

압입자 첨단마모에 따른 나노압입곡선의 변화 및 이의 보정기법

Variation of Nanoindentation Curve due to Wear of Indenter Apex and Its Correction Method

이윤희*†, 김용일*, 박중서*, 김광호**

Yun-Hee Lee*†, Yong-Il Kim*, Jong Seo Park* and Kwang Ho Kim**

초 록 나노압입시험기의 힘교정과 압입자에 대한 3차원 형상 관찰 및 분석이 본 연구에서 진행되었다. 표준분동으로 교정한 마이크로밸런스로 나노압입시험기에서 발생시킨 하중을 측정하여 측정치와 발생치의 비로 압입하중을 교정하였고, 나노압입시험의 시작점인 초기 접촉 하중도 확인할 수 있었다. 삼각뿔 압입자를 원자현미경으로 관찰하여 분석한 결과 비교적 사용이력이 없는 압입자 A와 마모된 압입자 B의 첨단곡률반경은 각각 19.71 ± 3.03 nm와 1043.94 ± 50.91 nm로 결정되었다. 완벽한 삼각뿔 압입자 형상과 중첩하여 압입자 A와 B의 첨단무딘깊이(bluntness depth)를 1.22 nm와 64.56 nm로 결정하였고, 용해실리카 기준시편에 수행한 나노압입시험 결과를 살펴본 결과 두 압입자의 압입하중-변위곡선들이 무딘깊이 차이만큼 수평축으로 서로 어긋나 있음을 확인할 수 있었다. 수평 이동을 통해 보정된 압입곡선의 분석을 통해 개별 압입자 면적함수에 대한 고려없이 1.11 % 이내에서 동일한 용해실리카의 나노경도를 결정할 수 있었다.

주요용어: 나노압입시험, 힘교정, 압입자 면적함수, 첨단곡률반경, 무딘깊이

Abstract A force calibration of a nanoindenter and a 3D morphology observation of indenters were carried out in this study. A microbalance calibrated with standard weights was used for measuring the loads generated by a nanoindenter. The indentation load could be calibrated from the ratio of measured and generated loads and the first contact load also could be detected from the microbalance data. By analyzing atomic force microscopy images of two indenters, curvature radii of apices were determined by 19.71 ± 3.03 and 1043.94 ± 50.91 nm, respectively, for the nearly new indenter A and the severely worn indenter B. Corresponding bluntness depths were estimated by 1.22 and 64.56 nm for the both indenters by overlapping their profiles on the perfect pyramidal shape. In addition, nanoindentation curves obtained from a fused silica reference material with the both indenters showed a depth difference corresponding to the bluntness depth difference along the indentation depth axis. By shifting amounts of the bluntness depths along the horizontal axis, whole nanoindentation curves overlapped on themselves and resulted in nanohardness values consistent within 1.11 % without considering the complex indenter area function of each indenter.

Keywords: Nanoindentation Test, Force Calibration, Indenter Area Function, Apex Curvature Radius, Bluntness Depth

1. 서 론

나노박막의 증착기술이 보편화되면서 mN 수준의 하중을 인가하여 μm 이하의 국소변형을 유발하는 나노압입시험(nanoindentation test)이 1980년

대 중반에 등장하였다[1]. 전자기(electromagnetic), 정전기(electrostatic) 혹은 압전(piezoelectric) 특성으로 작동하는 액추에이터로 예리한 삼각뿔 압입자에 하중을 인가하고, 변위센서로 압입자의 표면 침투깊이를 연속적으로 측정하여 압입하중-변

[접수일: 2013. 3. 6, 수정일: (1차: 2013. 4. 4, 2차: 2013. 4. 12) 게재확정일: 2013. 4. 17] *한국표준과학연구원 산업측정표준본부, **(주)프론틱스, †Corresponding Author: Division of Industrial Metrology, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-340, Korea (E-mail: uni44@kriss.re.kr)

위곡선(indentation load-displacement curve)을 획득하는 것이 나노압입시험의 구동 및 측정원리이다 [1-4]. 연속적인 변형곡선을 모니터링하기 때문에 종래 경도시험(hardness test)과 달리 별도의 압입 흔적(indentation mark) 관찰이 필요치 않고, 압입 하중-변위곡선만 분석하여 나노경도(nanohardness)를 결정하는 기법들이 개발되었다[2,3]. 이러한 간편한 측정 및 분석기술이 확립된 이후로 나노압입은 종래의 경도시험이나 만능인장시험기로 하중을 인가할 수 없는 박막이나 나노입자와 같은 소규모 소재의 보편적인 역학시험기법으로 자리매김하게 되었으며, 특히 나노경도와 탄성계수 평가에 주안점을 두었던 초기 연구[3]와 달리 최근 들어서는 다양한 환경 하에서 변형 및 파괴특성의 평가에 응용되고 있다.

1.1. 나노압입 적용영역의 확대

고정밀도를 갖는 액추에이터와 변위센서를 제외하면, 나노압입은 종래의 경도시험과 마찬가지로 간단한 구조와 측정원리를 갖고 있기 때문에 다양한 분야로 적용영역이 확대될 수 있다. 간단히 압입균열을 유발하여 취성 세라믹의 파괴인성을 측정하던 압입파괴기법[5]을 예리한 삼각뿔 압입자를 채용함으로써 나노압입으로 구현할 수 있었다[6]. 수 십 N 범위의 하중을 인가하여 mm 직경의 구형 압입자를 금속표면에 침투시켜서 단축인장시험과 동등한 유동응력-변형률 곡선을 획득하는 계장화 압입기법(instrumented indentation technique)[7]은 수십 μm 의 침단곡률반경을 갖는 경질 압입자를 채용한 나노압입시험으로 구현할 수 있다[8]. 또한 동적인 하중을 발생시킴으로써 입자 충돌과 같은 표면의 충격이나 피로거동에 대한 연구를 나노압입시험으로 수행하기도 한다 [9]. 그 외에 잔류응력 측정[10,11]은 연속적으로 압입 변형 과정을 모니터링할 수 있으면 보편적으로 적용될 수 있는 기법이며, 집속 이온빔을 이용하여 박막 표면에 원기둥 형태의 필라(pillar)를 가공하는 것이 가능해짐에 따라 평면 펀치형 압입자를 채용한 나노압입시험기로 압축시험을 수행하여 단축변형곡선을 구하는 연구도 활발히 진행되고 있다[12]. 특히 나노필라 압축시험의 경우 초소규모의 시험편이 사용되기 때문에 방사선 조사를 받은 소재라도 방사능 노출에 대한 큰 위

험없이 일반 실험실에서 손상을 측정할 수 있는 방법으로 활용되고 있다[13].

가장 보편적인 환경 복합형태의 나노압입시험 기법으로는 시험편 지지대에 가열장치(hot stage)를 설치하여 고온 압입 및 크리프시험을 수행할 수 있도록 하는 기법[14]과 주사전자현미경과의 복합을 통해 나노압입변형 과정을 실시간으로 관찰하는 기법[14]도 있다. 또한 정전기력 액추에이터를 반도체 공정기술로 제작하고, 이를 투과전자현미경과 복합시킴으로써 나노입자나 집적이온빔 가공을 거친 박막슬릿의 변형과정을 실시간으로 살펴 보면서 나노압입을 수행하는 기법[15]도 존재한다. 뿐만 아니라 액상환경에 압입자를 침지시킴으로써 살아있는 생물세포의 물성을 측정하는 기법[16]은 물론 전기화학적으로 수소를 충전하는 환경에서 수소 손상을 동시적으로 측정하는 데에도 활용되고 있다[17]. 이러한 포괄적인 나노압입기법 적용의 기본전제는 나노압입시스템의 고정밀도, 측정의 재현성(repeatability) 및 분석방법의 신뢰성에 있다고 볼 수 있다.

1.2. 나노압입시스템 교정 및 측정데이터 분석

나노압입시스템과 측정데이터 분석의 신뢰성을 확보하기 위해서는 시스템 구성요소에 대한 교정과 측정과정의 표준화가 필수적이다. 나노압입시험에서 구체적인 교정이나 검증이 필요한 항목들과 측정방법들은 Table 1에 정리하였다[18]. 교정이 요구되는 모든 요소들이 중요하겠지만, 근본적으로 나노압입데이터로부터 나노경도를 평가하

Table 1 Calibration and verification quantities and measurement methods for nanoindentations[18]

Calibration quantity	Measurement methods
Indenter geometry	Optical microscopy, AFM
Indenter area function	Metrological AFM, indentations in reference materials
Test force	Electronic balance, deadweights, calibrated bendable beam, nanoforce sensor
Indentation depth	Laser interferometry, capacitance sensor, LVDT
Machine stiffness	Indentations in reference materials
Testing cycle	Clock with 0.1 s uncertainty

는 데는 3단계를 거치게 된다. 우선 압입하중-변위곡선으로부터 접촉깊이를 평가하는 단계가 있고, 접촉깊이로부터 접촉면적을 결정하는 단계, 최대압입하중을 접촉면적으로 나누어 나노경도를 표현하는 최종단계가 존재한다. 우선 첫 단계는 대상소재의 소성변형이 심하지 않아서 압입흔적 주변의 표면부의 변형왜곡이 심각하지 않을 경우 일반적으로 Oliver와 Pharr가 제시한 탄성 해[3]를 이용하게 된다. 이 탄성 해를 이용하여 최대하중하에서 압입자와 대상시험편 표면이 접촉하고 있는 깊이를 결정하게 된다. 접촉깊이를 접촉면적으로 환산하는 데는 압입자의 3차원 형상정보가 요구된다. 용해실리카와 같은 기준시편에서 얻어진 나노압입곡선의 분석에 압입깊이와 무관하게 탄성계수가 일정하다는 전제를 도입함으로써 접촉깊이-접촉면적 간의 함수관계 혹은 압입자 면적함수(indenter area function)를 구하게 된다[3]. 즉 압입자 면적함수를 이용하여 접촉깊이에 해당하는 접촉면적의 환산이 가능하다. 그러나 100 nm 이하의 얇은 압입에서는 기준시편의 표면거칠기나 나노압입시험기의 분해능 등의 영향으로 인해 압입곡선의 재현성이 떨어지고, 결과적으로 압입자 면적함수의 신뢰도가 낮아진다. 따라서 압입자 첨단형상의 정확한 측정을 통해 접촉면적을 정확히 환산하는 기술의 확보가 최근 수요가 증가하고 있는 100 nm 이하의 압입에 대한 재현성을 향상시키는 데 매우 중요하다. 마지막으로 나노경도의 정의에 따라 최대압입하중을 접촉면적으로 나누는 단계가 필요하며, 압입하중의 교정이 나노압입 데이터의 분석에 중요한 영향을 끼친다.

따라서 본 연구에서는 압입하중, 압입자 형상의 교정 및 확인방법을 제시하고, 아울러 압입자 형상에 따른 압입하중-변위곡선의 변화거동 및 이를 보정할 수 있는 방법을 제시하고자 하였다.

2. 실험

2.1. 나노압입시스템의 힘교정

압입하중의 교정은 10 mg에서 20 g까지 표준 분동을 이용하여 교정한 마이크로밸런스(WX-26 model, Mettler-Toledo, Italy)를 적용하였다. 저울은 신뢰수준 95%에서 0.003 mg의 불확도를 나타내

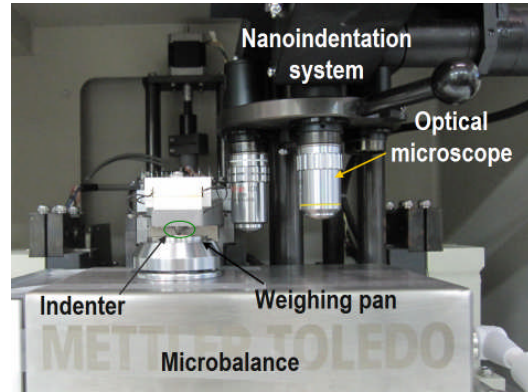


Fig. 1 The WX-26 microbalance located beneath the MZT-512 nanoindentation system

었다. 마이크로밸런스를 Fig. 1과 같이 삼각뿔 압입자를 장착한 나노압입시험기(MZT-512 system, Mitutoyo Corp., Japan)의 직하부에 위치시켰다. 특히 나노압입시험기에 부착된 광학현미경을 이용하여 압입자가 측정판(weighing pan)의 정중심부에 놓일 수 있도록 하였다. 이후 20 mN부터 20 mN씩 압입하중을 단계적으로 증가시켜 최대 200 mN까지 도달하는 나노압입시험 사이클을 3회 이상 수행하였다. 대응하여 RS232통신 방식으로 마이크로밸런스로부터 하중신호를 초당 5회의 취득 속도로 측정하였으며, 나노압입시험기에서 발생된 압입하중과 직접적으로 비교하였다.

2.2. 삼각뿔 다이아몬드 압입자 형상 측정

삼각뿔 압입자의 첨단은 XE-100 원자현미경(Park Sys. Corp., Korea)으로 관찰하였고, Si₃N₄ 및 Si 캔틸레버가 접촉모드 스캔에 사용되었다. 원자현미경의 영상에 대한 크기교정(dimensional calibrations)을 위하여 패턴그리드(TGX01 model, MikroMasch, Estonia)와 단차기준시편(Step Height CRM 207-04-004, KRIS, Korea)이 사용되었다. 패턴그리드는 3000±8 nm의 주기를 갖는 체스패턴(chess pattern)을 갖고 있으며, 단차기준시편은 541±5 nm의 단차를 갖고 있다. 50 nN 이하의 접촉하중과 0.2 Hz 이하의 저속스캔을 통해 기준시편에 대한 원자현미경 영상을 획득하였고, Matlab 영상분석 프로그램을 이용하여 주어진 기준값과 비교한 결과 원자현미경 관찰영상에 대해 X-Y축으로는 보정값 1.07을 곱하고, Z축으로는

1.19를 곱하여 영상에 대한 교정을 진행하였다.

이상의 크기교정 결과를 바탕으로 원자현미경을 이용한 삼각뿔 압입자의 3차원 형상관찰이 진행되었다. 형상측정에는 2종의 삼각뿔 압입자(Berkovich indenter, MicroStar Technologies, United States)가 사용되었다. 새롭게 도입된 압입자와 3년 이상 측정에 사용되어 첨단마모가 심각한 압입자를 각각 A 및 B 압입자로 표시하였다. 원자현미경 캔틸레버 직하에 압입자 첨단이 수직으로 놓일 수 있도록, 압입자 몸체를 고정할 수 있는 슬릿형 고정대를 제작하였다. 수차례 사전 스캐닝을 통하여 원자현미경 영상의 정중심에 압입자 중심을 위치시키고, 최종적으로 $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ 의 영역을 0.2 Hz로 저속스캔하여 압입자의 3차원 형상정보를 획득하였다. 원자현미경 영상은 ASCII 데이터로 변환한 이후 Matlab 영상분석 프로그램을 이용하여 분석을 진행하였다.

2.3. 용해실리카의 나노압입곡선 측정

3차원 형상이 확인된 압입자를 나노압입시험기(Nanoindenter XP, MTS Instrument Corp., United States)에 결속하여 기준시편으로 제공되는 용해실리카 표면에 0.05 /s의 변형률 속도로 압입시험을 수행하였다. 최대압입하중은 200 mN으로 정하였고, 두 압입자를 이용하여 획득된 압입하중-변위곡선을 상호 중첩함으로써 첨단의 마모 정도에 따라 달라지는 압입곡선의 변화를 확인하였다.

3. 실험결과 및 고찰

3.1. 나노압입시험기의 힘교정 결과

압입사이클 동안 나노압입시험기에서 발생한 하중과 마이크로밸런스에서 측정된 하중은 시간에 따라 선형적인 증가 양상을 나타내었다. 그러나 나노압입시험기에서 절대시간을 표시하는 반면에 마이크로밸런스의 경우 데이터 취득 속도로부터 시간을 측정하는 관계로 시간축이 일치하지 않고, 하중의 증가기울기가 일부 차이를 나타내었다. 특히 Fig. 2의 내부에 그려진 초기하중 인가거동을 살펴보면 마이크로밸런스에서는 뚜렷이 0.02 mN 수준의 하중 유지 구간이 발생함을 확인할 수 있었다. 이는 나노압입시험에서 초기접촉

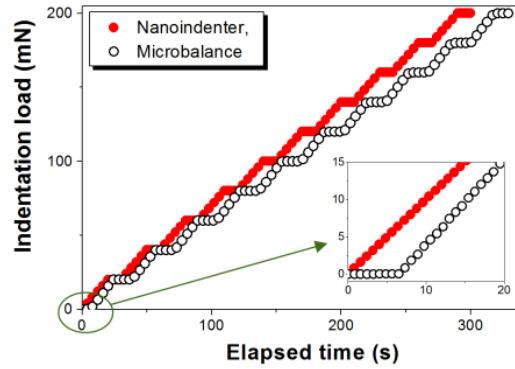


Fig. 2 Comparison of indentation loads generated and measured, respectively, from the nanoindenter and microbalance

시점을 나타내는 단계이며, 나노압입시험기에서는 외삽 등의 방법으로 초기접촉 하중유지 구간을 나타내지 않음을 알 수 있다. 각 하중단계 별로 나노압입시험기의 발생하중과 마이크로밸런스의 측정하중 비를 구하였다. 그 결과 40 mN 이상의 범위에서 일정한 100.07%의 교정 백분율을 확인할 수 있었다. 즉 나노압입시험기로 200.00 mN의 목표하중을 발생시키면 실제 측정되는 하중은 199.86 mN 밖에 발생하지 않기 때문에, 교정백분율을 곱하여 목표하중을 200.14 mN으로 설정하여 시험을 진행할 필요가 있다.

3.2. 압입자의 3차원 형상 및 첨단마모량 측정

원자현미경으로 관찰된 A, B 압입자의 첨단부의 3차원 등고선 형상을 Fig. 3에 나타내었다. 압입자 A는 일부 가공이 불안정한 관계로 무딘 능선을 나타내기는 하였으나 꼭지점 부근 $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ 의 영역에 대한 Fig. 4에서 확인할 수 있는 바와 같이 예리한 꼭지점을 형성하였다. 반면에 압입자 B의 경우 삼면은 뚜렷한 능선을 형성하기는 하나 첨단이 마모되어 Fig. 4와 같이 뭉툭한 형상을 나타내었다. Figs. 3과 4로부터 압입자 면적함수를 결정하기 위하여 압입자 첨단으로부터 높이값에 대응하는 압입자 접촉면적을 측정하였다. 압입상황에 대응시키면 첨단으로부터의 높이값은 접촉깊이가 되며, Fig. 5와 같이 접촉깊이를 증가시키면서 확인된 압입자의 접촉면적 증가거동이 압입자 면적함수가 된다[3,18]. Fig. 5에서 압입자 A는 접촉면적이 매우 서서히 증가하는

거동을 나타내는 반면에 무딘 압입자 B는 급속한 증가거동을 가졌다. Berkovich 압입자가 침단까지 예리한 형상을 유지한다면, 삼각뿔 형태의 기하학적 관계로부터 접촉면적은 접촉깊이의 제곱에 비례하는 형상을 갖게 된다. 즉 압입자 A의 경우 무딘 능선에 의한 왜곡이 있기는 하지만 초기에는 증가 속도가 낮고, 접촉깊이가 증가함에 따라 급격하게 접촉면적이 증가하는 삼각뿔의 기하학적 형상과 유사한 거동을 갖는 반면에 압입자 B의 경우 접촉과 동시에 무딘 침단의 넓은 영역이 큰 접촉면적을 형성하기 때문에 초기부터 급격한 접촉면적의 증가가 발생했다. 그러나 가공불량이나 마모 등의 영향이 뚜렷한 100 nm 이하 구간을 넘어서면서 접촉깊이에 대응하는 접촉면적의 증가 현상은 압입자에 상관없이 거의 유사한 거동을 나타내고 있다.

Figs. 3과 4에 나타낸 압입자 침단을 구의 일부 분으로 고려하여 곡률반경을 평가할 수 있다 [20,21]. Fig. 5에서 측정된 접촉면적과 동일한 등

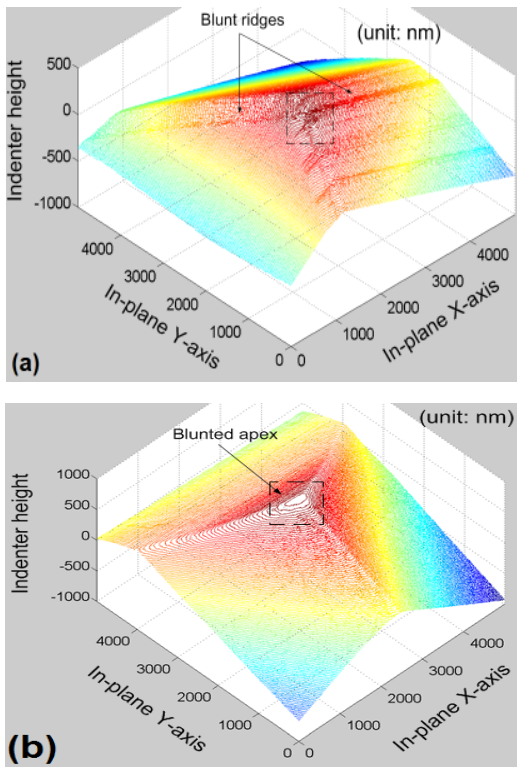


Fig. 3 Three-dimensional morphologies of apex regimes of (a) the sharp indenter A and (b) the blunted indenter B with a long-term usage

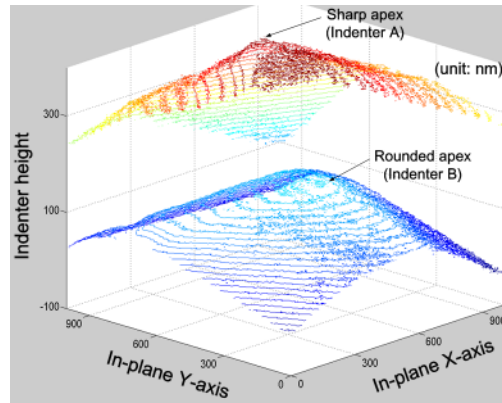


Fig. 4 Direct comparison of two apices in both indenters A and B

가원면적(area of equivalent circle)을 고려하고, 이 원의 반경을 계산하였다. 계산된 반경의 증가에 따른 접촉깊이의 변화를 나타내었다니 삼각뿔 압입자와 등가형상을 갖는 원뿔형 압입자의 형상을 Fig. 6에 구현할 수 있었다. 예상과 마찬가지로 무딘 압입자 B에서는 침단부가 원호(circular arc) 형상을 갖는 것을 확인할 수 있었고, 형상최적화를 통해 침단부의 곡률반경을 1043.94 ± 50.91 nm로 계산할 수 있었다. 반면에 새로운 압입자 A의 경우 무딘 능선과 같은 침단부 가공불량으로 인해 50 nm 이하의 접촉깊이 구간에서 위로 볼록한 곡률을 나타내기도 하였다. 약 20 nm 이하의 접촉깊이 구간에 대해서 최적화되는 원호를 중첩한 결과 압입자 A의 침단곡률반경은 19.71 ± 3.03 nm로 확인되었다.

Fig. 6의 확대그림에서 압입자 끝단의 무딘 영향이 사라져서 완전히 예리한 압입자와 중첩되는 하한계를 기하학적으로 계산할 수 있다. 즉 압입자 B에 대응하는 가상의 예리한 원뿔형 압입자(침단 반각 71.46°)와 1043.94 nm의 반경을 갖는 구가 서로 접하는 높이를 계산하면 111.32 nm로 결정되었다. 다시 정리하면 압입자 B는 압입자 정점에서 111.32 nm 이상 압입이 진행될 경우에는 이상적인 뾰족한 압입자의 거동을 갖게 되며, 111.32 nm 이상의 구간을 선형으로 외삽함으로써 가상의 예리한 압입자를 구현하였다. Fig. 6의 확대그림에서 실제 압입자(actual indenter)와 가상의 예리한 압입자(imaginary sharp indenter)를 중첩시켜보면, 침단의 마모정도 혹은 무딘깊이(bluntness

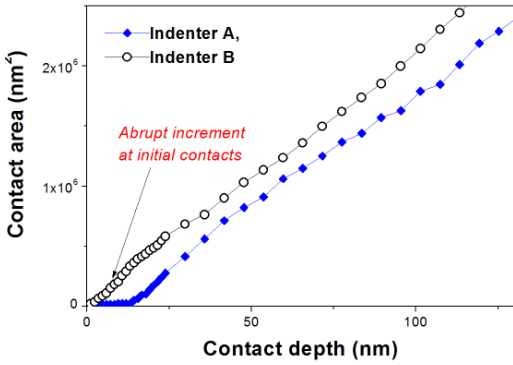


Fig. 5 Indenter area functions measured from 3D morphologies of both indenters A and B

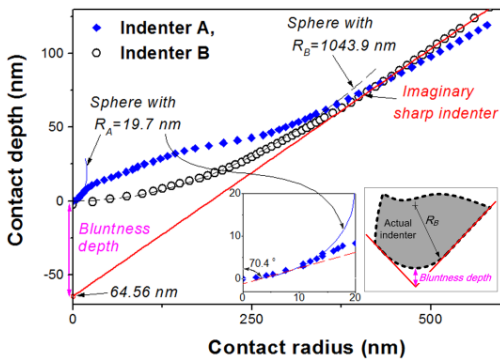


Fig. 6 Curvature radii measured from effective conical morphologies of both Indenters

depth)를 측정할 수 있다. 외삽선의 y축 절편에서 압입자 B의 무딘깊이는 64.56 nm로 결정되었다. 압입자 A의 경우 20에서 50 nm 접촉깊이에서 가공불량의 영향이 존재하기 때문에 외삽법을 적용하기 곤란하다. 따라서 19.71 nm의 곡률반경을 갖는 구형상과 Berkovich 압입자와 등가의 형상을 갖는 원뿔(첨단반각 70.4°)을 중첩함으로써 기하학적으로 무딘깊이를 1.22 nm로 분석하였다.

3.3. 압입자 마모도에 따른 압입하중-변위곡선의 형상 차이 및 이의 보정

압입자 A와 B를 결속하여 용해실리카 기준시편에 나노압입시험을 수행함으로써 얻어진 압입하중-변위곡선은 Fig. 7(a)에 나타내었다. 압입자의 마모도 외에 모든 조건이 동일한 나노압입시험에서 서로 다른 압입변형곡선이 획득되었으며,

이는 Fig. 5의 접촉 깊이에 따른 접촉 면적의 변화 거동과 유사하게 설명될 수 있다. 즉 무딘 압입자에서 접촉과 동시에 접촉 면적이 급격히 증가하고, 접촉 면적의 증가는 압입하중의 급격한 증가로 이어지게 된다. 최대 하중 이후 압입하중이 감소함에 따른 압입 변형을 받은 표면의 탄성적인 회복 과정이 발생하며, 이 과정에 대응하는 압입하중 제거곡선(indentation unloading curve)의 경우 최대 압입 깊이에서 차이가 발생하지만 전체적인 기울기는 유사함을 확인할 수 있었다. 최대 압입 깊이는 압입자 A와 B에 대응하여 1350.08±0.64 nm와 1289.05±1.81 nm로 확인되었고, Berkovich 압입자의 전반적인 형상이 동일하다고 가정한다면 첨단부 마모로 인해 약 4.52%의 최대 압입 깊이 감소가 발생했다.

압입자 B로부터 얻어진 최대 압입 깊이가 압입자 A로부터 얻어진 값에 일치하도록 압입하중-변위곡선을 수평축으로 평행 이동시켰다. Fig. 7(b)의 확대그림에 나타낸 것처럼 고하중 접촉영역(high loads contacts)이나 하중 제거 곡선은 중첩도가 높은 반면에 초기 접촉 구간(initial contacts)을 살펴보면, 압입자 A에 비해 압입자 B가 압입 하중이 인가되기 시작하는 초기 접촉 지점이 63.27±2.26 nm 큰 것을 알 수 있었다. 이것은 압입자 B에서 접촉 시점이 훨씬 늦다는 것을 의미하며, Fig. 6의 확대 그림을 이용하여 설명할 수 있다. 즉 일정 속도로 압입자가 시험편에 접근할 경우 가상의 예리한 압입자가 시험편에 접촉한 이후에도 점선의 압입자 B는 접촉을 이루지 못한다. 이후 무딘 깊이인 64.56 nm만큼 더 지연된 이후에 압입자 B의 접촉이 발생하게 된다. Fig. 7(b)의 수평축으로의 평행 이동 값인 63.27±2.26 nm는 기하학적으로 Fig. 6에서 측정된 압입자 A와 B의 무딘 깊이의 차이 값에 기인한다. 무딘 깊이의 차이 값은 63.34 nm로 계산되었고, Fig. 7(b)의 압입축을 따른 평행이동치와 일치함을 확인할 수 있었다. 덧붙여 Fig. 7(a)의 하중인가곡선을 선행연구[20]의 수정된 Kick의 법칙(L=K(h+hb)²)으로 최적화한 결과 압입자 A와 B에 대응하는 무딘 깊이는 9.39±0.56와 58.78±2.57 nm로 분석되어 압입자 B의 경우 본 연구에서 실제 관찰치와 8.95% 이내에서 일치함을 확인할 수 있었다.

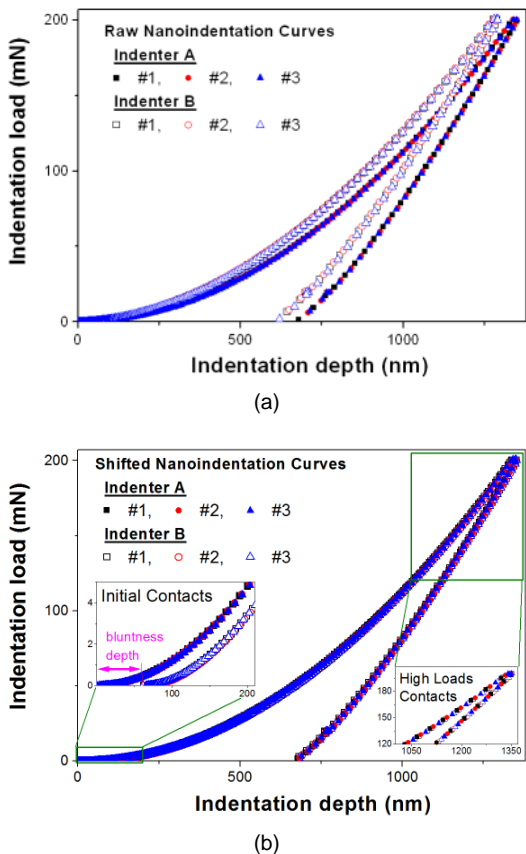


Fig. 7 (a) Raw nanoindentation curves and (b) overlapped nanoindentation curves from both indenters A and B

아울러 수평축으로 평행 이동을 통해 전반적으로 우수한 중첩도를 갖는 Fig. 7(b)의 압입하중 제거 곡선들을 종래의 Oliver와 Pharr가 제안한 분석 방법[3]을 적용하여 분석하였다. 분석 결과 200 mN의 최대압입하중에 대응하여 압입자 A와 B는 각각 951.65 ± 4.04 nm와 946.16 ± 2.89 nm의 접촉깊이를 나타내었다. 무딘 압입자 B에서 첨단마모의 영향이 압입곡선에서 없어지는 하한계가 압입곡선의 보정 이후 정점으로부터 111.32 nm로 결정되었기 때문에 Fig. 7(b)와 같은 깊은 압입시험의 경우에는 별도의 압입자 면적함수를 고려하지 않고, Berkovich 압입자의 이상적인 기하로부터 도출되는 면적함수인 $A_C = 24.5h_C^2$ 를 이용할 수 있다. 이상적인 Berkovich 압입자의 형상 식에 대입한 결과 용해실리카의 나노경도는 압입자 A와

B에 대응하여 9.02 ± 0.07 GPa과 9.12 ± 0.06 GPa로 결정되었다. A_C 와 h_C 는 각각 접촉면적과 접촉깊이를 나타낸다. 즉 압입자의 무딘 정도를 평가하고, 이를 압입하중-변위곡선의 보정에 활용함으로써 압입자의 마모와 상관없이 재현성 있는 압입곡선과 나노경도의 분석이 가능함을 확인할 수 있었다.

4. 결론

나노압입시험 데이터의 재현성 확보를 목적으로 본 연구에서는 시스템의 힘교정과 압입자 형상 확인이 진행되었다. 교정된 마이크로벨런스 나노압입시험기에서 발생한 힘을 직접 측정하는 방법으로 압입하중에 대한 직접교정이 가능했다. 또한 나노압입시스템이나 시험편과 관련된 모든 측정조건을 동일하게 유지하더라도 다회 반복시험에서 제어가 곤란한 부분이 압입자 첨단부의 마모이기 때문에 원자현미경을 이용한 직접 관찰을 통해 압입자 첨단형상분석을 진행하였고, 첨단마모가 압입하중-변위곡선의 형상에 미치는 영향을 분석하였다. 첨단곡률반경이 각각 19.71 ± 3.03 nm와 1043.94 ± 50.91 nm인 압입자 A와 B로 용해실리카 기준시험에 200 mN의 압입하중을 인가하여 나노압입시험을 수행한 결과 압입자 A의 최대압입깊이가 63.27 ± 2.26 nm 크게 측정되었다. 압입자 B에서 얻어진 압입하중-변위곡선을 수평축으로 평행 이동시켜서 압입자 A의 나노압입시험 결과에 중첩시킨 보정곡선에서 무딘 압입자 B의 경우 초기 접촉이 지연됨을 확인할 수 있었고, 지연되는 압입 깊이가 바로 원자현미경을 이용한 관찰 결과에서 분석한 두 압입자의 무딘 깊이 차이 값을 확인할 수 있었다. 또한 압입자 마모에 따른 압입하중-변위곡선의 왜곡을 압입깊이 축 방향으로의 평행이동으로 보정할 수 있음을 확인하였고, 궁극적으로 중첩도가 높은 압입곡선의 분석으로 보다 신뢰성 있는 나노경도의 평가가 가능했다.

후 기

본 연구는 중소기업청 연구장비활용기술개발사업의 지원을 받아 수행되었습니다 (S2060518).

참고문헌

- [1] J. B. Pethica, R. Hutchings and W. C. Oliver, "Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm," *Philosophical Magazine A*, Vol. 48, pp. 593-606 (1983)
- [2] M. F. Doerner and W. D. Nix, "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments," *Journal of Materials Research*, Vol. 1, pp. 601-609 (1986)
- [3] W. C. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *Journal of Materials Research*, Vol. 7, pp. 1564-1583 (1992)
- [4] W. W. Gerberich, J. C. Nelson, E. T. Lilleodden, P. Anderson and J. T. Wyrobek, "Indentation induced dislocation nucleation: the initial yield point," *Acta Materialia*, Vol. 44, pp. 3585-3598 (1996)
- [5] B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall, "Elastic/plastic indentation damage in ceramics: the median/radial crack system," *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 63, pp. 574-581 (1980)
- [6] N. Cuadrado, D. Casellas, M. Anglada and E. Jiménez-Piqué, "Evaluation of fracture toughness of small volumes by means of cube-corner nanoindentation," *Scripta Materialia*, Vol. 66, pp. 670-673 (2012)
- [7] J.-Y. Kim, K.-W. Lee, J.-S. Lee and D. Kwon, "Determination of tensile properties by instrumented indentation technique: representative stress and strain approach," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 201, pp. 4278-4283 (2006)
- [8] S. R. Kalidindi and S. Pathak, "Determination of the effective zero-point and the extraction of spherical nanoindentation stress-strain curves," *Acta Materialia*, Vol. 56, pp. 3523-3532 (2008)
- [9] M. Skrzypczak, C. Guerret-Piecourt, S. Bec, J.-L. Loubet and O. Guerret, "Use of a nanoindentation fatigue test to characterize the ductile-brittle transition," *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 29, pp. 1021-1028 (2009)
- [10] Y.-H. Lee and D. Kwon, "Estimation of biaxial surface stress by instrumented indentation with sharp indenters," *Acta Materialia*, Vol. 52, pp. 1555-1563 (2004)
- [11] Y.-H. Lee, J.-Y. Kim, U. Baek and S. H. Nahm, "Stress characterization of surface damages on soda-lime glass using a nanocontact deformation method," *Journal of Materials Science*, Vol. 41, pp. 8203-8208 (2007)
- [12] R. Gu and A. H. W. Ngan, "Effects of pre-straining and coating on plastic deformation of aluminum micropillars," *Acta Materialia*, Vol. 60, pp. 6102-6111 (2012)
- [13] C. Shin, H.-h. Jin, H. Sung, D.-J. Kim, Y. S. Choi and K. Oh, "Evaluation of irradiation effects on fracture strength of silicon carbide using micropillar compression tests," *Experimental Mechanics*, in-press (2012)
- [14] J. M. Wheeler, R. Raghavan and J. Michler, "In situ SEM indentation of a Zr-based bulk metallic glass at elevated temperatures," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 528, pp. 8750-8756 (2011)
- [15] C. E. Carlton and P. J. Ferreiratem, "In situ TEM nanoindentation of nanoparticles," *Micron*, Vol. 43, pp. 1134-1139 (2012)
- [16] S. Hengsberger, P. Amann, B. Legros, R. Rizzoli and P. Zysset, "Intrinsic bone tissue properties in adult rat vertebrae: modulation by dietary protein," *Bone*, Vol. 36, pp. 134-141 (2005)
- [17] A. Barnoush, M. Asgari and R. Johnsen, "Resolving the hydrogen effect on dislocation nucleation and mobility by electrochemical nanoindentation," *Scripta Materialia*, Vol. 66, pp. 414-417 (2012)
- [18] D. A. Lucca, K. Herrmann and M. J. Klopstein, "Nanoindentation: measuring methods and applications," *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, Vol. 59, pp. 803-819 (2010)

- [19] J. Frühauf, E. Gärtner, K. Herrmann, F. Menelao, D. Schwenk, T. Chudoba and H.-P. Vollmar, "Calibration of instruments for hardness testing by use of a standard," *HARDMEKO 2007*, Tsukuba, Japan, pp. 141-145 (2007)
- [20] J. S. Park, Y.-H. Lee, Y.-i. Kim and J.-H. Hahn, "Prediction of bluntness for pyramidal indenters from nanoindentation curves," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 211, pp. 148-151 (2012)
- [21] Y.-H. Lee, Y.-I. Kim and J.-H. Hahn, "Hardness variation with indenter sharpness in an Au thin-film," *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. 12, pp. 5648-5652 (2012)