

용융아연도금강판에서 어닐링 온도변화에 따른 화합물화가 도금층 기계적 특성 및 마찰계수에 미치는 영향

전성진¹ · 이정민¹ · 김동환² · 김동진³ · 강연식³ · 김병민[#]

The Influence of Annealing Temperature on Mechanical Properties and Friction Coefficient of Coating Layer in Galvannealed Sheet Steel

J. S. Jeon, J. M. Lee, D. J. Kim, Y. S. Kang, B. M. Kim

(Received August 25, 2005)

Abstract

In the modern days, a galvannealed sheet steel (GA) instead of a cold rolled steel sheet has been widely used as an alternative to extend the life of automotive body. Accordingly, the mechanical properties of GA for automobiles were taken into account and studied by examining their variation with annealing temperature. To clarify the effect of surface features on the mechanical and frictional properties of GA, the several tests such as nanoindentation, Vickers hardness and nano scratch test were executed. The frictional characteristics of coating layers of GA were examined through nano scratch test in this study. The friction coefficient of coating layers on the surface was obtained from the nano scratch. The variation of friction coefficient versus velocity and pressure was taken into consideration in this paper. Hardness and elastic modulus of coating layer were increased as increasing annealing temperature.

Key Words : Nanoindentation, Coating Layer, Mechanical Properties, Frictional Coefficient, Galvannealed Sheet Steel

1. 서 론

최근 들어 자동차 차체의 수명연장을 위한 대책으로 종래의 냉연강판을 대신하여 고내식성의 용융아연도금강판의 사용이 증가되고 있다. 그러나 용융아연도금강판은 스템핑 공정 중 모재 변형(인장, 압축, 굽힘)에 의한 파우더링(Powdering)과 같은 성형 불량률이 나타난다. 대부분 이러한 불량은 다이와 소재 사이의 마찰 및 윤활 특성을 변화시켜 성형성 저하와 도금층 탈락에 의한 강판의 내식성 저하 등과 같은 새로운 문제점들을 야기한다. 그러므로 제품의 고정밀 및 고품질화를

실현하기 위해서는 도금층에 대한 기계적 특성 및 마찰특성을 명확히 규명하는 하는 것이 반드시 필요하다[1].

자동차 외판으로 많이 사용되고 있는 Zn-Fe 계 합금 도금강판은 냉연강판과 비교하여 도금공정 특성상 도금공정에서 코일의 길이방향 폭 방향으로 도금량 및 합금성분 함량의 편차에 의해 표면품질이 불균일 해지기 쉬운 특징이 있다. 또한 프레스 성형가능 여부에 결정적인 역할을 하는 도금층의 마찰과 윤활특성은 도금층의 야금학적 특성(도금종류, 도금층 두께, 합금성분 함량)과 밀접한 관련이 있다고 보고되고 있다[2]. 따라서 본 연

1. 부산대학교 정밀기계공학과
2. 전주국제대학교 자동차공학부
3. POSCO 자동차강재가공연구센터
교신저자: 부산대학교 정밀기계공학과, bmkim@pusan.ac.kr

구에서는 표면처리강판 중 현재 일본 및 국내의 자동차 강판에 널리 적용되고 있는 용융아연도금강판(이하 GA 강판)에 대해 화합물화 온도별 도금층의 기계적 및 마찰특성을 평가하기 위해 수행되었다.

화합물화 온도별 GA 강판의 기계적 특성은 도금층의 경도(Hardness)로 정의되며 이것은 나노 인덴테이션 시험을 통해 획득하였다. 또한 화합물화 온도별 표면 미세 도금층에 대한 마찰특성을 평가하기 위해 나노 스크래치 시험(Nano Scratch)을 수행하였다[3]. 이는 일반적인 편마찰시험 혹은 거시적인 마찰시험으로는 표면처리강판의 도금층 고유의 마찰특성을 알 수 없기 때문이다. 이에 본 연구에서는 화합물화 온도에 대한 GA 강판의 나노 인덴테이션, 비커스 경도(Vickers Hardness), 나노 스크래치 시험을 각각의 조건에 따라 수행하였으며, 주사전자현미경(Scanning Electron Microscope)을 통해 도금층의 두께 및 화합물화 온도별(T465, T505, T515, T540) 도금상을 관찰하여 GA 강판의 특성을 고찰한다.

2. GA 강판의 제조 과정

GA 강판은 용융아연도금층을 응고 직전 고온에서 재가열하여 얻은 회백색의 Fe-Zn 합금층을 형성시키며 연속 생산라인에서 대략 수 μm 의 두께로 코팅된다.

Fig. 1은 GA 강판의 생산과정과 도금층의 화합

물화 과정 (Fe10%-Zn)을 나타낸 그림이다[4]. 도금욕조에서 빠져 나온 도금강판은 Holding Furnace에서 어닐링 작업이 이루어진다. 여기서는 화합물화 온도에 따라 4가지(465°C, 505°C, 515°C, 540°C)의 GA 강판이 채택되었으며 그 합금층은 Fig. 2와 같으며, 주사전자현미경(SEM)을 통한 각 화합

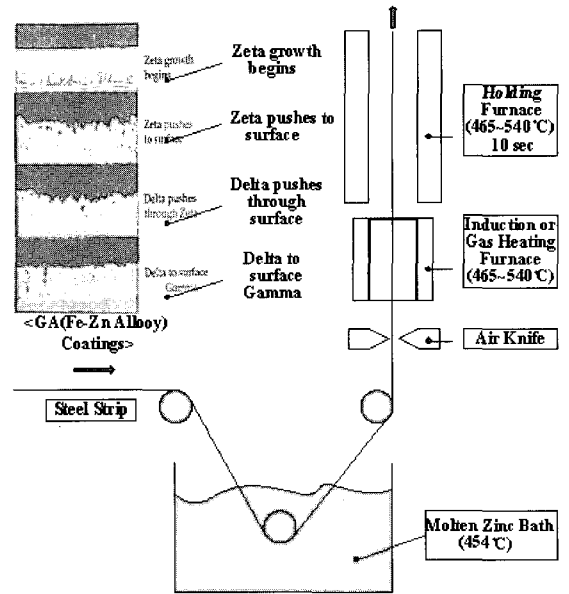
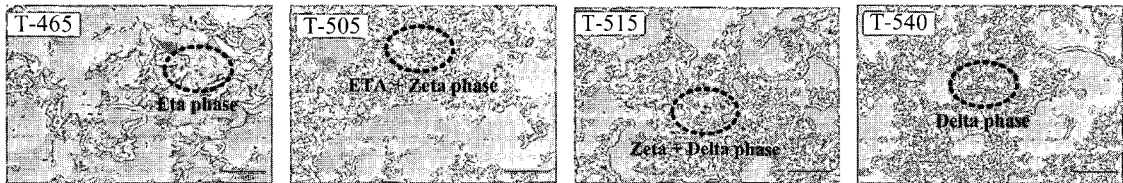
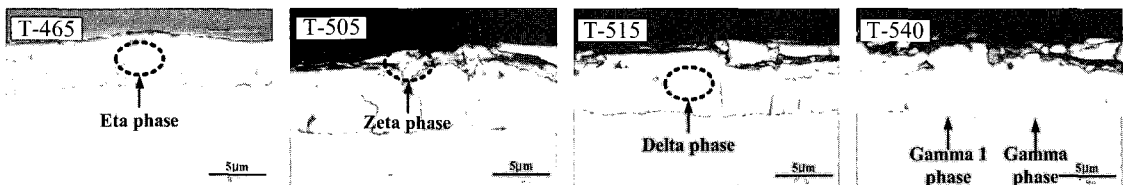


Fig. 1 The stages of alloying between the steel strip and the molten zinc coating to produce galvanized sheet steel



(a) The surface



(b) The section

Fig. 2 Scanning electron micrographs of coating layer of GA at various annealing temperatures

물화 온도에서 형성된 도금층의 두께는 대략 6 ~ 7 μm 이다. GA 강판은 순수 Zn 도금강판 보다 우수한 스탬핑 성형성(Stamping Formability), 용접성(Weldability), 내식성(Good Corrosion Resistance)을 갖는다. 이렇게 도금된 GA 강판은 자동차 차체, 부품 등의 제조를 위한 성형 공정에 이용된다.

GA 강판은 여러 가지 판재 성형공정에 이용되고 있으나, 대변형 영역에서 얇은 도금층의 기계적 특성 및 마찰거동을 명확히 규명하지 못하여 판재의 성형성 평가에 있어 여러 가지 문제를 야기하고 있다. 이러한 문제를 해결하기 위해 도금층의 마찰특성 파악에 관한 연구들이 선행되어 왔다[5~6].

3. 도금층의 특성

Fig. 3 은 화합물화 온도별 GA 강판의 도금층의 상을 X-선 회절분석한 결과이다. Table 1 은 합금 도금강판의 경우 Fe 함량에 따라 존재하는 상의 특성을 나타낸 것이다.[2] 그 결과 Fig. 2(a)의 SEM 촬영에 의한 화합물화 온도에 따른 도금층의 표면상태와 같이 일반적으로 GA 강판의 도금층에는 η , δ 상이 공존하는데 화합물화 온도가 낮을수록 Fe 함량이 낮아져 연질인 η 상이 도금층 내에 많이 존재하며, 화합물화 온도가 높을수록 Fe 함량이 높아지면서 δ 상이 많아지고 상대적으로 η 상은 적어진다.[7]

화합물화 온도 505°C 보다 낮은 시편의 경우 어닐링 과정이 완전하지 못하여 불완전한 델타상(Delta Phase) 조성을 가지며 전체적으로 상당히 울퉁불퉁한 표면을 이룬다. 화합물화 온도가 높을수록 δ , Γ 상이 성장하며 전반적으로 고르게 분포하는 특징을 보인다. 특히 Γ 상은 Γ , Γ_1 상으로 구성되어 있다. 이 상은 도금층과 모재의 경계면에 존재하는 금속간 화합물(Intermetallic Compounds)이다. 프레스 성형 시 모재와 도금층 사이의 탈락은

도금상 중 제일 경한 Γ 상에서 시작된다. 540°C의 경우는 균일한 미세 도금 결정립을 갖고 있어서 표면이 고른 경향을 보인다. Fig. 2(b)는 도금층의 두께방향으로 SEM 촬영을 한 것으로 도금층의 두께는 5~7 μm 이고, 도금상의 분포상태를 알 수 있다. 505°C의 경우 도금표면에서 η , ζ 상이 관찰되고, 515°C는 ζ , δ 상이 분포되어 있고, 540°C의 표면에선 거의 δ 상만이 관찰되었다. 이는 화합물화 온도가 높을수록 δ 상의 증가되고 도금층과 기지조직 계면에서 Γ , Γ_1 상이 생성 된다는 유사 논문의 결과와 일치한다[8].

GA 강판과 같은 표면처리강판은 프레스성형 중 파우더링(Powdering)과 플레이킹(Flaking)과 같은 피막손상을 받는다. 파우더링은 도금층 두께보다 작은 입자들이 분상으로 탈락되는 형태이며 벌크 소성변형으로 도금층의 변형이 따라가지 못하여 발생하는 파손형태이다. 반면 플레이킹은 금형과 도금층 사이의 습동현상을 기본원리로 하는 손상으로 비늘 편상으로 박리되는 파손형태이다. 순수 연도금강판의 도금층의 연성이 풍부하고 벌크의 변형에 대한 추종성이 뛰어난 강판에서는 플레이킹이 쉽게 발생하고, 화합물화 온도가 높을수록 GA 강판 표면층의 δ 상과 상으로 인해 표면 경도가 높은 도금강판에서는 습동이 강하지만 도금의 연성이 부족하여 파우더링이 쉽게 발생한다. 또한 피막의 파괴, 탈락현상은 GA 강판의 경우 화합물화 층인 Γ 상에 의해 기인된다. 이에 피막 손상 저감을 위해서는 Γ 상 형성 억제 및 최소화 하는 것이 가장 이상적인 방법으로 알려져 있다[9].

4. 나노 인덴테이션 시험

4.1 시험 조건

나노 인덴테이션 시험에는 MTS사의 Nano-indentation® XP가 사용되었고 팁은 탄성계수가 크고 마찰계수와 접촉면적이 작은 베르코비치 팁

Table 1 Properties of each phase in galvanized coating layer

| Phase | Formula | Wt%, Fe | Melting Point(°C) | Crystal Structure |
|----------|----------------------------------|-------------|-------------------|-------------------|
| η | Zn | 0 ~ 0.03 | 419.5 | HCP |
| ζ | FeZn ₁₀ | 6.0 ~ 6.2 | 530.0 | Monoclinic |
| δ | FeZn ₇ | 7.2 ~ 11.5 | 620.0 ~ 668.0 | HCP |
| Γ | Fe ₃ Zn ₁₀ | 20.5 ~ 28.0 | 668.0 ~ 780.0 | BCC |

용융아연도금강판에서 어닐링 온도변화에 따른 화합물화가 도금층 기계적 특성 및 마찰계수에 미치는 영향

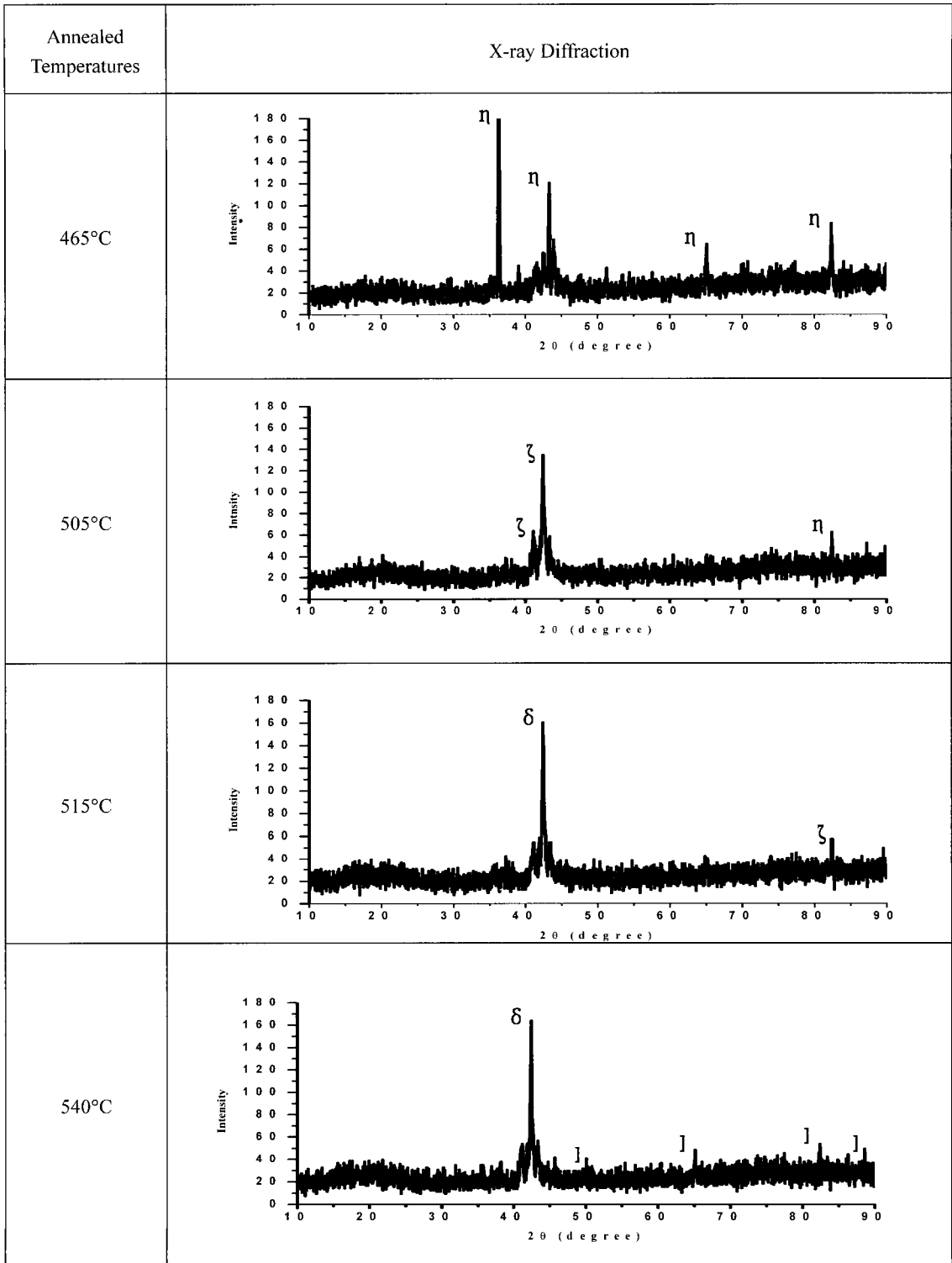


Fig. 3 X-ray diffraction patterns of Zn and Zn-Fe coating layers of GA at various annealing temperatures

(Berkovich Tip)을 사용하였다. 시험에는 연속강성 측정법(Continuous Stiffness Method)을 사용함으로써 압입깊이에 따른 Loading-Unloading 곡선, 경도 및 탄성계수의 변화를 측정할 수 있다[10~11].

나노 인덴테이션 시험을 위하여 시편은 화합물화 온도에 따라 10mm×10mm 로 절단 후 초음파 세척을 하였다. 일반적으로 나노 인덴테이션 시험에서 모재의 영향을 받지 않는 도금층의 적정 압입깊이는 도금층 두께의 10%인 것으로 알려져 있다[11]. 그러나 Fig. 2 에서 볼 수 있듯이 소재 특성상 표면이 균일하지 못하고 도금층 내 균열 및 기공이 존재할 수 있으므로 도금층 두께의 약 6.7%(400nm)의 압입깊이로 10 회 이상 반복 시험하였다. 시험은 도금층뿐만 아니라 도금층을 제외한 모재에 대해서도 수행되었다. Table 2 에 일반적인 시험조건을 열거하였다.

화합물화 온도별 GA 강판의 도금층과 모재에 대한 나노 인덴테이션 시험을 통해 얻을 수 있는 것은 압입깊이(h)에 대한 압입하중(P)이며 이 데이터로부터 탄성계수(E)와 경도(H)를 산출한다. 탄성계수는 식 (1)에 표시한 Sneddon 강성식(S)으로부터[12] 산출되는데 이 식은 팁 형상이 원뿔일 때를 기준으로 한 것으로 다른 팁 형상을 사용한 경우, 식 (2)와 같이 보정상수(β)를 곱하여 사용한다. 여기서 강성(Stiffness)은 언로딩 곡선의 최대하중 부분의 기울기로부터 구하고 베르코비치 팁의 경우 보정상수는 1.034 이다[10].

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \sqrt{AE_r} \quad (1)$$

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

E_r 은 환산탄성계수로 시편의 탄성계수 (E_s)와 팁의 탄성계수 (E_i)와 식 (3)의 같은 관계를 갖는다. 여기서 ν_s 와 ν_i 는 시편과 팁의 프와송의 비(Poisson's Ratio)이다. 다이아몬드 팁의 경우 $E_i = 1141\text{GPa}$ 이고 $\nu_i = 0.07$ 이다.

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

경도(H)는 압입하중과 접촉투영면적(A)으로 계

산되었으며 그 관계는 식 (4)와 같다. 앞서 설명했듯이 소재의 표면 상태가 균일하지 못하므로 압입 흔적은 베르코비치 팁의 면각(Face Angle)을 65.3°로 가정하고 식 (5)를 이용하여 접촉 투영면적을 계산하였다.

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

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

4.2 시험 결과

나노 인덴테이션 시험을 통해 화합물화 온도별 GA강판 도금층의 정확한 경도와 탄성계수를 얻기 위해 가장 중요한 것은 모재 및 도금층 표면 형상의 영향을 받지 않는 도금층의 적정 압입깊이를 결정하는 것이다[13~14]. 이에 나노 인덴테이션 시험 결과 변위에 대한 하중곡선의 로딩곡선에서 변곡점이 생기지 않는 도금층 전체 두께의 6.7%에 해당하는 400nm로 압입 하였다. Fig. 4는 400nm 압입깊이로 시험한 결과로 나타난 하중-변위 곡선이다. 시험 결과 화합물화 온도가 높은 GA강판일수록 도금층의 경도가 증가하기 때문에 최대하중이 높게 나타남을 알 수 있었고, 압입깊이 400nm 일 때 최대하중 21.4mN이 나타났다.

탄성회복 후 잔류압입깊이는 330nm 로 탄성회복량은 약 70nm 이다. Fig. 5 와 Fig. 6 은 압입깊이에 대한 도금층에 대한 탄성계수와 경도를 나타낸 것이다. 측정 결과에서 초기에는 압입 크기 효과(Indentation Size Effect)와 표면거칠기 효과 등으로 인해 곡선의 급격한 변화를 관찰할 수 있었다. 따라서 100nm 이후의 탄성계수 및 경도 분포 평균 값을 도금층의 기계적 물성치로 결정하였다.

Table 2 Conditions for nanoindentation test

| Conditions | Value |
|------------------------------|-------------------|
| Surface Approach Sensitivity | 30% |
| Surface Approach Velocity | 10nm/sec |
| Poisson's Ratio of Specimen | 0.3 |
| Humidity | 31%~41% |
| Room Temperature | 23.5℃~24.5℃ |
| Tip | Berkovich Diamond |

용융아연도금강판에서 어닐링 온도변화에 따른 화합물화가 도금층 기계적 특성 및 마찰계수에 미치는 영향

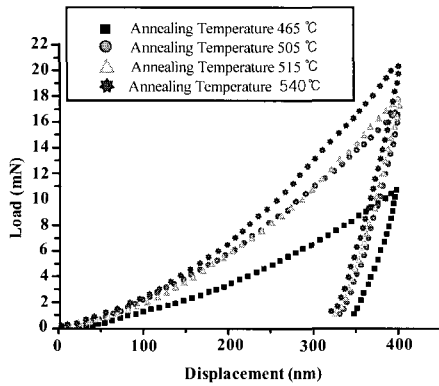


Fig. 4 Plots of load versus displacement for film of galvanized sheet steel up to 400nm indentation depth

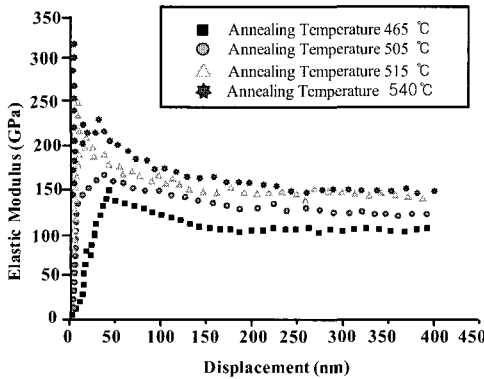


Fig. 5 Plots of elastic modulus versus displacement for film of galvanized sheet steel up to 400nm indentation depth

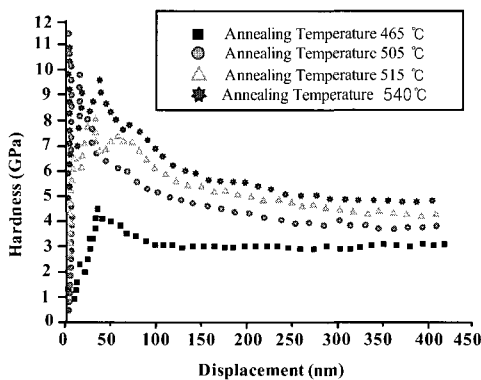


Fig. 6 Plots of hardness versus displacement for film of galvanized sheet steel up to 400nm indentation depth

Table 3 Experimental results of nano indentation

| Annealing Temperatures | Indentation depth | Modulus (GPa) | Hardness (GPa) | Maximum load (mN) |
|------------------------|-------------------|---------------|----------------|-------------------|
| 465°C | 400nm | 107.3 | 2.168 | 10.3 |
| 505°C | | 157.4 | 3.287 | 16.5 |
| 515°C | | 170.3 | 3.455 | 18.2 |
| 540°C | | 180.3 | 5.269 | 21.5 |

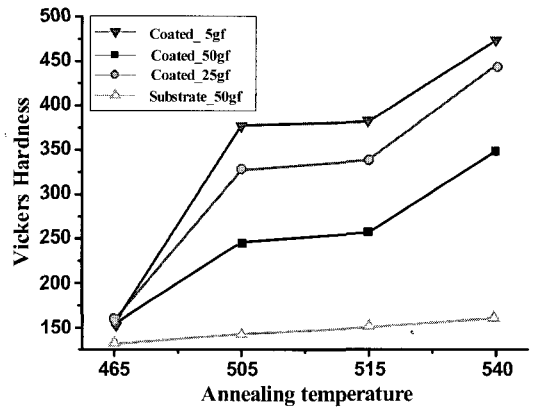


Fig. 7 The results of Vickers hardness test

5. 비커스 경도 시험

비커스 경도 시험에는 MTS 사의 비커스 경도 시험기가 사용되었다. Fig. 7 은 화합물화 온도별 GA 강판의 비커스 경도 시험 결과이다.

GA 강판의 화합물화 온도 증가에 따라 비커스 경도는 증가하는 것을 확인하였다. 또한 동일 강판에서 비커스 하중이 작을수록 경도는 증가하는데 이것은 비커스 하중이 작아지면서 모재의 영향을 덜 받기 때문으로 사료된다.

GA 강판의 모재에 대한 비커스 경도 시험 결과 화합물화 온도에 따라 경도 값이 증가함을 보였으나, 정량적인 값의 차이는 있지만 온도별 도금층의 경도차이만큼 뚜렷하진 않았다.

6. 나노 스크래치 시험

6.1 시험 조건

Fig. 8 및 Table 4 는 나노 스크래치 시험의 개략도 및 시험 조건을 나타낸 것이다. 시험조건은 스크래치 속도가 10nm/sec 일 때 나노 스크래치 하

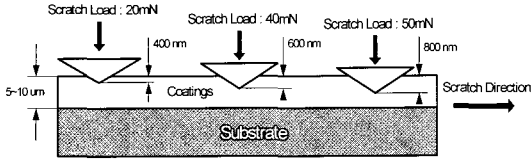


Fig. 8 Schematic illustration of nano-scratch test

Table 4 Experimental Conditions for scratch test

| Conditions | Value |
|------------------------------|----------|
| Surface Approach Sensitivity | 30% |
| Surface Approach Velocity | 10nm/sec |
| Allowable Drift Rate | 0.15 |
| Humidity | 30~35% |
| Temperature | 23.5°C |
| Scratch Distance | 500µm |

중을 20, 40, 50mN 으로 변화시켜 화합물화 온도별 GA 강판의 표면 미세 도금층을 500µm 스크래치 하였다. 또한 하중이 20mN 일 때 속도를 5, 10, 15, 20nm/sec 로 변화시켜 수행하였다. 식 (6)은 나노 스크래치 시험을 통한 마찰계수 산출식을 나타낸 것으로 F는 인출력이고 P는 스크래치 하중이다.

$$\mu = \frac{F}{P} \tag{6}$$

6.2 시험 결과

Fig. 9 는 일정한 스크래치 속도(10nm/sec)에서 스크래치 하중의 변화에 따른 화합물화 온도별 GA 의 마찰계수 변화를 나타낸 것이다. 시험 결과 GA 강판의 화합물화 온도가 증가하고 스크래치 하중이 증가할수록 마찰계수는 감소하는 것으로 나타났다.

도금층 표면에 작용하는 스크래치 하중이 작을 수록 화합물화 온도에 따라 마찰계수의 변화가 크게 나타나고 스크래치 하중이 클 때 화합물화 온도별 마찰계수의 차이가 작게 나타남을 확인할 수 있었다. 이것은 GA 강판 도금층의 특성상 화합물화 온도가 증가할수록 표면 미세 도금층의 경도가 증가하기 때문에 마찰계수가 감소하는 것으로 사료된다.

Fig. 10 은 일정한 스크래치 하중(20mN)일 때

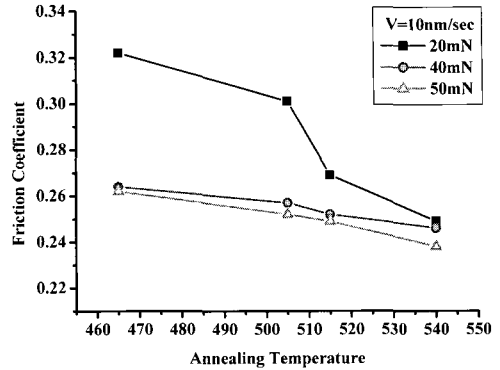


Fig. 9 Friction coefficient of GA coating layer as a function of annealing temperature obtained by nano-scratch tests with various scratch loads

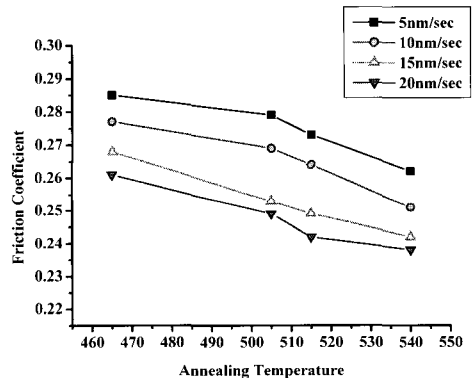


Fig.10 Friction coefficient of GA coating layer as a function of annealing temperature obtained by nano-scratch tests with various scratch velocities

스크래치 속도의 변화에 따른 마찰계수 변화를 나타낸 것이다. 시험 결과 GA 강판의 화합물화 온도가 증가하고 스크래치 속도가 증가할수록 마찰계수는 감소하는 것으로 나타났다[15~16].

일반적으로 GA 강판의 경우, 화합물화 온도가 증가하면 도금층 내 Zn 과 Fe 의 확산이 증가하여 δ 상이 감소하고 Γ , Γ_1 과 δ 상이 증가한다. 이는 도금층의 경도를 전체적으로 상승시키는 역할을 한다. 따라서 GA 화합물화 온도의 증가에 따른 도금층 경도 상승에 의해 마찰계수는 감소하였다.

7. 결 론

본 연구에서는 GA 강판의 화합물화 온도별 도금층에 대한 SEM 촬영을 통해 표면 미세 도금상을 분석하였다. 또한 나노 인덴테이션과 비커스 경도 시험기를 통한 도금층의 기계적 특성과 나노스크래치를 통한 표면 미세 도금층의 마찰특성을 분석하였다. 이때 시험 조건의 변화에 따른 영향을 고찰하였으며 이 연구로부터 얻은 결론은 다음과 같다.

(1) 나노 인덴테이션 시험에서 GA 강판의 화합물화 온도별 표면 미세 도금층에 대한 400nm 압입 시 최대 하중은 21.4mN 이었으며 화합물화 온도가 증가할수록 최대하중이 증가하였다.

(2) 비커스 경도 시험에서 비커스하중이 작을수록, GA 강판의 화합물화 온도가 증가할수록 비커스 경도가 증가하였다.

(3) 나노 스크래치 시험에서 일정한 스크래치 속도(10mm/sec)에 대한 압입하중(20, 40, 50mN)의 변화 시 압입하중이 작을수록 표면 미세 도금층에 대한 마찰계수는 작게 나타났으며 GA 강판의 화합물화 온도가 증가할수록 마찰계수가 낮게 나타났다.

(4) 나노 스크래치 시험에서 일정한 압입하중(20mN)에 대한 스크래치 속도(5, 10, 15, 20mm/sec)의 변화 시 스크래치 속도가 빠를수록 표면 미세 도금층에 대한 마찰계수는 낮게 나타났다.

후 기

본 연구는 2005 년도 POSCO 사외위탁 연구과제의 지원에 의하여 연구되었습니다.

참 고 문 헌

- [1] Y. T. Keum, H. S. Kim, Y. S. Kim, 2000, Evaluation of Frictional Characteristic for Zinc-Coated Steel Sheet, *Metals and Materials*, Vol. 6, No. 4, pp. 323~329.
- [2] D. J. Meuleman, S. G. Denner, F. L. Cheng, 1984, The effect of zinc coating on the formability of automotive sheet steels, *SAE*, No. 840370.
- [3] M. Lichinchi, C. Lenardi, J. Haupt, R. Vitali, 1998, Simulation of Berkovich nanoindentation experiments on thin films using finite element method, *Thin Solid Films*, 312, pp. 240~248.
- [4] A. R. Marder, 2000, The metallurgy of zinc-coating steel, *Progress in Materials Science* 45, pp. 191~271.
- [5] J. Tlustý, S. Smith, C. Zamudia, 1990, Operation Planning Based on Cutting Process Model, *Annals of the CIRP*, Vol. 39, pp. 517~521.
- [6] C. Anthony, Fischer-Cripps, 2001, *Nanoindentation*, Springer-Verlag, pp. 20~29.
- [7] 프레스기술, 표면처리특집, 1985, Vol. 23~10.
- [8] G. Reumont, J. B. Vogt, A. Iost, J. Foct, 2001, The effects of an Fe-Zn Intermetallic-containing coating on the stress corrosion cracking behavior of a hot-dip galvanized steel, *Surface and Coatings Technology*, V. 139, pp. 265~271.
- [9] M. Arimura, M. Urai, L. Iwaya, M. Iwai, 1995, *GALVATECH 95*, Chicago, IL Iron and Steel Society, 733.
- [10] J. H. Hahn, K. R. Lee, K. S. Kim, S. Y. Lee, 2002, Principal and applications of nanoindentation test, *J. of KSPE*, Vol. 19, No. 3, pp. 19~26.
- [11] W. C. Oliver, G. M. Pharr, 1992, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Master. Res.*, Vol. 7, No. 6, pp. 1564~1583.
- [12] Ian. N. Sneddon, 1965, The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile, *Int. J. of Eng. Science*, Vol. 3, Issue. 1, pp. 47~57.
- [13] C. J. Lu, D. B. Bogy, 1995, The effect of tip radius on nano-indentation hardness test, *Int. J. OF Solids structures*, Vol. 32, No. 12, pp. 1759~1770.
- [14] A. K. Bhattacharya, W. D. Nix, 1988, 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.
- [15] X. Li, B. Bhushan, 2002, A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications, *Materials characterization*, Vol. 48, pp. 11~36.
- [16] A. K. Bhattacharya, W. D. Nix, 1988, Analysis of elastic and plastic deformation associated with indentation testing of thin films on substrates, *Int. J. Solids Structures*, 24~12, pp. 1287~1298.