

나노인덴테이션과 주사탐침현미경을 이용한 박막 재료의 특성평가

김봉섭 · 윤준도*[†] · 김종국**

경남대학교 공동기기센터

*경남대학교 신소재공학부

**한국기계연구원 박막공정그룹

Characterization of Thin Film Materials by Nanoindentation and Scanning Probe Microscopy

Bongseob Kim, Jondo Yun*[†] and Jongkuk Kim**

The Center for Instrumental Analysis, Kyungnam University, Masan, 631-701

*Division of Advanced Materials Engineering, Kyungnam University, Masan, 631-701

**Thin Film Processing Group, Korea Institute of Machinery & Materials, Changwon, 641-010

(2003년 7월 23일 받음, 2003년 9월 4일 최종수정본 받음)

Abstract Surface and mechanical properties of thin films with submicron thickness was characterized by nanoindentation with Berkovich and Vickers tips, and scanning probe microscopy. Nanoindentation was made in a depth range of 15 to 200 nm from the surface by applying tiny force in a range from 150 to 9,000 μN . Stiffness, contact area, hardness, and elastic modulus were determined from the force-displacement curve obtained. Reliability was first tested by using fused quartz, a standard sample. Elastic modulus and hardness values of fused quartz measured were the same as those reported in the literature within two percent of error. Mechanical properties of ITO thin film were characterized in a depth range of 15~200 nm. As indentation depth increased, elastic modulus and hardness decreased by substrate effect. Ion beam deposited DLC thin films were indented in a depth range of 40~50 nm. The results showed that the DLC thin film using benzene and bias voltage 0~-50 V has elastic modulus and hardness value of 132 and 18 GPa respectively. Pure DLC thin films showed roughnesses lower than 0.25 nm, but silicon-added DLC thin films showed much higher roughness values, and the wavy surface morphology.

Key words nanoindentation, scanning probe microscopy, hardness, elastic modulus, thin film

1. 서 론

최근 나노기술에 대한 연구가 국가기술 경쟁력을 결정하는 중요한 부분으로 인식되면서, 우리나라에서도 나노기술에 대해 많은 연구가 수행되고 있다. 나노기술은 마이크로 단위에서 한 단계 나아가 나노 단위에서 일어나는 현상, 구조, 평가기술 등을 다루는 것이다. 나노 물질은 마이크로 물질에 비해 단순히 크기만 작은 것이 아니라, 그 특성이 상당히 다른 것으로 알려지고 있다. 따라서, 나노 단위에서의 특성평가 분석기술 역시 기존의 방법과는 달라질 수밖에 없다. 이러한 나노 물질을 연구하기 위해서는 고도의 분석기술이 요구되는데, 이를 가능하게 하는 방법의 하나가 주사탐침현미경(Scanning Probe Microscope, SPM)과 나노인덴테이션(Nanoindentation)이다. 주사탐침현미경은 1982년 주사터널링현미경(STM, Scanning Tunneling Microscope)이 처음 발명되었으며,¹⁾ 그 뒤에 원자간력현미경(AFM, Atomic Force

Microscope)이 개발되었다. 현재 MFM, LFM, SThM, EFM, SCM, PFM 등 다양한 종류의 현미경이 만들어져 있으며, 이들 현미경은 모두가 탐침(Probe)을 사용하는 특징을 가지고 있어, 이들을 포괄적으로 표현할 수 있는 용어로 주사탐침현미경을 사용하고 있다.¹⁻⁴⁾ 나노인덴테이션 또는 나노압입시험은 마이크로뉴턴(μN) 단위의 하중으로 시편의 표면을 압입하면서 나노미터 단위로 일어나는 변형량을 측정하여 하중-변위 곡선(load-displacement curve)을 만들어내고 이로부터 탄성계수와 경도를 측정하는 방법이다. 인덴테이션(indentation) 기법은 오래 전부터 경도 측정에 사용되어 왔으나 최근 박막의 두께가 나노 스케일로 작아짐에 따라 나노 깊이로의 인덴테이션 분석기술이 요구되고 있다. 그러나, 기존의 장비는 대부분 광학현미경을 사용하고 있어 압흔의 크기가 작을 경우 관찰하기 어려운 단점이 있었다.⁵⁾ 최근에는 주사탐침현미경과 나노인덴테이션 장치를 결합하여 나노인덴테이션-주사탐침현미경이 사용되고 있으며, 이는 기존의 광학현미경으로는 관찰할 수 없었던 나노 크기의 압흔 이미지 관찰을 가능하게 하였다. 나노인덴테이션은 하중과 깊이가

[†]E-Mail : jdyun@kyungnam.ac.kr

나노 스케일로 작으므로 모든 부분이 정밀하게 보정되어야 한다.

본 연구에서는 박막 재료의 특성을 평가하기에 앞서, 나노인덴테이션 장치의 시스템 컴플라이언스(system compliance)와 압자의 면적 보정을 표준물질인 용융석영을 이용하여 실시하였으며, 문헌상에 알려진 값과 비교하여 장치의 신뢰성을 확인하였다. 이러한 보정 작업을 실시한 다음 150 nm의 두께를 가지는 ITO(Indium Tin Oxide) 박막과 이온빔 증착법으로 제조된 DLC(Diamond like Carbon) 박막의 특성을 평가하였다. ITO 박막은 높은 광투과율과 전기전도성을 함께 가지는 우수한 특성의 투명 전도막이며, 이에 대한 많은 연구가 이루어져 왔지만 ITO 박막의 광학적, 전기적, 열적 성질 등에 관한 많은 연구에 비하여, 기계적 특성에 관한 연구는 매우 미흡한 실정이었다. 또한, DLC 박막은 다이아몬드와 유사한 기계적 특성을 가지면서도, 표면 평활도가 높고 저온 합성이 가능하다는 장점을 가지고 있어 다양한 방법으로 제조되고 있다. 그러나, 박막의 두께가 나노 스케일로 작아짐에 따라 기관 효과 등으로 인한 박막 자체만의 기계적 물성을 측정하는데 어려움이 있었다. 본 연구에서는 나노인덴테이션 방법을 이용하여 박막의 기관 효과 및 박막 자체만의 기계적 특성을 평가하는데 목적을 두었다.

2. 실험 방법

나노인덴테이션 방법에 의한 탄성계수와 경도는 다음의 식 (1)~(6)을 이용하여 구하였다.⁶⁻⁸⁾ 나노인덴테이션 방법에 의한 탄성계수는 식 (1)의 스넨던 스티프니스(Snedden Stiffness) 방정식⁹⁾으로부터 산출된다. 이 식은 압자가 원뿔 모양일 때를 기준으로 한 것이며, 다른 형태의 압자를 사용할 경우에는 압자의 형상 보정상수인(β)를 곱하여 식 (2)를 사용한다.

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

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

여기서, S는 스티프니스이며, A는 접촉면적, E_r 은 환산 탄성계수(reduced elastic modulus)이다. 시편의 탄성계수(E_s)와 압자의 탄성계수(E_i)는 환산 탄성계수와 식 (3)과 같은 관계를 가진다.

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

여기서, ν_s 와 ν_i 는 시편과 압자의 포아손 비로, 다이아몬드 압자의 탄성계수는 1,141 GPa이며 포아손 비는 0.07로 알려져 있다. 따라서, 시편의 포아손 비를 알고 있을 경우 시편의 탄성계수(E_s , 또는 E)를 구할 수 있다.

시편의 경도(H)는 식 (4)와 같이 접촉면적과 압입 하

중, P로부터 계산하며, 접촉면적은 접촉깊이, h_c 의 함수이다. h_c 는 총 변위 h와 탄성 변위 h_s 와 식 (5)와 같은 관계를 가진다. 여기서, ϵ 는 압자 선단의 형상 보정상수이다.

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

$$h_c = h - h_s = h - \epsilon \frac{P}{S} \quad (5)$$

$$\epsilon = \frac{2}{\pi}(\pi - 2) \quad (6)$$

올리버(Oliver) 등¹⁰⁾은 원뿔 모양의 압자와 포물선 모양의 압자는 원통 모양의 압자보다 같은 하중에 대한 접촉 깊이가 크다고 하였으며, 압자의 형상에 따른 상수의 범위를 Fig. 1과 같이 제시하였다. Fig. 1에서 원뿔 모양의 압자인 경우, ϵ 은 1이며, 포물선 또는 사각뿔 모양의 압자인 경우 0.75의 값을 갖는다고 하였다. 탄성 변위 h_s 는 압자의 형상에 의존하므로, 사용되는 압자의 형상에 따라 탄성 변위의 값은 달라진다. 또한, 올리버 등은 식 (2)에서 압자의 형상 보정 상수 β 를 포함시켜, 구형 또는 원뿔 모양의 압자를 사용하였을 때의 결과와 비교하여 삼각뿔 모양의 압자는 3.4% 그리고 사각뿔 모양의 압자는 1.2%정도의 차이가 있으며, 이 값이 포함되지 않더라도 큰 오차가 없다고 주장하고 있다.

본 실험에서는 미국 TM사(ThermoMicroscopes)의 주사탐침현미경(Auto Probe CP Research)에 부착된 하이저트론사(Hysitron)의 트리보스코프(Triboscope)를 이용하였으며, 압자는 삼각뿔 모양의 베르코비치와 피라미드 모양의 비커스 압자를 사용하였다. 또한, 장비의 보정에 사용된 시편은 결정방향과 압입 깊이 등이 탄성계수와 경도에 미치는 영향이 거의 없다고 알려진 용융석영을 사용하였다. 박막의 경우, 압입 깊이가 증가함에 따라 기관의 영향을 받는다고 알려져 있다. 이러한 기관 효과를 관찰해 보기 위해 150 nm 두께로 소다석회 유리(soda lime glass) 위에 코팅된 ITO 박막을 이용하여 압입 깊

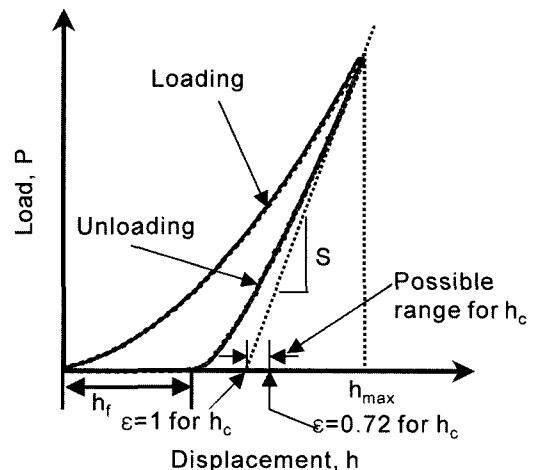


Fig. 1. A schematic representation of load-displacement curve during indentation¹⁰⁾.

이에 따른 탄성계수와 경도 변화를 관찰하였다. 실험에 사용된 ITO 박막은 상용화되고 있는 제품을 사용하였다. 또한, 본 연구에서는 이온빔 증착법으로 다이아몬드성 탄소 박막을 제조하여 증착 조건에 따른 박막의 기계적 특성을 조사하였다. DLC 박막의 제조 조건을 Table 1에 나타내었다. 순수그룹(PS, PH)은 벤젠만을 이용하고 실리콘그룹(SS, SH, SR)은 벤젠과 실란 기체를 사용하여 증착한, 규소가 일부 도핑된 박막이다. 소프트그룹(PS, SS)은 바이어스를 -400 V로 하여 제조한 것이고, 하드그룹(PH, SH)은 바이어스를 0~50 V로 하여 제조한 것으로 sp^3 결합형의 다이아몬드 결합 성분이 많고 적음에 따라 재질이 연성과 경성을 가질 것으로 예상되는 시편이다. SR은 실란의 양을 SS와 SH의 2%보다 많은 8%를 첨가하여 제조하였다. 각각의 시편에 대하여 전계방사형 주사전자현미경(FE-SEM, Hitach S-4200)을 이용하여 박막의 두께를 관찰하였고, 주사탐침현미경의 AFM 접촉모드를 이용하여 제조 조건에 따른 표면의 형상을 관찰하였다. 또한, 기판의 영향을 고려하여 박막 두께의 1/10 깊이 이하까지 나노인덴테이션을 실시하였으며, PH 시편에 대해서는 압입 깊이와 시간 변화에 따른 탄성 및 소성 거동을 관찰하였다.

3. 결과 및 고찰

3.1 시스템 보정과 압자의 면적 보정

나노인덴테이션 장치의 압자가 어떤 하중(P)를 가지고 시편을 침투할 때, 침투 깊이는 시편에 의한 변위와 장치에 의한 변위의 합으로 나타난다. 장치에 의한 변위는 시편홀더, 팁 홀더, 또는 장치의 시스템 등에 의해 영향을 받으며, 이를 시스템 컴플라이언스 또는 머신 컴플라이언스(machine compliance)⁶⁾라 한다. 따라서 머신 컴플라이언스를 보정해 주어야 시편의 참 변위 값을 구할 수 있다. 시험시의 총 컴플라이언스(C)는 머신 컴플라이언스(C_m)와 시편의 컴플라이언스(C_s)의 합으로 다음과 같이 식 (7)로 나타낼 수 있으며, 그 과정의 결과를 Fig. 2에 나타내었다.

$$C = C_m + C_s = C_m + \frac{\sqrt{\pi}}{2E_r} \frac{1}{\sqrt{A}} \quad (7)$$

이상적인 모양의 베르코비치(Berkovich) 압자에서 접촉면적은 식 (8)에 의해 산출되지만 압자가 손상을 입어 이상적이지 못한 경우 실제 접촉면적의 변화가 일어나 원래의 물성 값과 다른 값이 얻어진다. 이러한 경우 압자의 깊이에 따른 접촉면적을 식 (9)와 같이 보정해 주어야 한다.⁶⁾

$$A = 24.5h_c^2 \quad (8)$$

$$A = C_0h_c^2 + C_1h_c^1 + C_2h_c^{1/2} + C_3h_c^{1/4} + \dots \quad (9)$$

Fig. 3에 베르코비치 압자에 대한 면적 보정 과정의 그래프를, Fig. 4에 면적 보정 후의 압입 깊이에 따른 용융석영의 환산 탄성계수와 경도 결과를 나타내었다. 측정된 환산 탄성계수의 평균값과 문헌상의 포아손 비¹¹⁾로부터 식 (3)을 이용하여 계산한 결과, 탄성계수 값을 얻었다. 이렇게 구한 평균 탄성계수 값 71.9 GPa과 경도 값 8.60 GPa은 용융석영에 대한 문헌상의 탄성계수와 경도 값¹²⁾ 72 GPa, 8.44 GPa과 비교하여 약 2% 오차범위 내에서 잘 일치하였다. 또한, 동일한 방법으로 비커스 압자의 머신 컴플라이언스와 면적 보정을 실시하였다. Table 2에 베르코비치와 비커스 압자를 이용하여 측정된 용융석영과 소다석회 유리의 탄성계수 결과를 문헌상의 값¹²⁾

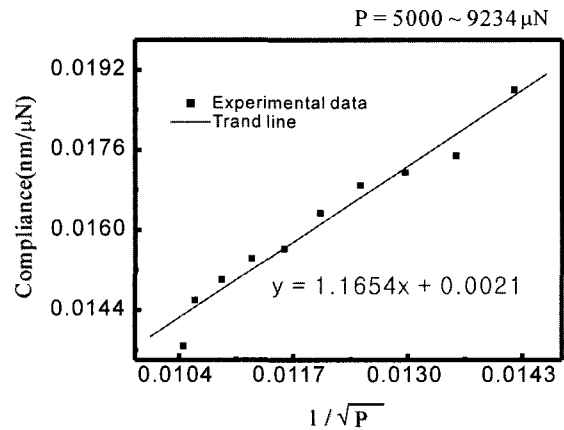


Fig. 2. Determination of machine compliance for Berkovich nanoindenter.

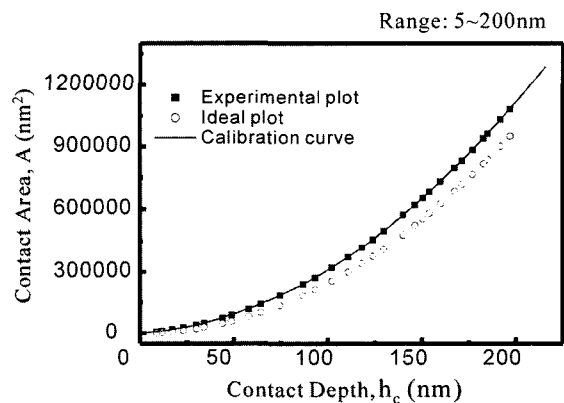


Fig. 3. Determination of area calibration for Berkovich nanoindenter.

Table 1. Deposition condition of DLC thin films.

	PS	PH	SS	SH	SR
deposition gas	Benzene	Benzene	Benzene+silane (2%)	Benzene+silane (2%)	Benzene+silane (8%)
bias voltage(-V)	400	0~50	400	0~50	0~50

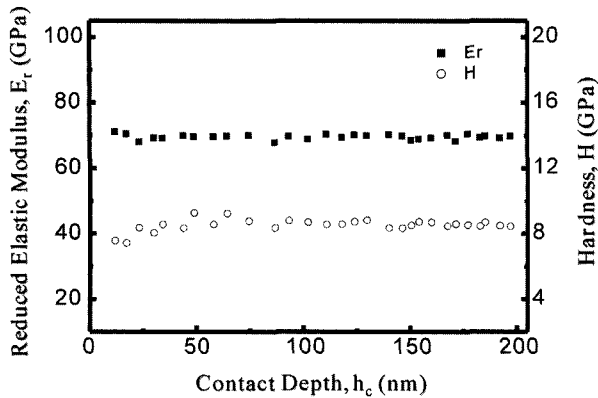


Fig. 4. Reduced elastic modulus and hardness of fused quartz measured from Berkovich nanoindenter.

과 비교하였다. 표준물질인 용융석영의 경우 탄성계수는 문헌상의 값과 비교하여 2% 이하의 오차를 보였으며, 소다석회 유리의 탄성계수는 약 7% 오차범위 내에서 문헌상의 값과 비교적 잘 일치하였다. 이러한 결과로부터 본 특성평가 연구에 사용한 분석기기의 측정값의 신뢰도가 높은 것을 확인하였다.

3.2. 박막의 특성 평가

ITO 박막의 표면 상태를 관찰하기 위하여 주사전자현미경을 이용하여 표면과 단면을 관찰하였으며, 그 결과를 Fig. 5에 나타내었다. 박막의 두께가 150 nm정도로 균일하게 코팅된 것을 확인할 수 있었으며, 표면에 작은 입자들이 분포함을 알 수 있었다. 이러한 표면 형태를 주사탐침현미경의 AFM 접촉모드를 이용하여 관찰하였는데, AFM 영상에서도 역시 Fig. 6에서 보는 것처럼 작은 요철들이 분포되어 있는 것을 확인하였다. AFM 프로파일 분석을 통하여 Rms(Root mean square) 표면 거칠기 값을 분석한 결과, 3.84 nm로 다소 거칠게 나타났다. 본 실험에서는 Fig. 7에 나타낸 베르코비치 압흔의 이미지에서 보는 것처럼 압입 시험 전, 표면의 상태를 관찰하여 이러한 요철 부분을 피하고 압입 시험을 실시하여 요철에 의한 영향을 최소화하였다. Fig. 8에 ITO 박막의 압입 깊이 변화에 따른 환산 탄성계수와 경도 변화의 그래프를 나타내었다. Fig. 8에서 베르코비치 압자를 사용하여 측정된 ITO 박막의 환산 탄성계수와 경도는 약 20 nm 깊이에서는 121.2 GPa과 11.10 GPa이었으나, 압입 깊이가 깊어짐에 따라 급격히 감소하였고, 120 nm 이상에서는 환산 탄성계수와 경도가 90.1GPa과 7.66 GPa로 일정한 값을 나타내었다. 이 값은 기판으로

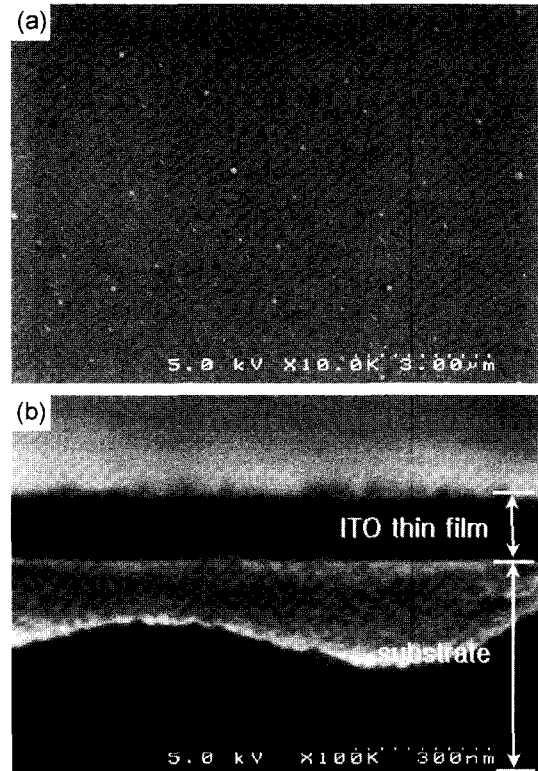


Fig. 5. SEM image of ITO thin film, (a)surface image, (b)cross section image(The wavy line is from the curved fracture face of glass substrate.).

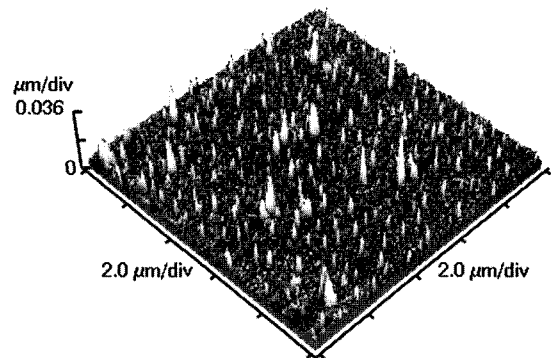


Fig. 6. AFM image of ITO thin film.

사용된 소다석회 유리의 환산 탄성계수와 경도 값인 81.9 GPa, 7.67 GPa과 비슷한 값으로, 박막 깊이에 따른 물성 값 변화가 기판재료로부터의 영향 때문이라는 것을 보여주고 있다. 따라서 기판재료의 영향을 받지 않고 박막의 특성평가를 하려면 박막 두께의 1/10 이하로 압입

Table 2. Comparison of measured elastic modulus with literature data.

	Elastic modulus, E (GPa)				Poisson's ratio ⁽¹¹⁾
	Experimental data		Literature data ⁽¹²⁾		
	Berkovich indenter	Vickers indenter	Berkovich indenter	Vickers indenter	
Fused Quartz	71.9	72.0	72	71	0.17
Soda Lime Glass	72.4	75.7	78	82	0.23

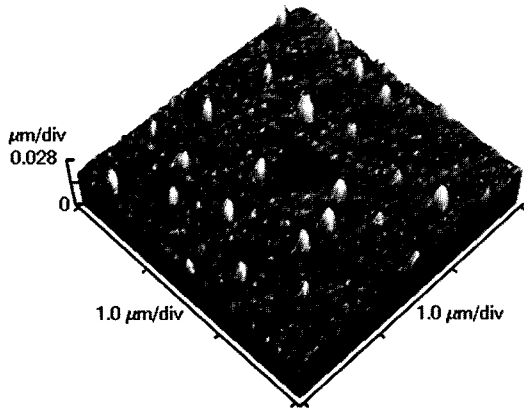


Fig. 7. SPM topography of Berkovich indent on ITO thin film.

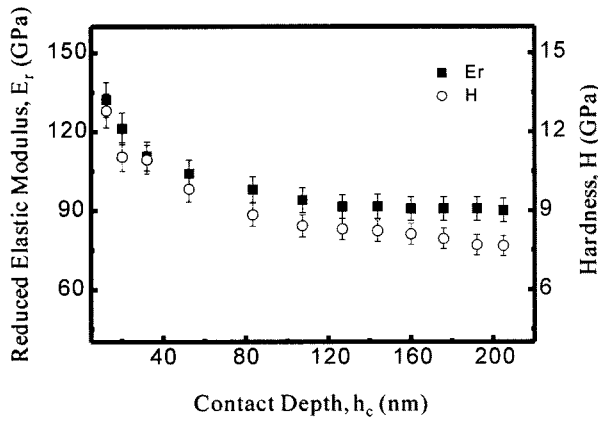


Fig. 8. Reduced elastic modulus and hardness of ITO thin film measured by using Berkovich nanoindenter.

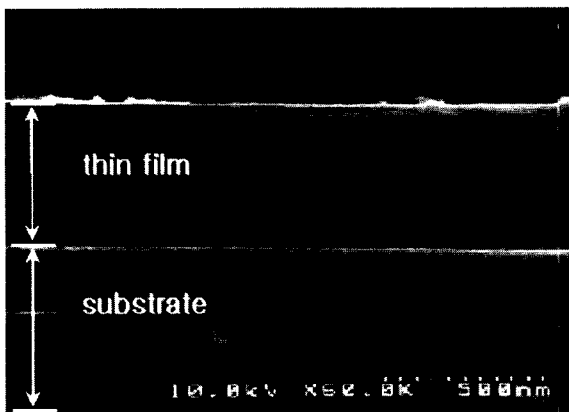
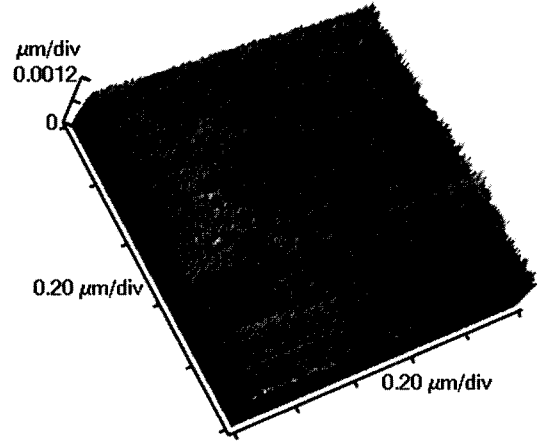


Fig. 9. Cross section SEM image of SS specimen.

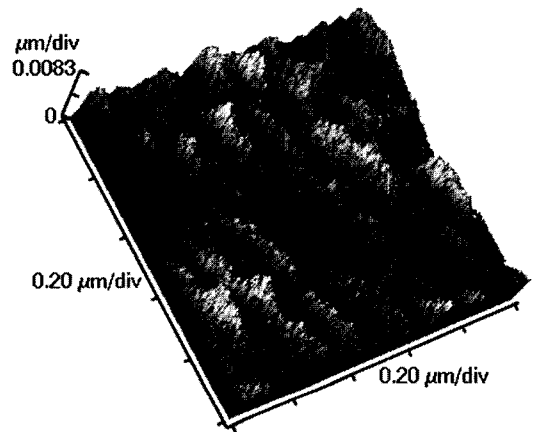
을 해야 한다는 것을 알 수 있었다. 박막 자체만의 특성을 평가하기 위해 보다 두꺼운 두께의 DLC 박막을 선택하여, 특성을 조사하였다. DLC 박막의 두께를 전계방사형 주사전자현미경으로 관찰한 결과 Fig. 9에 나타낸 바와 같이 5가지 박막 모두의 두께가 약 400~500 nm 정도임을 확인하였다. 또한, 표면의 형상을 관찰하기 위하

Table 3. Measured Rms roughness of DLC thin films.

	PS	PH	SS	SH	SR
Rms Roughness(nm)	0.25	0.15	1.17	1.66	2.60



(a)



(b)

Fig. 10. SPM topography of DLC thin films, (a)without silicon(PH), (b)with silicon addition(SR).

여 주사탐침현미경을 이용하여 5가지 시편의 표면 거칠기를 측정하였고, 그 결과를 Table 3에 나타내었다. 순수그룹의 Rms 표면 거칠기는 0.25 nm 이하로 매우 평탄한 표면을 가지고 있었지만, 실리콘그룹은 1.17 nm에서 2.60 nm로 표면 거칠기가 순수그룹에 비해 거칠게 나타났다. Fig. 10에서 보는 것처럼 실란이 첨가된 모든 DLC 박막에서 물결무늬의 모양이 관찰되었다. DLC 박막의 제조 조건에 따른 박막 자체만의 탄성계수와 경도를 측정하기 위해서, 압입 깊이를 막 두께의 1/10인 50 nm 이하로 하여 나노인덴테이션을 실시하였다. Fig. 11에 5가지 DLC 박막의 환산 탄성계수와 경도 측정 결과를 나타내었다. 5가지 박막 중에서 PH의 환산 탄성계수와 경도가 132 GPa과 18 GPa로 가장 높게 나타났다. 이온빔 증착법으로 제조된 DLC 박막에서는 실란을 첨가하지 않고 바이어스 전압을 0~-50V로 하여 증착하였을 때의 조

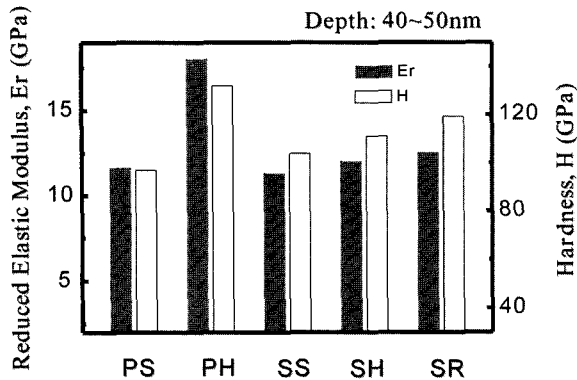


Fig. 11. Measured hardness and reduced elastic modulus of DLC thin films by using Berkovich nanoindenter.

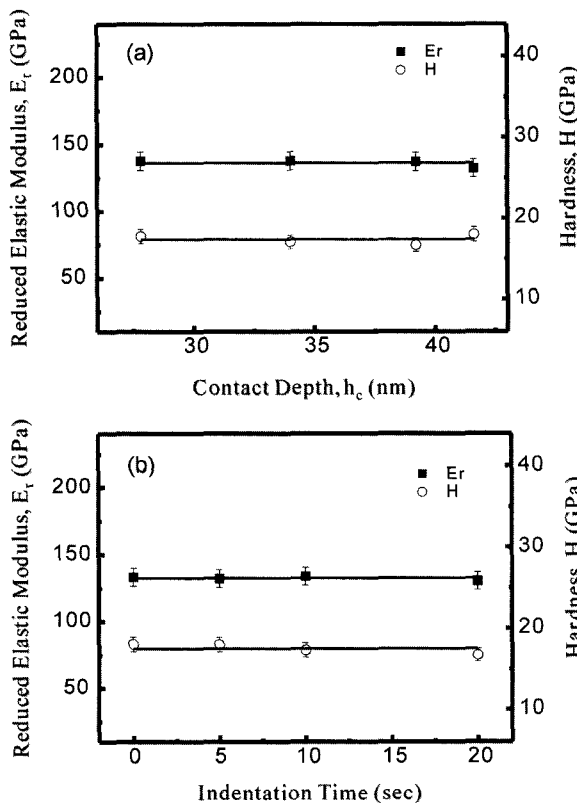


Fig. 12. Variation of measured hardness and reduced elastic modulus of PH specimen, (a)with indentation depth, (b)with indentation time.

건이 가장 좋다는 것을 알 수 있었다. 또한, 탄성계수와 경도가 가장 좋은 PH 시편을 이용하여 막 두께 1/10 깊이 이내에서 압입 깊이와 압입 시간에 따른 탄성 및 소성 변형거동을 조사하였으며, 그 결과를 Fig. 12에 각각 나타내었다. 탄성계수와 경도는 4%와 7%의 오차범위 내에서 압입 깊이와 무관하게 일정하였으며, 3%와 7%의 오차범위 내에서 압입 시간과 무관하게 일정하였다. 이러한 결과로 볼 때, 경질 박막인 PH 시편은 막 두께의 1/10 이하의 깊이에서는 압입 깊이와 압입 시간의 영향을 받지 않는다는 것을 알 수 있었다.

4. 결 론

본 연구에서는 나노인덴테이션-주사탐침현미경을 이용하여 박막 재료의 특성을 평가하였으며, 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

1) 베르코비치와 비커스 압자를 이용하여 측정된 표준물질 용융석영의 탄성계수는 71.9와 72.0 GPa, 경도는 8.60과 8.90 GPa 이었다. 문헌상의 값 72와 71 GPa 그리고 8.44와 8.87 GPa와 비교하여 약 2%정도의 오차범위 내에서 잘 일치하여, 보정 작업의 신뢰성을 확인 할 수 있었다. 또한 압자의 모양과 상관없이 일정한 탄성계수와 경도 값이 얻어지는 것을 알 수 있었다.

2) 150 nm 두께의 ITO 박막의 환산 탄성계수와 경도는 20 nm 깊이에서는 121.2와 11.10 GPa이었으며, 압입 깊이가 증가함에 따라 기판효과에 의해 박막의 물성이 완전히 가려져 120 nm 이상에서는 환산 탄성계수와 경도가 90.1과 7.66 GPa로 기판으로 사용된 소다석회 유리의 환산 탄성계수와 경도 값인 81.9와 7.67 GPa과 비슷한 값을 나타내었다.

3) 400~500 nm 두께의 DLC박막을 막 두께의 1/10이하인 25~45 nm의 깊이에서 압입 깊이와 시간 변화에 따라 측정된 환산 탄성계수와 경도는 일정하게 나타나, 기판효과가 배제되었음을 알 수 있었다.

4) 이온빔 증착법으로 제조된 DLC 박막의 Rms 표면 거칠기는 순수그룹의 경우 0.25 nm 이하였고, 실리콘그룹은 1.17~2.60 nm로 순수그룹보다 거칠게 나타났으며, 박막의 제조시 실란이 첨가될 경우 표면의 거칠기가 증가한다는 것을 알 수 있었다. DLC 박막은 실란을 첨가하지 않고 바이어스 전압을 0~50V로 하여 제조한 PH 시편의 환산 탄성계수와 경도가 132와 18 GPa로 가장 우수한 기계적 물성과 표면 특성을 얻을 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 2003년도 경남대학교 학술논문게재연구비 지원으로 이루어졌음. 본 연구에는 경남대학교 공동기기센터의 과학기술부지원 고가특수연구기기인 나노인덴테이션-주사탐침현미경이 이용되었으며 공동기기센터 고철호 연구원의 기술적 협조에 감사 드립니다.

참 고 문 헌

1. Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy, Ed. by D. A. Bonnell, Wiley-VCH, USA (2001).
2. Advances in Scanning Probe Microscopy, Ed. by T. Sakurai and Y. Watanabe, Springer-Verlag, Berlin, Germany (2000).
3. C. Bai, Scanning Tunneling Microscopy and its Applications, 2nd ed., Springer-Verlag, Berlin, Germany (2000).
4. J. Yun, Kor. J. Ceramist, 5(2), 8 (2002).
5. A. C. Fischer-Cripps, Nanoindentation, Springer-Verlag,

- New York, USA (2002).
6. J. H. Hahn, Kor. J. Ceram. Soc., **37**(6), 596 (2000).
 7. ASM Handbook, 8, ASM international, 232 (2000).
 8. W. C. Oliver and G. M. Pharr, J. Mater. Res., **7**(6), 1564 (1992).
 9. I. N. Sneddon, Int. J. Eng. Sci., **3**, 47 (1965).
 10. G. M. Pharr, W. C. Oliver and F. R. Brotzen, J. Mater. Res., **7**(3), 613 (1992).
 11. T. F. Page, G. M. Pharr, J. C. Hay, W. C. Oliver, B. N. Lucas, E. Herbert and L. Riester, Mater. Res. Soc. Symp. Proc., **522**, 53 (1998).
 12. L. Riester, R. J. Bridge and K. Breder, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **522**, 45 (1998).