

## 유한요소해석과 나노인덴테이션을 활용한 박막의 잔류응력 평가

황병원\* · 김영석\* · 박준원\*\*\*

### Evaluation of the Residual Stress of Thin Film Based on the Nanoindentation and Finite Element Analysis.

B. W. Hwang, Y. S. Kim and J. W. Park

#### Abstract

To estimate the residual stresses in the thin film and surface coatings, combined method based on nanoindentation and finite element (FE) analysis was developed. A simple equation for estimating the residual stress was composed of the hardness and the parameters which can be driven from the nanoindentation loading and unloading behaviors. FE analysis on the nanoindentation procedure under the various residual stress levels was performed to determine the parameters that included in the equation. The equation showed a good coincidence between the estimated residual stresses and those for the FE analysis. Thus the proposed method was considered as a useful method for estimating the residual stresses in the thin film without stress free specimen.

**Key Words** : Residual Stress, Nanoindentation, Finite Element Analysis, Thin Film, Mechanism-based Strain Gradient Plasticity

#### 1. 서 론

소재의 표면기능을 향상시키기 위해 행해지는 코팅(coating)이나 미소전자기계시스템(microelectromechanical system, MEMS)의 박막에 발생된 잔류응력은 기구 전체의 변형뿐만 아니라 막의 박리, 파괴에 미치는 영향이 매우 크다[1,2]. 그러나 박막(thin film)의 두께와 구조물을 이루는 부재의 크기가 매우 작기 때문에 기존의 측정방법에 의한 잔류응력의 평가가 곤란하다.

나노인덴테이션(nanoindentation)법은 이러한 서브 마이크로 크기의 나노소재(nano material)의 경도, 탄성계수(elastic modulus) 등을 측정하기 위해 개발되었다[3].

이 방법은 소재표면에 수직으로 인덴터(indent-er)를 압입하고 제하하는 과정에서 연속적으로 압입깊이에 대한 하중을 기록한 후, 이 데이터로부터 재료성질을 산출한다.

일반적으로 인덴테이션에 의해 측정된 경도값은 동일한 소재에서 잔류응력에 영향을 받는다[1,2,4,5]. 따라서 부하/loading)와 제하(unloading)과정의 압입깊이에 따른 하중은 잔류응력의 정보를 가진다. Suresh와 Giannakopoulos[1], Carlsson와 Larsson [2]은 이를 이용하여 잔류응력을 평가할 수 있는 실용적이고 일반화된 방법을 고안하였다. 이들의 방법은 잔류응력이 없는 소재에서 얻은 인덴테이션 데이터를 기준으로 잔류응력이 존재하는 소재의 잔류응력

\* 경북대학교 기계공학부 BK 21 기계사업단

\*\* 경북대학교 기계공학부

\*\*\* 경북대학교 대학원 기계공학과

을 평가하는 방법이다. 이 방법은 벌크재료(bulk materials)와 같이 응력제거 열처리를 통하여 잔류응력이 거의 없는 참고 시험편(reference specimen)을 얻을 수 있으면 매우 효과적인 평가방법이다.

일반적으로 표면 코팅이나 박막과 같이 모재(substrate) 표면에 입혀지는 소재가 모재와 다른 물리적성질, 특히 열팽창계수를 갖게 되면 응력제거를 위한 실제적인 방법은 거의 존재하지 않는다. 더구나 연결재료는 재료 길이크기 특성(material length scale characteristics)을 가지기 때문에 경도는 막의 두께와 압입깊이에 큰 영향을 받는다[6-8]. 따라서 연결의 박막 재료에 발생된 잔류응력을 측정할 때는 벌크재료를 참고 시험편으로 사용할 수 없으며, 잔류응력이 전혀 없는 경우의 부하 및 제하곡선을 얻을 수 없는 어려움이 있다. 이와 같은 두 가지 문제점을 동시에 해결하기 위해서는 실험적인 방법 대신 유한요소법을 이용하여 부하 및 제하곡선을 구하는 방법을 생각할 수 있다.

본 연구에서는 박막의 잔류응력을 평가하기 위하여 나노인덴테이션법을 적용할 때, 유한요소해석을 이용하여 부하 및 제하곡선을 구하고 이를 잔류응력을 평가에 활용할 수 있도록 하는 새로운 방법을 제시하였다. 또한 유한요소해석결과를 분석하여 제시된 방법이 잔류응력 측정에 유용한 방법임을 보였다.

## 2. 잔류응력 평가방법

### 2.1 잔류응력 산출수식

소재의 표면에 수직으로 인덴터를 압입하고 제하하는 과정에서 얻어지는 부하-제하곡선은 소재에 가한 응력이나 잔류응력에 영향을 받는다. 이러한 응력에 의한 부하-제하 곡선은 모식적으로 Fig. 1 과 같이 되며, 일반적으로 응력이 없는 곡선을 기준으로 할 때, 부하시의 하중곡선은 압축응력이 존재할 경우는 높게, 인장응력이 존재할 경우는 낮게 측정된다.

Fig. 1 에서 잔류응력의 유무에 따른 부하 및 제하곡선에서 하중의 차이는 식(1)과 같이 된다.

$$P_r - P_0 = -f\sigma_r A \quad (1)$$

여기서,  $P_r$  및  $P_0$ 는 잔류응력이 있을 때와 없을 때의 최대하중이며,  $\sigma_r$ 은 소재에 발생된 잔류응력,  $A$ 는 잔류응력이 있을 때의 투영접촉면적이다. 또한  $f$ 는 인덴터 형상에 관련되는 형상계수로 인장잔류응력일 경우 1이며, 압축잔류응력일 경우  $\sin\theta$ 로 되며,  $\theta$ 는 인덴터 표면과 소재면이 이루는 각이다[1].

잔류응력이 있을 때 재료의 경도를 식(2)와 같이 평균 압력으로 하면 식(1)은 다시 식(3)으로 된다.

$$H_r = P_r / A \quad (2)$$

$$H_r(1 - (P_r/P_0)^{-1}) = -f\sigma_r \quad (3)$$

식(3)에서 잔류응력의 유무에 따른 하중비  $P_r/P_0$ 는 잔류응력에 영향을 받으며, 이는 선형적인 형태로 식(4)와 같이 된다.

$$P_r/P_0 = 1 + K\sigma_r \quad (4)$$

식(4)를 식(3)에 대입하고  $\sigma_r$ 을 구하면 잔류응력은 식(5)와 같이 구해진다.

$$\sigma_r = -(H_r / f + 1/K) \quad (5)$$

이 식에서 계수  $K$ 는 유한요소해석에서 구하여질 수 있으며,  $K$ 의 결정에 따라 잔류응력이 없는 참고 시험편을 이용하지 않고도 코팅이나 박막의 잔류응력 평가가 가능하다.

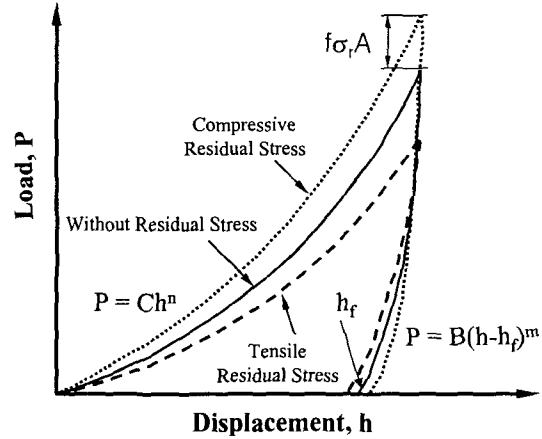


Fig. 1 Schematic representation of the loading and unloading behaviors with and without the residual stresses.

### 2.2 경도산출

소재가 탄소성거동을 할 경우, 경도는 잔류응력뿐만 아니라 코팅층의 두께, 압입깊이에 영향을 받는다. 본 연구에서는 압입깊이에 따른 경도평가를 위하여 식(6)과 같이 Nix와 Gao[8]가 제안한 전위기구에 기초한 변형율구배(mechanism-based strain gradient) 소성이론을 활용하였다.

$$(H/H_0)^2 = 1 + h^*/h \quad (6)$$

여기서  $H$ 는 주어진 압입깊이  $h$ 에서의 경도이며,  $H_0$ 는 무한깊이에서 경도,  $h^*$ 는 특성길이(characteristic length)이다.

### 2.3 유한요소해석

Fig. 2는 해석 대상을 나타낸 것으로, 반지름 100  $\mu\text{m}$ , 높이 100  $\mu\text{m}$ 의 실린더 형태의 반을 해석모델로 정하고 원추형 인덴터를 포함한 축대칭 유한요소해석 모델을 나타낸 것이다.

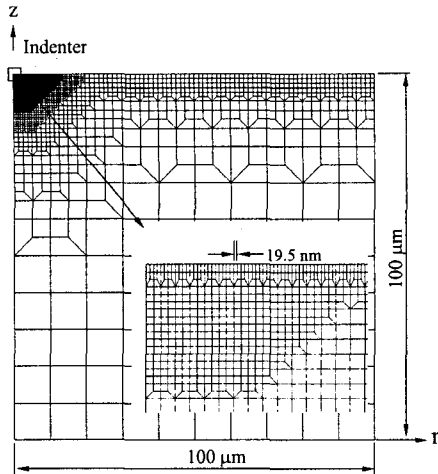


Fig. 2 Finite element model for the analysis of the nano-indentation.

해석모델은 5777 개의 축대칭 4 절점 요소로 분할하였다. 표면의 요소는 인덴터와 접촉을 가능한 연속적으로 만들기 위하여 매우 작은 크기(19.5 nm)로 분할하였다. 소재에 압입하는 인덴터는 내각의 반이 70.3° 인 강체 원뿔로 가정하였다.

유한요소해석에는 MSC/MARC K7[9]를 사용하였다. 해석되는 재료는 실리콘 웨이퍼(silicon wafer)에 8009 알루미늄 합금이 5 μm가 코팅된 것으로 가정하였다. 8009 알루미늄 합금의 탄성계수는 82.1 GPa, 항복강도는 353.1 MPa, 프와송비는 0.31 으로 하였다. 재료의 구성방정식은 Bolshakov 등[4]이 해석에 사용한 응력-변형률 거동을 활용하였다.

또한 서브 마이크로 크기의 소성변형에서 특성길이크기 영향을 고려하기 위하여 Nix 와 Gao[8]의 변형률구배소성 이론을 MSC/MARC 해석코드의 user subroutine을 이용하여 해석하였다. 알루미늄 박막에 부가한 잔류응력을 -300, -200, -100, 0, 100, 200 및 300 MPa로 변경하고 최대 500 nm까지 압입하였다. 단계별 압입은 부하시에는 0.2 nm, 제하시에는 0.1 nm로 충분히 작게 하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 3.1 잔류응력에 따른 부하-제하거동과 경도

Fig. 3 은 잔류응력의 크기에 따른 부하 및 제하거동을 유한요소해석으로 계산한 결과이다. 전체적인 하중거동은 잔류응력이 없는 경우와 비교할 때, 압축잔류응력을 부가한 경우에는 높게, 인장잔류응력을 부가한 경우에는 낮게 계산되었다. 잔류응력에 따른 이러한 거동은 식(4)에서

필요한 계수  $K$  를 제공하며, 이를 식(6)에 대입하면 박막의 잔류응력 평가가 가능하다.

Table 1 은 각 압입깊이에서 경도와 식(6)을 이용하여 압입깊이 1.8 μm과 무한깊이에서 경도를 환산한 결과이다. 비교를 위하여 Tsui 등[5]이 2 축응력에서 측정된 경도를 함께 기입해 놓았는데, 해석과 측정이 비교적 잘 맞음을 알 수 있다.

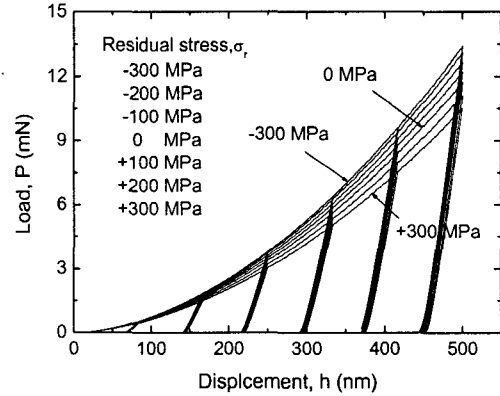


Fig. 3 Indentation load-displacement curves simulated by finite element method for differently applied residual stresses.

Table 1 Estimated hardness by using the FE analysis on the 8009 Al alloy. [unit: GPa]

$\sigma_r$	$H_0$	$H_{cal}$ (1.8 μm)	$H_{mea}$ (1.8 μm)
-0.3	1.183	1.503	1.470
-0.2	1.135	1.455	1.435
-0.1	1.106	1.412	1.400
0	1.081	1.351	1.370
0.1	1.019	1.271	1.295
0.2	0.947	1.172	1.227
0.3	0.897	1.115	1.145

#### 3.2 계수산출

Fig. 4 는 식(4)의 계수를 구하기 위하여 부가한 잔류응력에 따른 하중비  $P_r/P_0$  거동을 나타낸 것이다. 압축과 인장잔류응력 구간을 나누면 응력에 따른 하중비는 거의 선형성을 보이고 있다. 두 영역에서 기울기를 직선근사하였을 때 압축영역의 기울기는  $K_c = -0.3269$  로 인장영역의 기울기는  $K_t = -0.4675$  로 구하여 졌다.

이렇게 구해진 기울기를 식(5)에 대입하여 잔류응력을 역으로 계산하면 무시할 수 없는 오차가 발생된다. 이러한 오차는 두가지 원인으로 판단되는데, 이중 한가지는 식(1)의 조건에서 압입시 투영접촉면적  $A$  가 실제 접촉면적이 아니라 제하곡선으로부터 도

출된 것이기 때문이며, 또 한가지는 인덴테이션시 잔류응력이 있는 소재가 소성변형을 할 때, 인덴터에 미치는 응력분포를 균일한 것으로 가정함에 의하여 생기는 오차로 판단된다. 따라서 이러한 영향을 고려하기 위하여는 수정계수가 필요하다. 본 연구에서는 식(1)에서 형상계수  $f$ 를 수정계수로 사용하였다. 경도는 무한깊이에서 경도가 안정적이기 때문에 무한깊이에서 수정계수를 구하였다. 그 결과 수정계수는 압축잔류응력일 때는 0.352, 인장잔류응력일 때는 0.493으로 각각 구해졌으며 압축일 경우는  $\sin 19.7$ 의 값과 유사하다.

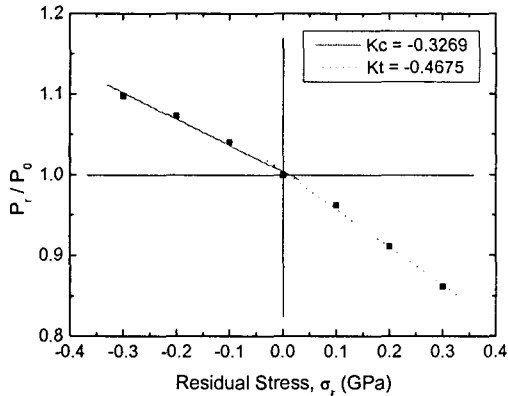


Fig. 4 Slope of  $P_r/P_0$  for the compressive and tensile residual stresses.

Fig. 5는 해석에서 부가한 잔류응력과 본 연구의 방법을 이용하여 추정한 잔류응력을 역으로 환산하여 그 관계를 나타낸 것이다. 그림에서 수정계수를 사용하였을 때 잔류응력의 예측이 매우 정확한 것으로 볼 수 있다.

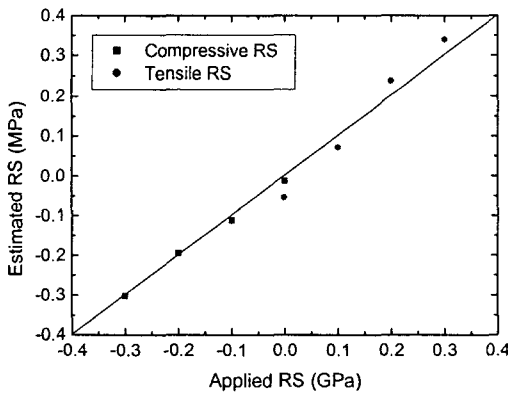


Fig. 5 Relationship between the applied and estimated residual stresses.

#### 4. 결론

나노인덴테이션시험을 이용하여 박막의 잔류응력을 평가하기 위하여 유한요소해석을 활용하는 단순한 방법을 제안하였다. 제안된 방법의 유용성을 검증하기 위하여 8009 알루미늄 합금에 대하여 측정된 자료와 비교한 결과 예측식이 실제 응력상태를 잘 묘사하여 도출된 수식이 잔류응력 평가에 유용한 것으로 판단되었다. 특히, 도출한 수식은 잔류응력이 없는 참고시험편을 필요로 하지 않기 때문에 참고시험편을 만들 수 없는 박막이나 코팅재의 응력평가가 가능한 것으로 판단된다.

#### 후기

본 연구는 과학기술부 2002나노핵심기반기술개발사업(M10214000237-02B1500-03810)과 2003년도 두뇌한국 21사업의 연구비 지원에 의해 행해졌으며, 이에 관계자 여러분들께 감사드립니다.

#### 참고 문헌

- (1) Suresh, S., and Giannakopoulos, A. E., 1998, "A new method for estimating residual stresses by instrumented sharp indentation", *Acta mater.* Vol. 46, No. 16, pp. 5755-5767.
- (2) Carlsson, S., and Larsson, P. -L., 2001, "On the determination of residual stress and strain fields by sharp indentation testing, Part I: Theoretical and numerical analysis", *Acta mater.*, Vol. 49, pp. 2179-2191.
- (3) Xu, Z. -H., and Rowcliffe, D., 2002, "Deriving mechanical properties of soft coatings using nanoindentation: An application of mechanism-based strain gradient plasticity", *Surface and Coatings Technology*, Vol. 157, pp. 231-237.
- (4) Bolshakov, A., Oliver, W. C., and Pharr, G. M., Mar 1996, "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite element simulations", *J. Mater. Res.*, Vol. 11, No. 3, pp. 760-768.
- (5) Tsui, T. Y., Oliver, W. C., and Pharr, G. M., Mar 1996, "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy", *J. Mater. Res.*, Vol. 11, No. 3, pp. 752-759.
- (6) Fleck and Hutchison, 1993, "A phenomenological theory for strain gradient effects in plasticity", *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 41, pp. 1825-1857.
- (7) Huang, Y., Xue, Z., Gao H., and Xia, Z. C., 2000, "A study of microindentation hardness tests by mechanism-based Strain gradient plasticity", *J. Mater. Res.*, Vol. 15, No. 8, pp. 1786-1796.
- (8) Nix, W. D., and Gao, H., 1998, "Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity", *J. Mech. Phys. Solids*, Vol. 46, No. 3, pp. 411-425.
- (9) MARC Version 7, 1997, "Volume A : Theory and user information", MARC Analysis Research Corporation.