

## 계장화 압입 시험에서 하중 제거 곡선의 강성률에 관한 고찰

이병섭\* · 이호진\* · 이봉상\*  
(2003년 10월 9일 접수)

### A Study on the Unloading Stiffness of Instrumented Indentation Tests

B. S. Lee, H. J. Lee and B. S. Lee

#### Abstract

Instrumented indentation tests have been used for estimating material properties. In order to analyze deformation characteristics with various factors, the unloading stiffness should be properly determined from the elastic behavior. The unloading stiffness is generally obtained from the shifted power functions fitting with the experimental unloading data. However, the functions often give rise to a poor representation of actual data, and also the unloading stiffness is governed by unloading condition. In this study, both numerical and experimental conditions to obtain proper unloading stiffness were investigated. The result showed that the amount of unloading ratio and hold time played an important role in fitting the unloading curves. The current efforts can successfully provide the unloading stiffness for indentation material properties.

**Key Words** : Unloading Stiffness, Instrumented Indentation Tests, Shifted Power Functions, Numerical Control Condition, Indentation Unloading Condition, Indentation Material Properties

#### 1. 서론

압입 시험은 기존의 재료 물성의 취득 방법이 시편의 파손을 통하여 얻어지는 것과는 달리 비파괴에 준하는 국부적 압입을 통하여 구해지는 하중과 압입 깊이 사이의 관계를 분석하여 필요한 값을 얻는 방법으로 이미 설치된 구조물이나 완성된 제품에 최소의 손실을 주며 재료의 상태를 파악할 수 있고, 재료 물성을 얻기 힘든 분야인 미소 영역 분야에서도 필요한 값을 얻을 수 있기 때문에 근래에 와서 보다 관심이 집중되고 있는 시험 방법이다.

압입 시험으로부터 재료 물성을 얻고자 하는 노력은 1950 년대에 Tabor<sup>(1)</sup>가 압입시험의 경도와 재료 물성 사이의 관계에 대한 연구를 시작한 이후, 다양한 재료 물성 값을 얻고자 많은 연구자들에 의해 진행되어 왔으며, 그 결과로 Sneddon<sup>(2)</sup>을 거쳐 Oliver 와 Pharr<sup>(3)</sup>, Haggag<sup>(4)</sup>에 의해 압입 흔적에 대한 고찰을 기반으로 응력과 변형률, 탄성 계수 등을 정의할 수 있게 되었으며, ASTM 에서 규격을 준비 중에 있다. 또한, 국내에서도 Byun<sup>(5)</sup>, Kwon<sup>(6)</sup>, Lee<sup>(7)</sup>와 본 저자<sup>(8)</sup>에 의해 여러 연구가 발표되었고, 2002 년에는 금속재료의 인장물성을 평가하는 방법에 대한 KS 규격<sup>(9)</sup>도 제정되었다.

\* 한국원자력연구소 원자력재료기술개발부

이러한 연구를 토대로 살펴보면 압입 시험의 결과를 재료 물성 값으로 분석하여 필요한 값을 취득하기 위해서는 시험으로부터 얻어지는 압입 하중과 깊이 값으로부터 실제 접촉 깊이를 찾는 것이 가장 중요하다. 실제 접촉 깊이는 누르개 주변에 발생하는 탄성 굽힘(Elastic bending)과 소성 축적(Plastic pile-up), 소성 함몰(Plastic sink-in) 현상을 보정하여 구하는 값으로 압입 하중에 의해 직접적인 영향을 받는 영역을 표시하며, 탄성 굽힘은 하중 제거 강성률과 소성 축적 및 소성 함몰은 가공 경화 지수와 관계 된다.

이 중 가공 경화 지수는 각 압입 단계에서 구한 응력과 변형률 값의 관계로부터 회귀적 방법을 사용하여 결정되지만, 소재의 영률과 관계 있는 하중 제거 강성률은 하중 제거 실험값의 적합화로부터 직접 구해지며, 실험 조건에 따라 영향을 많이 받기 때문에 재료 물성 값을 결정하는데 있어 보다 중요한 변수로써 알려져 있다.

그렇기 때문에, 본 연구에서는 압입 시험을 이용한 재료 물성 값 평가에 있어 신뢰성을 향상시킬 목적으로 하중 제거 강성률에 대하여 재고찰하고자 한다. 또한, 강성률을 결정하는데 영향을 주는 하중 제거 실험값의 적합화 방법과 KS 규격에 근거한 하중 제거 실험 조건들을 살펴으로써 보다 정확한 하중 제거 강성률을 구하는 방법을 제시하고자 한다.

## 2. 압입 시험과 하중 제거 강성률

압입 시험은 구형, 원추형, 비커스형, 버코비치형의 누르개를 이용 Fig. 1에서 보여지는 바와 같이 하중 및 제하 과정을 통하여 압입 하중과 깊이 값을 얻는다. 이때, 하중 제거 실험값의 적합화를 통하여 하중 제거 곡선을 구하고, 하중 제거 강성률은 하중 제거 전 최대 압입 깊이인  $h_{max}$ 에서의 기울기로써 식 (1)과 같이 정의될 수 있다. 또한, 압입 흔적에 대한 기존 연구로부터 탄성 굽힘에 영향을 주는 영률과 탄성 굽힘을 고려한 실제 접촉 깊이의 함수로써 표현된다.

$$S = \frac{dF}{dh_{h=h_{max}}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E^* \sqrt{A} = 2E^* a \quad (1)$$

여기서, S는 하중 제거 강성률, F는 압입 하중, h는 압입 깊이, E\*는 누르개와 소재 사이의 환산

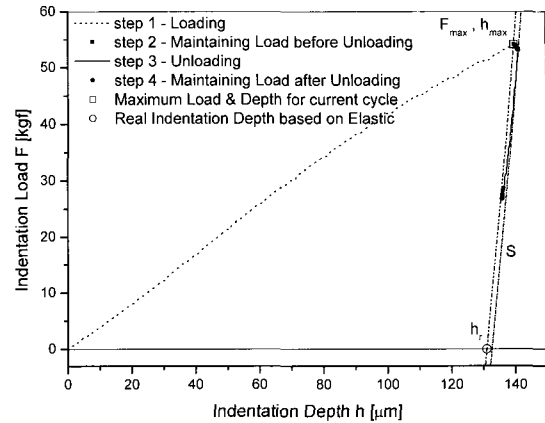


Fig. 1 Typical indentation load-depth curve

영률, A는 접촉 투영 면적, a는 접촉 반지름을 의미한다.

현재 압입 시험에서 사용되는 하중 제거 강성률을 구하는 방법으로는 크게 세가지가 사용되고 있다. 식 (2)는 그 중 가장 보편적으로 사용되고 있는 Oliver와 Pharr가 제안한 방법으로 이동 멱함수 (Shifted power function)을 사용하여 하중 제거 실험값을 곡선 적합화 한 후 미분을 이용하여  $h_{max}$ 에서 기울기를 구한다.<sup>(3)</sup> 식 (3)의 경우 Haggag에 의해 제안된 방법으로 1차 함수로써 하중 제거 실험값을 적합화 한 후 그 기울기를 강성률로 정의한다.<sup>(4)</sup> 식 (4)의 경우 식 (2)의 방법으로 곡선 적합화 할 경우 수반되는 어려움과 에러를 방지하기 위해 제안되었으며, 다항식으로 하중 제거 실험값을 적합화 한 후 미분하여  $h_{max}$ 에서 기울기를 구한다.<sup>(3)</sup>

$$F = \alpha(h - h_p)^\beta \quad (2a)$$

$$S = \frac{dF}{dh_{h=h_{max}}} = \alpha\beta(h_{max} - h_p)^{(\beta-1)} \quad (2b)$$

$$F = \alpha + \beta h \quad (3a)$$

$$S = \beta \quad (3b)$$

$$F = \alpha + \beta h + \gamma h^2 \quad (4a)$$

$$S = \beta + 2\gamma h_{max} \quad (4b)$$

각각의 방법에 따라 구해지는 하중 제거 강성률은 압입 시험 장치에 따라 누르개의 영향이 틀리고, 실험 조건들이 다르기 때문에 많은 실험을 거쳐 수정 보완되어 사용되고 있지만, KS 규격에 기재되어 있는 식 (2)의 방법을 기준으로 보다 재현성 있는 결과를 도출하고자 연구를 수행하였다.

### 3. 하중 제거 곡선의 적합화 방법

하중 제거 실험값을 적합화 할 경우 2 절에서 언급된 함수 중 어떤 것이 보다 적절한지 확인하고 이를 통하여 어떤 방법에 의해 구한 하중 제거 강성률이 하중 제거 실험값에 대한 대표성을 가질 수 있는 가 판단하기 위하여 실제 실험값을 가지고 적합화를 수행하였다. 적합화에 사용된 수치해석적 방법으로는 Levenberg-Marquardt 반복법을 사용하였으며, Fig. 2 에 그 결과를 도시하였다.

이를 살펴보면, 식 (3)의 선형방정식에 비교하여 식 (2)의 이동 멱 함수와 식 (4)의 다항식이 실험값의 경향을 잘 나타내는 것으로 판단된다. 식 (2)를 사용할 경우 발생하는 적합화 오류에 대한 대안적 방법으로 제시된 식 (4)의 경우 식 (2)에 비교하여 적절하게 경향을 나타내나, 하중이 0 이 되도록 접근하여 구해져야 하는 최종 압입 깊이  $h_p$ 가 접근 효과 없이 구해지는 경우가 많고, 곡률이 다소 크게 평가되는 단점이 있어 Oliver 와 Pharr 는 식 (2)를 추천하고 있다.<sup>(3)</sup>

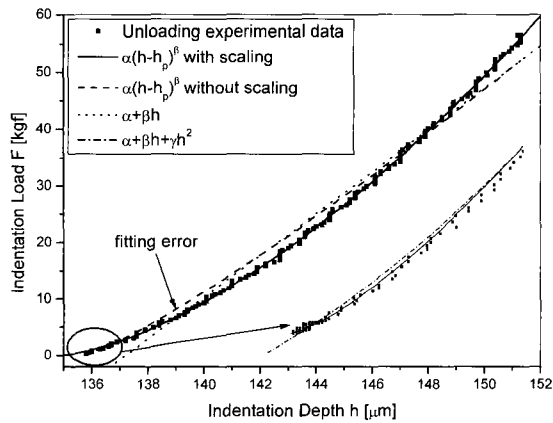


Fig. 2 Comparison of curve fitting functions

식 (2)는 재료 물성 취득 계산에서 중요하게 다루고 있는 최종 압입 깊이  $h_p$  을 계수로 포함하고 있고<sup>(3)</sup>, 계수  $\beta$  가 재료 특성에 있어서 마이어 계

수(Meyer's coefficient)와 관련되어 사용될 수 있기 때문에<sup>(4)</sup> 식 (3)이나 식 (4)에 비교하여 장점이 많다. 그러나, Fig. 2 에서 보는 바와 같이 이동 멱 함수에 의한 적합화는 계수에 대한 초기 설정 값에 따라서 계수의 증분량  $\delta\alpha$  와  $\delta h_p$  사이의 크기 차이가 클 경우 수렴성이 급격히 악화되어 수렴이 되지 않거나, 적절히 수렴되지 않는 경우가 발생한다.

본 연구에서는 식 (2)를 사용함에 있어 발생하는 적합화 오류에 대한 대안 책으로  $\alpha$  와  $h_p$  을 독립 변수로 분해 평가하여 수렴성이 양호하게 유지되는  $\alpha$  에 대한  $h_p$  의 범위를 구하였다. 또한, 실험 결과들을 살펴보면  $\beta$  가 아래로 볼록한 곡률을 가져야 하기 때문에 1 보다 크고, 변곡점이 적합화 중간에 나타나지 않기 때문에 2 보다 작다는 것을 확인하였다. 이로부터 각 계수에 대한 적합화 조건으로 다음 식 (5)를 제안하고 이에 따라 적합화 한 결과 Fig. 2 에서 보는 바와 같이 적합화 오류 없이 적절히 적합화됨을 확인할 수 있다. 이것은 식 (4)의 대안과는 달리 이동 멱 함수의 장점을 유지한 상태에서 단지 적합화 조건만을 조정하여 적합화 하는 방법으로 기존 시험기에 적합화 알고리즘만 개선하면 쉽게 접근 가능한 편리성 또한 가지고 있다.

$$\ln(h - h_p) \approx 0.5 \quad (5a)$$

$$1 \leq \beta \leq 2 \quad (5b)$$

### 4. 하중 제거 조건

#### 4.1 하중 제거율의 영향

압입 시험에 대한 Tabor의 기초 연구가 100% 하중 제거율에 근거<sup>(1)</sup>하고 있음에도 불구하고 현재의 하중 제거 실험은 가공 경화 현상이나 열적 잔전 현상을 방지하기 위하여 실제로는 100% 미만의 하중 제거율을 사용하고 있다. 이에 따라 여기서 생기는 차이로 인하여 실제 하중 제거의 경향을 다르게 분석하고 하중 제거 강성률을 보다 작게 평가할 수 있다.

이러한 영향을 살펴 보기 위하여 Fig. 3 에서 하중 제거율을 달리 하였을 경우에 따른 곡선 적합화를 보여 주고 있다. 이를 살펴보면, 실험 결과에 따라 다소 차이가 있을 수 있으나 60% 이상의 하중제거율에서는 적절하게 하중 제거 실험값의 경향을 적합화 하여 유사한 경향을 보이는 것을

관찰할 수 있다. 그러나, 나노 압입 시험의 경우 80%의 하중 제거율을 사용하는 것과 달리 마이크로 압입 시험에서는 40% 이하의 하중 제거율을 사용하고, KS 규격의 권장 사항이 30%임<sup>(9)</sup>을 고려하면 충분한 하중 제거 실험값의 경향을 적합화 한 것으로 판단되지 않기 때문에 이에 대한 보완이 있어야 할 것으로 생각한다.

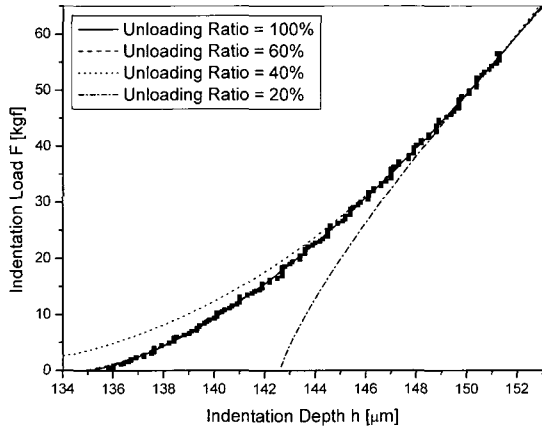


Fig. 3 Comparison of fitting curve with unloading ratios

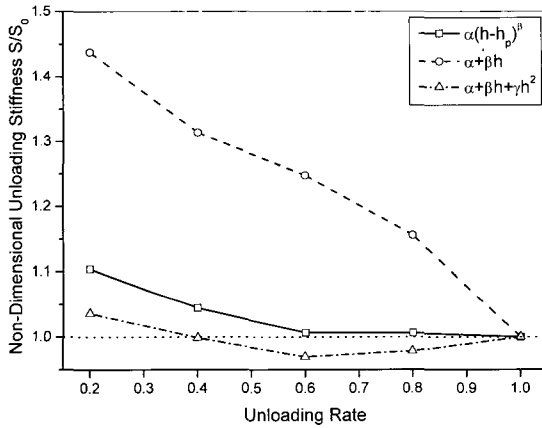


Fig. 4 Comparison of unloading stiffness with various fitting functions and unloading ratios

이에 대한 영향을 보다 면밀히 살피기 위하여 Fig. 4에서는 2 절의 각각의 방법에 대하여 하중 제거율에 따라 강성률로 도시하여 놓았다. 이동력 함수를 사용한 경우에 있어 하중 제거율에 대하여 일정한 감소를 보이며 100% 하중 제거 강성률  $S_0$ 에 대하여 접근해 가는 것을 관찰할 수

있다. 이를 통하여 식 (2)의 이동력 함수를 사용하여 하중 제거 강성률을 구하는 방법이 보다 하중 제거율에 따른 영향에 있어 보다 유리함을 알 수 있으며, 60% 이상의 하중 제거율을 사용할 경우 1% 이하의 오차로 압입 흔적에 의한 이론에 따른 100% 하중 제거율에 대체하여 사용할 수 있음을 확인할 수 있다.

하중 제거율에 따른 하중 제거 강성률의 변화가 재료 물성으로 실험값을 분석하는데 있어 일관된 신뢰성이 있는가 판단하고, 재료에 따른 영향을 평가하기 위하여 응력-변형률 관계를 식 (6)과 같이 무차원으로 만들어 가공 경화 지수를 증가시키면서 유한 요소 해석을 수행하였다. 이때, 옵션량  $\epsilon_0$ 은 0.002를 선택하였으며, 해석에는 상용 패키지인 ABAQUS Version 6.3<sup>(10)</sup>을 사용하였다.

$$\frac{\sigma}{\sigma_0} = \hat{\sigma} = \left( \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \right)^n \quad (6)$$

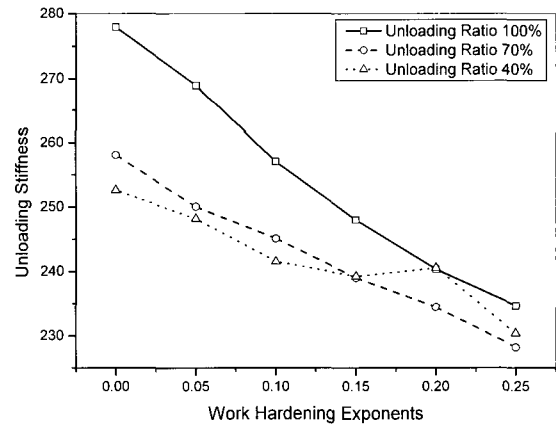


Fig. 5 Comparison of unloading stiffness with various hardening materials and unloading ratios

수행된 결과를 Fig. 5에 나타내고 살펴보면, 소성 축적과 소성 함몰 현상이 상대적으로 큰 가공 경화 지수가 작은 재료에 대하여 하중 제거 강성률이 크게 나타났으며, 재료의 변화에 따라 하중 제거 강성률의 선형 감소 현상을 관찰할 수 있다. 이때, 소성 축적과 소성 함몰이 가공 경화지수에 대하여 일정한 비례관계를 가짐<sup>(6)</sup>을 고려하면, 이를 통하여 하중 제거 강성률과 가공 경화 지수 사이에는 비례 관계가 존재함을 알 수 있고, 그 비례 관계가 하중 제거율 60% 이하의 경우에는

유지되지 않음을 확인할 수 있다. 이러한 현상은 해석 및 실험에 의해 발생하는 오차가 하중 제거 실험을 실시하게 되면 전체적으로 발생하게 되는데 비하여 하중 제거율이 작을 경우에는 취득되는 데이터가 상대적으로 적기 때문에 오차율이 커지고, 변위 에러에 상응하는 하중 변화 폭이 상대적으로 작게 되어 곡선 적합화에서 정확한 경향을 나타내지 못하고 오류를 발생시키기 때문이다. 결국, 압입 시험을 통하여 하중 제거 강성률을 재료에 따라 일관적으로 재현하기 위하여는 하중 제거율을 60% 이상으로 하여야 한다고 생각한다.

#### 4.2 하중 유지 시간의 영향

압입 시험에서 일반적으로 하중이 주어졌다 멈추는 시기에 있어 압입 깊이의 증가 현상이 발생하게 된다. 이는 시간 비의존 탄성 및 소성 재료에서 열적 영향으로 발생<sup>(3)</sup>하거나 시간 의존 탄성 및 소성 재료에서 크립 영향으로 발생하는 것으로 해석되고 있다.<sup>(4)</sup> 이를 제어할 목적으로 하중 제거 시작 및 하중 제거가 끝나는 시점에서 하중 유지 시간을 두고 있는데, 특히 하중 제거 시작에 있어 하중 유지 시간의 적절한 설정이 필요한 것으로 알려져 있다.<sup>(4)</sup>

하중 유지 시간의 많고 적음에 따라 하중 제거 강성률의 영향을 살피기 위하여 Fig. 6 에는 하중 유지 시간이 과다할 경우에 하중 제거율에 따라 2 절의 각각의 방법에 따라 하중 제거 강성률을 도시하고 있고, Fig. 7 에는 하중 유지 시간이 부족할 경우에 하중 제거율의 변화를 보여 주고 있다.

도시된 Fig. 6, 7 의 결과로부터 하중 유지 시간이 많거나 적은 경우에 이동 멱 함수에 의한 방법이 하중 제거율에 따른 영향을 가장 적게 받는 것으로 관찰되었으며, 하중 유지 시간이 많은 경우에는 선형 1 차 함수의 방법이, 하중 유지 시간이 적은 경우에 있어서는 다항식의 방법이 보다 좋은 것으로 판정된다. 실제로 선형 1 차 함수를 사용하는 압입 시험기에서는 하중 유지 시간이 다소 과다하게 설정되어 있으며, 다항식이나 이동 멱 함수를 사용하는 압입 시험기에서는 하중 유지 시간이 다소 짧게 설정되어 있다.

하중 유지 시간이 짧은 Fig. 7 에 비교하여 하중 유지 시간이 많은 Fig. 6 에서 오차의 폭이 크게 보여 지고 있는데, 4.1 절에서 언급한 하중 제거율 60% 이상이라 하여도 하중 유지 시간이 많게 설정된 경우에 있어서는 적절한 오차 범위에 유지

할 수 없는 것으로 보여진다. 이러한 현상은 하중 유지 시간이 끝나고 하중 제거가 이루어 질 때 압입 깊이의 급격한 변화가 이루어 지는 초기 값 때문인 것으로 생각되며, 하중 제거 실험값의 해석에 있어 초기 하중 제거 값에서 하중 제거 강성률을 구하고 있기 때문에 더욱 중요시 되는 초기 값에 의한 오류가 심각하게 영향을 미치고 있기 때문이다.

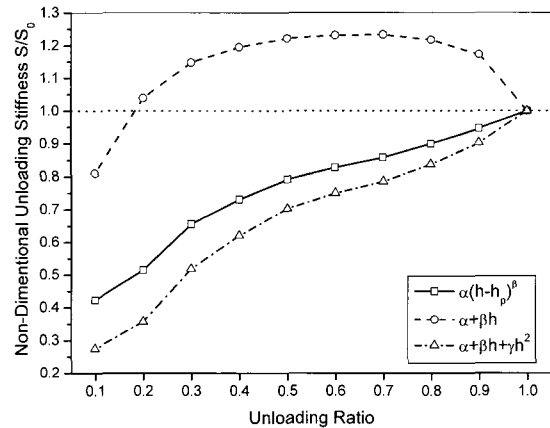


Fig. 6 Effect of excessive hold time by various curve fitting functions and unloading ratios

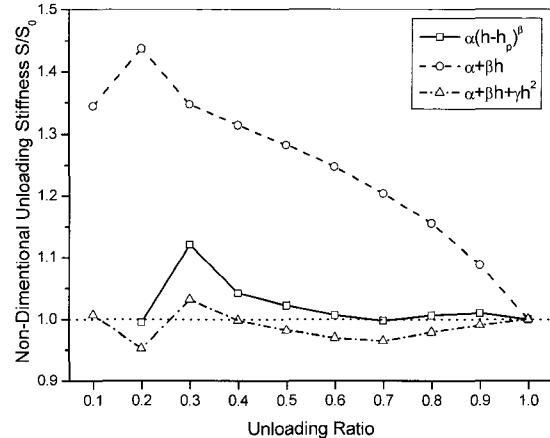


Fig. 7 Effect of insufficient hold time by various curve fitting functions and unloading ratios

하중 제거율 80%을 사용하는 나노 압입 시험기에서는 하중 유지 시간을 적정하게 또는 약간 작게 설정하고 있기 때문에 Fig. 7의 결과를 살펴보면, 적절하게 하중 제거 강성률을 구하고 있다고

판단되지만, KS규격에서는 0.5s를 추천하고, 대부분 마이크로 압입 시험에 있어서 강종에 따라 동일한 하중 유지 시간을 설정하여 사용하도록 권장하고 있다.<sup>(11)</sup> 마이크로 압입 시험이 40% 이하의 하중 제거율을 사용하고 있어 Fig. 6과 같이 유지 시간이 많은 경우에 있어서 최소 20% 이상의 오차를 동반할 것으로 생각되며, Fig. 7과 같이 유지 시간이 적은 경우에 있어서 40% 이하의 하중 제거율에서는 초기값의 오차로 인하여 일정한 경향을 보이지 않기 때문에 더욱 문제가 될 것으로 생각된다. 그렇기 때문에 4.1 절에서 언급한 60% 이상의 하중 제거율과 함께 시험 소재에 적절한 하중 유지 시간을 구하기 위한 선행 실험을 반드시 수행할 것을 추천한다.

### 5. 결론

본 연구에서는 계장화 압입 시험에서 압입 재료 물성을 보다 신뢰성 있고 재현성 있게 취득하기 위하여 하중 제거 강성률에 대하여 살펴 보았다. 그 결과로 다음과 같은 결론에 도달하였다.

(1) 하중 제거 강성률을 구하는 방법으로 이동력 함수에 의한 방법이 가장 적절하다.

(2) 하중 제거 강성률을 이동력 함수로 구할 때 발생하는 수치적 오류를 방지하기 위해 적합화 조건을 제시하였다.

(3) 하중 제거율이 하중 제거 강성률의 결정에 영향을 미치며, 60% 이상의 하중제거율을 사용할 경우 보다 안정적이고 작은 오차로 하중 제거 강성률을 구할 수 있다.

(4) 하중 제거 강성률을 구하는 데 있어서 하중 유지 시간은 과다 보다는 다소 부족하게 설정하는 것이 유리하고 하중 유지 시간을 구하기 위한 선행 실험이 필요하다.

### 후 기

본 연구는 과학기술부의 원자력 연구개발 중장기 사업 과제에 지원으로 수행되었습니다.

### 참 고 문 헌

- (1) D. Tabor, 1951, "The hardness of metals", Oxford university press, New York.
- (2) I. N. Sneddon, 1965, "The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile", Int. J. Eng. Sci., Vol. 3, No. 1, pp. 47~57.
- (3) W. C. Oliver and G. M. Pharr, 1992, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments", J. Mater. Res., Vol. 7, No. 6, pp. 1564~1583.
- (4) F. M. Haggag, 1993, "In-Situ Measurements of Mechanical Properties Using Novel Automated Ball Indentation System", ASTM STP 1204, pp. 27~44.
- (5) T. S. Byun, J. H. Hong, F. M. Haggag, K. Farrell, E. H. Lee, 1997, "Measurement of through-the-thickness variations of mechanical properties in SA508 Gr.3 pressure vessel steels using ball indentation test technique", Int. J. Pres. Ves. & Piping, Vol. 74, pp. 231~238.
- (6) 안정훈, 최열, 권동일, 2000, "압입하중-변위곡선의 해석을 통한 재료의 소성 유동특성 평가", 대한금속·재료학회지, Vol. 38, No. 12, pp. 1606~1611.
- (7) 이형일, 이진행, 2001, "유한요소해에 기초한 물성평가 압입이론", 대한기계학회논문집 A 권, Vol. 25, No. 11, pp. 1685~1696.
- (8) 이병섭, 이호진, 이봉상, 2003, "불 압입 시험의 기하학적 조건과 유동 응력 곡선의 관계에 관한 연구", 한국소성가공학회지, Vol. 12, No. 4, pp. 328~333.
- (9) KS 규격집, 2003, "금속재료의 계장화 압입시험 - 압입 인장 물성 평가", KSB0950.
- (10) ABAQUS Manual Version 6.3, 2002.
- (11) 전은채, 박주승, 권동일, 2003, "인장물성 평가를 위한 연속압입시험법의 실험조건 최적화", 대한금속·재료학회지, Vol. 41, No. 2, pp. 83~89.