness test," *Int. J. of Solids Structures*, Vol. 32, No. 12, pp. 1759-1770, 1995.
 10. Bhattacharya, A. K., Nix, W. D., "Analysis of elastic and plastic deformation associated with Indentation testing of thin Films on Substrates," *Int. J. of Solids Structures*, Vol. 24, No. 12, pp. 1287-1298, 1988.
 11. Gan, L., Ben-Nissan, B., "The effects of mechanical properties of thin films on nano-indentation data: Finite element analysis," *Computational Materials Science*, 8, pp. 273-281, 1997.
 12. Elghazal, H., Lormand, G., Hamel, A., Girodin, D., Vincent, A., "Microplastic characteristics obtained through nano-indentation measurement : application to surface hardened steels," *Material Science and Engineering*, A303, pp. 110-119, 2001.