

Nanoindentation 기법을 이용한 나노소재 역학특성 평가

한준희 | 한국표준과학연구원

1. 서 론

나노기술은 향후 15 ~ 20년에 걸쳐 세계 인류의 삶에 큰 영향을 미칠 것으로 예측되고 있으며 이 기술의 핵심은 나노소재이다. 나노기술은 이 기간동안 1조 달러의 산업 창출효과를 나타내며, 이 중 1/3이 소재 및 공정 분야에 집중되리라고 평가되고 있다^[1]. 미국 정부는 최근 4년 동안 나노기술에 대한 투자를 2배로 늘렸으며 그 결과 2005년 현재 이 분야에 대한 연간 투자 금액은 10억 달러에 이르며, 전 세계 각국 정부의 이 분야에 대한 연간 투자 금액 총합계는 미국의 두 배인 20억 달러를 조금 넘는다. 미국 NNI (National Nanotechnology Initiative)의 통계에 의하면 이 분야에 대한 미국 정부 예산의 약 22%가 나노소재 설계에 투자되고 있으며, 39%가 nano-electronics, nano-photonics, nano-magnetics 분야에, 그리고 나머지가 건강복지, 환경, 에너지, 측정 및 계장화, 생산 등에 투자되고 있다.

현재 그리고 미래 기술에 대한 나노소재의 도입은, 상호 밀접한 관계에 있는 재료과학과 측정과학 (measurement science), 두 분야에 대한 완전히 새로운 장을 여는 것이다. 일반적으로 소재는 그 크기(입자 크기, 박막 두께 등)가 변화하면 물성이 다소 변하는 경향이 있다. 그러나 크기가 나노 스케일로 줄어들어 의한 급격한 물성변화와 비교하면 매우 미미하다고 할 수 있다. 나노소재에서는 표면과 계면이 주도적으로 발달하는 경향이 있어서 같은 화학조성의 일반 벌크재료와는 전혀 다른 물성을 나타낸다. 따라서 일반 벌크 재료에 대하여 알려진 자료를 사용하여 나노소재의 물성과 구조를 정확히 예측하기는 어렵다.

신뢰성 있는 나노 스케일 소자를 실현하기 위해서는 재료 과학적 (혹은 공학적) 장벽을 극복해야 하는데 주된 장벽 요소는 나노 역학(nanomechanics)이다. 이를 극복하기 위해서는 소성, 파괴 특성, 밀착력(adhesion), 마찰 특성, 응력/변형을 거동, 마이크로/나노 구조, 화학 조성 등이 나노 스케일 소재의 기계적 구동 양상을 어떻게 결정하는지 이해하여야 하며, 이를 위해서는 소재의 역학적 특성을 측정하기 위한 정밀하고 재현성 있는 측정학 (metrologies)이 개발되어야 한다.

일반적으로 나노소재는 독립적으로 보다는 일반 소재와 합체하여 활용되기 때문에 나노소재의 신뢰성은 활용 소자(device)의 목적 수명과 관련이 있다. 즉, 신뢰성 있는 나노소재라 함은 활용 소자 혹은 제품의 목적 수명 이내에 안정적인 역학적 특성과 목적 특성을 나타내는 소재를 말한다. 수명과 관련된 신뢰성을 고려하면서 목적 특성 이외에 역학적 특성이 필수적으로 고려되는 이유는 목적 특성이 역학적 특성 이외의 특성이라도 소자 제조 공정

혹은 사용 중에 역학적 파손을 방지해야 하며 파손에 이르지 않더라도 경우에 따라, 나노 역학특성이 열적 혹은 전기적 신뢰성과 같은 다른 종류의 신뢰성에 간접적이지만 중요한 영향을 미치기 때문이다.

나노소재의 역학적 신뢰성을 이해하고 향상시키기 위하여 사용되는 여러 가지 측정방법 중에 가장 보편적으로 사용되는 주요 시험 방법은 계장화 나노 압입시험(instrumented nanoindentation) 방법, scanning probe microscopy, 컴퓨터 모델링 등 세 가지 방법이다.

본고에서는 이 중에서 계장화 나노 압입시험 방법(이후 nanoindentation 방법이라고 함)에 대한 기본적인 이해를 돕기 위한 설명과 관련 국내의 연구 및 표준화 동향을 개괄하는데 역점을 두었다.

2. 계장화 나노 압입시험 방법

계장화 나노 압입시험 방법은 Vickers 경도 시험법과 같은 일반 압입 경도 시험법으로는 불가능하였던 마이크로메타 이하 크기(혹은 두께) 재료의 경도를 측정하기 위하여 고안된 시험방법^[2,3]으로 일반 압입 경도 시험법과 다른 특징은 압자를 시험 재료에 압입하며 연속적으로 측정된 하중/압입깊이 자료로부터 재료의 경도를 포함한 역학적 특성을 측정하는 것이다. 현재 시판되고 있는 nanoindentation 시험장치의 하중 및 압입깊이 측정 해상도는 각각 $1\mu\text{N}$, 0.2nm 정도이며 최대 응용 하중 및 압입깊이 범위는 각각 수백 mN와 수십 μm 이다. 측정 대상 재료 범위는, 여러 의미 있는 연구결과들에 의해, 금속 및 세라믹 재료에서부터 폴리머 및 생체재료에 이르기까지 계속 넓어지고 있는 추세이며 측정 물성도 경도뿐만 아니라 탄성계수, 파괴거동, 잔류응력, 박막 계면 특성, 시간 의존적 특성(크립, loss modulus) 등 다양해지고 있다. 그러나, 이 시험방법으로도 나노소재 고유 역학특성을 신뢰성 있게 측정하기 위해서는 해결해야할 문제점들이 남아 있다. 다양한 재료에 각각 적용할 수 있는 시험절차, 장치 교정 방법(하중, 압입깊이, 압자 형상), 시험결과 해석방법 등이 개선되어야 하며 향상된 기술의 전파를 위해서 시험방법 표준화가 완료되어야 한다.

본 절에서는 nanoindentation 시험 방법의 이해를 돕기 위하여 시험장치, 시험방법 그리고 역학특성 산출을 위한 시험결과 해석 방법 등에 대하여 개략적으로 기술하였다.

2.1 Nanoindentation 시험 장치

Nanoindentation 시험 장치의 개략도는 그림 1과 같다. 현재 시판되고 있는 시험 장치 제조사는 MTS Nano Instrument (미국), Hysitron Inc. (미국), Micro Materials Ltd. (UK), CSIRO (Australia), CSM Instrument (스위스) 등이다. 하중은 전자기적 방법 혹은 정전기적 방법으로 가해지거나 측정되며, 압입깊이를 측정하기 위해서는 일반적으로 커패시턴스 센서가 사용된다. MTS Nano Instrument, Hysitron, CSIRO, CSM Instrument가 제작한 장치의 경우 압자 축이 수직

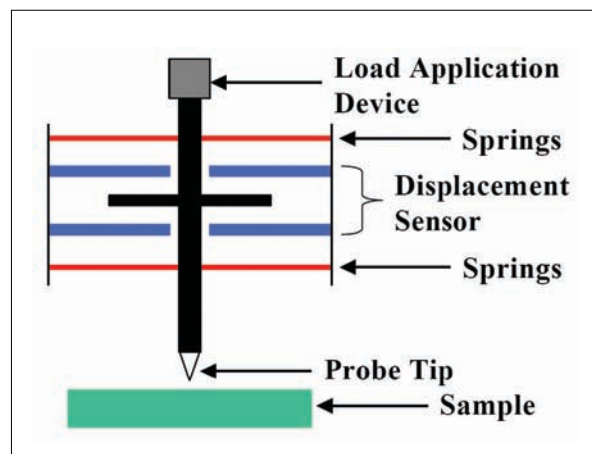


그림 1. Nanoindentation 시험 장치의 개략도

으로 구동되며, Micro Materials 사가 제작하는 장치는 수평으로 구동된다. 또한, MTS Nano Instrument, Micro Materials, CSIRO, CSM 등이 제작한 장치는 하중을 가하거나 압입깊이를 측정하기 위하여 각각 독립적인 장치를 활용하는데 비해 Hysteron 사의 시험 장치는 하나의 장치(정전기적 변환기; electrostatic transducer)를 사용한다.

2.2 경도 및 탄성계수 해석

앞 절에서 소개하였듯이 계장화 압입시험 중에 측정하는 것은 압입하중 P , 표면으로부터의 압입깊이 h , 시간 등이며 이 데이터로부터 탄성계수 E 와 경도 H 를 산출한다. 탄성계수는 아래 (1)식에 표시한 Sneddon stiffness equation⁽⁴⁾으로부터 산출하는데 이 식은 압자의 모양이 원뿔형태일 때를 기준으로 한 것으로 다른 형태의 압자로 시험하는 경우 압자형상 보정상수 β 를 곱하여 (2) 식을 사용하여 산출한다.

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

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

여기서 강성(stiffness) S 는 unloading 곡선의 최대하중 부분의 기울기로부터 구하며 압자형상 보정상수 β 는 축대칭형(구형 혹은 원뿔형) 압자의 경우 1, 사각뿔 형태의 Vickers tip의 경우 1.012, 삼각뿔 형태의 Berkovich tip의 경우 1.034 이다. E_r 은 환산탄성계수로 시편의 탄성계수 E_s , 압자의 탄성계수 E_i 와 다음의 관계를 갖으며 최종 목적 결과는 E_s 이다.

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

여기서 ν_s 와 ν_i 는 각각 시편과 압자의 포아송 비로 여기서 E_i 와 ν_i 는 알고 있어야 하는데 다이아몬드 압자의 경우 $E_i = 1141$ GPa, $\nu_i = 0.07$ 이다.

시편의 경도는 압입하중과 접촉투영면적(projected contact area) 자료로부터 계산할 수 있는데 그 관계는 다음과 같다.

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

여기서 접촉투영면적 A 는 contact depth h_c 의 함수로 실험적으로 얻는다. h_c 는 총 변형량 h_{max} 와 탄성 변형량 h_s 의 차이로 식 (5)와 같이 표시할 수 있는데 각각의 개념을 도식적으로 표시하면 그림 2와 같으며 하중-변형 곡선에서의 의미는 그림 3에 표시한 바와 같다.

$$h_c = h_{max} \times h_s = h_{max} - \varepsilon \frac{P}{S} \quad (5)$$

단, ε 은 압자선단 형상 상수로 flat punch의 경우 1, 포물면 모양(구형 포함), 삼각뿔(Berkovich) 혹은 사각뿔

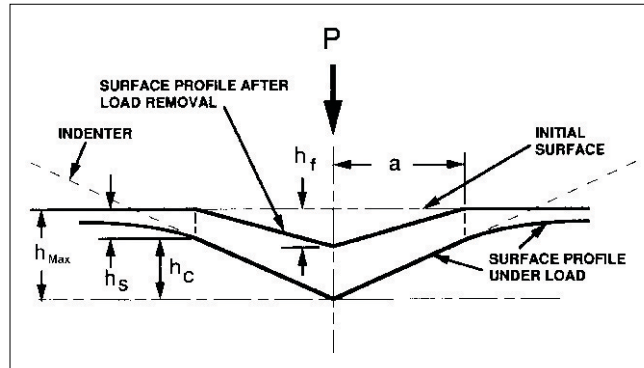


그림 2. 압입 시험시 변형양상 단면도. 시험결과 해석을 위해 사용한 측정 변수들을 표시하였다^[2].

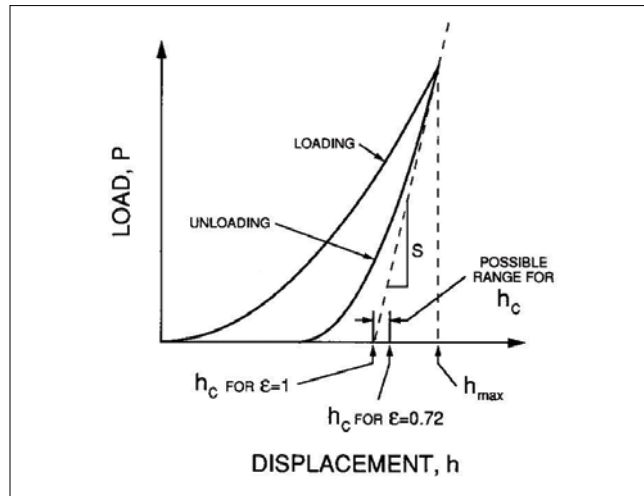


그림 3. 계장화 압입시험에 의해 얻어지는 하중-압입깊이 곡선. 시험결과 해석을 위하여 사용한 측정 변수들을 표시하였다.^[2]

(Vickers) 모양의 경우 0.75, 원뿔모양의 경우 0.72이다.

2.3 강성 연속측정 방법(CSM) 및 해석

앞 절에서 설명한 기본적인 나노 압입 시험(이후 기본 방법이라고 함)에서는 최대 압입 하중으로부터 하중을 제거할 때의 기울기로부터 강성(stiffness)을 얻기 때문에($S=dP/dh$) 최대 압입 깊이에서의 물성만을 얻는다. 그러나 기본적인 하중제어 혹은 압입깊이 제어 과정에 비교적 높은 진동수(45 Hz)의 진동을 첨가하면 한번의 시험으로 강성(S)을 압입깊이에 따라 연속적으로 얻을 수 있으며 이 자료로부터 압입 초기부터 최대 압입깊이까지의 연속적인 물성(경도, 탄성계수 등)을 산출할 수 있다. 이때의 진폭은 원래의 압입과정이 영향을 받지 않을 정도로 적도록 (예: 1nm 혹은 0.3 μ N)해야 한다. 이 CSM 방법을 이용한 시험에서는 변형진폭(h_0)과 하중진폭(F_0) 그리고 하중진동과 변형진동 사이의 phase angle 차이(ϕ)를 측정하는데 이 값을 다음의 (8)식 혹은 (9)식에 대입하여 시험의 강성(S)과 감쇄 상수(D_s)를 얻는다^[2]. 강성(S)과 감쇄 상수를 얻기 위한 식은 다음과 같이 정리할 수 있다.

$$\left| \frac{F_0}{h_0} \right| = \sqrt{((S^{-1} + C_f)^{-1} + K_s - m\omega^2)^2 + (\omega D)^2} \quad (6)$$

$$\tan \phi = \frac{\omega D}{(S^{-1} + C_f)^{-1} + K_s - m\omega^2} \quad (7)$$

이 식들을 동시에 시편의 강성 S 와 감쇠 상수 D_s 에 대하여 풀면 다음과 같다.

$$S = \left[\frac{1}{\frac{F_0}{h_0} \cos \phi - (K_s - m\omega^2)} - C_f \right] \quad (8)$$

$$D_s \omega = \frac{F_0}{h_0} \sin \phi - D \omega \quad (9)$$

폴리머 등의 중요한 물성 중의 하나인 손실 탄성율(loss modulus)은 다음 식을 사용하여 산출한다.

$$E'' = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{D_s \omega}{\sqrt{A}} \quad (10)$$

단, C_f 는 하중 축의 컴플라이언스 (MTS Nano II 장치의 경우, 약 1.13 m/MN), K_s 는 압자 지지 스프링의 강성 (MTS Nano II 장치의 경우, 약 60 N/m), D_s, D_i 는 각각 시편과 압자의 감쇠상수 ($D = D_s + D_i$), F_0 는 하중진폭, h_0 는 변형진폭, ω 는 진동수 (45 Hz), ϕ 는 하중진동과 변형진동 사이의 phase angle 차이, m 는 압자몽치의 질량 (MTS Nano II 장치의 경우, 약 6g) 이다. 여기서 C_f, K_s, D_i 등은 시험 전 교정을 통해 미리 정해진다.

3. 고강도 나노소재 역학특성 평가를 위한 나노 압입시험 조건

3.1 시험 조건 분석

Oliver^[2] 등은 하중을 완전히 제거하기 전에 4번의 반복 하중을 가해주고 100초 동안의 최대하중 유지하는 과정을 삽입하기를 추천하고 있다. 그 이유는 각각 역 소성 변형(reverse plasticity) 영향과 시간 의존적인 소성변형의 영향을 최소화하여, 소성변형 요소가 완전히 제거된, 가역적인 순수한 탄성변형에 의한 최종 하중 제거 곡선을 얻기 위한 것이다. 그러나 나노 압입시험 실험 조건을 정하기 위한 전제조건은 ‘한 압입 실험의 시간은 짧을수록 좋다’인데 그 이유는 온도 변화에 의한 시편 및 시험기 변형 영향 교정(thermal drift correction)을 올바르게 하기 위한 것이다. 즉 한 압입시험 공정의 시간이 길어질수록 시험 과정에서 온도 변화에 의한 변형 속도(thermal drift rate)가 변화할 가능성이 크며 따라서 온도 변화에 의한 변형 영향 교정이 제대로 이루어질 수 없기 때문이다.

최적 실험조건은 재료의 종류에 따라 다를 수 있는데, 하중을 가하고 제거할 때의 변형양상이 재료에 따라 조금씩 다르기 때문이다. 그림 4(A)는 사파이어에 대한 나노 압입시험 결과 중 최대 변형량 쪽 부분을 확대하여 나타낸 것으로 4번의 부하/하중제거 곡선이 거의 겹치는 것을 알 수 있다. 용융 실리카 (fused silica), 석영(quartz) 등과 DLC 박막, 초격자 박막, 나노 복합 박막을 포함한 경도가 높은 고강도 나노소재와 금속 및 세라믹 재료의 80% 이상이 이 부류에 해당하며 이와 같은 재료는 완전 탄성적인 하중제거 곡선을 얻기 위하여 최대 하중 유지과정과

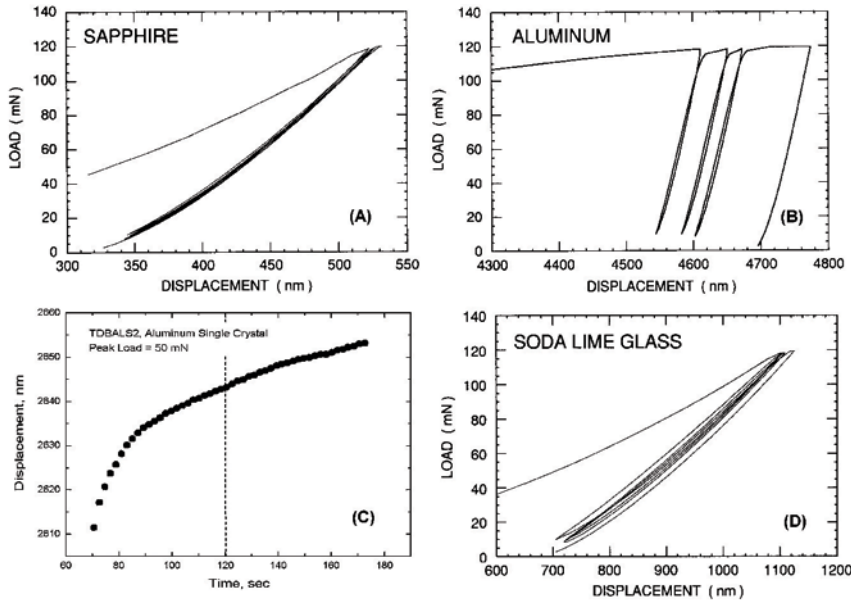


그림 4. 나노 압입시험 방법으로 측정된 (a) 사파이어^[2] (b) 알루미늄 단결정^[2] (c) 알루미늄 단결정에 대한 최대하중(50mN) 유지시간에 따른 압입깊이 변화를 나타낸 결과 (d) soda-lime glass^[2]의 하중에 따른 압입깊이 변화 양상의 최대하중 부분을 확대한 자료

반복하중을 가해주는 과정이 필요 없는 재료이다. 즉, 한번의 부하만으로 완전 탄성변형에 의한 하중제거 곡선을 얻을 수 있다.

반면, 그림 4(B)의 aluminum의 경우 네 번의 반복하중을 가하는 동안 변형량이 계속 증가하는 것을 볼 수 있는데 특히, 마지막 loading 후 최대하중에서의 변형량은 100초 동안의 최대 하중 유지 과정 중에 일어난 것이다. 이 경우, 그림 4(C)를 보면 알 수 있듯이, 최대 하중에서 하중을 100 초 동안 유지하여도 변형속도가 감소하기는 하여도 변형이 멈추지는 않는 것을 알 수 있는데, 더 많은 시간을 유지하여 시험시간이 길어질수록 온도 변화에 의한 변형 교정이 어려우므로 이 경우 역시, 경도와 탄성계수를 산출하기 위해서는, 반복 하중을 가해주는 과정과 최대 하중 유지 과정을 생략하는 것이 좋다. 텅스텐과 polymer 등이 이 부류에 속하는 재료이다.

세 번째로 분류할 수 있는 변형 양상은 소다석회 유리(soda lime glass)의 경우이다. 이 부류에 속하는 재료는 그림 4(d)에서와 같이 하중-변형량 이력곡선(hysteresis loop)을 그리며 변형하며 하중 제거 시 역 소성 변형이 다소 포함되어 있기 때문이라고 생각된다. 이 경우 하중을 반복적으로 가해주는 횟수가 증가할수록 하중-변형량 곡선 궤적의 차이가 감소하며 3번 혹은 4번의 반복 하중 후에는 거의 탄성적인 하중제거 곡선을 얻을 수 있다. 이 부류에 속하는 재료는 Oliver 등이 제시한 시험조건을 적극 적용할 필요가 있다.

3.2 온도 변화 영향 교정(thermal drift correction) 방법

나노 압입시험 중에는 시험기 주변 온도가 급격히 변화하는 것을 방지하여야 한다. 그 이유는 온도 변화에 의하여 시험장치와 시편이 팽창 혹은 수축하는 양도 모두 시험 중 압입깊이 변화량에 포함되어 측정되며 온도 변화량이 큰 경우 측정 결과(경도, 탄성계수)의 불확도가 급격히 증가하기 때문이다. 따라서 신뢰성 있는 시험결과를 얻

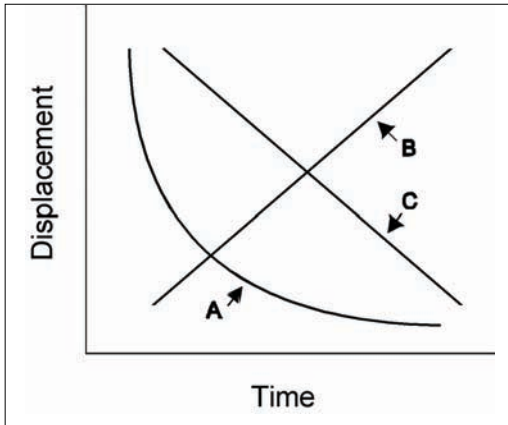


그림 5. 최소하중 유지 과정 중 시간에 따른 압입깊이 변화 양상

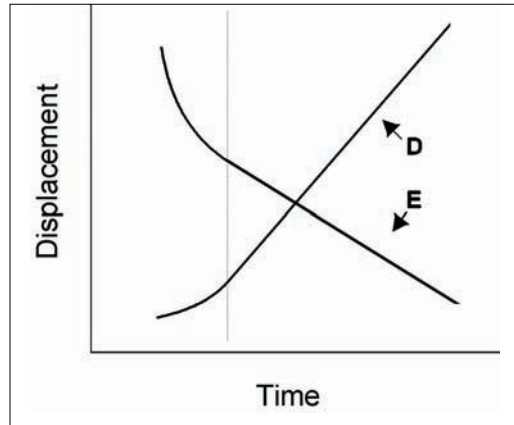


그림 6. 최소하중 유지 과정 중 시간에 따른 압입깊이 변화 양상

기 위해서는 시험기 주변 온도 변화를 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 이내로 유지하여야 한다. 그러나 나노 압입시험 중에는 압입깊이를 nm 수준으로 기록하기 때문에 시험기 주변 온도 제어만으로 주위 온도 변화 영향을 완전히 제거하기는 어렵다. 따라서, 시험 중 최종 하중 제거 전에 가능한 적은 하중(2 mN 이하)을 일정시간(수십 초) 유지하는 과정을 삽입하여 온도 변화에 의한 압입깊이 변화 속도 (thermal drift rate)를 기록하고 식 (11)을 사용하여 그 영향을 최대한 제거하여야 한다. 하중에 의한 시간의존 소성 변형(time dependent plasticity)이 일어나지 않을 정도의 미소 하중을 유지하면서 측정된 시간에 따른 변위 변화 양상을 분석해본 결과, 금속 및 세라믹 재료의 경우 그림 5 에서와 같이 크게 3 종류로 분류할 수 있었는데 B와 C 형태에 가까운 압입 깊이 변화 양상을 온도 변화에 의한 것이라고 볼 수 있다. 이 양상을 나타내는 재료의 경우 아래의 방법으로 온도 변화 영향을 제거하여야 하나, A 형태에 가까운 압입 깊이가 변화 양상은 시편 고유의 시간 의존 변형 특성에 의한 것으로 이 양상을 나타내는 재료의 경우 온도 변화 영향을 충분히 제거하기 어려우며 오히려 교정 과정을 생략하는 것이 불확도가 적은 결과를 얻는데 유리하다. 이 세 종류의 변위 변화 양상 이외에 그림 6의 D, E 와 같이 미소하중 유지 초기에 시간 의존 변형 특성이 한시적으로 나타났다 사라지는 경우도 많이 관찰되었는데 이와 같은 시편을 고려하여 시험 중에 그림 7에서와 같이 미소 하중 유지 과정을 두 부분으로 나누고 온도 변화 영향 제거를 위해서는 뒤 과정(step 5)에서 측정된 온도 변화에 의한 변형 속도 (thermal drift rate)만을 활용하는 것이 좋다.

$$\text{교정변형량} = (\text{변형량}) - (\text{평균 thermal drift rate}) \times \text{시간} \quad (11)$$

3.3 고강도 나노소재 역학특성 평가를 위한 나노 압입시험 조건

이상의 내용을 고려한 고강도 나노소재에 대한 최적 나노 압입시험 조건은 그림 7과 같다. 이 나노 압입시험 조건의 신뢰성을 평가하기 위하여 결정방향, 압입깊이 등의 영향이 거의 없다고 알려져 있는 bulk 알루미늄 단결정과 fused silica 그리고 (111) 결정방향으로 성장시킨 n+ doped 실리콘 단결정의 경도와 탄성계수를 나노 압입시험 방법으로 측정하고 그 결과를 각각 비커스 경도 시험기로 측정된 값(경도), 문헌에 보고된 값(탄성계수)과 비교하였다. 단, 모든 시편들에 대한 나노 압입시험 시험은 신뢰성을 높이기 위하여 10회 반복하였으며 그 평균과 불확도를 표시하였다. 그 결과는 표 1과 같은데, 나노 압입시험 방법으로 측정된 경도 값과 탄성계수 값이 각각 비커

스 경도 시험방법으로 측정된 값(경도), 문헌에 보고된 값(탄성계수)과 8% 이내의 차이만을 보이며 일치함을 알 수 있다.

4. 나노 압입 시험방법 표준화

Nanoindentation 시험 방법 표준화를 위하여 ISO p-member를 중심으로 2002년 12월 준비 위원회가 구성 되었으며 초안을 작성하였다. 준비 위원회 회의에서 작성된 초안은 여러 차례 수정 작업을 거쳐 2003년 10월 ISO 표준화 위원회 문서 (ISO CD)로 채택되었다. (ISO CD 14577-4, Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameter – Part 4: Test method for metallic and non-metallic coatings) 내

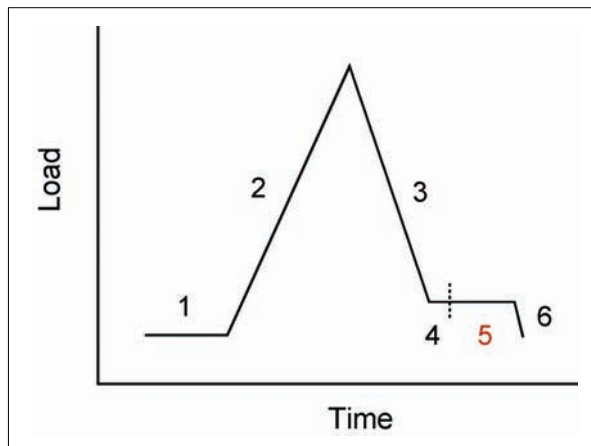


그림 7. 고강도 나노소재의 경도 및 탄성계수 측정을 위한 최적 나노 압입 시험 조건

- step 1: approach, 2 ~ 4 nm/sec
- step 2: loading, 2 nm/sec or strain rate (loading rate / load) 0.05 ~ 0.1
- step 3: unloading, 2 ~ 5 nm/sec
- step 4: low load (5% of peak load) holding, 5 ~ 10 sec
- step 5: low load (5% of peak load) holding, 30 ~ 50 sec for thermal drift correction
- step 6: full unloading

표 1. 미소 압입시험방법으로 측정된 탄성계수와 경도를 각각 문헌에 보고된 값(탄성계수)과 비커스 경도 시험법으로 측정된 결과와 비교한 결과. ± 기호 뒤에 표시한 숫자는 A type 표준 불확도이다.

Material	Literature Modulus and Hardness (GPa)	Nanoindentation experimental modulus and hardness (GPa)
Aluminum single crystal	E = 70.4 ^[5] H = 0.26±0.013	E = 70.8±0.1 H = 0.28±0.0016
Fused Silica	E = 72 ^[5] H = 9.2±0.12	E = 73.5±0.45 H = 9.4±0.1
Silicon single crystal (111), n+ doped	E = 168 ^[6] H = 12.35±0.4	E = 174±1 H = 12.5±0.08

용의 주안점은 지지층의 영향이 포함되지 않은 박막 고유의 경도와 탄성계수를 측정하는 것이며, 시험 결과에 지지층의 영향이 포함되었다고 판단되는 경우 그 영향을 제거할 수 있는 분석 방법을 제시하는 것이다. 현재 추가 수정 작업 중이며 올해 (2005년) 10월 회의를 거쳐 ISO 표준화 진행문서 (ISO DIS)로 채택되었다. 앞으로 추가 수정될 내용을 포함하여 정리하면 다음과 같다.

4.1 시험 조건

측정하고자 하는 박막의 특성과 측정 장치의 조절 변수를 고려하여 압자 형상, 최대 하중 혹은 압입 깊이, 반복 횟수, 최대하중 유지시간 등을 적절히 선택하여야 한다. 한 시편에 대하여 여러 번 압입시험을 하는 경우 이전 시험에 의한 압흔의 영향을 받지 않도록 시험 위치는 충분히 떨어져있어야 한다. Nanoindentation 시험시 고려하여야 하는 기본 조절 변수는 다음과 같으며,

- ① 최대 하중 (혹은 압입 깊이)
- ② 하중 속도 (혹은 변위 속도)
- ③ 최대하중 유지 시간
- ④ 데이터 수집 속도 (data logging frequency)

측정 결과에 영향을 미치는 인자는 다음과 같다.

- ① 지지층(substrate)의 경도, 탄성계수, 포아송 비
- ② 코팅층 두께
- ③ 지지층의 거칠기
- ④ 코팅층의 지지층에 대한 밀착력

4.2 시험 절차

- ① 원하는 부분에 대하여 시험할 수 있도록 시편을 지지대에 고정시킨다.
- ② 미리 설정한 시험 조건과 횟수만큼 시험을 실시한다.
- ③ 그림 8을 참고하여 온도 변화에 의한 변형 영향을 제거한다.

4.3 시험 결과 분석 및 평가

경도 혹은 탄성계수 측정 시험 결과를 분석하여 압입 깊이에 따라 일정한 값이 측정되면 이 값을 박막 고유의 경도 (혹은 탄성계수)라고 평가할 수 있으나 최대값을 보이고 감소하거나(substrate가 박막에 비하여 경도(혹은 탄성계수)가 낮은 경우) 계속 증가하는 경우(substrate가 박막에 비하여 경도(혹은 탄성계수)가 높은 경우) 측정값을 상대비교를 위해서 밖에 활용할 수 없다. 따라서 준비 중인 표준화 문서에서는 최대값을 보이는 경우 압입깊이를 박막 두께로 정규화(normalizing) (압입깊이/박막두께) 한 후 경도(혹은 탄성계수) 값을 표시하여 압입깊이/박막두께 값에 대하여 직선적으로 표시되는 부분을 직선적으로 연장하여 이 선이 경도(혹은 탄성계수) 축과 만나는 값을 박막 고유 값으로 평가한다. 그러나 경도의 경우 직선적으로 표시되지 않는 경우가 많고 이 방법의 신뢰성이 검증되지 않아 FEM simulation 방법에 의한 고유경도 산출 방법을 확립하고 제안할 예정이다.

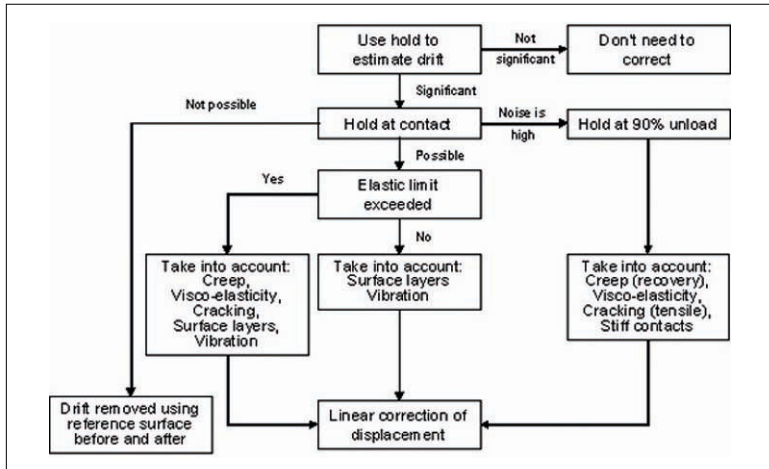


그림 8. 시험 중 온도 변화에 의한 변형 영향 제거를 위한 판단 체계도

4.4 결과 보고

- ① 시료의 식별에 필요한 정보
- ② 압자의 모양 및 재료
- ③ 시험조건(최대하중 또는 최대 압입깊이, 하중속도 또는 압입속도, 시험 싸이클 등)
- ④ 시험결과, 시험 횟수, 평균, 표준편차
- ⑤ 압입깊이 원점을 잡기 위한 방법
- ⑥ 시험 온도 및 습도
- ⑦ 시험 날짜 및 시간
- ⑧ 시험결과 분석 방법
- ⑨ 이 규격에 언급되어 있지는 않으나 시험결과 해석에 중요하다고 생각되는 모든 정보

4.5 불확도

[A형 불확도(random uncertainties)]

A형 불확도에는 다음의 내용을 포함하여야 한다.

- ① 원점 선정 불확도
- ② 하중 및 압입깊이 측정 불확도 (진동의 영향, 자기장의 세기 변화 등의 영향을 포함함)
- ③ 하중 제거 곡선 맞춤과정 불확도
- ④ 온도 변화에 의한 압입깊이 변화 속도(thermal drift rate)에 의한 불확도
- ⑤ 표면 거칠기에 의한 접촉면적 불확도

[B형 불확도(systematic uncertainties)]

B형 불확도에는 다음의 내용을 포함하여야 한다.

- ① 하중, 압입깊이 불확도

- ② 시험기의 컴플라이언스(compliance) 불확도
- ③ 압자 형상함수 불확도
- ④ 시편 기울기에 의한 불확도

5. 계장화 압입시험 경도(H_{IT})와 비커스 경도 관계

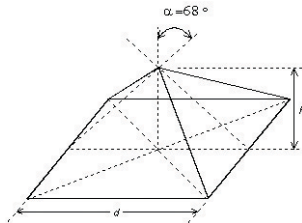
Nanoindentation 시험 방법 (계장화 압입시험 방법)으로 측정된 경도, H_{IT} 는 적절한 환산 관계식을 사용하여 비커스 경도, HV로 환산할 수 있다. 이의 적절한 활용을 위하여, ISO에서는 계장화 압입시험 관련 규격^[8]을 제정하면서, 계장화 압입시험 경도와 비커스 경도 관계를 부속서 F(Annex F)로 첨부하였는데 국제 규격 구성 조건 중의 하나인 단순화를 위하여 관계식의 상세한 유도과정을 생략하였으며 H_{IT} 의 단위도 N/mm^2 으로 통일하였다.

본 절에서는, 이 식에 대한 정확한 이해를 통한 적절한 활용을 돕기 위하여 압자 모양에 따른 환산 식 유도 과정을 상세하게 소개하고자 한다. 여기서, H_{IT} 의 단위로는 주로 많이 사용되는 GPa를 사용하였다.

단, 이 환산식을 사용하여 H_{IT} 값으로부터 산출한 HV 값을 아무런 언급 없이 일반 비커스 경도기로 측정된 HV 값으로 표시하는 것은 피해야 한다. 그 이유는 재료 종류마다 압입시험에 따른 변형 거동(pile up, 역소성 변형, 시간의존 변형 등) 특성이 다르며 이 환산식 산출과정에서는 이에 대한 고려가 되어있지 않기 때문이다. 특히, 이 환산식은 압자를, 압자 선단 무덤 혹은 등선이 없는, 이상적으로 뾰족한 형상으로 가정하여 산출한 것이기 때문에 얇은 압입깊이(Berkovich 압자의 경우 약 300 nm 이하, 비커스 압자의 경우 $3\mu m$ 이하)에서 측정된 H_{IT} 를 HV로 환산하는데 사용하기에는 적합하다고 말하기 어렵다.

5.1 압자 형상인자

(1) 비커스 압자



$$A_s = 4 \times \left(\frac{1}{2} \times d \times \frac{h}{\cos \alpha} \right) \text{ 또한 } d = 2h \tan \alpha$$

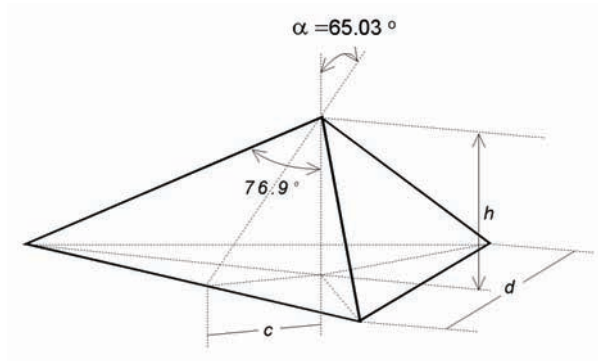
따라서

$$A_s = 4 \times \left(\frac{\tan \alpha}{\cos \alpha} \right) \times h^2 = 4 \times \left(\frac{\tan 68}{\cos 68} \right) \times h^2 = 26.4286h^2$$

그리고

$$A_p = d^2 = (2h \tan 68)^2 = 24.5h^2$$

(2) Berkovich 압자



그런데

$$A_s = 3 \times \left(\frac{1}{2} \times d \times \frac{h}{\cos \alpha} \right)$$

$$\frac{d}{2} = \frac{c}{\tan 30}, \quad d = 2\sqrt{3} \times h \times \tan \alpha, \quad \tan \alpha = \frac{c}{h} \quad \text{이므로}$$

그리고

$$A_s = 3 \times \left(\frac{1}{2} \times (2\sqrt{3} \times h \times \tan \alpha) \times \frac{h}{\cos \alpha} \right) = 3\sqrt{3} \frac{\tan 65.03}{\cos 65.03} h^2 = 26.4328h^2$$

$$A_p = \frac{1}{2} \times d \times \frac{\sqrt{3}}{2} \times d = \frac{\sqrt{3}}{4} d^2 = 3\sqrt{3} (\tan 65.03)^2 h^2 = 23.962h^2$$

5.2 경도 환산⁸⁾

(1) Perfect Berkovich 압자의 경우

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{23.962}{26.4328} = 0.9065$$

여기서 A_p 와 A_s 는 각각 압흔의 투영면적과 접촉면적. 그런데,

$$H_{IT} [GPa] = \frac{F}{A_p}$$

이므로

$$H_s [GPa] = \frac{F}{A_s} = \frac{F}{A_p} \times \frac{A_p}{A_s} = 0.9065 \times H_{IT} [GPa]$$

그런데,

$$HV [kg_f / mm^2] = H_{ss} [N / mm^2] / 9.80665 = H_s [GPa] \times \frac{10^3}{9.80665}$$

따라서

$$HV [kg_f / mm^2] = \frac{0.9065 \times 10^3}{9.80665} \times H_{IT} [GPa] = 92.44 \times H_{IT} [GPa]$$

(2) Modified Berkovich 압자의 경우

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24.4943}{26.9676} = 0.9083$$

따라서

$$HV [kg_f/mm^2] = \frac{0.9065 \times 10^3}{9.80665} \times H_{IT} [GPa] = 92.62 \times H_{IT} [GPa]$$

(3) 비커스 압자의 경우

$$\frac{A_p}{A_s} = \frac{24.5}{26.4286} = 0.927$$

따라서

$$HV [kg_f/mm^2] = \frac{0.927 \times 10^3}{9.80665} \times H_{IT} [GPa] = 94.53 \times H_{IT} [GPa]$$

감사의 글

본 연구는 21세기 프론티어연구개발사업인 '나노소재기술개발사업단'의 지원으로 수행 되었습니다.

❁ 참고 문헌

- [1] National Nanotechnology Initiative website: <http://www.nano.gov/>
- [2] W. C. Oliver and G. M. Pharr, J. Mater. Res. 7, 1564 (1992).
- [3] M. F. Doerner and W. D. Nix, J. Mater. Res. 1, 601 (1986).
- [4] I. N. Sneddon, Int. J. Eng. Sci. 3, 47 (1965).
- [5] G. Simmons and H. Wang, in Single Crystal Elastic Constants and Calculated aggregate Properties: A Handbook 2nd ed., The MIT Press, Cambridge, Ma (1971)
- [6] G. R. Antis and P. Chantikul, J. Am. Ceram. Soc., 64, 533 (1981)
- [7] W.C. Oliver and G.M. Pharr, J. Mater. Res. 19, 3 (2004).
- [8] ISO 14577-1



한 준 희

· 한국표준과학연구원 물질량표준부
 · 관심분야 : 미소재료역학적특성평가 기술개발 및 표준화
 고경도 박막합성
 · E-mail : juny@kriss.re.kr