

침탄 처리 소재의 표면 분석을 위한 나노압입시험법의 응용

최인철 · 오명훈[†]

금오공과대학교 신소재공학부

Application of Nanoindentation Technique for Characterizing Surface Properties of Carburized Materials

In-Chul Choi, Myung-Hoon Oh[†]

School of Materials Science and Engineering, Kumoh National Institute of Technology,
61 Daehakro, Gumi, Gyeongbuk 39177, Korea

Abstract In the automobile and shipbuilding industries, various materials and components require superior surface strength, excellent wear resistance and good resistance to repeated loads. To improve the surface properties of the materials, various surface heat treatment methods are used, which include carburizing, nitriding, and so on. Among them, carburizing treatment is widely used for structural steels containing carbon. The effective carburizing thickness required for materials depends on the service environment and the size of the components. In general, however, there is a limit in evaluation of the surface properties with a standardized mechanical test method because the thickness or cross-sectional area of the carburized layer is limited. In this regard, the nanoindentation technique has lots of advantages, which can measure the mechanical properties of the material surface at the nano and micro scale. It is possible to understand the relationship between the microstructural change in the hardened layer by carburizing treatment and the mechanical properties. To be spread to practical applications at the industrial level, in this paper, the principle of the nanoindentation method is described with a representative application for analyzing the mechanical properties of the carburized material.

(Received May 9, 2022; Revised May 18, 2022; Accepted May 25, 2022)

Key words : Carburizing, Surface analysis, Mechanical property, Hardness, Nanoindentation

1. 서 론

일반 강재를 $A_1 \sim A_3$ 변태점 보다 약 $30 \sim 50^\circ\text{C}$ 높은 온도로 가열하여 안정된 오스테나이트(Austenite) 상을 유지한 이후에 퀴칭(Quenching)하면 마르텐사이트 조직을 형성시킬 수 있다. 이 때 형성되는 마르텐사이트는 오스테나이트의 탄소 농도를 그대로 유지하며 상온에서 체심정방정구조(Body-centered tetragonal structure)의 단상 조직을 형성하는 준안정상으로 매우 경하고 취성이 높다. 따라서, 급냉을 통해서 형성된 마르텐사이트 조직을 보다 안정하게 하면서 사용자의 목적에 맞게 템퍼링(Tempering) 처리하면 퀴칭으로 인하여 형성된 마르텐사이트 조직을 트루스타이트(Troostite) 또는 소르바이트(Sorbite) 조

직으로 변화시킬 수 있으며, 이를 조질 처리(Quenching-Tempering treatment)라고 한다. 조질 처리를 통해서 소재 내부의 응력은 제거되고 결정립이 미세화되며 탄소 등 합금 원소들이 균일하게 분포하게 됨으로써 강재의 강도와 인성을 동시에 향상시킬 수 있는 장점이 있다. 하지만 일반적으로 조질 처리를 거친 강재는 퀴칭 처리된 강재에 비하여 내마모성이 떨어지며, 반복 응력에 의한 피로 변형이 인가되는 부품에서는 피로 균열이 강재 표면 근처에서 형성되기 때문에 강재의 표면 강도와 피로 파괴 저항성을 향상시키기 위한 표면 경화 공정이 추가적으로 요구된다.

실제로 강재의 표면 경화를 위해서 다양한 공정법이 산업 분야에 적용되고 있으며, 고주파열처리 등의

[†]Corresponding author. E-mail : ohmyung@kumoh.ac.kr
Copyright © The Korean Society for Heat Treatment

표면 경화법, 샷피닝(shot peening) 등의 기계가공법, 탄소 등을 침투시키는 비금속침투법, 내마모성이 우수한 금속으로 표면을 보호하는 용사 및 도금 등의 방법들이 대표적이다[1]. 이 중에서 침탄에 의한 표면 경화법은 상대적으로 오랜 역사를 지닌 방법으로서 산업현장에서 널리 이용되고 있다. 특히, 자동차 산업의 발달로 인해 이와 관련된 다양한 동력 전달 장치 및 마모가 중요시 되는 기계부품들에 침탄을 이용한 표면 경화가 적용되고 있다. 일반적으로 침탄을 적용할 수 있는 구조용 강재로는 0.2%C를 함유한 강이며, 니켈(Ni), 망간(Mn), 크롬(Cr) 등을 합금 원소로 첨가 시킨 강을 침탄강이라 부른다[1]. 침탄은 강재를 가열하여 고온에서 안정한 오스테나이트상의 표면에 탄소 원자를 확산시켜 격자내 침입형 자리에 고용시키는 것이다. 침탄 분위기의 탄소 퍼텐셜과 금속 중의 탄소 농도 차에 비례하여 탄소가 확산 침투하게 되며, 강재 내부의 탄소 농도가 높을수록 침탄 깊이는 깊어진다. 이와 같은 침탄을 위한 다양한 공정들은 강재 표면에 탄소 원자를 고용하는 방법에 따라 고체 침탄, 가스 침탄, 액체 침탄, 진공 침탄 등으로 구분된다. 고체 침탄법은 목탄을 침탄제로 이용하며, 고온에서 목탄과 산소의 반응을 통해 생성되는 일산화탄소가 강재와 접촉하여 반응함으로써 침탄 현상을 나타낸다. 고체 침탄은 타 공정에 비하여 설비를 구축함에 있어 저렴하다는 장점이 있지만, 침탄제의 탄소 포텐셜 제어가 불가능하고 침탄 시간이 오래 걸린다는 단점이 있다. 가스 침탄은 부탄(C_4H_{10}) 또는 프로판(C_3H_8) 등의 가스와 공기를 혼합하여 캐리어 가스를 만들어 침탄조에 주입한 후에 분위기를 조절하여 반응시키는 방법이다. 가스 침탄은 침탄능 조절이 용이하고 균일한 침탄을 유도할 수 있으며, 침탄 후 확산 처리 및 침탄 온도에서의 퀴칭이 가능할 뿐만 아니라 연속작업이 가능함에 따라 대량 생산에 적합하다. 액체 침탄은 Na 또는 Ni를 포함한 시안화(CN-)물에 강재를 침지 시킴으로써 표면 경화를 유도하는 방법으로써, 시안화용융염에서 생성된 일산화탄소에 의한 침탄이 발생될 뿐만 아니라 이 때 생성되는 질소에 의해 질화 처리도 동시에 진행될 수 있다. 얇은 침탄층을 원할 경우에는 액체 침탄법을 사용하는 것이 좋지만, 최근에는 시안화물의 유독성 때문에 활용도가 많이 줄어든 상태이다.

진공 침탄은 대상 제품을 1기압 이하의 진공 용기에 넣고 약 1000°C 부근으로 가열시킨 후에 메탄(CH_4)과의 반응을 이용하여 침탄을 실시하는 방법으로 유효성이 상대적으로 낮고 에너지 소비 비율도 낮아 최근 이를 활용한 침탄 처리가 많이 수행되고 있다. 이외에도 다양한 침탄 방법들이 있으며, 각각의 장단점을 고려하여 침탄법을 선택한다면 강재 내부의 인성은 그대로 유지하고 표면층의 강도 및 내마모성을 효과적으로 향상시킬 수 있다.

다양한 이점을 지닌 침탄 처리를 적용하는 경우에 이를 사용하는 환경과 부품의 크기에 따라 요구되는 유효 침탄 두께가 다르며, 일반적으로 차량용 기어 및 부품에서는 약 1.5 mm, 조선용 기어 및 부품에서는 약 3 mm의 깊이가 요구된다[2]. 따라서, 실제 산업 현장에서는 침탄 처리된 소재 표면의 기계적 물성 평가를 위해서 로크웰 경도 시험, 비커스 경도 시험 등의 매크로 스케일에서의 경도 시험법이 주로 이용되고 있다. 하지만, 침탄 처리에 의해 형성된 소재 표면의 경화층에서의 미세조직적 변화와 기계적 물성 사이의 상호관계를 명확하게 이해하고 침탄 처리 공정으로의 피드백을 원활하게 수행하기 위해서는 표준화된 매크로 스케일의 경도 시험법 또는 일축 시험을 적용하는 것만으로는 한계가 있다. 최근에는 이러한 한계를 극복하고 상대적으로 간단하고 쉬운 시험 절차로도 소형 시험편에 대한 표면 물성을 측정할 수 있는 나노압입시험법의 활용이 대두되고 있다[3]. 나노압입시험법은 경도(H) 뿐만 아니라 탄성 계수(E) 등의 물성 측정 절차가 정립된 이래 국부적인 영역에서의 재료 변형 거동을 규명하고 정량적으로 평가하는 유용한 시험법의 하나로 각광받고 있으며, 장비 기술, 측정 기법 등 연구실 차원에서의 유용성이 검증되어 산업체 차원에서의 실질적인 응용이 이루어지고 있다[3, 4]. 따라서, 나노압입시험법을 적절하게 활용하면 침탄 처리에 의해 경화된 강재들의 표면 물성 분석을 체계적으로 수행할 수 있으며, 미래 활용가치가 매우 높을 것이라 판단된다. 이에, 본 논문에서는 나노압입시험법을 이용한 소재 표면의 탄성 계수 및 경도 평가 원리에 대해 소개하고 이를 활용하여 침탄 처리된 소재의 표면 물성 분석 응용 사례에 대해 토의 하고자 한다.

2. 표면의 기계적 물성 분석을 평가하기 위한 나노압입시험법의 원리

기준에 사용된 비커스 또는 로크웰 경도시험법과는 달리, 나노압입시험법은 다이아몬드와 같은 단단한 재질로 이루어진 압입자를 이용하여 압입시험을 수행

하는 동안 소재 표면에 인가되는 하중(Load, P)과 압입자의 변위(Displacement, h)를 실시간으로 측정하여 데이터화하고, 이를 분석하여 소재 표면의 기계적인 물성을 정량적으로 평가하는 방법이다. 특히, 나노압입시험 중에 사용하는 압입자의 기하학적 형상 (Fig. 1 참조)과 하중 인가 방법(Fig. 2 참조)에 따라

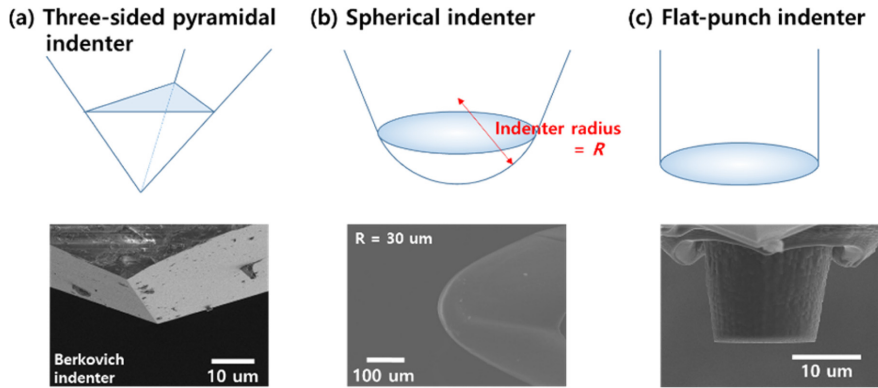


Fig. 1. Representative indenters for nanoindentation test with SEM (Scanning Electron Microscope) image; (a) three-sided pyramidal indenter, (b) spherical indenter, and (c) flat-punch indenter.

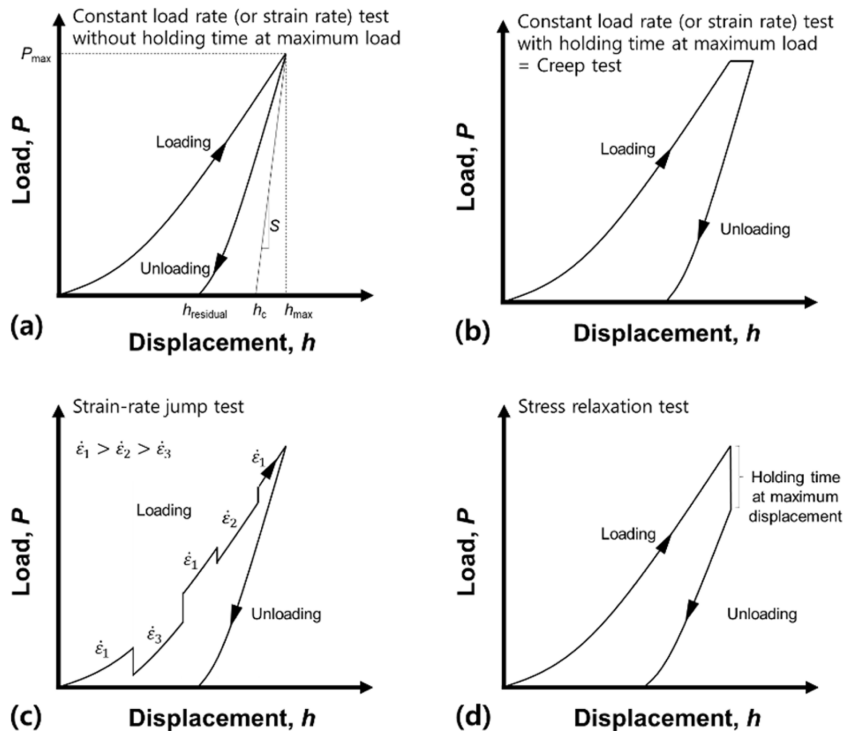


Fig. 2. Representative load (P) – displacement (h) curves from nanoindentation tests with different loading schedule; (a) constant load rate (or strain-rate) test without holding time at maximum load, (b) constant load rate (or strain-rate) test with holding time at maximum load, (c) strain-rate jump test, and (d) stress relaxation test.

단순한 경도 평가뿐만 아니라 탄성계수, 항복강도, 변형경화지수, 잔류응력 등 소재의 다양한 표면 물성들을 평가할 수 있다. 또한, 측정하는 하중의 범위는 $\mu\text{N} \sim \text{mN}$, 압입 깊이는 $\text{nm} \sim \mu\text{m}$ 수준으로 평가를 위해 필요로 하는 영역의 크기가 작아 수십 μm 의 소재에도 적용이 가능하다는 장점이 있다. 이 외에도 압입시험 후에 별도로 압흔을 관측하지 않더라도 소재 표면에 대한 소성 변형 저항성의 척도인 경도, 탄성 변형 저항성의 척도인 탄성계수 등의 평가가 용이하다.

표면의 기계적 물성 분석에 용이한 나노압입시험과 관련된 이론은 19세기 말 비대칭적이고 강성인 압입자와 탄성체 사이의 접촉 문제를 연구한 Boussinesq의 결과와 서로 다른 반경과 탄성 계수를 가진 두 물체 사이의 접촉 문제를 연구한 Hertz의 결과 등과 관련된 탄성 접촉 문제에서 출발한다[5-7]. 그리고 Sneddon 등에 의해 축대칭을 이루는 압입자를 적용한 탄성 압입 이론이 제시된 이후에 Doener와 Nix가 끝이 평평한 flat punch 압입자를 적용한 나노압입시험법을 통해서 경도 및 탄성계수 측정 기반을 마련하기도 하였다[8-10]. 그 후, 1992년에 Oliver와 Pharr는 앞서 제시된 탄성 접촉 이론에 기반한 나노압입시험법을 제안하였고, 최근에는 소재의 표면 물성으로 경도와 탄성 계수를 평가할 수 있는 표준화된 규격으로써 널리 활용되고 있다[11, 12].

앞서 소개한 바와 같이 나노압입시험 중에 측정된 압입 하중(P)과 압입 깊이(h) 등을 이용하여 소재 표면의 물성을 측정할 수 있는데, 먼저 탄성계수를 평가하기 위해서는 식(1)에 나타난 Sneddon이 제안한 식을 이용하여야 한다[11, 12].

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

S 는 contact stiffness로서 Fig. 2(a)의 하중을 제거하는 과정에서 최대 하중 부근의 하중-변위 곡선 기울기를 나타낸다. β 는 압입자 형상 보정 상수로써 축대칭형 압입자에 대해서는 1, 사각뿔 형태의 비커스 압입자에 대해서는 1.012, 삼각뿔 형태의 Berkovich 압입자에 대해서는 1.034를 적용한다. 여기서 삼각뿔 형상의 Berkovich 압입자는 중심축에서 면간 각도가 65.3° 인 압입자로 주어진 압입 깊이에서의 단면적이 비커스 압입자와 동일하여 나노압입시험에 일반적으로 사용되는 압입자이다. 이외에도 β 는 재료 물성, 마찰 계수 등의 영향을 고려하기 위한 보정 계수로 이용되기도 한다[13]. A 는 압입 시험에 의해 측정되는 압입 깊이(h)와 탄성 변형량 차이(h_c)를 고려한 압입 접촉 깊이(h_c)에서의 접촉 투영 면적(projected contact area, A)을 말하며(Fig. 3 참조), h_c 는 아래의 식(2)로 표현할 수 있다[11, 12].

$$h_c = h - h_s = h - \varepsilon \frac{P}{S} \quad (2)$$

여기서, ε 는 압입자 선단 형상에 대한 보정 상수로써 원뿔형에 대해서는 0.72, 구형 및 삼각뿔 모양에 대해서는 0.75, 평평한 모양에 대해서는 1을 적용한다. 그리고 식(1)에서의 E_r 은 유효 탄성 계수로서 시험편과 압입자의 탄성 변형을 동시에 고려한 값이며, 그 관계는 아래의 식(3)과 같다[11, 12].

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

ν_s 와 ν_i 는 각각 시험편과 압입자의 포아송 비이고, E_s 와 E_i 는 각각 시험편과 압입자의 탄성 계수이다. 따라서, 시험편의 탄성 계수를 구하기 위해서는 압입자에 대한 ν 와 E_i 를 알고 있어야 하는데, 일반적으로 압입자 소재로 사용되는 다이아몬드의 경우에는

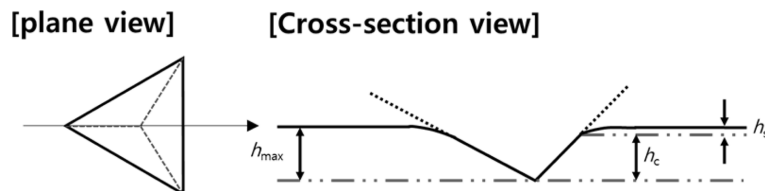


Fig. 3. Schematic illustration of the impression after nanoindentation test with three-sided pyramidal Berkovich indenter; (left) plane view and (right) cross section view.

$\nu_i = 0.07$, $E_i = 1141$ GPa 이다.

나노압입시험을 이용한 시험편의 경도(H_{nano})는 압입 하중과 접촉 투영 면적을 이용한 아래의 식(4)를 이용하여 구할 수 있다[11, 12].

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

투영 면적(projected area, A)은 압입 접촉 깊이의 함수로써, 일반적으로 이용되는 Berkovich 압입자에 대해서 $A(h_c) = 24.5h_c^2$ 이다. 하지만, 이는 주어진 압입자의 칩단부가 완전하게 뾰족한 삼각뿔 형태를 유지하고 있을 때에만 적용될 수 있으며, 압입자를 사용함에 따라 무뎠어지는 현상이 발생하기 때문에 이를 아래의 식을 이용하여 보정해야 한다[11, 12].

$$A(h_c) = 24.5h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (5)$$

여기서 $C_1 - C_8$ 은 Berkovich 압입자 형상의 블런팅(blunting) 정도를 보정해주는 상수이다. 따라서, 나노압입시험을 이용하여 소재 표면의 물성을 측정하기 위해서는 식(5)의 각 상수값을 주기적으로 보정해 주어야한다. 이는 표준 시험편인 Fused silica에 압입 시험을 수행함으로 구할 수 있는데 그 이유는 Fused silica의 경도(약 9.2 GPa)와 탄성 계수(약 72 GPa)가 결정의 방향 또는 압입 깊이 등에 영향을 받지 않는 물질이기 때문이다.

균일한 등방성의 소재에 나노압입시험을 이용하여 표면 물성을 평가하는 경우에는 압입 깊이가 감소함에 따라 측정되는 경도 값이 증가하는 현상이 나타나며, 이를 압입 크기 효과(indentation size effect, ISE)라 한다. Nix와 Gao는 압입 크기 효과를 설명하기 위하여 압입자에 의해 변형된 압흔 하부의 반구형 부피에 기하학적필요전위(geometrical necessary dislocation, GND)를 도입하였다. 이들은 압입 깊이가 증가함에 따라 기하학적필요전위 밀도가 증가한다는 관계를 찾아냈으며, 그 결과 이용하여 아래와 같은 관계식을 도출하였다[14].

$$\frac{H_{nano}}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (6)$$

여기서, $H_0 = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s}$ 는 기하학적필요전위가

존재하지 않는 상태의 거시 경도를 말하며, α 는 기하학적 계수, μ 는 전단탄성계수, b 는 버거스 벡터, ρ_s 는 압입 깊이에 의존하지 않는 전위 밀도이다. 그리고 h^* 는 압입 크기 효과에 대한 특성 압입 깊이를 나타내며, 다음과 같이 표현할 수 있다.

$$h^* = \frac{81}{2}b\alpha^2 \tan^2 \theta \left(\frac{\mu}{H_0}\right)^2 \quad (7)$$

여기서, θ 는 압입자 표면과 소재 표면 사이의 각도이다. 따라서, 나노압입시험을 이용하여 측정된 경도 값(H_{nano})을 식(6)에 따라 $(H_{nano})^2 - h^*$ 로 도식화하면 그 기울기와 절편이 각각 h^* 와 H_0 를 나타낸다.

마지막으로 위의 식(4)를 통해서 평가된 경도는 적절한 식을 이용하여 비커스 경도(HV)로 환산할 수 있다. 일반적으로 비커스 경도는 주어진 하중에 의해 남겨진 마름모형 압흔의 대각선 길이를 이용하여 계산한 길이를 적용하여 경도값을 계산하지만, 나노압입시험에서는 압흔의 투영 단면적을 이용하기 때문에 이들 압입자의 형상학적 관계를 적용하면 아래의 식과 같이 표현할 수 있다.

$$HV [\text{kg}_f / \text{mm}^2] = 94.53 \times H_{nano} \quad (8)$$

단, 식(8)은 압입자가 이상적으로 뾰족한 형상을 가진 것을 가정하고 도출한 결과이며, 소재마다 변형 거동 특성이 다르기 때문에 이를 적용하기 위해서는 각별한 주의가 필요하다. 또한, 나노압입시험에 의해 재료에 변형이 인가됨에 따라 압흔 주변부에 발생하는 ‘쌓임(pile-up)’ 현상이 있으며, 쌓임 현상의 정도는 주어진 재료의 탄성계수, 항복강도, 가공 경화지수 등과 밀접한 관련이 있다[3]. 식(1)-(5)와 같이 나노압입시험을 이용한 탄성 계수와 경도 측정을 위해 Oliver와 Pharr가 제안한 방법은 이러한 쌓임 현상에 의한 영향을 충분히 고려하지 않았기 때문에 경우에 따라서는 H_{nano} 값이 과대 평가될 수 있다[12]. 이 경우에는 나노압입시험을 수행한 후에 주사전자현미경(scanning electron microscope, SEM) 등을 활용하여 압입 시험에 의해 변형된 압흔을 직접적으로 관측한 결과로부터 면적을 측정하고 이를 $A(h_c)$ 값 대신 적용함으로써 해결할 수 있다[15, 16].

3. 나노압입시험을 이용한 침탄 처리된 소재의 표면 물성 분석 사례

3.1 침탄층의 경도 및 탄성계수 평가

앞서 소개한 바와 같이, 자동차와 선박에 사용되는 기어들은 침탄 처리와 같은 표면 처리를 통해서 소재 표면의 경도 및 마모 저항성 등을 향상시킬 수 있다. 하지만, 소재에 따라서 침탄 처리된 표면층은 마르텐사이트(Martensite), 잔류오스테나이트(Retained austenite), 탄화물(Carbide) 등으로 구성된 복잡한 미세조직을 가지게 되며, 이는 침탄 처리를 하는 과정에서의 수많은 요인들에 의해 영향을 받는다[1, 17-19]. 만약 비커스 경도 시험 및 로크웰 경도 시험 등의 매크로 경도 시험법을 이용한다면, 침탄 처리 과정에 형성된 각각의 미세조직들이 소재 표면 물성에 미치는 영향에 관하여 이해하는데 제약이 따를 수 있다. 하지만, 나노스케일의 분해능을 가진 나노압입시험법을 도입한다면 이를 해결할 수 있으며, 실제로 나노압입시험법을 이용하여 침탄 처리된 강 표면 물성을 분석하기 위한 많은 연구들이 수행되었다[17-20]. 예로, Chen 등은 표면층이 마르텐사이트, 잔류오스테나이트, 탄화물의 다상구조로 이루어진 침탄 처리된 16CrMnH 강에 나노압입시험을 수행하였다. Fig. 4(a)에서처럼 표면층부터의 거리에 따른 탄소 농도 분포에 의한 영향으로 인하여 측정된 경도가 침탄 표면에서 내부로 들어갈수록 감소하는 결과를 보여주었다[17].

이와 같은 침탄층 표면층부터의 거리에 따른 탄소 농도의 점진적인 변화가 국부적인 표면 영역에서의 기계적 물성에 영향을 미치는 결과는 16CrMnH 강 뿐만 아니라 16NiCoMo13, 32CrMoV13, 316L 강 등의 다양한 강에서도 동일하게 보고된 바 있다[18, 19, 21, 22]. 추가적으로 이들은 침탄 표면층부터의 거리에 따라 비커스 경도를 측정하고 이를 나노압입시험 결과와 비교함으로써 탄소 농도에 관계없이 두 경도값 사이에는 $HV [kg_f / mm^2] \approx 92.59 \times H_{nano}$ 의 관계식을 따름을 실험적으로 증명하였으며, 이는 식(8)과도 매우 잘 일치하는 결과이다[17].

이와 더불어, Liu 등은 316L 스테인리스강에 대한 나노압입시험에서 하중을 제거하는 과정에서의 하중-변위 곡선을 이용하여 탄성 계수를 측정하였다[22]. 침탄 표면층부터의 거리가 증가함에 따라 탄성계수는 점진적으로 감소하지만 침탄층과 모재 경계선 부근에서는 큰 물성 차이에 의해서 탄성 계수가 상대적으로 급감하는 결과를 Fig. 4(b)에서 확인할 수 있다[22]. 이와는 달리 Jiang 등은 316L 스테인리스강의 경우에는 침탄층에서의 탄소 함량이 ~1.7 wt.% 보다 높은 영역에서는 탄소의 고용 증가에 따른 추가적인 강화 효과가 발생함으로써 표면경도와 탄성계수가 급격하게 증가할 수 있음을 밝혀내었다[21].

이외에도, 일반적으로 압입시험을 이용하여 구한 경도값과 항복강도(σ_y) 사이에는 $H = C \cdot \sigma_y$ 의 관계를 만족한다고 알려져 있다[23-25]. 여기서, C는 구속

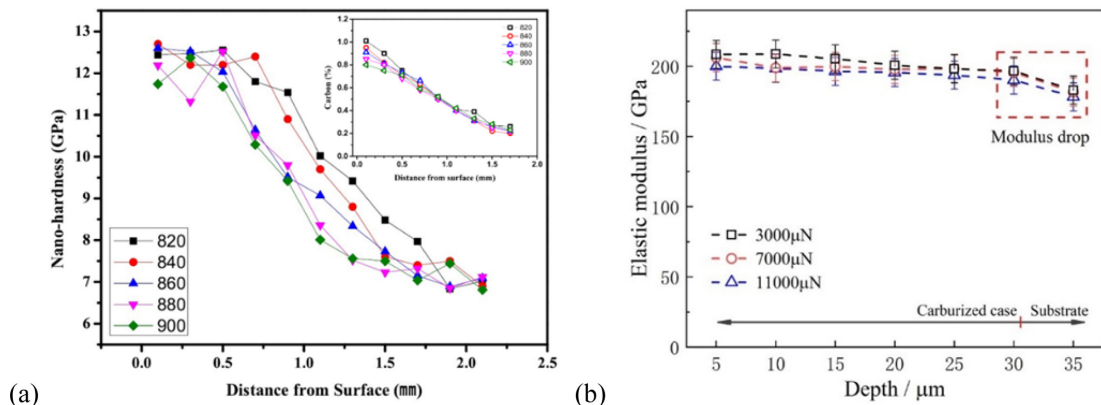


Fig. 4. (a) The effect of carbon contents on nanohardness of carburized 16CrMnH after austenitizing at different temperature. [17] Copyright 2021, Elsevier Ltd. And (b) Variation in elastic modulus from the carburized surface. [22] Copyright 2021, Elsevier Ltd.

인자(constraint factor)로 알려진 값이며, 소재의 항복강도, 탄성계수, 가공경화지수 등에 영향을 받는다. 일반적으로 끝이 날카로운 침단 압입자를 이용한 압입시험에서는 국부적인 소성 변형에 의한 물성 변화가 없는 이상적인 반응에서 약 3의 값을 가진다[23-25]. 하지만, Jiang 등의 연구 결과는 스테인레스강과 같이 압입시험을 수행하는 동안 압흔 하부에서 상당한 양의 가공 경화가 발생할 수 있는 소재 또는 표면 경화층에 대해서는 추가적인 고려가 반드시 필요하다는 것을 밝혀낸 사례라고 할 수 있다[21].

3.2 CSM(Continuous Stiffness Measurement) 법을 활용한 침탄 처리된 강철의 표면 물성 분석

기본적인 나노압입시험법에서는 소재 표면을 대상으로 압입자를 최대 하중(또는 최대 압입 깊이)까지 인가하고 제거함으로써 stiffness를 측정하며, 이를 소재의 경도와 탄성계수를 평가하는데 활용한다. 여기서 압입자의 이동을 제어하는 과정 중에 45 Hz의 진동을 미세하게 추가하면 나노압입시험을 수행하는 동안 연속적으로 stiffness를 측정하여 경도와 탄성계수를 평가할 수 있는데, 이를 CSM(Continuous Stiffness Measurement) 법이라고 한다. 하지만, 압입시험을 수행하는 과정 중에 도입되는 진동의 진폭은 기존의 압입 과정에 영향을 주지 않아야 되므로, 일반적으로는 2 nm의 진폭을 사용한다. 만약, 이 보다 작은 진폭을 인가하게 되면 올바른 stiffness의 측정이 어렵고, 반대로 큰 진폭을 인가하게 되면 소재에 따라 압입자와 시험편 사이의 접촉이 사라지는

상황에 놓이게 되어 나노압입시험으로부터 얻을 수 있는 가장 중요한 결과인 하중-변위 곡선의 신뢰성이 낮아질 수 있다. 따라서, 이러한 조건을 만족하는 진폭을 압입 과정 중에 도입하게 되면, 나노압입시험을 시작하는 단계에서부터 최대 하중에 이르기까지 연속적으로 경도와 탄성계수를 측정할 수 있다는 장점이 있다. 하지만, 나노압입 초반부에서는 앞서 소개한 압입크기효과가 나타날 수 있기 때문에, 연속적으로 측정된 경도와 탄성계수의 의미를 해석함에 있어 주의가 필요하다. 실제로 Zhou 등은 나노압입시험을 활용하여 18CrNiMo7-6 강에서의 침탄층에 대한 기계적 물성을 CSM 모드를 활용하여 평가하였으며, 이를 Nix-Gao 모델, Rulz-moreno 모델 등을 적용하여 압입크기 효과를 해석하는데 활용하였다(Fig. 5 참조). 뿐만 아니라, 일반적으로 소재에 하중을 인가하는 과정 중에서의 변형률 속도의 변화는 측정되는 경도값의 변화를 초래하는데, Zhou 등의 연구 결과에서도 유사한 변화 경향이 관측되었다. 즉, Fig. 5에서와 같이 하중 인가 시의 변형률 속도가 변화함에 따라 소재의 물리적인 성질인 탄성 계수는 큰 영향이 없었지만, 측정된 경도값은 변형률 속도가 증가함에 따라 증가하였다. 하지만, 침탄층에서 관측된 경도와 탄성 계수의 속도 의존성에 관한 물리적 이론은 명확하게 규명되지 않았으며, 이를 이해하기 위한 추가적인 연구가 필요한 실정이다. 이외에도 Zhou 등은 CSM 모드의 장점을 활용하여 동적인 하중 인가 환경에서의 표면 물성 분석 가능성도 제시하였다[26].

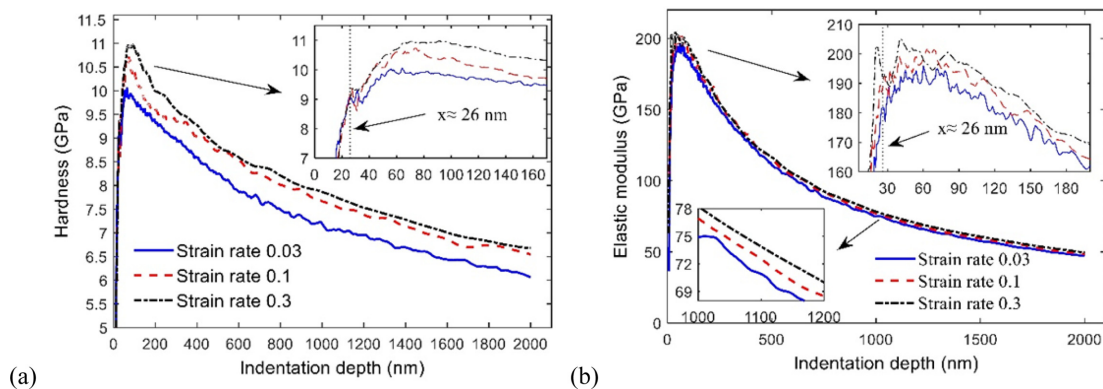


Fig. 5. Representative (a) hardness-depth curves and (b) elastic modulus-depth curves at three different strain rate, which is obtained from CSM method. [26] Copyright 2020, MDPI.

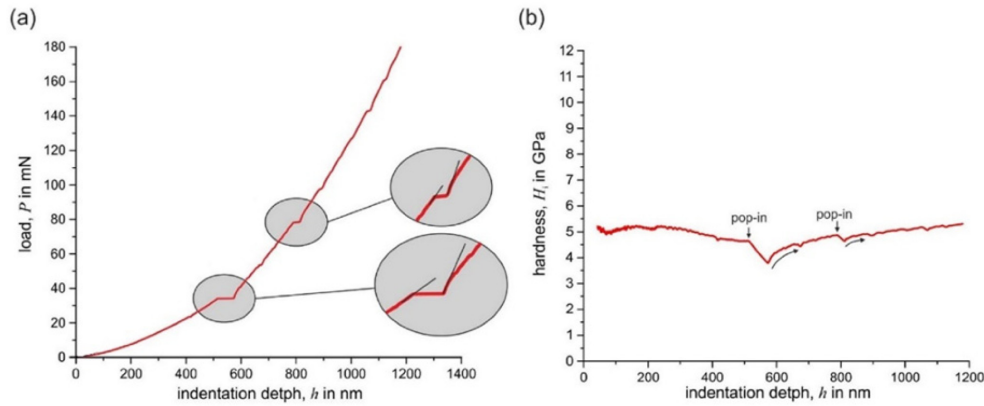


Fig. 6. Pop-in phenomena in (a) load-displacement curve and (b) hardness-displacement curve obtained from nanoindentation test with CSM method. [20] Copyright 2020, Elsevier Ltd.

압입 시험 중에 소재에 인가된 응력에 의한 상변태가 발생할 수 있으며, CSM 모드를 적용한 나노압입시험법을 적용할 경우에는 그에 따른 기계적 물성 변화를 직접적으로 관측할 수 있다. Pöhl은 18CrNiMo7-6 강에 고탄소 침탄 처리를 한 후, 침탄 표면층에 분포하는 잔류 오스테나이트 영역에 CSM 모드를 적용하여 나노압입시험을 수행하였다 [20]. 그 결과, Fig. 6과 같이 측정된 하중-변위 곡선에서 변위가 갑자기 증가하는 팝인(pop-in) 현상이 관측되었고, 경도-변위 곡선에서는 갑작스러운 경도 하락 현상이 발견되었다. 일반적으로 관측되는 첫번째 팝인은 전위의 생성에 따른 항복 현상과 관련이 있는데, 실제로 첫번째 팝인은 수백 μN 으로 관측되므로 Fig. 6에서 보여지는 하중 범위와는 큰 차이가 있다. 이에, Pöhl은 추가적인 미세조직 분석을 통해 삼각뿔 형상의 압입자가 소재의 표면을 누르는 동안 압흔 하부에 형성된 복잡하고 큰 3차원의 응력 상태에 의해 침탄 표면층에 남아있는 잔류오스테나이트가 마르텐사이트로의 상변태함에 따른 결과임을 발견하였다[20]. 이와 같이, CSM 모드를 적절하게 활용한다면 불균일하게 분포하고 있는 미세조직과 그에 따른 변형 거동의 변화를 관측하고 이들 사이의 상호 연관성을 분석할 수 있다.

3.3 나노압입시험법과 유한요소해석법을 이용한 침탄층 물성 분석

접촉 역학의 발전과 함께 나노압입시험법을 이용하

여 소재의 탄성계수, 항복강도, 가공경화지수 등과 같은 탄소성 물성치 예측 뿐만 아니라 소성 변형 구간에서의 응력-변형률 곡선 예측을 위한 연구가 많이 진행되었다[7, 13, 25, 27-29]. 비록, 이와 같은 예측을 위한 실험적, 이론적인 토대가 체계적으로 구축되었지만, 탄성 변형 및 소성 변형 해석을 위한 가정의 도입 따라 임의의 소재 평가에 있어 한계에 부딪혀 왔다[13, 30]. 이를 해결하기 위한 대안으로 유한요소해석법(Finite Element Method, FEM)을 활용하는 연구가 활발히 진행되어 왔으며, 이들 데이터를 활용하여 소재 물성치를 예측하는 역해석(reverse analysis) 방법들이 제안되었다[13]. 여기서, 역해석은 가상의 소재에 대한 탄소성 물성 변수들을 적절한 간격으로 변화시키면서 압입 시험에 관한 유한요소해석을 수행하여 각 조건에 대한 하중-변위 곡선을 예측하고 이들 결과들을 서로 대응시킴으로써, 추가적인 해석 없이 임의의 압입 시험 결과로부터 응력-변형률 관계를 유추하는 방법이다[13]. 침탄 처리된 소재에서 탄소 확산에 의해 경화된 표면층은 미세조직 뿐만 아니라 표면 물성 또한 표면층으로부터의 거리에 따라 복잡하게 변하기 때문에 나노압입시험법을 활용한 물성 평가 이외에도, 유한요소해석법을 활용한 분석들도 추가적으로 수행되고 있다[31-33]. Xu 등은 고속, 고하중 기어에 사용되는 18CrNiMo7-6 합금강에 대해 침탄 처리를 한 후에 나노압입시험을 수행함으로써 침탄 깊이 별로 하중-변위 곡선을 구하였다[31]. 이들은 앞서 소개한 유한요소해석을 위해

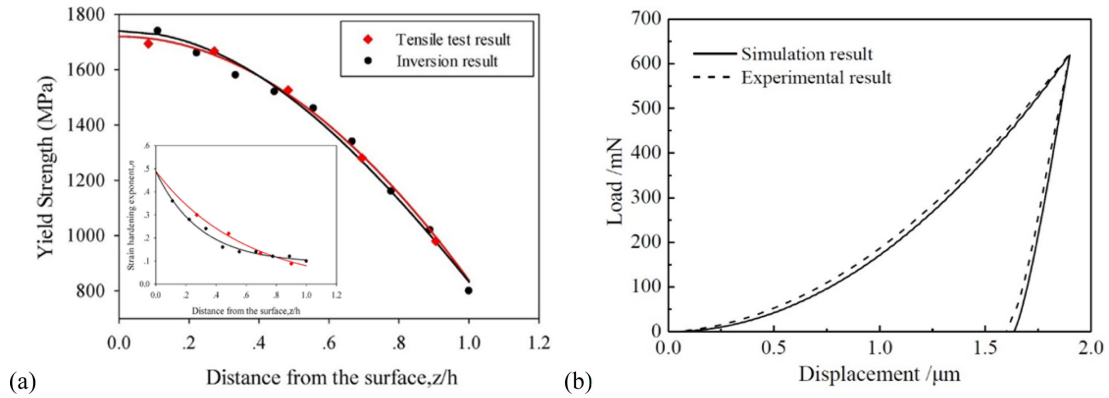


Fig. 7. (a) Comparing the inverse analysis result the tensile test result on yield strength and strain hardening exponent (inset image) of the carburized alloy steel. [31] Copyright 2021, Elsevier Ltd. And (b) Comparison of simulated load (P) – displacement (h) curve with experimental result on carburized CrNi steel. [32] Copyright 2021, IETA.

탄성계수는 100-300 GPa 범위 내에서, 항복 강도는 400-1600 MPa의 범위 내에서, 가공 경화 지수는 0.1-0.5 범위 내에서 적절하게 변화시켰으며, 계산에 의해 예측된 하중-변위 곡선을 데이터화 하였다. Fig. 7(a)와 같이, 실험으로 측정된 결과와 유한요소 해석으로 예측된 결과를 서로 대응시키며 역해석을 수행함으로써 침탄 깊이에 따른 항복 강도와 가공 경화 지수의 변화 거동을 파악하였다. 침탄 처리된 소재 내부와 비교하였을 때 침탄 표면층에 보다 많은 탄화물이 분포하고 있었으며, 그 결과로 인해 침탄 표면에 가까울수록 항복 강도와 가공경화지수가 높아지는 것을 실제로 예측하였다. 또한, Xu 등은 일축 인장 실험 결과와 일치하는 결과를 추가적으로 제공함으로써, 임의의 공정에 의해 표면층에 미세조직 또는 물성의 구배가 존재하여 인장 시험과 같은 매크로 스케일의 분석 기구를 이용한 물성 평가가 불가능한 소재에 대해서도 소성 인자(plasticity parameter)들을 신뢰성 있게 구할 수 있다는 가능성을 제시하였다. Sun 등도 유한요소해석을 위해 임의의 탄성계수, 항복 강도, 가공경화지수 범위 내에서 NiCr강의 하중-변위 곡선을 신뢰성 있게 예측하고 이를 기반으로 CrNi 강의 침탄층에 적용함으로써 침탄층의 탄소성 물성을 얻고자 하였으며, Fig. 7(b)와 같이 오차 범위 내에서의 침탄층의 물성 예측 가능성을 제시하였다[32].

3.4 나노압입시험법을 활용한 기타 표면 물성 분석

앞서 기술한 바와 같이, 나노압입시험 중의 하중 인가 방법(Fig. 2 참조)에 따라 단순한 경도 평가뿐만 아니라 소재의 변형 기구를 이해할 수 있는 시간 의존적변형 인자들을 평가할 수 있으며, 이는 침탄층에서의 표면 경화 기구를 이해하는데 큰 이점으로 작용될 수 있다. 대표적인 시간의존적 변형 거동으로는 경도의 변형률 속도 의존성이 있으며, 침탄층과 같은 국부적인 영역에 대해서도 변형 기구에 대한 중요한 정보를 제공하는 인자인 변형률 속도 민감도(Strain-rate sensitivity, m)와 활성화 부피(Activation volume, V^*) 등을 계산하는데 이를 활용할 수 있다. 이러한 인자들을 계산하는데 필요한 데이터는 Fig. 2에 표현된, creep test, strain-rate jump test, stress relaxation test 등을 이용하여 평가할 수 있다.

일반적으로 변형률 속도 민감도는 변형률 속도($\dot{\epsilon}$)의 변화에 따른 유동 응력(flow stress, σ_p)의 변화를 관측함으로써 이를 계산할 수 있다. 나노압입시험의 경우, 유동 응력은 앞서 소개한 Tabor의 경험식인 $H = C \cdot \sigma_p$ 통해 경도값으로 변환하여 적용할 수 있다. 그리고 일축 인장 시험에서의 변형률 속도와 압입 변형률속도($\dot{\epsilon}_i$) 사이에는 $\dot{\epsilon} = \kappa \dot{\epsilon}_i$ 와 같은 비례 관계가 성립하는데, 이 때 κ 는 재료와 하중 인가 방식에 따라 ~0.01-0.09 값을 갖는 상수이다. 그러므로 이들 관계를 적용하면 아래의 식을 통해서

변형률 속도 민감도를 평가할 수 있다[34, 35].

$$m = \left(\frac{\partial \ln \sigma_f}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{T, \epsilon} = \left(\frac{\partial \ln (H/C) \sigma_f}{\partial \ln (\kappa \dot{\epsilon}_i)} \right)_{T, \epsilon} \quad (9)$$

위 식(9)를 활용하기 위해서 다양한 하중인가방법을 사용할 수 있다[34, 35]. Fig. 2a의 constant strain rate test를 이용한다면, 서로 다른 3가지 이상의 변형률 속도로 하중을 인가하여 독립적인 하중-변위 곡선을 각각 측정하고, 이로부터 각 변형률 속도에 대한 경도를 측정하여 활용할 수 있다. Fig. 2c와 같이 한 번의 하중 인가 과정 중에 서로 다른 3가지 이상의 변형률 속도를 인가하는 strain rate jump test를 수행할 한다면, 한 번의 압입 시험으로도 식(9)를 적용하여 변형률 속도 민감도를 평가할 수 있다. 또한, Fig. 2b와 같이 최대 하중을 일정시간 유지시킴으로써 발생하는 변위의 변화를 측정하는 creep test를 활용할 수도 있다. 나노압입시험에서의 변형률 속도는 $(dh/dt)/h$ 로 정의 되며, 최대 하중을 유지하는 동안 발생하는 변위의 변화를 시간에 따라 나타냄으로써 creep 변형 동안 변화하는 변형률 속도와 이에 상응하는 경도 변화 데이터를 활용하여 변형률 속도 민감도를 측정할 수 있다.

그리고 앞서 변형률 속도 민감도를 평가하기 위하여 사용된 변형률 속도-경도 데이터를 이용하여 변형에 대한 활성화 부피를 아래의 식을 이용하여 계산할 수 있다.

$$V^* = \sqrt{3}kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_i}{\partial \ln (H/C)} \right) = \sqrt{3}kTC \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_i}{\partial H} \right) \quad (10)$$

여기서 k 는 볼츠만 상수(Boltzmann constant), T 는 절대 온도를 나타낸다. 식(10)을 이용하여 계산된 활성화 부피는 소재의 변형 기구에 따라 그 값이 크게 변화한다고 알려져 있다. 일반적으로, 그 값이 $\sim 100b^3$ – $1000b^3$ 의 범위에 속하면 전위숲 절단(dislocation forest cutting)이 주요 변형 기구로 작용하며, $\sim 10b^3$ 의 범위에 속하면 결정립계와 관련된 현상(예를 들면, 전위 생성/소멸, 결정립계 미끄럼, 결정립 회전 등)들이 주요 변형 기구로 작용하고, $\sim 1b^3$ – $10b^3$ 의 범위에 속하면 결정립계 또는 격자 내부를 통한 원자의 확산이 주요 변형 기구로 작용한

다는 것을 나타낸다[34, 35]. 이와 같은 분류는 주로 면심 입방 구조를 가진 소재에 적용되며, 침탄 처리에 복잡한 미세조직을 가진 경우에 적용하기 위해서는 면밀한 검토가 필요한 실정이다. 하지만, 앞으로의 연구를 통해서 변형률 속도와 같은 시간의존적 인자에 따른 경도 변화를 측정하고 이를 침탄층의 미세조직과 관련지어 해석한다면, 침탄 처리에 의해 개선된 표면 물성의 신뢰성 향상을 위한 열처리 설계 개선 방안을 마련하는데 큰 기여를 할 수 있을 것으로 사료된다.

4. 결 론

자동차 및 조선 산업에 사용되는 소재와 부품들은 주로 동력 전달 장치에 활용되며, 이들 소재는 우수한 내마모성과 반복 하중에 대한 저항성이 요구된다. 이를 위해, 소재 및 부품의 표면을 경화 시킬 수 있는 다양한 표면 처리법들이 활용되고 있으며, 그 중에서 침탄 처리는 탄소를 포함한 구조용 강재에 널리 이용되고 있다. 침탄 처리를 적용한 소재는 사용되는 환경과 부품의 크기에 따라 요구되는 유효 침탄 두께가 다르지만, 형성된 침탄층의 두께가 제한적이어서 표준화된 역학 시험법으로는 이들의 기계적 물성을 평가하는데 한계가 있다. 이러한 한계를 극복하기 위하여 나노-마이크로 스케일에서 소재 표면의 기계적 물성을 측정할 수 있는 나노압입시험법 활용이 적극적으로 검토되고 있으며, 실제로 침탄 처리에 의한 경화층에서의 미세조직적 변화와 기계적 물성 사이의 상호관계를 명확하게 이해하기 위한 노력이 이루어지고 있다. 따라서 본 논문에서는 최근에는 산업체 차원에서의 실용적인 응용으로 확산될 가능성이 높은 나노압입시험법의 원리를 기술하고 소개된 기술을 이용하여 침탄 처리된 소재의 기계적 물성을 분석한 대표적인 응용 사례를 살펴보고 있다. 이를 통해, 침탄층과 같이 제한된 영역내에서 국부적인 변형 거동을 평가하고 분석할 수 있는 나노압입시험법의 장점을 극대화함으로써 침탄 처리를 통해 형성된 복잡한 미세조직과 기계적 물성 사이의 복합적인 상호관계를 체계적으로 분석할 수 있음을 제시하였다.

감사의 글

본 연구는 금오공과대학교 교수연구년제에 의하여 연구된 실적물임.

References

1. 이수진 : 열처리기술시리즈 11 – 침탄열처리, 원창출판사, 1991.
2. H. M. Choi, Y. H. Park, Y. T. Shin, and M. H. Kim : J. Weld. Join. **32**(4) (2014) 34.
3. I. -C. Choi : J. of the Korean Soc. For Heat Treatment **33**(2) (2020) 72.
4. S. -H. Shim and J.-i. Jang : J. of the KSME **49**(5) (2009) 45.
5. J. Boussinesq : Applications des Potentiels a l'étude de équilibre et du mouvement des solides élastiques, Gauthier-Villars, 1885.
6. H. Hertz : J. reine und angewandte Mathematik **92** (1882) 156.
7. K. L. Johnson : Contact Mechanics, University Press, Cambridge, 1985.
8. I. N. Sneddon : Int. J. Engng. Sci. **3**(1) (1965) 47.
9. J. W. Harding and I. N. Sneddon : Proc. Cambridge Philos. Soc. **41** (1945) 12.
10. M. F. Doerner and W. D. Nix : J. Mater. Res. **1** (1986) 601.
11. W. C. Oliver and G. M. Pharr : J. Mater. Res. **7** (1992) 1564.
12. W. C. Oliver and G. M. Pharr : J. Mater. Res. **19** (2002) 3.
13. H. Lee and J. H. Lee : Trans. Korean Soc. Mech. Eng. A **32**(10) (2008) 805.
14. W. D. Nix and H. Gao : J. Mech. Phys. Sol. **46** (1998) 411.
15. I. -C. Choi, Y. -J. Kim, Y. M. Wang, U. Ramamurty, and J. -i. Jang : Acta Mater. **61** (2013) 7313.
16. U. Ramamurty and J. -i. Jang : Cryst. Eng. Comm. **16** (2014) 12.
17. W. Chen, X. He, W. Yu, J. Shi, M. Wang, and K. Yao : Micron **144** (2021) 103028. M.A. Zaccane, J.B. Kelley, B. Kraus.
18. W. Chen, X. F. He, W. C. Yu, J. Shi, M. Q. Wang, and K. F. Yao : J. Mater. Eng. Perf. **29** (2020) 4626.
19. B. Wang, Y. He, Y. Liu, Y. Tian, J. You, Z. Wang, and G. Wang : Materials **13** (2020) 2352.
20. F. Pöhl : Mater. Charact. **167** (2020) 110446.
21. Y. Jiang, Q. Wu, Y. Li, Y. Peng, and J. Gong : Surf. Coat. Tech. **387** (2020) 125501.
22. Z. Liu, S. Wang, S. Zhang, Y. Feng, Y. Peng, and J. Gong : Mater. Today Comm. **28** (2021) 102714.
23. E. Meyer : Z. Ver. Dtsch. Ing. **52** (1908) 645.
24. R. Hill, E. H. Lee, and S. J. Tupper : P. Roy. Soc. A-Math. Phys. **188** (1947) 273.
25. D. Tabor : The Hardness of Metals, Oxford University Press, 1951.
26. G. Y. Zhou, J. Guo, J. Y. Zhao, Q. Tang, and Z. N. Hu : Metals **10** (2020) 125.
27. H. A. Francis : Trans. of the ASME, (1976) 272.
28. R. Hill, B. Storakers, and A. B. Zdunek : Proc. R. Soc. Lond. A **423** (1989) 301.
29. M. Dao, N. V. Chollacoop, K. J. Van Vliet, T. A. Venkatesh, and S. Suresh : Acta Mater. **49**(19) (2001) 3899.
30. A. C. Fischer-Cripps : Nanoindentation, 3rd ed., Springer, New York, 2011.
31. G. T. Xu, B. Sun, Y. K. Qiao, G. Wang, and M. H. Zhao : J. Mater. Res. Tech. **12** (2021) 2307.
32. Z. Sun, S. Wang, and D. Hou : Rev. Compos. Mater. Av. **31**(3) 2021 131.
33. H. Elghazal, G. Lormand, A. Hamel, D. Girodin, and A. Vincent : Mater. Sci. Eng. A **303** (2001) 110.
34. I. -C. Choi and J. -i. Jang : Adv. Eng. Mater. **22** (2020) 1900648.
35. I. -C. Choi, B. -G. Yoo, Y. -J. Kim, and J. -i. Jang : J. Mater. Res. **27** (2012) 3.