

압흔의 해석 및 모델링에 관한 동향

한국과학기술정보연구원
전문연구위원 김환태
(htkimm@reseat.re.kr)

1. 서론

- 박막, 다공성 구조, 생체재료 등과 같이 복잡한 시스템을 갖는 재료에 하중을 가하고 압흔(indentation)을 측정하여 기계적 성질을 구하는 경우, 재료의 압흔 역학과 물리적 특성을 충분히 고려해야 한다.
- 본고에서는 균일계와 불균일계에 있어서의 연속체에 대한 모델링, 나노 인텐테이션 실험에 관한 미세조직의 크기효과와 원자단위의 모델링 등에 대하여, 즉석에서 투과형 전자현미경(TEM)을 이용하여 나노크기로 해석하는 기술들을 소개하였다.

2. 재료의 압흔 반응에 따른 기계적 성질의 도출

- 압자 선단과 재료의 경도
 - 압자 선단(indenter tip)은 예각형(sharp)과 구형(spherical)이 사용된다.
 - 예각형 압자는 연성재료의 소성-탄성값을 구하는 데 알맞다.
 - 구형 압자는 취성재료의 소성-탄성값을 구하는 데 알맞다.
 - 규모가 작은 재료에 대한 경도시험의 적용성을 높이기 위해서는 하중을 제거한 후에 접촉 면적을 정확하게 측정하는 기술이 필요하다.
 - 깊이 탐지 압흔(depth-sensing indentation)과 컴퓨터 프로그램이 개발되어 경도뿐만 아니라 하중-침투깊이를 측정하여 재료의 압축 응력-변형 곡선, 탄성계수, 소성 응력-변형 거동, 크리프 거동 등을 정확하게 구할 수 있게 되었다.
- 탄성계수와 소성 응력-변형 거동의 평가

- Oliver와 Pharr가 제안한 하중-침투깊이의 해석법은 재료의 탄성계수와 경도를 구하는데 있어서 가장 보편적으로 사용되고 있다.
- 하중-침투깊이를 정확하게 해석하기 위해서는 측정장비 컴플라이언스의 면밀한 교정, 최초 압자-표면 접촉부의 압흔 그리고 면적함수의 결정 등이 매우 중요하다.
- 재료의 소성 응력-변형에 대한 거동을 해석하기 위하여 양함수표시의 계단식 방법(explicit step-by-step methodology)을 활용하였다.
- 압흔 방법을 사용하여 공업용 금속재료의 성질을 구하는 과정에서 압흔의 크기와 재료의 종류에 따라 많은 노력이 동원되었다.

○ 다층구조 적층재료의 압흔 분석

- 실제의 마이크로 층상 금속과 나노 층상의 금속에서 변형 기구를 변화시켜가며 압흔시험을 하였는데 크기에 의존하는 효과는 발견되지 않았다.
- 균질화된 다층 금속(A층과 B층으로 구성) 모델의 경도는 순수 A 재료와 B 재료의 평균값과 거의 정확하게 일치하였다.
- 균일한 재료와 균질화된 층상 금속의 경도/항복강도 비율을 계산할 수 있는데, 그 비율은 약 2.93으로 구해졌다.

○ 경질 입자/연질 기지 시스템의 압흔 조사

- 입자강화 금속기지 복합재료, 입자강화 고분자기지 복합재료, 분산강화 합금, 석출경화 합금 등에 대한 압흔시험에서 얻은 응력-변형 거동을 토대로 경질 입자-연질 기지 시스템으로 구성된 재료의 압흔 모델링을 분석하였다.
- 압흔시험을 마친 Al/SiC 복합재료의 금속조직을 분석한 결과, 압자가 떨어진 후에도 압흔의 바로 아래 부분에서 입자의 농도가 뚜렷하

게 증가한 것을 보여준다.

- 이것은 하중이 제거된 뒤에 재료에 남은 압축잔류 응력장에 기인된 것으로서, 유한요소분석을 통해 설명할 수 있다.
- 내부에 기공을 지닌 재료에 대한 압흔시험 결과는 경질 입자-연질 기지의 2상 구조 재료의 압흔시험 결과와 다른 거동을 보여 준다.
- 이것은 압흔시험 시 하중이 부과되면 국부적인 기공이 압착되어 나타나는 현상으로서, 이에 따라 재료 전체의 기계적 성질이 저평가되는 결과를 초래하게 된다.

○ 불균일 재료의 국부적 압흔 거동

- 다상 조직 재료의 마이크로 스케일 또는 나노 스케일 규모의 특정한 본질을 정밀 조사하기 위하여 실제적인 응용면에서 나노인덴테이션 측정법이 자주 이용된다.
- 불균일한 미세조직이 국부적인 압흔의 반응에 미치는 영향에 관한 분야는 아직까지는 연구가 수행되지 않고 있다.
- 실제적인 재료시스템의 기계적 거동을 정확하게 정밀 조사하기 위해서는 나노인덴테이션의 응용도를 증가시킬 수 있는 작업들을 수행해야 한다.

○ 경사 기능재료의 압흔 분석

- 깊이에 따라 영률이 증가하는 경사 알루미늄-유리 복합재료를 제조하는데 압흔을 적용할 경우, 구형체 압흔의 바로 아래에 헤르츠의 원추형 균열들이 완전하게 눌러있는 것을 보여준다.
- 이와 같은 혁신은 공업용 세라믹 재료의 응용에서 접촉-손상에 대한 저항성을 향상시켜 줄 수 있는 새로운 가능성을 제공해 준다.

- 열용사와 같은 종래의 용착기술을 사용하는 경우, 복합상 사이의 하중전달이 불완전하게 진행되기 때문에 압흔시험의 결과를 이용하는 데 어려움이 있다.

○ 연속처리에 미치는 압흔 크기의 영향

- Berkovich 압자(다이아몬드 3각뿔 압자)를 사용하여 두 종류의 압흔 크기 효과(ISE: Indentation Size Effect)에 대한 반응을 조사한 결과 두 종류의 반응이 나타났다.
- 첫째, 최대 침투깊이가 400~10,000nm 범위인 경우, 최대 침투깊이가 증가할수록 경도는 꾸준히 감소하면서 연속적인 하중-침투깊이 곡선을 보여 준다.
- 둘째, 최대 침투깊이가 400nm보다 작은 경우, 압흔 깊이에 상관없이 경도는 거의 일정한 값을 보여 주며, 변형이 탄성 요소와 소성 요소로 구분되어 나타난다.

3. 나노인덴테이션의 원자론적 모델링

○ 문헌 조사

- 원자론적 방법에는 잘 알려진 분자동력학 시뮬레이션 이외에도 정에너지 최소화, 안장점 계산을 위한 연속 상태 접근법, 몬테칼로 방법, 과분자 동력학 등이 있다.
- 컴퓨터에서 원자동력학을 구동하는 표면 위치에너지(PES)는 실험적으로 맞춰지는 함수이다.
- 1998년 Kelchner 등은 스칼라 측정법을 발명하여 압흔 후 전위의 거동을 분석하였다. 그들은 면심입방체 격자의 내부에서 중심-대칭 매개변수를 활용하여 완전 전위와 부분 전위를 구별하였다.
- 압흔시험 시 압자 하부의 결정립계가 보이는 반응으로는 결정립계

슬라이딩과 전위의 싱크(sink) 위치 역할을 들 수 있다.

○ 향후 연구 방향

- 원자론적 모델링은 다음과 같은 3가지 도전에 직면해 있다.
 - 표면 위치에너지 설명의 정확성
 - 길이의 규모
 - 설계되는 시간의 규모
- 실제적인 측면에서 볼 때, 3가지 도전 중에서 설계되는 시간의 규모가 가장 위협적이다.
- 실제의 시료에는 점결함, 기공, 개재물, 전위 등이 포함되어 있기 때문에 불균일 생성, 즉 이미 존재하고 있는 결함과 가까운 곳에서 전위들이 생성될 개연성이 높다.
- 시간의 규모에 명확하게 접근하기 위해서는 과분자 동역학, 이합체 동역학, 또는 현재 개발중에 있는 장시간 규모 방법 등을 채택하는 것이 필요하다.

4. 나노인덴테이션의 현지 관찰

○ 개요

- 최근 나노인덴테이션의 현지 관찰에 투과전자현미경을 이용하여 재료의 미시적 거동을 현상학적으로 해석하고 탄성영역 극한점에서 고체의 기계적 거동을 분석하는 연구결과들이 많이 발표되고 있다.
- 이와 같은 실험 기술을 활용하여 체적 재료와 박막에서 나노인덴테이션-유기에 의한 변형 거동을 직접 관찰할 수 있게 되었다.

○ 실리콘 재료

- 압흔 하중과 같은 대변형 조건에서 Si 내부의 전위조직이 관찰되었다.

- 압흔이 깊은 경우, 압흔 과정에서 금속과 같은 압출이 형성되었다.

○ 알루미늄 박막

- 대부분의 금속들은 고유한 산화막을 형성하기 때문에 나노인덴테이션 하중에 의한 재료의 항복은 재료 자체의 소성 변형에 의한 개시보다는 산화막의 파괴에 의해 지배된다.
- 알루미늄에 대한 나노인덴테이션 과정에서 알루미늄의 결정립계는 400nm 이하의 폭에서 이동하는 것이 관찰되었다.

○ 향후 방향

- 투과전자현미경을 이용하는 나노인덴테이션의 현지 관찰법은 작은 부피의 고체 물질에 대한 나노케미컬 거동을 연구할 수 있는 유일한 방법이며, 이 기술은 압흔 현상 및 재료의 변형거동과 연관되는 메커니즘을 완전하게 이해하는데 필수적으로 사용될 것이다.

5. 나노인덴테이션의 비전통적인 사용

○ 나노튜브의 역할

- 나노튜브에 대한 조직적 인장시험을 위하여 수직하중의 부과와 압자선단부의 이동을 정밀하게 조정하여 실시하였다.
- 순수한 압축상태 하에서 나노튜브 조직의 유효 좌굴하중을 측정하기 위하여 압흔시험을 실시하였다.

○ 연질 생체재료

- 뼈, 연골 등과 같은 경질의 생체재료와 달리 안구, 두뇌, 내장, 허파 등과 같은 연질의 근육조직의 기계적 거동을 분석할 때는 점성효과, 많은 변형량 등을 고려해야 한다.

- 호흡기 생리학 분야의 경우, 압흔시험을 이용하여 서로 다른 압력에서 허파의 탄성계수를 측정한다.
- 호흡하는 과정에서 가압액체 탄성학적 변형을 컴퓨터 모의실험하기 위하여 허파의 흉막표면과 흉곽벽에 대한 마이크로인덴테이션 실험이 실시되었다.

○ 나노가공과 제조

- 잉곳 형태의 재료로부터 반도체 기판을 제조하는 반도체 산업의 다단계 공정에서는 극도로 높은 허용오차가 요구된다. 웨이퍼의 기계가공 과정에서 웨이퍼의 표면을 보호할 목적으로 나노인덴테이션을 사용하여 물질 제거에 관한 메커니즘을 연구하고 있다.
- 비화학적인 방법의 한 가지인 서브미크론 크기의 나노임프린트 석판 인쇄기술 과정에서 나노인덴테이션을 사용하여 제품의 품질을 높이는 연구가 수행되었다.
- Tweedie 등은 540개의 고분자 마이크로도트 샘플의 조합형 재료 연구에 나노인덴테이션 기술을 활용하여 재료의 물성을 분석하였다.

6. 결 론

- 압흔시험은 측정장비와 컴퓨터의 기능 향상에 힘입어 재료의 내부구조를 마이크로 스케일에서 나노 스케일에 걸쳐 관찰할 수 있게 함으로써 재료의 변형과정과 미세조직을 근본적으로 이해하는 데에 큰 도움을 줄 것이다.

출처 : Andrew Gouldstone, Nuwong Chollacoop, Ming Dao, Ju Li, Andrew M. Minor, Yu-Lin Shen, "Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentals and modeling", *Acta Materialia*, 55, 2007, pp.4015~4039

◁ 전문가 제언 ▷

- 나노인덴테이션(nanoindentation)법은 접근이 어려운 원자력발전소 설비나 시험편 채취가 어려운 산업설비 부품 그리고 크기가 매우 작아서 표준시편의 채취가 불가능한 용접열영향부와 미세조직적 경사가 있는 국소영역의 강도 특성을 효율적으로 평가할 수 있는 첨단 평가기술이다. 또한 재료의 표면 및 표면근방(층), 얇은 막 등의 경도 측정에도 매우 효과적이다. 그러나 나노인덴테이션법은 압흔 하중이 10gf 이하로 작아서 시료 표면에 형성되는 압흔인 「움푹 패임」의 크기가 매우 작으므로 이것을 측정하고 해석하는 기술이 필요하다.
- 조합형(combinatorial), 초고속 검색(HTS: High-Throughput Screening) 개념을 도입하여 1995년에 시작한 ‘조합형 재료과학(combinatorial material science)’ 분야에서 재료의 탄성계수, 경도 결정구조 등과 같은 여러 특성을 조사하고 분석하는 데 있어서 나노인덴테이션 기술은 매우 유용하고 효과적인 재료측정분석 기술로 활용할 수 있다.
- 나노인덴테이션법에서는 압흔하중이 초(극)미소인 경우 압자(indenter)의 선단의 형상이 경도에 많은 영향을 미치므로 다이아몬드 4각뿔 압자 대신에 다이아몬드 3각뿔 압자(Berkovich 압자)를 많이 사용한다. 다이아몬드 3각뿔 압자는 세 개의 면이 한 개의 점(삼각점)에서 만나도록 가공하는 작업이 비커스 경도계에서 사용하는 다이아몬드 4각뿔 압자에 비해 수월하다.
- 나노인덴테이션법의 재현성을 향상시키고 나노인덴테이션 데이터의 신뢰성을 높이기 위해서는 압자 선단부의 곡률반경의 변화가 경도값에 미치는 영향, 부하 하중의 안정성을 위한 하중부하 기구의 검토, 측정 데이터의 평가법의 확립 등에 대한 연구가 필요하다.
- 우리나라의 (주)프론틱스에서 서울대학교와 공동으로 개발하여 상품화한 연속압흔시험기인 AIS 2000(Advanced Indentation System 2000)은 폭이 좁은 용접열영향부의 강도와 잔류응력 등 국소영역의 재료특성을 평가하는 데 매우 유용한 장비이다.