

비파괴적 연속압입시험: 대형구조물로부터 nano소재까지의 응용연구

Nondestructive Advanced Indentation Technique: The Application Study from Industrial Structure to Nanomaterial

전은채*†, 권동일*, 최 열**, 장재일**
 Eun-chaе Jeon*, Dongil Kwon*, Yeol Choi** and Jae-il Jang**

초 록 재료에 가해지는 하중에 따른 변형정도를 측정하는 연속압입시험은 비파괴적으로 재료의 기계적 물성을 직접 평가할 수 있는 기법으로, 하중의 범위에 따라 macro, micro 그리고 nano의 세 범위로 나눌 수 있다. Macro 범위는 kgf 영역에서 사용되어, 국부 영역의 인장물성과 신뢰성 저하의 주요 원인인 잔류응력을 구할 수 있으며, 최근에는 국내기술에 의해 관련 기기와 기술이 개발되었다. 산업구조물, 사용중인 배관 등 기존 시험법으로는 평가하기 힘든 소재의 신뢰성 평가에 많은 활용이 이루어지고 있다. Micro 범위는 gf 영역으로, macro 범위보다 높은 분해능에 의해 용접부 등 물성 구배가 존재하는 재료에 사용된다. 한편 mgf 영역의 극미소하중에 적용되는 nanoindentation technique은 기본적으로 경도와 탄성계수를 구할 수 있으며, 잔류응력, 인장물성 등을 유도하는 연구가 진행 중이다. 반도체 재료, 다상 재료, 바이오 소재 등에서 많은 활용이 이루어지고 있으며, 그 수요가 급격히 증가하고 있는 추세이다. 이러한 연구들을 바탕으로 하여 국제 표준 규격 및 국내 표준 규격의 제정이 추진 중이다.

주요용어: 연속압입시험, 신뢰성, 기계적 물성, 잔류응력

Abstract The continuous indentation techniques are one of the most effective methods to nondestructively estimate mechanical properties. There are many applications in various dimensions of materials from macro-scale, through micro-scale, even to nano-scale range. The macro-range technology of kgf-load level is now focused on the evaluation of tensile properties and residual stress of bulk materials, for example, used in conventional load-bearing structures and in-use pipelines. The technology and the apparatus were successfully developed by a domestic research group. The micro-range technology of gf-load level can be applied to investigate some property-gradient materials such as weldment. Because it has better spatial resolution than the macro-range technology. The nano-range technology (called nanoindentation technique) of mgf-load level is basically used to evaluate hardness and modulus of micro- and nano-materials. Moreover, many researches are going on to measure tensile properties and residual stress. The nanoindentation technology is easy to be applied to the various fields, such as semiconductor devices, multiphase materials, and biomaterials, though other methods are too difficult to be applied due to dimensional or environmental limitations. On the basis of these accomplishments, the international and the domestic standards are being established.

Keywords: continuous indentation technique, reliability, mechanical properties, residual stress

1. 서 론

재료의 강도 특성은 재료의 신뢰성을 결정하는 매우 중요한 인자이다. 기존의 강도 특성을 평가하는 시험법으로는 일축인장시험, 충격시험 그리고 파괴인성시험 등이 있다. 이들 시험법은 오랜 기간 사용되었기 때문에, 표준화가 잘 이루어져 있고, 많은 정보를 제공해주는 장점을 갖고 있다. 그러나 특정 응력상태를 유지하기 위하여 일정 크기 이상의 시편을 요구하며, 파괴적인 시험법이기 때문에 사용중인 재료나, 최근 수요가 늘고 있는 미소재료에는 적용하기 어려운 단점이 있다. 또한 평균적인 물성만 제공하기 때문에 용접부와 같은 국부적으로 물성이 변하는 재료의 평가가 어렵다.

사용중인 구조물 등의 재료의 신뢰성 평가는 초음파, 방사선, 자기적 시험법 등의 비파괴적 시험법을 사용하는 것이 일반적이다. 이러한 비파괴 시험법들은 재료 내에 존재하는 균열을 탐지하는 분야에서는 탁월한 성능을 발휘하고 있으나, 사용중에 발생하는 재질형 열화를 탐지하지는 못한다. 재질형 열화의 평가를 위해서 레플리카, 경도법 등이 사용되나, 경험적이며, 간접적인 평가방법이라는 한계를 갖고 있다.

따라서 비파괴적이며, 재료 물성을 직접적으로 평가할 수 있는 평가법이 필요하며, 이러한 평가법으로 기존의 경도 시험법을 개선한 연속압입시험법이 각광을 받고 있다. 기존의 경도시험법은 일정하중을 재료에 가하고 제거한 뒤 남아 있는 압흔의 크기를 측정하는데 반해, 연속

압입 시험법은 하중의 변화에 따른 압입깊이의 변화를 연속적으로 동시에 측정하여, Fig. 1과 같은 압입하중-변위곡선을 얻는다. 얻어진 압입하중-변위곡선을 정량적으로 분석하여, 다양한 기계적 물성을 얻을 수 있으며, 일반적으로 하중에 따라 다르나 최대 수백 μm 이내의 압흔만을 생성하기 때문에 비파괴적이며, 시편 크기의 제한이 거의 없는 시험법이라 할 수 있다. 또한 시험기기를 소형화할 경우에는 실제 사용중인 구조물에 기기를 직접 부착하여 시험을 수행할 수 있다.

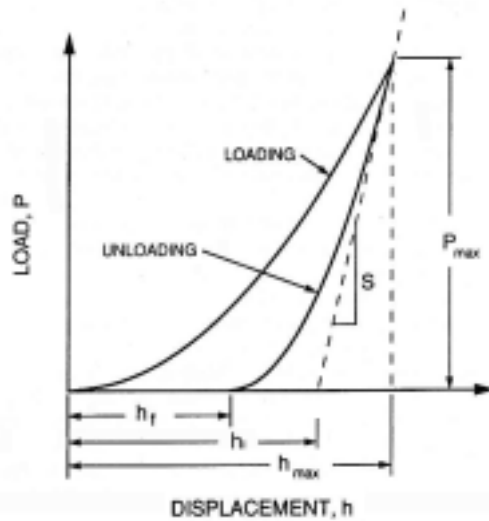


Fig. 1 The schematic diagram of a load-depth curve

Table 1 The classification of continuous indentation technique according to applied load range

하중범위	주요분야	활용분야
Macro range (kgf order)	설비, 구조물의 안전진단	<ul style="list-style-type: none"> 인장시험편 채취가 어려운 가동전후 및 가동중의 설비/구조물의 인장물성 평가 발전설비 및 유화설비 등 고온고압에서 운용되는 주요 설비의 열화 물성 및 수명 평가 신축된 설비/구조물 부재의 PQ (pre-qualification) 시험 철강 및 금속가공품 생산 공정시 경제적이고 신속한 품질 검사
Micro range (gf order)	실험실적 국부영역 특성 평가	<ul style="list-style-type: none"> 용접열영향부와 같이 미세조직적 경사를 가진 국소영역의 강도 및 잔류응력 변화 평가 개발중인 소규모 신합금의 기계적 특성 평가 다상 재료의 상 별 강도 특성 평가
Nano range (mgf order)	극미소 시편의 특성평가	<ul style="list-style-type: none"> 박막의 공정 별 신뢰성 평가를 통한 최적 공정 결정 반도체 공정에 사용되는 wafer 코팅의 강도 및 wear 특성 평가 치아, 뼈 등의 bio-materials의 계면부 특성 평가 Cantilever beam 재료의 항복강도 및 탄성계수 평가

연속압입시험은 사용하는 하중의 범위에 따라 Table 1 과 같이 크게 세 가지로 나눌 수 있다. 기존 경도시험법 과 유사한 하중범위인 kgf를 사용하는 macro range, microVickers 시험법과 유사한 하중범위인 gf를 이용하는 micro range, 그리고 극저하중인 mgf를 사용하는 nano range로 나눌 수 있다. 특히 nano range에서의 연속압입시험은 nanoindentation이라 하여 macro range, micro range와 구별된다. 그 이유는 macro range와 micro range는 하중범위가 다르기는 하나, 대체로 벌크 재료에 적용하는 공통점을 갖고 있는 반면, nano range는 박막, MEMS 등 최근에 개발된 미소재료에 적용되기 때문이다. 따라서 연속압입시험법은 크게 두 가지로 나누어져 연구가 진행 중에 있으며, 적용대상 및 유도 물성도 달라진다.

본 논문에서는 현재 국내외에서 진행 중인 연속압입시험의 연구 동향에 대해 살펴보고, 비파괴시험법으로서 대형구조물 뿐만 아니라 최근 각광받고 있는 nanotechnology에의 적용가능성에 대해 연구하였다.

2. Macro, micro range에서의 연속압입시험법의 적용

기존에 경도시험법에서 사용되어 온 하중범위를 사용하는 연속압입시험에서는 주된 적용 대상이 사용 중인 대형 구조물, 용접부, 강판 등 벌크 재료이다. 벌크 재료에서 가장 중요한 기계적 물성은 인장 물성이므로, 연속압입시험을 통해 인장 물성을 유도하는 연구가 가장 활발히 진행되어, 좋은 결과를 보여주고 있으며, 용접부 등의 신뢰성 저하의 큰 원인인 잔류응력을 평가하는 연구도 많은 연구가 진행되고 있다. 그 외에도 고온 환경에서 사용되는 구조물의 물성 평가를 위한 고온시험, 계장화 정도 평가법 등의 연구가 진행중에 있다.

2.1. 유동특성 유도 압입시험법

일축인장시험으로 얻을 수 있는 항복강도, 인장강도, 가공경화지수 등의 유동 특성은 재료의 가장 기본적인 기계적 특성이다. 구형압입자를 이용하여 연속압입시험을 수행할 때, 압입깊이가 증가함에 따라 압입자와 재료 간의 평균압력도 증가하는 현상을 정량적으로 분석하면 유동특성을 유도할 수 있다.

2.1.1. 이론적 배경[1]

압입시험은 일축인장시험과 달리 동일한 변형률이 나타나지 않는다. 따라서 전체 변형을 대표할 수 있는 변형률을 정의하여야 하며, 압입자 하부의 변형양상을 정량적으로 분석하면, 아래와 같은 대표 변형률(ϵ)을 구할 수 있다. 이 때 μ 는 0.1 정도의 값을 갖는 상수, a는 재료와 압입자의 접촉반경, R은 압입자 반경이다.

$$\epsilon = \frac{\alpha}{\sqrt{1 - (a/R)^2}} \frac{a}{R} \tag{1}$$

구형압입자로 시험을 수행하면, Vickers 압입자로 실험할 때와는 달리 압입깊이에 따른 경도값, 즉 평균압력이 완만히 증가한다. 이 평균압력은 압입자가 재료에 가하는 응력과 일정한 상수비를 갖는 것으로 알려져 있으므로 식 (2)와 같이 진응력(σ)을 계산할 수 있다[2]. P는 압입 하중이며, πa^2 는 소성구속인자로 대략 3.0의 값을 갖는다.

$$\sigma = \frac{1}{\psi} \frac{P}{\pi a^2} \tag{2}$$

식 (1), (2)에서 보면 접촉반경 a가 매우 중요한 변수임을 알 수 있다. 접촉반경은 압입자와 재료간의 접촉깊이를 구하면 기하학적인 관계에서 구할 수 있다. 접촉깊이는 압입자 주변에서 발생하는 탄성, 소성 변형 양상에 의해 하중-변위곡선의 압입깊이와 달라지므로, 아래의 두 식의 보정을 통해 식 (4)에서 구해진 접촉반경 a를 사용한다[3,4]. 여기서 μ 는 압입자 형태 상수로 구형의 경우 0.75이며, n은 재료의 가공경화지수, R은 압입자 반경이다.

$$h_c^* = h_{max} - \omega \frac{P}{S} \tag{3}$$

$$a^2 = \frac{5}{2} \frac{2-n}{4+n} a_*^2 = \frac{5}{2} \frac{2-n}{4+n} (2Rh_c^* - h_c^{*2}) \tag{4}$$

2.1.2. 시험 기기 개발

앞서의 이론적 배경을 바탕으로 연속압입시험을 통해 유동특성을 유도하기 위한 시험기기가 국내에서 개발되었다. Fig. 2에서 보는 바와 같이 (주) 프론틱스사에서 개발된 AIS2000(Advanced Indentation System 2000)은 최대압입하중 300kgf, 하중 분해능 0.3kgf, 최대압입깊이 3.0mm, 깊이 분해능 0.2 μ m의 성능을 갖고 있다. 또한 기기가 가볍고, 실제 구조물에 부착하여 사용할 수 있도록 체인, U-block, 곡물자석 등의 다양한 부착부를 제작하여, 다양한 형태의 구조물에 직접 적용할 수 있다.

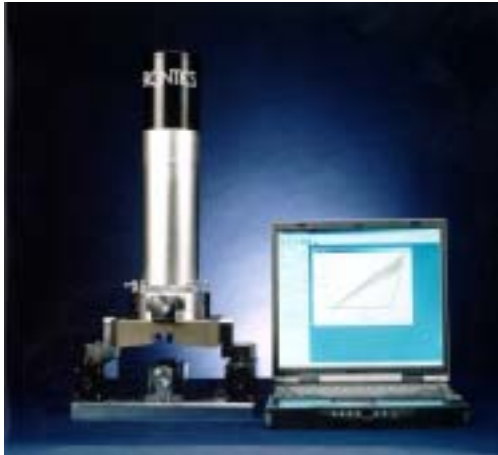


Fig. 2 The photo of AIS2000 (Advanced Indentation System)

2.1.3. 시험 기기 응용

개발된 시험 기기가 사용될 수 있는 곳은 기간 설비재 열화도, 가공 부품 물성 등의 현장(in-situ) 물성 평가와 용접부위 물성 평가, 소형 시편 물성 평가 등의 국부(local)물성 분석이 있다.

2.1.3.1. 현장(in-situ) 물성 평가

유화설비의 리포머 튜브(reformer catalyst tube)로 사용되는 25Cr-20Ni-0.5C 조성의 HK-40 강의 설계 수명은 10만 시간이고, 본 연구에서는 신재와 4만 시간 사용재, 7만 시간 사용재의 세 종류 시험편에 대하여 연속압입시험을 통해 인장 물성치를 비파괴적으로 평가하였고, 그 결과를 Table 2에 나타내었다. 사용시간의 경과에 따라 항복강도가 급격히 증가하는 반면 가공경화지수가 감소함을 알 수 있다.

Table 2 The mechanical property results of the reformer tube using AIS2000

물성	신재	40,000시간 사용재	70,000시간 사용재
항복강도 (MPa)	327	400	632
인장강도 (MPa)	751	861	772
가공경화지수	0.3	0.28	0.09

또한 미국에서 파이프 재료로 사용되고 있는 API X60 재료를 GE Power System 사의 의뢰에 의해 미국현지에서 (주) 프론틱스에서 개발한 시험기기를 통해 인장물성을 평가해 보았다. 현재 미국에서는 미국 교통부에 의해 현재 사용중인 배관의 물성을 주기적으로 평가한 표를 구비하는 것을 의무사항으로 규정한 내용을 골자로 한 법안이 제정되어 현장에서 직접 물성을 평가할 수 있는 기법의 개발이 시급한 실정이다. 이에 본 기법이 시험적으로 사용되었고, 그 결과는 Table 3에 나타내었다. 표에서 보는 바와 같이 항복강도와 인장강도 모두 오차범위가 최대 5% 이내에서 나타남을 알 수 있다.

이러한 결과로부터 연속압입시험법을 통해 현장물성으로 측정된 항복강도나 가공경화지수의 변화를 열화도 평가의 기준으로 활용할 경우 기존의 경도법보다 훨씬 정확하고 미세조직의 열화를 민감하게 반영한 수명평가 가능할 것으로 판단된다.

Table 3 The results from the AIS tests and tensile tests of API X60 pipeline steel

연속압입시험 (MPa)		인장시험 (MPa)		오차 (%)	
항복강도	인장강도	항복강도	인장강도	항복강도	인장강도
469.5	612.9	475.0	615.0	-1.1	-0.4
486.7	645.3			+2.5	+4.9
499.8	614.3			+5.2	-0.2

2.1.3.2. 국부(local) 물성 분석

용접부는 용접시 발생하는 열 출입의 불균일에 의해 국부적으로 물성이 변하는 특성을 나타낸다. 기존의 일축 인장시험은 평균적인 물성만 제공하므로, 연속적으로 변하는 용접부의 특성을 평가하기에 부적합하다. Fig. 3은 건설 중인 화력발전설비의 주증기관(main steam line) 용접부에 대하여 현장에서 연속압입시험을 수행하여 얻은 인장곡선이다. 각각은 모재/열영향부/용착금속의 인장곡선 그래프이며, 용착금속이 가장 높은 강도특성을 나타내며, 다음으로 열영향부, 모재 순임을 알 수 있다.

한편 현장에서 수행된 압입시험의 신뢰성을 재확인하기 위하여 주증기관 건설 후 남은 잔여자재에 대하여

연속압입시험과 일축인장시험을 인장시험기 Instron 5582와 연속압입시험기 AIS2000를 이용하여 시험결과를 비교하였다. 5회의 연속압입시험의 결과와 인장시험 결과를 Table 4에 나타내었으며, 압입시험결과가 인장시험결과와 잘 일치함을 확인할 수 있다.

Table 4 The comparison of tensile properties obtained by continuous indentation tests and tension tests

시험회수	항복강도(MPa)	인장강도(MPa)
1	541	745
2	594	786
3	589	794
4	579	800
5	581	776
평균	577	780
인장시험결과	539	762

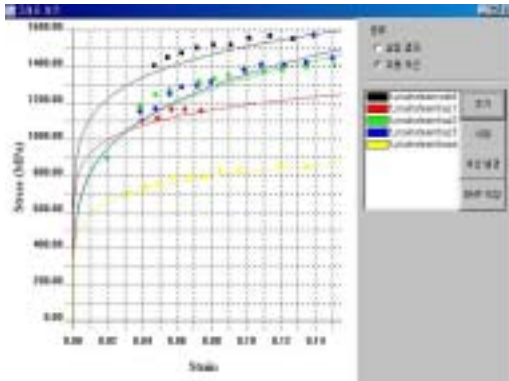


Fig. 3 The comparison of flow curves at base/HAZ/weldment of main steam line in power plant

2.2. 잔류응력 유도 압입시험법

재료의 불균일한 소성변형에 의해 발생하는 잔류응력은 취성파괴를 유발하거나, 고유강도 이하에서의 파손을 유발하기 때문에, 구조물의 안전을 심각하게 위협한다. 다양한 시험법이 잔류응력 평가에 사용되고 있으나, 현장

적용성이 비교적 떨어지며, 시편 준비가 복잡한 단점을 갖고 있다. 잔류응력이 재료에 가해질 경우에 압입하중-변위곡선이 이동하는 현상이 발생하므로, 이동하는 정도를 정량적으로 분석하면, 잔류응력을 유도할 수 있다.

2.2.1 이론적 배경[5]

잔류응력이 재료에 가해지고 있을 경우에, 압입하중-변위곡선은 Fig. 4와 같이 변화하게 된다. 압축응력이 가해질 때는 일정 압입깊이에 도달하기 위해 인가되는 압입하중이 증가하게 되며, 인장응력이 가해질 때는 반대로 된다. Fig. 4에서 최대 압입깊이 h_t 를 유지하면서 인장 잔류응력을 제거하면, h_t 의 최대 압입깊이에 대응하는 무응력 상태에서의 압입하중 L_0 가 발생하여야 하므로 압입자에는 잉여하중 L_{res} 가 추가되어야 된다. 인장 잔류응력 시의 (L_T, h_t)은 잔류응력이 완화된 (L_0, h_t)에서 압입하중사이에는 식 (5)의 관계가 성립한다.

$$L_0 = L_T + L_{res} \tag{5}$$

이 잉여하중을 그때의 접촉면적 A_c^0 로 나누어주면 잔류응력은 식 (6)과 같이 나타낼 수 있다.

$$\sigma_{res} = \frac{L_{res}}{A_c^0} \tag{6}$$

따라서 응력이 걸리지 않은 표준상태와 걸린 상태의 압입하중-변위곡선을 구하게 되면 위의 식을 통해 잔류응력을 유도할 수 있다.

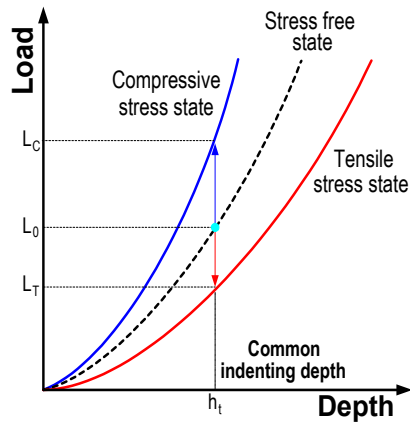


Fig. 4 The schematic diagram showing the variation of indentation loading curves by the change of stress states

2.2.2. 시험 기기 개발

앞서의 모델링을 실제 재료에 적용하기 위한 기기가 국내 기술로 개발되었다. 개발된 기기는 AIS3000R 모델로 (주) 프론틱스에서 개발하였으며, Fig. 2의 AIS2000의 장점을 그대로 살리면서 하중 및 변위 분해능을 향상시켰으며, 잔류응력을 측정할 수 있도록 제작되었다. 현재 사용 중인 각종 구조물의 용접부 등의 잔류응력이 신뢰성 저하의 큰 원인이 되는 곳에서의 적용이 기대된다.

2.2.3. 시험 기기 응용

용접부는 구조물에 있어 가장 취약부라 할 수 있으나, 국부적으로 변화하는 물성에 의해 신뢰성 평가가 매우 어렵다. 특히 용접 시 발생하는 열 출입의 불균일에 의해 발생하는 잔류응력은 신뢰성 저하의 큰 원인임에도 불구하고 평가할 수 있는 기법이 거의 없는 실정이다. 용접부의 국부 잔류응력을 연속압입시험을 통해 평가해 보았다.

SS400 강재를 동종의 재료로 용접한 시편을 제작하였다. 용접비드를 제거한 시편은 기계연마를 거친 후 2% Nital 용액으로 에칭하여 용착금속과 용접 열영향부(HAZ), 모재 간의 경계를 명확히 하였다. 압입시험은 모재로부터 용접부를 가로질러 압흔의 상호영향을 피하기 위해 3mm의 간격을 두고 일직선을 따라서 행하였으며 보다 정밀한 결과를 얻기 위해 각 선 사이에 3mm 간격을 두고 3회 행하였다. 무응력 상태의 압입하중-변위곡선은 용접부로부터 충분히 떨어진 모재를 무응력 상태로 고려하여 측정하였다. 절단실험을 병행하여 정확도를 검증하였다.

Fig. 5에 나타낸 바와 같이 모재로부터 HAZ, 용착금속을 거치면서 각각 압축-인장-압축의 잔류응력이 존재함

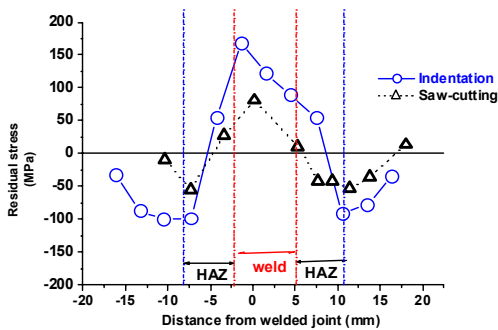


Fig. 5 The residual stress distributions from indentation and saw-cutting

을 뚜렷이 볼 수 있었으며 절단 실험과 압입실험에 의해서 측정된 잔류응력값이 동일한 경향을 보임을 알 수 있다. 잔류응력의 부호는 잘 일치하고 있으나, 약간의 절대값이 차이가 남을 알 수 있다. 이는 접촉면적의 부정확성에서 기인하는 것으로 판단되며, 이를 보정할 경우에 정확한 결과를 얻을 것이다.

2.3. 고온압입시험법

발전소 설비나 석유화학설비는 고온환경 하에서 사용되며, 점차 고온에서 사용될 수 있는 재료에 대한 수요가 증가하고 있다. 강 구성 원소 및 조직 형태에 따라 고온으로 갈수록 강도가 높아지거나, 낮아지거나 하는 현상이 발생한다. 산업용으로 많이 사용되고 있는 STD61 강에 대해 각 온도별로 인장시험을 실시하면, 온도가 증가함에 따라 점차적으로 인장강도가 감소함을 알 수 있다. 따라서 이들 재료에 대한 강도 평가는 상온에서가 아닌 실제로 사용될 고온 환경 하에서 평가되어야 하므로, 연속압입시험을 이용한 고온 물성 평가에 관한 연구가 진행되고 있다.

고온압입시험을 위해서는 온도조절이 필요한 챔버의 제작이 필수적이다. Fig. 6은 국내에서 제작된 고온압입시험용 챔버이며, 최고 온도는 500℃이다. 현재 1000℃까지 온도 조절이 가능한 챔버의 제작이 진행 중이다. 그림의 챔버로 고온인장시험을 수행하였던 STD61에 대해



Fig. 6 The chamber for high-temperature continuous indentation tests

고온압입시험을 수행한 결과 얻어진 압입하중-변위곡선은 Fig. 7과 같다. 그림에서 보는 바와 같이 온도가 증가함에 따라 동일한 압입깊이에서의 하중값이 점차 감소함을 알 수 있다. 하중값이 점차 감소하는 것은 동일한 변형을 유발하기 위한 응력이 감소하는 것을 의미하므로, 온도가 증가함에 따라 재료의 강도가 감소하는 것으로 판단할 수 있다. 즉, 앞서의 고온인장시험결과와 일치함을 알 수 있다.

고온압입시험을 통해 인장물성을 유도하기 위해서는 2.1절에서 사용한 이론을 그대로 사용할 수도 있으나, 최근 연구 결과 그대로 사용할 경우 상온에서에 비해 오차 범위가 넓어짐이 나타났다. 이는 고온에서 압입자 주변 변형 양상이 상온과는 다르기 때문으로 판단되어, 이에 대한 보정이 진행 중이다.

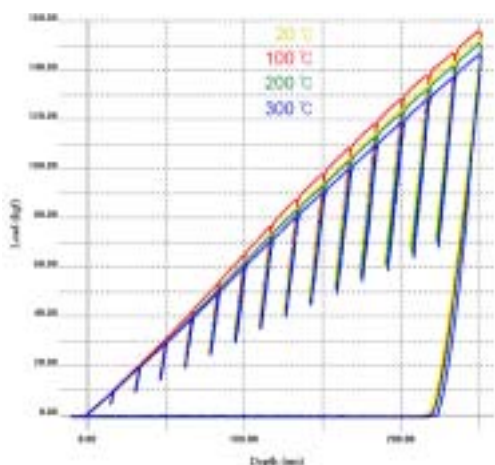


Fig. 7 The variation of the load-depth curves of high-temperature continuous indentation tests

2.4. 계장화 경도 시험법

기존의 경도 시험법은 일정한 하중을 가하고 제거한 후 남아 있는 압흔의 크기를 측정하여 경도값을 구하는데 반해, 연속압입시험은 압입하중-변위곡선의 하중제거 곡선을 분석하여 얻어진 접촉깊이를 통해 압흔의 크기를 환산하여 구한다[6]. 두 시험법에서 경도를 모두 압입하중을 압흔의 면적으로 나누는 것은 동일하나, 계산되는 압흔의 면적이 다르기 때문에 다른 값을 제공하게 된다. 다양한 분야에서 지난 수십 여년 간 구축되어 온 기존 경도시험법을 통한 경도 데이터를 사용하기 위해서는 연속

압입시험을 통해 기존의 경도시험법을 통해 구하던 경도값과 동일한 경도값을 얻을 수 있는 기법의 개발이 필요하다.

동일한 압흔 크기의 환산을 위해서는 압입시 압흔 주변에서 발생하는 pile-up 현상의 고려가 필수적이다. 연속압입시험 후 발생한 압흔의 크기를 직접 측정하여 얻어진 압흔 크기와 압입하중-변위곡선에서 나타나는 압입깊이와의 상관관계를 분석해 보았다. 그 결과, Fig. 8에서 보는 바와 같이 압흔 크기에서 환산된 접촉깊이와 압입하중-변위곡선에서 유도된 압입깊이의 비가 압입하중에 따라 감소하는 것으로 나타났다.

압입하중의 변화에 따른 두 값의 비의 변화 양상을 재료 물성 등과 정량적으로 연관시킬 경우, 연속압입시험을 통해 기존 경도 시험에서 얻던 경도값을 구할 수 있을 것으로 판단된다.

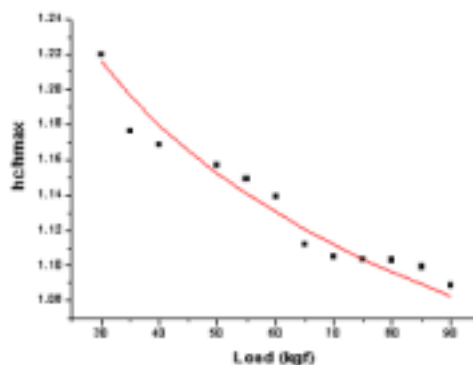


Fig. 8 The ratio between the contact depth and the maximum indentation depth

3. Nano range에서의 연속압입시험법의 적용

극저하중을 사용하여 미소재료의 물성을 평가하는 연속압입시험은 일반적으로 nanoindentation이라는 용어로 구분되어 사용된다. 사용되는 하중 범위는 mgf이며, 이때 발생하는 압입깊이가 nm 단위이다. 매우 압입깊이가 작기 때문에, 벌크재료에 사용할 경우에, 전체물성이 아닌 극히 일부분, 즉 하나의 grain이나 phase의 물성을 얻을 수 있으며, 최근 수요가 급증하고 있는 박막, MEMS 등의 미소재료의 물성을 평가할 수 있다.

현재 전세계적으로 경도 및 탄성계수의 평가법은 거의 확립단계이나, 이들 물성만으로는 재료의 특성 평가에 한계가 있기 때문에, 유동특성, 잔류응력 등을 평가하는 연

구가 진행 중이다. 그러나 아직은 기법 개발적인 측면보다는 정도, 탄성계수 평가 기법을 이용하여, 새로이 개발되는 다양한 미소재료에의 응용이 연구의 주류를 이루고 있다.

3.1. ISE (Indentation Size Effect)

Nanoindentation에서 가장 큰 문제는 사용하는 하중이 매우 낮기 때문에, 기존의 벌크 재료를 위한 높은 하중에서의 실험에서는 영향을 주지 않던 요인들이 실험결과에 다양하게 영향을 미치는 것이다. 이로 인하여 Fig. 9와 같이 측정값이 하중에 따라 달라지는 현상이 나타나며[7], 이러한 현상을 ISE라고 한다. 이로 인하여 동일한 재료에 대해 실험을 수행하여도 압입깊이나 압입하중에 따라 다른 결과를 나타내기 때문에 어떠한 값이 참값인지를 결정하기 매우 어렵다.

ISE를 유발하는 요인으로는, 크게 압입시험의 실험과정 관련, 압입자 관련 그리고 재료 자체의 측면에 관련된 요인으로 구분할 수 있으며, 이들이 주로 영향을 미치는 하중영역은 Table 5와 같다. Table 5에서 보는 바와 같이 macro와 micro 범위에서 ISE를 유발할 수 있는 요인들도 모두 nano 범위에서 ISE를 유발할 수 있기 때문에 nano 범위에서의 ISE 문제는 매우 심각하다. 이들 다양한 요인 중 중요한 요인들을 살펴보면 다음과 같다.

3.1.1. 접촉깊이의 결정

앞서 2.1.3.절에서 밝힌 바와 같이 압입 시험시 압입자 주변에서 발생하는 탄성, 소성 변형은 압입자와 재료가 접촉하는 실제 접촉깊이의 결정을 매우 어렵게 한다. 압

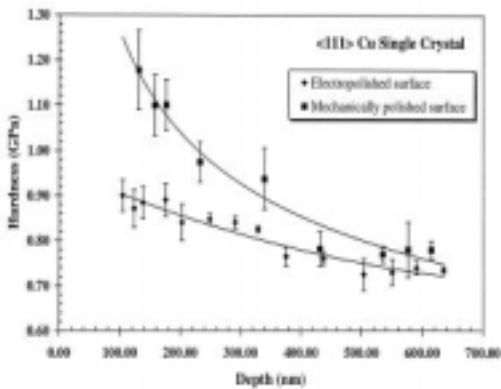


Fig. 9 The ISE of <111> Cu single crystal

입자의 형태가 구형인 경우에는 식 (3), (4)에 의해 보정이 가능하나, nanoindentation에서 사용하는 뾰족한 압입자의 경우에는 탄성 변형에 대한 보정식만 제시되었을 뿐, 소성변형에 대한 보정식은 제시되어 있지 않다. 접촉깊이는 정도값의 계산에 필요한 접촉면적 계산에 가장 중요한 변수이기 때문에 유도되는 물성에 직접적인 영향을 미치게 된다.

최근 연구 동향은 압입시험 이후에 AFM(Atomic Force Microscope) 등을 이용하여 압흔의 크기를 실제로 재거나[8], 유한요소해석을 이용하여 변형 양상 분석을 통한 보정식 제시[9] 등으로 진행되고 있다.

3.1.2. 압입자의 불완전성

Nanoindentation에서 사용하는 다이아몬드 압입자는 가공 기술상의 한계에 의하여, 구형압입자가 아닌 끝이 뾰족한 Berkovich, cone, Knoop 등의 압입자를 사용한다. 이들 압입자의 가장 끝 부분은 이상적으로는 완벽하게 하나의 점에서 만나야 하나, 실제로는 점이 아닌 면으로 되어 있다. 압입자 모양의 끝이 완벽하지 않은 영역은

Table 5 The list of ISE factors

하중범위	요 인	구 분
Macro 이하 (kgf 이하)	압입회수, 속도, 하중유지시간, 최대압입깊이	실험과정
	기기 compliance	
	하중-변위 측정 분해능	
	압입자 주변 소성변형양상 (pile-up/sink-in)	
Micro 이하 (gf 이하)	표면 거칠기	실험과정
	초기 접촉 결정	
	압입자-시편 간 마찰	
	표면 산화층 등의 이물질	
Nano 이하 (mgf 이하)	열흐름/ 진동	압입자
	압입자 종류	
	압입자 끝의 불완전성	재료 자체
	재료 물성의 불균질	
	전위의 발생	
	소성 변형 기구 변화	
	압입자 주변의 탄성 변형	

로 수십 nm 내외이기 때문에 nanoindentation 에서는 심각한 문제를 유발하게 된다. 만약 정확한 접촉깊이를 구했다 하더라도, 압입자 형상의 불완전성에 의해 환산된 접촉면적이 실제 접촉면적과 다르게 되기 때문이다.

이러한 문제를 해결하기 위하여 최근에는 탄성계수가 알려져 있는 재료에 대해 다양한 압입깊이에서 실험을 수행한 후, 알려진 탄성계수를 얻기 위한 접촉면적을 역으로 계산하여, 압입자 형태를 보정하는 방법을 사용하고 있다.

3.2. 경도 및 탄성계수

현재 nanoindentation 법에서 구하는 물성은 경도와 탄성계수로 Oliver와 Pharr가 제안한 방법[3]을 대부분 사용하고 있다.

3.2.1. 경도

기하학적인 유사성을 지닌 압입자를 이용하여 측정된 압입하중-변위곡선의 해석을 통해 일반적으로 평가되는 경도값은 최대압입하중 P_{max} 에서의 **평균접촉압력**으로 정의되며, 다음의 관계식을 통해 구해진다.

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (7)$$

여기서 A는 접촉면적이다. 앞서 밝힌 바와 같이 접촉면적은 압입자 주변에서 발생하는 탄성, 소성 변형에 모두 영향을 받지만, 일반적으로 탄성 변형만으로 고려하여, 식 (3)으로 보정된 압입깊이를 사용한다.

기존 압입시험에서 압흔의 크기를 측정하여 구한 경도는 ‘소성변형에 대한 저항’으로 정의가 되나, nano-indentation에서는 최대압입하중이 가해질 때의 접촉면적을 환산하여 계산하기 때문에 ‘탄소성변형에 대한 저항’으로 정의된다. 따라서 기존 경도 시험법으로는 압흔이 생성되지 않아 경도가 무한대로 평가될 수밖에 없었던 탄성이 매우 강한 재료에서도 경도값을 평가할 수 있다.

3.2.2. 탄성계수

하중제거곡선은 재료의 탄성 회복 양상을 나타낸다고 생각할 수 있으므로, 가장 초기 부분의 접선의 기울기를 재료의 stiffness라 정의할 수 있다. 이렇게 가정할 경우에 재료의 stiffness는 아래와 같이 표현된다.

$$S = \frac{dP}{dh} = \beta \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (8)$$

여기서 β 는 둥근 압입자의 경우 1, 사각 압입자의 경우 1.012, 삼각 압입자의 경우 1.034가 되는 압입자 형태 관련 상수이며, E_r 은 식 (9)와 같이 나타나며, 압입자와 재료의 탄성 변형이 모두 고려된 modulus이다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (9)$$

여기서 i 는 압입자를 의미하며, E는 탄성계수, ν 는 포아송비이다.

압입자는 일반적으로 다이아몬드를 사용하므로, 탄성계수와 포아송비를 알 수 있기 때문에, 하중제거곡선 초기 부분의 접선의 기울기를 알게 되면 재료의 탄성계수를 구할 수 있다.

3.3. 유동특성

2.1.절에서 설명한 유동특성 유도법은 구형압입자를 사용하였다. 앞서 밝힌 바와 같이 nanoindentation에서는 구형압입자를 사용하는 것이 매우 어렵기 때문에 이 방법을 직접 적용하는 것은 불가능하다. 그러나 압입자 끝부분에서 발생하는 불완전성은 가공기술 상의 한계와 사용 중 발생하는 마모에 의해 압입자 끝부분이 둥글게 변화하는 현상이므로, 이 부분은 구형압입자와 유사하다. 실제로 수 nm에서 수십 nm 범위에서는 구형압입자에서 발생하는 평균압력이 완만하게 증가하는 양상이 관찰된다.

따라서 압입자 끝부분을 구형압입자로 가정하여, 곡률 반경을 구하게 되면, 2.1.절에서 제시된 모델을 그대로 사용하여 미소재료의 유동특성을 유도할 수 있다. Fig. 10은 실리콘 위에 증착된 두께 560nm의 Au 박막의 유동특성을 유도한 결과이다. 현재 박막재료의 유동특성을 평가하는 기법에 대한 표준화된 방법이 없기 때문에 검증은 할 수 없으나, 이 외에 1000nm 두께의 동일한 재료에 적용해본 결과 560nm 두께의 박막의 강도가 높은 것으로 평가되었다. 일반적으로 박막의 두께가 두꺼울 수록 결정립의 크기(d)가 커지므로, 아래의 식과 같은 Hall-Petch 관계에 의해 강도가 감소하는 것으로 알려져 있으므로, 결과가 타당함을 알 수 있다.

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (10)$$

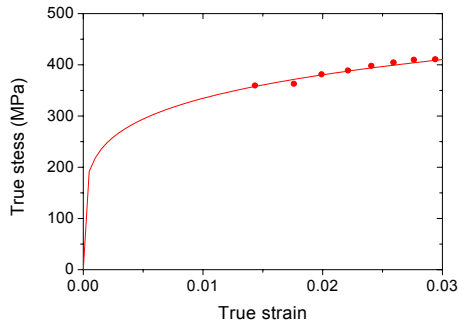


Fig. 10 The flow property of 560nm-depth Au film

3.4. 잔류응력

미소재료에서 발생하는 잔류응력은 이들 재료의 신뢰성을 심각하게 저하시킨다. 특히 일반적으로 고온에서 증착과정을 통해 제조되는 박막은 박막과 모재 간의 열팽창계수의 차이에 의해 상온으로 냉각되면서, 필연적으로 잔류응력이 발생하게 된다. 이 잔류응력이 지나치게 높을 경우에는 박막과 모재 사이에 존재하는 계면에서의 파손이 발생할 수도 있다. X-ray, 곡률법, Raman 등을 이용한 잔류응력 평가법이 사용되고 있으나, 시편 준비가 어렵거나 산업 적용성이 떨어지는 문제를 갖고 있다.

Nanoindentation 법은 별다른 시편 준비가 필요없으며, 산업 적용성이 매우 뛰어난 장점을 갖고 있다. Nanoindentation 법을 이용하여 미소재료에 걸려 있는 잔류응력을 구하는 방법은 앞서의 2.2.절에서 설명한 방법과 개념은 동일하다. 극저하중에서도 잔류응력에 따라 압입하중-변위곡선의 이동이 발생하며, 이동한 하중을 접촉면적으로 나누어주면 잔류응력을 구할 수 있다. 박막에서는 용접부와는 달리 이축방향으로 동일한 잔류응력이 걸리기 때문에, 모델링 시 응력의 불균일성을 고려해줄 필요는 없다.

Fig. 11은 두께가 다른 DLC(Diamond-Like Carbon) 박막의 잔류응력을 nanoindentation 기법과 기존에 사용하고 있는 곡률법을 사용하여 측정한 결과를 비교한 그림이다. 그림에서 보는 바와 같이 두 시험법에서 얻어진 결과가 잘 일치하고 있으며, nanoindentation 법의 결과의 재현성이 더 높은 것을 알 수 있다. DLC 등의 경질 박막 이외에 Au 등의 연질 박막에서도 Fig. 11과 같은 높은 일치성을 나타내었다.

3.5. Nanoindentation의 미소재료에의 적용

3.5.1. Cantilever Beam에의 적용

미소재료, 특히 MEMS의 경우에는 cantilever beam 형태로 제작되는 경우가 많다. 이들 beam은 기존의 역학에서 사용해 온 beam 이론을 사용할 수 있으므로, Fig. 12와 같이 nanoindentation으로 이들 beam을 굽히게 되면, 탄성계수와 항복강도를 구할 수 있다.

Fig. 13은 Al로 제작된 cantilever beam을 nanoindentation에 사용되는 압입자로 눌러서 얻은 하중-변위 곡선이다. 가로축의 deflection은 압입깊이로, 즉 beam이 굽혀진 깊이를 의미한다. 그림에서 보는 바와 같이 초반에는 하중과 변위가 서로 선형적인 관계를 갖음을 알 수 있으나, 일정 이상의 하중에서 선형성을 벗어나는 것을 알 수 있다. 초반에 나타나는 선형적인 관계의 기울기는 재료의 탄성계수를 의미하며, 선형성을 벗어나는 하중은 재료의 항복강도를 의미한다.

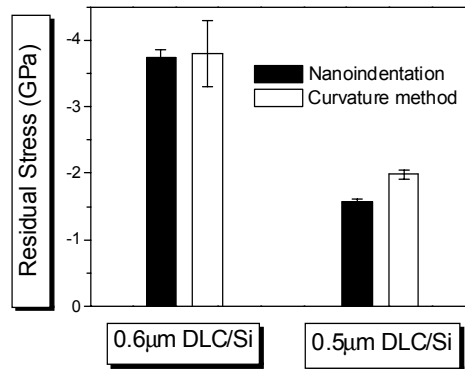


Fig. 11 The comparisons of the analyzed residual stress values for 0.6 and 0.5 μm DLC films with the results from curvature method



Fig. 12 The photo of nanoindentation technique applied to cantilever beams

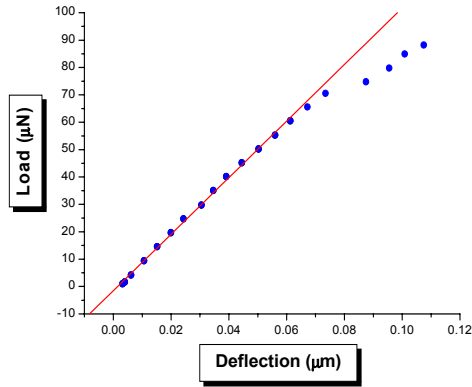


Fig. 13 The load-displacement curve of Al cantilever beam

3.5.2. Nanostructure 재료에의 적용

Nanostructure 재료는 결정립의 크기가 일반적인 재료보다 훨씬 작은 100nm이하의 재료이다. 결정립의 크기가 매우 작으므로 Hall-Petch 관계에 의해 높은 강도 특성을 갖으며, 금속간 화합물이나 세라믹의 경우에는 연신율로 좋아지는 특성을 갖고 있다. 또한 내부에 nm 단위의 공공을 도입하여 매우 작은 입자를 흡수하거나 걸러내는 역할을 하는 곳에 사용되는 등, 다양한 분야에서의 활용이 기대되고 있다. 이들 재료는 대체로 크기가 작게 제조되어 일반적인 시험법으로는 물성을 평가할 수 없기 때문에 nanoindentation 법을 이용한 물성 평가가 이루어지고 있다.

Fig. 14는 다양한 nanostructure 금속재료에서 grain의 크기가 변함에 따라 경도 특성이 변하는 것을 나타낸 그래프이다[10]. 각 재료에서 grain의 크기가 감소함에 따라

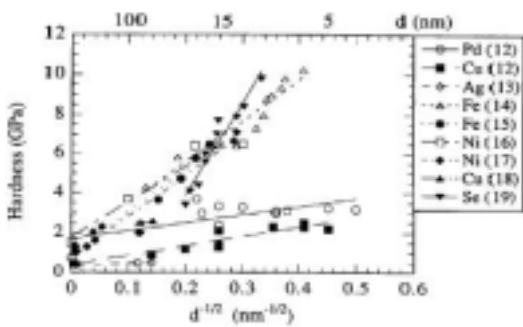


Fig. 14 The variation of hardness of the various nanophase materials

점차 경도가 증가하고 있음을 알 수 있으며, 식 (10)에서 보는 바와 같이 결정립 크기의 제곱근의 역수로 나타내었을 때 경도값과 선형적인 관계를 이루고 있음을 알 수 있다. 즉, 식 (10)에서의 강도를 경도로 대체하여도 유사한 경향이 나타난다. 이는 경도의 정의가 하중을 면적으로 나눈 것으로, 결국 응력과 같은 개념이 되기 때문이다.

3.5.3. 생체재료에의 적용

최근 들어 각광받는 산업 중 하나인 BT (Bio-Technology) 에서 생체재료에 대한 관심이 날로 증가하고 있다. 생체재료는 크게 뼈, 근육조직 등과 같이 실제 생물체를 구성하고 있는 재료와 인공장기에 사용되는 재료로 구분된다. 이중 생물체를 구성하는 재료는 그 특성상 일반적인 강도 평가 실험에 사용할 수 있는 시편을 확보하기가 매우 어렵다. 또한, 단일한 재료가 아닌 다양한 재료가 다층구조를 갖고 있는 경우가 많기 때문에 물성 평가가 매우 어렵다. 따라서 nanoindentation을 이용한 물성 평가가 이루어지고 있다.

인간의 치아조직은 다양한 재료로 구성된 다층재료인데, 그중 법랑질(enamel)은 치아의 가장 단단한 층이며, 상아질(dentin)은 신경을 둘러싸고 있는 층으로 충격을 흡수하는 구조를 갖고 있다. Fig. 15는 이들 조직에 대해 각각 nanoindentation을 실시한 결과이다. 법랑질이 상아질에 비해 매우 높은 경도값을 갖고 있는 것을 알 수 있다. 아직 복잡한 구조를 갖고 있는 생체재료에 대한 각 구성 물질의 특성 평가가 제대로 이루어지지 않고 있기 때문에 앞으로 많은 활용이 기대된다.

3.5.4. 전자부품에의 적용

전자부품의 제작에 사용되는 재료는 매우 작은 크기를 갖고 있으며, 소형화 추세에 의해 점점 작은 크기의 회로를 제작하고 있다. 이들 재료는 파손이 될 경우에는 수리가 거의 불가능하며, 전체적인 시스템의 기능을 급격히 저하시키고, 파손부위를 찾는 것이 매우 어렵기 때문에 강도 특성 평가가 필수적이다.

Fig. 16은 반도체에 사용되는 웨이퍼의 마모 특성을 좋게 하기 위해 코팅한 SiOC의 증착 공정 조건 별 경도 특성 변화를 nanoindentation 법으로 측정된 결과이다. 동일한 재료를 웨이퍼에 입혔으나, 그 공정조건에 따라 최대 5배 이상의 경도 값이 차이가 남을 알 수 있다. 본 결과에 의하면, 각 공정조건 중 첫 번째 조건이 가장 목적에 부합되는 과정임을 알 수 있다.

Fig. 17은 전자 회로 내에 부착되어 있는 gold wire의 접합부 주변에 대해 nanoindentation 실험을 수행한 사진이다. 접합부는 일반적으로 파손에 취약한 부분으로 알려져 있으므로 접합부 주변의 강도를 평가하여 어느 지역이 취약부인지를 정확하게 판단하기 위한 실험이다. Nanoindentation 법은 실제 제작된 부품에 대해서 직접 물성 평가를 적용할 수 있는 기법임을 알 수 있다.

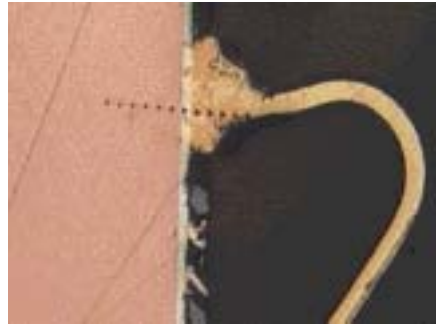


Fig. 17 The photo of nanoindentation marks in a gold wire

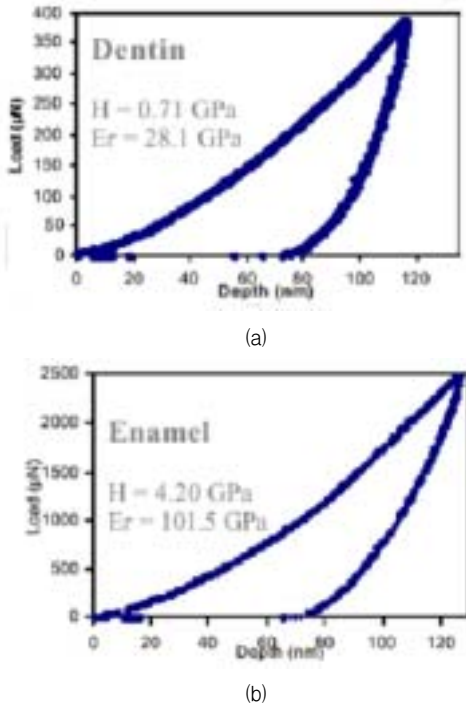


Fig. 15 The load-depth curves, hardness and modulus of (a)dentin and (b)enamel of human teeth

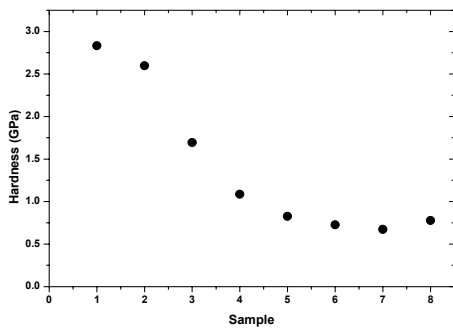


Fig. 16 The variation of hardness of SiOC

3.5.5. 고분자 재료에의 적용

고분자 재료는 그 구조가 밝혀진지 아직 100년이 되지도 않았음에도 불구하고, 우수한 기계적, 전기적, 광학적 특성에 의해 많은 분야에서 사용이 되고 있다. 또한 여전히 새로운 고분자가 끊임없이 개발되고 있으며, 최근에는 고분자 박막의 개발이 많이 이루어지고 있다. 고분자는 제조공정에 매우 많은 영향을 받기 때문에 nanoindentation 법을 이용한 물성 평가가 많이 이루어지고 있다.

Fig. 18은 HSSQ(Hydroxysilsesquioxane)의 열처리 온도 변화에 따른 경도 특성 변화에 관한 그래프이다[11]. HSSQ는 반도체의 처리 속도 향상을 위한 low-k 재료로 사용이 검토되고 있는 고분자 박막으로, 기계적 특성이 뛰어나지 않아 이를 향상시키기 위한 연구가 진행 중이다. 그림에서 보는 바와 같이 열처리 온도가 높을수록 높은 경도값을 갖음을 알 수 있다. 따라서 만약 유전율에 큰 차이가 없다면 열처리 온도를 높이는 것이 재료의 신뢰성을 높일 수 있는 공정임을 알 수 있다.

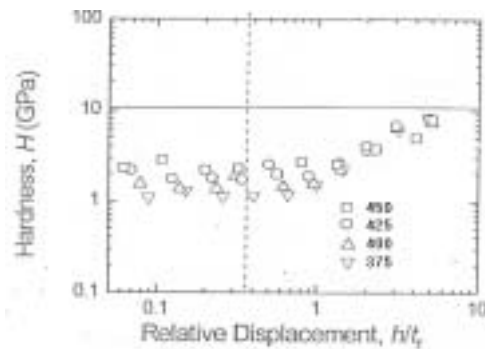


Fig. 18 The variation of hardness of HSSQ according to curing temperature

3.5.6. 다상재료에의 적용

벌크재료는 대체로 다양한 상을 포함하고 있다. 예를 들어 steel의 경우에는 ferrite, martensite, pearlite 등의 상을 포함하고 있으며, 이들 상의 물성이 다르기 때문에 상의 분율에 따라 전체 물성이 결정된다.

Nanoindentation 법은 측정범위가 nm 범위이기 때문에 이들 상의 개별 물성을 측정할 수 있다.

다상재료의 상 별 물성을 평가하기 위해서는 그 재료가 어떠한 상을 갖고 있으며, 어떠한 영역이 무슨 상인지를 알 수 있어야 한다. Nanoindentation에서 사용되는 AFM은 재료에 존재하는 높낮이를 통해 상을 구성하므로, 예침법을 이용하여 상 별로 높낮이가 다르게 하여야 한다. Fig. 19는 초세립강 표면을 예침한 뒤 AFM으로 관찰한 결과이다[12]. 그림에서 보이는 밝은 부분이 제 2상으로 martensite, 어두운 부분이 ferrite이며, 각 영역에 존재하는 삼각형의 어두운 부분이 실제 nanoindentation 실험을 수행하여 남아 있는 압흔이다.

각 상에 대해 nanoindentation 실험을 수행하여 ferrite가 martensite에 비해 낮은 경도값을 갖고 있음을 알 수 있었으며, 압입시험 결과와 AFM 관찰 결과를 종합하여 각 상의 분율을 구하였다. Rule-of-mixture를 이용하여 전체 경도를 예측하였고, 2.68GPa의 경도값을 갖을 것으로 예측하였다. Vickers 경도기를 통해 실제 경도를 측정해 본 결과 2.44GPa의 결과를 얻었으며, 예측 결과와 매우 잘 일치함을 알 수 있었다. 따라서 nanoindentation 법을 이용하여 다양한 상을 판별할 수 있으며, 각 상의 물성을 측정하여 전체 물성을 예측하는 기법의 개발이 가능하다.

4. 표준 규격 제정

앞서 설명한 연속압입시험을 이용한 다양한 연구들을 기반으로 하여 국제 표준 규격인 ISO 규격과 국내 표준 규격인 KS 규격의 제정이 추진 중이다. ISO 규격은 nanoindentation 법을 이용한 경도 및 탄성계수 유도를 주로 다루며, KS 규격은 macro, micro 범위에서 유동특성을 유도하는 것을 다루고 있다.

4.1. ISO 규격 제정 현황

국제 표준 규격 제정기관인 ISO에서 현재 진행중인 ISO-FDIS14577은 비록 macro, micro 그리고 nano range

모두 적용할 수 있는 규격으로 제시되어 있으나 실제로는 nanoindentation을 중심으로 규격이 제정되고 있다. 이 규격은 연속압입시험의 실험 방법 방법 전반에 대한 제한을 제시하고 있으며, 경도와 탄성계수를 유도하는 방법을 3.2.절에 설명한 방법으로 제시하였다. ISO 규격 제정 단계 중 FDIS는 앞으로 내용의 수정이 거의 없이 그대로 정식 규격으로 제정될 단계이므로, 현재 상태 그대로 정식 규격으로 채택될 예정이다. 그러나, 실제 실험을 실시할 때 다양한 실험변수를 정하기 위한 자세한 지침을 제시하지 못하고 있으며, 연성 재료에 있어서는 경도가 과대 평가될 수 있는 소지가 있는 등 많은 문제점을 포함하고 있어, 추후에 개정이 이루어져야 할 것으로 생각된다.

4.2. KS 규격 제정

국내에서는 기술표준원과 서울대의 공동연구를 기반으로 하여, macro, micro 범위에서의 연속압입시험을 이용한 인장물성 유도법에 대한 표준안 제정을 추진 중이며, 2002년 하반기에 제정될 예정이다. 본 규격에서는 2.1절에서 소개한 유동특성 유도 모델링을 기반으로 하며, 다양한 실험 조건에 대한 최적 조건을 정량적으로 제시하여, 산업계에서 사용하는데 있어 큰 어려움이 없도록 하는 것을 목표로 하고 있다. 아직 전세계적으로 연속압입 시험을 통해 인장물성을 유도하는 표준안은 제정된 사례가 없기 때문에 KS 규격이 제정된 이후에는 ISO 규격 제정이 추진될 계획이다.

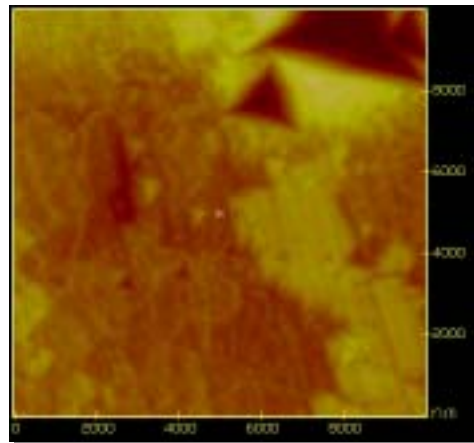


Fig. 19 The AFM image of ultra-fine grained steel (dark region: ferrite, bright region: martensite, dark triangle: indentation mark)

5. 맺음말

연속압입시험은 다양한 하중범위를 이용하여 대형 구조물에서 나노소재에 이르기까지 폭넓은 분야에서 사용되고 있다. 압입자 하부의 복잡한 응력상태와 변형 양상에 의해 다른 시험법들에 비해 늦게 각광을 받게 되었지만, 최근 전세계적으로 이루어지고 있는 다양한 연구에 의해 표준화 단계에 이르고 있다. 국내에서도 다양한 연구가 진행되어, 관련 기법 개발 및 시험 기기 개발 분야에서 세계적인 수준에 이르고 있으며, 독자적인 표준 규격 제정이 추진되고 있다.

비파괴적이며, 미소재료의 특성을 평가할 수 있는 기법에 대한 수요가 급증하고 있는 현재 동향에 따라, 연속압입시험에 대한 수요 및 적용 분야는 급속도로 증가할 것으로 기대된다. 또한 국내에서 개발된 기법과 시험 기기의 활발한 해외 진출이 기대된다.

참고문헌

- [1] J. H. Ahn and D. Kwon, "Derivation of plastic stress-strain relationship from ball indentation: Examination of strain definition and pileup effect," *J. Mat. Res.*, Vol. 16, No. 11, pp. 3170-3178, (2001)
- [2] D. Tabor, "Hardness of metals," pp. 2, Clarendon Press, Oxford, England, (1951)
- [3] W.C. Oliver and G.M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *J. Mat. Res.*, Vol. 7, No. 6, pp. 1564-1583, (1992)
- [4] A.L. Norbury and T. Samuel, "The recovery and sinking-in or piling-up of material in the brinell test, and the effects of these factors on the correlation of the brinell with certain other hardness tests," *J. Iron steel Inst.*, Vol. 117, pp. 673-687 (1928)
- [5] Y.-H. Lee and D. Kwon, "Residual stresses in DLC/Si and Au/Si systems: Application of a stress-relaxation model to the nanoindentation technique," *J. Mat. Res.* Vol. 17, pp. 901-906, (2002)
- [6] Z. Li, Y.-T. Cheng, H.T. Yang and S. Chandrasekar, "On two indentation hardness definitions," *Surface and Coatings Technology*, Vol. 154, pp. 124-130, (2002)
- [7] Y. Liu and A.H.W. Ngan, "Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation," *Scripta Mater.* Vol. 44, pp. 237-241, (2001)
- [8] Y. Y. Lim, M. M. Chaudhri and Y. Enomoto, "Accurate determination of the mechanical properties of thin aluminum films deposited on sapphire flats using nanoindentation," *J. Mat. Res.*, Vol. 14, No. 6, pp. 2134-2327, (1999)
- [9] V. Marx and H. Balke, "A critical investigation of the unloading behavior of sharp indentation," *Acta Mater.*, Vol. 45, No. 9, pp. 3791-3800, (1997)
- [10] R. W. Siegel and G. E. Fougere, "Mechanical properties of nanophase metals," *Nanostructured Mat.*, Vol. 6, pp. 205-216, (1995)
- [11] Y. Toivola, J. Thum and R.F. Cook, "Structural, electrical, and mechanical properties development during curing of low-k hydrogen silsesquioxane films," *J. the Electrochemical Soc.*, Vol. 149, No. 3, pp. F9-F17, (2002)
- [12] Y. Choi, W.Y. Choo and D. Kwon, "Analysis of mechanical property distribution in multiphase ultra-fine-grained steels by nanoindentation," *Scripta Mat.*, Vol. 45, pp. 1401-1406, (2001)