[논문] 대한금속・재료학회지 (*J. Kor. Inst. Met. & Mater.*)
Vol. 47, No. 7, pp. 416~422 (2009)

압입경도 측정을 위한 표면변형 분석기법 비교

이윤희[1,*] ・ 김국환[2] ・ 남승훈[1] ・ 권동일[2]

[1]한국표준과학연구원 산업측정표준본부 신재생에너지측정센터
[2]서울대학교 재료공학부

Analytical Approaches of Surface-Local Deformations for the Measurement of Indentation Hardness

Yun-Hee Lee[1,*], Kuk-Hwan Kim[2], Seung-Hoon Nahm[1], and Dongil Kwon[2]

[1]Division of Industrial Metrology, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-340, Korea
[2]School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul 151-742, Korea

Abstract : Approaches for analyzing indentation hardness are still controversial, although the instrumented indentation technique has been generalized as one powerful method that can record surface deformation behaviors. Material pile-ups around the indenter/surface contact region make the conventional Oliver and Pharr's analysis on the instrumented indentation curve inaccurate. Thus, in order to prove the validity of the hardness analyses, five approaches were applied to the experimental data obtained from fused quartz and (100) monocrystalline tungsten specimens; an elastic recovery analysis on instrumented indentation curves, three indentation work analyses on the unit plastic volume, and a differentiation analysis on remnant indentation morphologies were tried. Five kinds of indentation hardness overlapped on one result plot showed the validity of each analysis. The modified indentation work approach based on a new definition of plastic volume showed consistent results with those from the Oliver-Pharr's and image differentiation methods. In the case of pile-up accompanying deformation, the Oliver-Pharr's and image differentiation methods showed the upper and lower limits of indentation hardness, respectively.

(Received May 29, 2009)

Keywords : indentation hardness, surface pile-up, Oliver-Pharr's analysis, modified Stilwell-Tabor's analysis, image differentiation analysis

1. 서 론

피라미드, 구, 원뿔 등의 형태를 갖는 경질 압입자로 소재 표면을 눌러 소성변형을 유발한 뒤 인가된 하중을 잔류압흔의 면적으로 나눠서 정의되는 압입경도(indentation hardness)는 경제적인 시험절차로 인해 산업적 활용도가 매우 큰 시험기법이다. 1990년대 들어 다양한 엑츄에이터를 적용하여 인가하중을 mN 수준까지 제어할 수 있게 됨에 따라 압입변형의 크기를 마이크론 이하로 줄인 나노 압입경도의 측정기법이 개발되었다 [1-3]. 그러나 종래의 압입흔적에 대한 광학적인 관찰이 불가능하였고, 이에 따라 압입변형 과정을 압입하중-변위곡선으로 기록하는 계장화 기법(instrumentation technique)이 나노압입시험에 융합되었다. 나노압입 시험의 결과인 압입하중-변위곡선 중 탄성회복곡선은 주로 Oliver와 Pharr가 제안한 방법 [1]으로 분석함으로써 최대하중에서의 압입자/시험편 표면의 접촉깊이 계산이 가능하였다. 압입자 형상함수를 이용하여 접촉깊이를 접촉면적으로 변환시키고, 인가된 압입하중을 접촉면적으로 나눔으로써 압입경도를 측정하게 된다. 그러나 Bolshakov 등 [4]에 따르면 재료쌓임(pile-up)이 심할 경우 Oliver-Pharr 방법 [1]을 통해 결정한 접촉면적에 비해 실제 접촉면적이 50% 이상 큰 것으로 확인되었고, Saha 등 [5]은 다층박막의 나노압입시험 후 잔류압흔 단면을 관찰함으로써 하중제거곡선 분석기법의 한계를 확인하였다.

금속 소재에서 압흔주변에 재료쌓임은 보편적으로 발생하며, 이를 고려한 압입경도의 측정 요구가 증가하게 되었다. 일부 압입하중-변위곡선 분석절차의 수정 [6,7]이나 유한요소해석 [8]을 통한 재료쌓임 분석연구가 진행되었지만, 현재까지 원자현미경(atomic force microscope)을 통한 3차원 관찰이 가장 뚜렷한 보정방법으로 판단되고 있다. 그

**Corresponding author* : Yun-Hee Lee
[Tel: +82-42-868-5385, E-mail: uni44@kriss.re.kr]

러나 하중 제거 후에 획득된 3차원 압입흔적으로부터 최대하중에서 형성된 접촉경계를 결정짓는 평가기준이 제시되지 못했고, 이에 따라 금속소재의 압입시험 시 접촉경계와 가장 근접할 것으로 판단되는 재료쌓임의 최고점(pile-up peak)을 이용한 분석들이 제안되었다 [5,9,10]. 초기 연구는 잔류압흔의 단면프로파일에서 몇 개의 재료쌓임 최고점들 간의 간격으로부터 접촉면적을 유추하였고 [5], 이후에는 접촉경계를 이루는 최고점들을 적절한 원호로 연결하여 접촉면적을 계산하고자 하는 시도 [10]도 있었다. 저자들은 선행연구 [11]에서 잔류압흔의 중심으로부터 방사상으로 거리에 따른 3차원 변형형상의 높낮이를 미분하여, 미분치가 0이 되는 재료쌓임 최고점들의 연속적인 폐곡선을 얻었다. 압입 시 인가된 하중을 폐곡선의 내부를 적분하여 획득한 접촉면적으로 나누어 새롭게 압입경도를 정의하였다 [11]. 잔류압흔의 3차원 미분기법은 재료쌓임에 따른 압입경도 저하를 보정할 수 있는 하나의 방법이지만 재료쌓임 최대점을 근사적인 접촉경계로 결정하는 것이나 피라미드 압흔 주변의 불균일 재료쌓임으로 인해 분석오차가 확대될 수 있다.

따라서 본 연구에서는 Oliver와 Pharr의 곡선 분석법 [1], 잔류압흔 영상미분법 [11]은 물론 Stilwell과 Tabor가 제안한 단위 소성변형 유발에 소모된 압입일(indentation work) 분석법 [12]을 포함한 다양한 접근법들의 압입경도 분석 타당성을 확인하고자 하였다. 특히 에너지적 접근을 통한 압입일 분석의 경우 Tuck 등이 간략화 시킨 분석법 [13]과 나노 압입시험 영역에서 압흔의 정량적인 분석으로 새롭게 정의된 소성부피를 이용한 분석법을 세분하여 압입경도를 평가하였다. 결과적으로 총 5종의 분석기법으로 fused quartz와 (100) 텅스텐 단결정의 압입경도가 분석되었고, 그 결과를 하나의 그래프 상에서 상호 비교함으로써 압입경도 측정에 있어서 각 방법들의 특성과 타당성을 확인할 수 있었다.

2. 실험 방법

압흔형성 에너지로부터 압입경도를 측정하기 위한 시험편으로 압입시험 시 소재의 불균일성이 잘 배제될 것으로 판단되는 2종의 시험편을 선택하였다. Fused quartz는 압입변형 시 재료쌓임이 없기 때문에 Oliver-Pharr 압입곡선 분석법 [1]을 통해 압입경도를 정확히 측정할 수 있는 소재이며, (100) 텅스텐은 단결정이면서도 이방성이 적어서 균일한 재료쌓임을 두드러지게 유발시킬 수 있는 장점이 있다.

나노압입시험은 정전기력 엑츄에이터로 구동되는 Hysitron사의 Triboindenter를 사용하였다. 이 시스템의 하중 및 변위 분해능은 약 100 nN과 0.1 nm이며, 무부하 압입시험(air indentation)을 통하여 엑츄에이터와 하중/변위 센서의 자체교정(self-calibration)을 거쳤으며, Berkovich 삼각뿔 압입자의 실제 형상도 fused quartz 표준시험편에 대한 다중 나노압입시험을 통해 보정하였다. 0.25 mN/sec의 압입속도를 공히 사용하였으며, 압입하중은 fused quartz에는 1, 3, 6, 10 mN을 인가하였고, (100) 텅스텐에는 1, 2.5, 6 mN을 인가하였다. 각 조건에서 5회 압입시험을 반복하였으며, 최외각에 편재된 곡선을 제외한 압입곡선들로부터 Oliver-Pharr 분석법 [1]을 통해 압입경도를 계산하였다. 또한 압입하중-변위곡선에 둘러쌓인 면적에서 압입일과 소성일이 계산되었다.

나노압입시험 후 잔류압흔의 변형형상은 압입시스템에 장치된 원자현미경을 이용하여 관찰하였고, 3차원적인 형상정보는 ASCII 파일로 저장하였다. ASCII 데이터는 Matlab® 형상화 프로그램의 입력 자료로 사용하여 3차원 방사상 미분 분석과 함께 압입변형 결과 발생한 소성부피의 정량적인 측정이 진행되었다. 압입하중과 압입일을 각각 영상분석 결과 얻어진 2차원 폐곡선으로 둘러싸인 접촉면적 및 변형부피로 상호연관시킴으로써 압입경도가 분석되었다.

3. 결과 및 고찰

3.1. 계장화 압입곡선 분석을 통한 압입경도 평가

Oliver와 Pharr [1]는 하중제거곡선을 최대하중 이후 압입자가 시험편 표면으로부터 이탈함에 따라 발생하는 표면의 회복반응으로 판단하고, 초기 하중제거곡선의 선형적인 회복거동과 압입자의 기하학적 형상인자 를 이용하여 접촉깊이 h_C의 평가식 (1)을 제안하였다.

$$h_C = h_{\max} - \omega L_{\max}/S \tag{1}$$

비커스와 Berkovich 압입자와 같은 뾰족한 형상에 대해는 0.72로 주어졌으며, 그림 1에서 하중제거곡선의 초기 기울기로 정의된 S는 하중제거곡선을 압입깊이의 멱함수로 표현함으로써 계산할 수 있다. Berkovich 삼각뿔 피라밋의 기하학적 형상으로부터 접촉깊이는 접촉면적(contact area, A_C)으로 변환될 수 있으나 마이크론 이하의 압입자 첨단에서는 가공 상의 한계로 인해 무딘 형상을 갖게 된

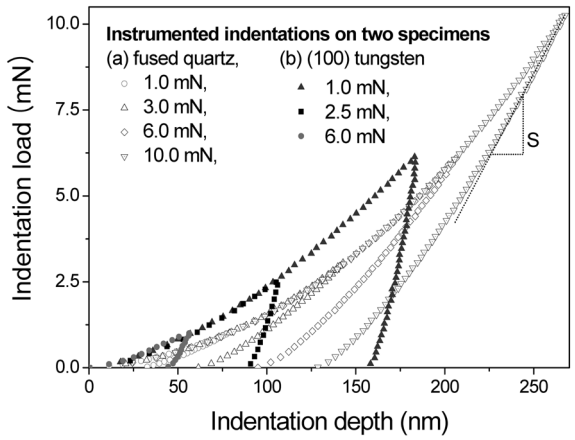

Fig. 1. Instrumented indentation curves from fused quartz and (100) tungsten monocrystal.

다. 따라서 나노압입시험에서는 표준편에 대한 교정용 압입시험이나 3차원 압입자 관찰 등을 통해 접촉깊이와 접촉면적 간의 관계를 나타내는 압입자 형상 교정함수를 이용하여 접촉면적을 구하고, 인가하중을 접촉면적으로 나눈 $L_{\max}/A_C$로 압입경도를 정의한다. 특히 Oliver와 Pharr의 곡선분석법 [1]을 통한 경도는 이후 H_{OP}로 표시한다.

Fused quartz와 (100) 텅스텐 단결정에서 얻어진 계장화 압입곡선들을 중첩한 그림 1을 살펴보면 동일한 인가하중 6 mN에 대응하여 최대압입깊이는 fused quartz에서 크게 나타났다. 그러나 인가하중이 제거되고 남은 잔류압입깊이를 최대압입깊이로 나눈 깊이 회복률을 살펴보면 (100) 텅스텐 단결정이 0.85인 반면에 fused quartz의 경우 0.46을 나타내어 fused quartz에서 훨씬 큰 탄성적인 회복과 함께 높은 압입경도를 나타낼 것으로 예상할 수 있다. 특히 Bolshakov 등 [4]이 제안한 기준에 의하면 탄성회복이 강한 fused quartz는 Oliver-Pharr 곡선분석법을 통해 얻어진 압입경도 H_{OP}가 진경도가 일치할 것으로 판단할 수 있다. 표 1에 나타낸 H_{OP}의 추이를 살펴보면, fused quartz의 경우 인가하중의 증가에 따라 압입경도가 약 10 GPa로 수렴하는 것으로 나타났고, (100) 텅스텐 단결정의 경우 인가하중의 증가에 따라 큰 폭으로 압입경도가 감소하는 압입크기효과(indentation size effect)가 두드러지게 나타났다.

3.2. 에너지적 접근을 통한 압입경도 평가

Stilwell과 Tabor [12]는 접촉압력으로 정의되는 압입경도를 확장하여 압입시험을 통해 소모된 소성일 W_P와 소성부피 V_P의 비로 식 (2)에 재 정의하였다. 본 연구에서는 나노압입 영역의 직접적인 압흔관찰로부터 새로운 소성부피 V_P를 정의하여 얻어진 압입경도를 H_{ST}로 표시한다.

$$H_{ST} = W_P/V_P \tag{2}$$

피라미드 압입자 형상이 마크로 영역처럼 첨단각으로만 정의될 수 없는 나노압입 영역에서 압입시험 후 표면에 발생한 소성부피를 예측하거나 측정하는 것이 곤란하였다. 이러한 번거로움을 해소하기 위해 Tuck 등 [13]은 압입하중-변위곡선 만으로 에너지적 접근을 통해 압입경도를 측정할 수 있는 간소한 식을 유도하였다. 즉 압입경도를 최대 압입깊이의 식인 $\kappa L_{\max}/h_{\max}^2$ 로 나타내고, 압입하중 인가곡선 하부의 압입일 W를 HV로 나타내었다. V는 압입자 형상인자인 κ와 $h_{\max}$의 식으로 표현되고, 최대 압입깊이 $h_{\max}$항을 제거하면 궁극적으로 Tuck 등 [13]이 제안한 압입경도 H_{TW}는 식 (3)으로 표현되었다.

$$H_{TW} = \kappa L_{\max}^3/(9W^2) \tag{3}$$

식 (3)의 압입일 W 대신에 압입하중-변위곡선에 둘러싸인 이력에너지(hysteresis energy 혹은 소성일 W_P)를 대입함으로써 소성변형에 대응하는 압입경도 H_{TP}도 계산될 수 있었다. 그림 1의 압입하중-변위곡선으로 둘러쌓인 면적을 적분하여 W와 W_P를 계산하고, Berkovich 압입자의 형상인자 κ로 0.0408를 대입함으로써 표 2와 같이 두 가지

Table 1. Indentation hardness analyzed using Oliver-Pharr's analysis [1] for two specimens

Specimen	Applied load (mN)	Indentation depth (nm)	Contact depth (nm)	Oliver-Pharr's hardness H_{OP} (GPa)
Fused quartz	1	78.53±0.26	50.88±0.31	10.88±0.10
	3	143.20±0.40	97.35±0.48	10.42±0.09
	6	206.48±0.96	143.99±1.36	10.23±0.18
	10	269.85±2.02	191.98±2.25	10.02±0.22
(100) tungsten monocrystal	1	60.39±2.56	53.44±2.64	9.12±0.70
	2.5	106.70±2.36	96.87±2.44	8.40±0.37
	6	180.35±6.82	165.91±5.96	7.62±0.52

Table 2. Indentation hardnesses analyzed according to Tuck's modified deformation energy approaches [13]

Specimen	Applied load (mN)	Indentation work W (nJ)	Tuck's whole hardness H_{TW} (GPa)	Hysteresis energy W_P (nJ)	Tuck's plastic hardness H_{TP} (GPa)
Fused quartz	1	0.029±0.000	5.58±0.06	0.008±0.000	66.06±3.01
	3	0.154±0.002	5.50±0.16	0.048±0.003	57.22±6.36
	6	0.434±0.003	5.61±0.08	0.143±0.005	51.65±3.87
	10	0.937±0.007	5.64±0.08	0.331±0.010	45.40±2.61
(100) tungsten monocrystal	1	0.025±0.001	7.85±0.95	0.019±0.002	12.16±2.11
	2.5	0.104±0.002	6.97±0.31	0.086±0.003	10.19±0.80
	6	0.425±0.008	5.83±0.21	0.361±0.007	8.07±0.35

시험편에 대응하는 H_{TW}와 H_{TP}가 평가되었다.

그러나 표 2에서 에너지적 접근방법으로 평가된 압입경도인 H_{TW}와 H_{TP}는 표 1에서 Oliver와 Pharr의 곡선 분석법 [1]으로 평가한 압입경도 H_{OP}와는 현저히 다른 거동을 나타내었다. 식 (3)을 이용하여 측정된 H_{TW}는 재료쌓임 변형이 발생하는 (100) 텅스텐 단결정에서 H_{OP}의 80% 수준에 달하는 반면, 불균일 표면변형이 없음에도 불구하고 fused quartz의 경우 H_{OP}의 절반 수준에 육박하는 압입경도의 심각한 과소평가 발생했다. 식 (3)의 압입일 W 대신에 소성일 W_P를 대입하여 평가한 압입경도 H_{TP}는 fused quartz의 경우 4.5배 이상의 과대평가 양상이 나타났고, (100) 텅스텐 단결정에서도 표 1의 압입경도 H_{OP}에 비해서 높은 값을 나타내었다. 재료쌓임 변형이 존재하면 진경도는 항상 H_{OP} 보다 낮은 것으로 알려져 있기 때문에 [4,14] 식 (3)에 소성일을 대입하여 압입경도 H_{TP}를 평가하는 방법은 타당성이 떨어지는 것을 확인할 수 있다. Tuck 등의 접근법 [13]이 이와 같은 불일치를 나타내는 이유는 식 (3)의 유도과정에서 사용된 압입경도의 잘못된 정의에서 비롯한 것으로 판단된다. 즉 압입경도는 접촉압력으로 정의되기 때문에 접촉깊이 h_C가 아닌 최대 압입깊이 $h_{\max}$로 표현될 수 없으며, 특히 재료쌓임이 심각한 소재에서 h_C와 $h_{\max}$간의 관계식이 도출된 바 없기 때문에 식 (2)의 압입경도 식을 식 (3)으로 간단히 변환할 수 없다.

본 연구에서는 Tuck 등의 접근 [13]과 달리 식 (2)의 압입경도 정의에 따라 소성일 W_P를 잔류압흔의 3차원적인 분석을 통해 획득된 소성부피 V_P로 나누어 압입경도 H_{ST}를 측정하였다. 그림 2(a)와 같이 재료쌓임 변형이 미미한 fused quartz의 경우 압입곡선으로 둘러쌓인 면적(hysteresis area) 혹은 소성일을 잔류압흔의 내부부피(impression volume, V_{imp})로 나누어 압입경도를 측정하였다. 즉 fused quartz의 경우 소성부피 V_P와 압흔 내부부피 V_{imp}가 일치하게 된다. 반면에 그림 2(b)와 같이 재료쌓임이 심각한 단결정 텅스텐 표면에서 소성부피를 결정짓는 것은 간단하지 않다. 압입일이 투입됨에 따라 압흔내부(impression)의 발생도 있지만 일부 소재는 소성유동을 통해 표면에 돌출된 재료쌓임(pile-up) 변형을 나타낸다. 소성부피를 두 변형부피의 합으로 표현할지 차로 표현할지는 간략한 가정을 통해 확인해 볼 수 있다. Chaudhri와 Winter [14]는 재료쌓임의 압입하중 지탱여부를 확인하기 위해 압입, 재료쌓임 프로파일 관찰, 표면 연마를 통한 재료쌓임부 제거 및 재 압입 과정을 반복하는 시험을 수행하였다. 시험결과 1회 압입흔적에 동반되었던 재료쌓임이 연마를 통해 제거되었다 하더라도 2회 재 압입과정에서 선행 재료쌓임에 준하는 표면변형이 재현되었다. 결론적으로 재료쌓임이 압입하중을 일부 지탱하며, 재료쌓임에 의해서 접촉면적의 증가와 압입경도의 감소가 나타나게 된다. 만약 압입자와 시험편 간 접촉부 외각의 자유표면을 고강성 소재로 코팅하여 재료쌓임을 강제적으로 막는다면 앞서 Chaudhri와 Winter의 시험결과 [14]에서 유추해 볼 수 있는 것처럼 재료쌓임에 의한 접촉면적 증가분을 유지하기 위해 압흔이 더욱 커지는 현상이 발생할 것으로 예상할 수 있다. 이는 재료쌓임 부피가 압흔내부 부피와 동일하게 취급될 수 있다는 것을 의미하기 때문에 본 연구에서 텅스텐 단결정의 소성부피 V_P를 식 (4)와 같이 압흔 내부부피 V_{imp}와 재료쌓임 부피 V_{pile}의 합으로 정의하였다.

$$V_P = V_{imp} + V_{pile} \tag{4}$$

새롭게 정의된 소성부피를 식 (2)에 대입한 결과 표 3의 압입경도 H_{ST}가 평가되었으며 표 1의 H_{OP}와 비교했을 때 fused quartz의 경우 약 20% 남짓 높게 평가되는 반면에 (100) 텅스텐 단결정의 경우 도리어 압입경도가 낮아지는 양상을 확인할 수 있었다. 이는 fused quartz에서 발생하는 뚜렷한 탄성회복으로 인해 하중인가 상태의 압

Table 3. Indentation hardness analyzed according to modified Stilwell and Tabor's energy approach [12]

Specimen	Applied load (mN)	Hysteresis energy W_P (nJ)	Impression volume $V_{pile}\times10^{-20}$ (m^3)	Pile-up volume V_{pile} $\times10^{-20}$ (m^3)	Stilwell-Tabor's hardness H_{ST} (GPa)
Fused quartz	1	0.008±0.000	0.020±0.000	–	14.39±1.55
	3	0.048±0.003	0.367±0.004	–	13.89±0.93
	6	0.143±0.005	4.025±0.031	–	11.97±0.15
	10	0.331±0.010	14.924±0.151	–	12.05±0.16
(100) tungsten monocrystal	1	0.019±0.002	0.112±0.002	0.120±0.007	8.32±0.74
	2.5	0.086±0.003	0.704±0.045	0.610±0.142	6.58±0.43
	6	0.361±0.007	3.329±0.453	3.348±0.798	5.43±0.19

입경도 H_{OP}와 하중제거 후의 압입경도 H_{ST}의 차이가 발생한 것으로 설명할 수 있다. 또한 텅스텐 단결정의 경우 재료쌓임 변형이 뚜렷이 발생했고, 소성부피의 결정에 재료쌓임 부피의 정량적인 값을 대입함으로써 Oliver와 Pharr의 곡선분석법 [1]에서 고려될 수 없었던 재료쌓임의 보정결과로 판단할 수 있다.

3.3. 압흔 입체형상의 방사상 미분을 통한 압입경도 평가

압입에 따른 소성변형 부피 측정과 함께 잔류압흔에 대한 입체적인 분석을 통한 접촉경계 및 압입경도 결정도 시도되었다. Saha 등 [5]은 압흔 단면프로파일에서 재료쌓임부의 최고점으로 접촉경계를 결정하였으며, 본 저자들은 선행연구 [11]에서 방사상 미분을 통해 재료쌓임부의 최고점들을 연결한 접촉경계의 폐곡선을 도출하는 방법을 제안하였다. 이 방법은 압입자와 시험편 표면 간의 접촉경계가 재료쌓임부의 최대점과 일치한다는 가정으로부터 시작되며, 여러 연구 [5,9,10,15]를 통해 압흔 단면프로파일에서 발생할 수 있는 여러 특이점 중에서 재료쌓임 최대점이 접촉경계와 가장 근접하는 것으로 받아들여지고 있다. 또한 압입변형 중 초기접촉 변형요소로서 매끈한 경질 압입자 표면에 의해 표면조도를 갖는 시험편 표면이 평탄화(flattening)되는 과정이 존재한다. 이와 같은 경우 접촉경계 내부의 표면은 평탄화 과정을 통해 표면조도나 굴곡이 사라지게 되며, 미분영상에서 표면조도에 의해 발생하는 복잡한 줄무늬 형상(wiggle pattern)없는 깨끗한 영역으로 나타난다. 즉 재료쌓임 거동이 없는 fused quartz와 같은 소재에서도 소재표면에 어느 정도의 표면조도가 존재할 경우 방사상 미분 방법을 통해 폐곡선 형태의 접촉경계 결정이 가능하였다. 방사상 미분 방법은 압흔중심을 원점(origin)으로 하는 원기둥 좌표계를 고려함으로써 회전각도(θ-axis)에 따른 압흔 중심으로부터의 거리에 따른 z축 표면변형 높낮이 변화를 미분(dz/dr)하게 된다. 미분치가 0이 되는 접촉부 가장자리 지점들을 연결하여 폐곡선을 형성하고, 인가하중을 폐곡선 내부의 접촉면적으로 나누어 압입경도를 계산하게 된다.

Table 4. Indentation hardness analyzed by an image differentiation method [11]

Specimen	Applied load (mN)	Contact area $\times10^{-13}$ (m^2)	Image differentiation hardness H_{DF} (GPa)
Fused quartz	1	0.913±0.126	11.09±1.54
	3	2.685±0.068	11.18±0.29
	6	5.738±0.086	10.46±0.16
	10	9.132±0.096	10.95±0.12
(100) tungsten	1	1.526±0.133	6.59±0.59
	2.5	4.908±0.419	5.12±0.40
	6	14.401±0.874	4.18±0.24

표 4에 나타낸 3차원 잔류압흔의 미분을 통한 압입경도 H_{DF} 측정결과를 살펴보면 fused quartz의 경우 H_{OP}와 유사한 반면에 (100) 텅스텐 단결정에서는 H_{OP}에 비해 훨씬 낮은 값을 나타내었다. 궁극적으로 제시된 5종의 서로 다른 분석방법으로 평가된 압입경도를 그림 3에 중첩하여 나타냄으로써 평가기법의 타당성을 뚜렷하게 확인해 볼 수 있다. 그림 3(a)의 fused quartz는 재료쌓임이 거의 발생하지 않기 때문에 Oliver와 Pharr의 분석법 [1]을 통해 진경도를 측정할 수 있는 것으로 알려져 있다. 즉 H_{OP}에 근접해 있는 압흔 입체형상의 미분 [11]을 통해 얻어진 H_{DF}와 Stilwell과 Tabor가 제안한 것 [12]처럼 실제 소성부피로 소성일을 나누어서 평가한 H_{ST}가 타당한 압입경도 측정방법임을 확인할 수 있다. 반면에 Tuck 등이 수정한 에너지적 접근법 [13]의 경우 압입일과 소성일을 접목함에 따라 압입경도의 과소평가 혹은 과대평가가 발생하여 정확한 분석이 불가능함을 확인할 수 있었다. 그림 2(b)의 재료쌓임이 뚜렷하게 발생하는 텅스텐 단결정에서는 압입

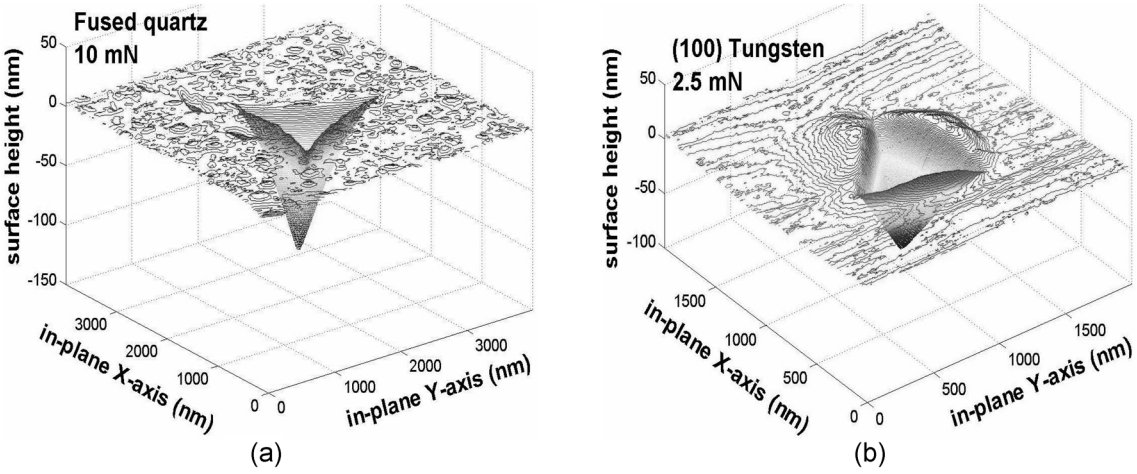

Fig. 2. Three-dimensional morphologies of remnant indents on (a) fused quartz and (b) (100) tungsten monocrystal surfaces.

경도가 그림 3(a)와는 달리 나타남을 확인할 수 있다. 재료쌓임이 발생하는 소재의 경우 아직까지 압입자/시험편 간의 접촉경계를 명확히 결정짓는 방법이 없기 때문에 진경도를 판단할 수 있는 기준은 없지만, 재료쌓임으로 인해 접촉압력의 분산 혹은 압입경도의 저하가 발생하기 때문에 진경도의 상한치(upper limit)를 H_{OP}로 결정할 수 있다. 또한 재료쌓임부의 접촉형상을 살펴볼 때 접촉경계가 재료쌓임 최고점의 외각에 존재할 수는 없기 때문에 진경도의 하한치(lower limit)로 H_{DF}를 잡을 수 있다.

이와 같은 판단기준에 따르면 (100) 텅스텐 단결정의 합리적인 압입경도는 Stilwell과 Tabor [12]의 식 (2)에 소성부피를 새롭게 정의하여 평가된 H_{ST}와 압입일을 고려한 Tuck 등 [13]의 식 (3)으로 구해진 H_{TW}를 들 수 있다. 특히 3.2.에 언급한 것처럼 H_{ST}의 유도과정에서 재료쌓임에 따른 접촉면적의 증가가 고려되었기 때문에 Stilwell과 Tabor의 식 [12]을 활용한 H_{ST}가 H_{OP} 보다 현실성 있는 압입경도라 할 수 있다. 그러나 그림 3에서 두 가지 시험편 모두를 살펴봤을 때 타당성이 있는 압입경도로는 H_{OP}, H_{DF} 및 H_{ST}로 판단할 수 있으며, 이들 값들의 상호관계를 분석함으로써 최적의 압입경도를 유추할 수 있을 것으로 판단된다.

4. 결 론

마이크론 수준의 미미한 표면변형을 유발하는 계장화 압입시험에서 압입경도는 주로 탄성적인 하중제거곡선 분석에 의존해 왔으나 재료쌓임이 존재하는 소재에서 압입경도의 과대평가가 보고되어 왔다. 본 연구에서는 재료쌓임의 유무를 대표하는 두 가지 소재의 계장화 압입시험 결과에 대해 현재까지 개발된 다양한 분석기법들을 접목하

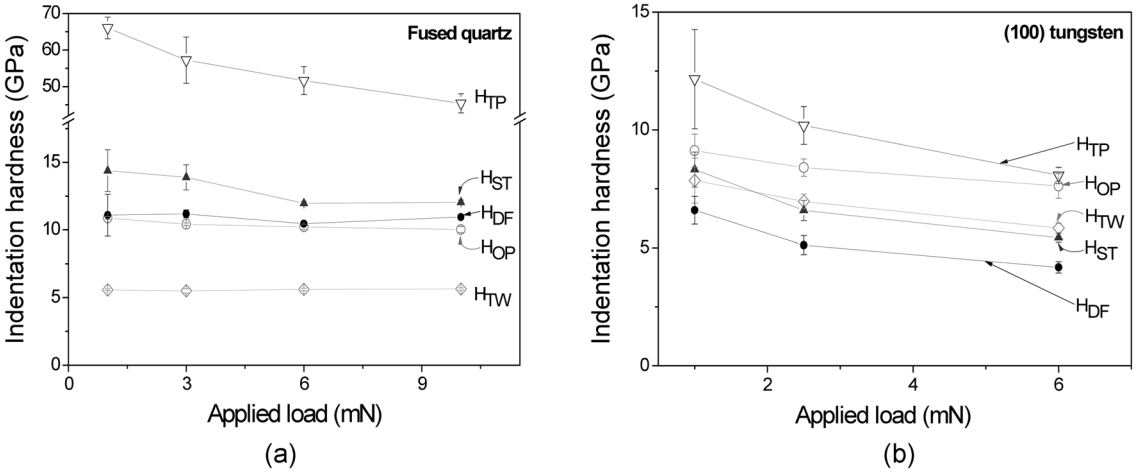

Fig. 3. Indentation hardnesses through five analyzing approaches for (a) fused quartz and (b) (100) tungsten monocrystal.

여 획득된 압입경도들을 상호 비교함으로써 최적의 분석 기법을 확인하고자 하였으며, 각 분석기법에 대한 타당성 검증결과는 아래와 같이 정리하였다.

1. 원자현미경이 융합된 나노압입을 통해 얻어지는 시험 정보로는 압입하중-변위곡선과 잔류압흔의 3차원 형상정보를 들 수 있다. 이 두 가지 정보를 분석하는 기법으로 압입곡선 분석법, 압입일과 변형부피를 고려한 에너지적 접근법 및 압입형상 미분법의 세 가지 종류로 크게 분류하였고, 에너지적 접근법을 세부적으로 압입과정에 소모된 일과 변형부피 측면에서 세 종류로 다시 나눔으로써 총 다섯 가지 압입경도 분석기법들을 고려하였다.

2. 특히 에너지적 측면의 압입경도 정의를 재료쌓임 영향이 두드러진 나노압입 영역에 적용하기 위하여 압흔내부와 재료쌓임 부피의 합을 소성부피로 새롭게 정의하였으며, 압입형상 미분법의 경우 방사상 미분을 통한 연속적인 폐곡선 형태의 접촉경계를 확인함으로써 한정된 수의 단면 프로파일로부터 접촉경계를 일반화시킬 때 발생할 수 있는 임의성이나 주관성을 배제할 수 있었다.

3. Fused quartz와 (100) 텅스텐 단결정에 대한 Berkovich 압입자를 이용한 압입시험을 통해 재현성 있는 압입하중-변위곡선과 함께 기대했던 것과 같은 재료쌓임의 유무가 뚜렷한 잔류압흔 형상을 획득할 수 있었다.

4. 압입하중-변위곡선과 3차원 잔류압흔 형상에 위에서 언급한 다섯 종류의 압입경도 분석기법을 적용하여 인가하중에 따른 압입경도의 추이를 획득하였다. 재료쌓임이 거의 없는 fused quartz의 압입경도 분석으로부터 압흔 미분법과 소성부피의 새로운 정의을 포함한 에너지적 접근이 타당성이 있음을 확인하였고, 재료쌓임이 존재하는 (100) 텅스텐 단결정에 대한 시험결과에서도 유사한 결과가 얻어졌다. 덧붙여 재료쌓임이 존재할 경우 진경도는 곡선분석법과 압흔 미분법으로부터 얻어진 압입경도 사이에 존재한다고 결론내릴 수 있었다.

감사의 글

본 연구는 지식경제부의 에너지기술혁신 프로그램으로 지원되었으며 이 논문은 “차세대에너지 안전 연구단”의 연구결과입니다(세부과제번호: 2007-M-CC23-P-09-1-000).

REFERENCES

1. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992).
2. J. L. Loubet, J. M. Georges, and J. Meille, *Nanoindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, p.72-89, ASTM Publication, Philadelphia (1986).
3. N. X. Randall, C. Julia-Schmutz, and J. M. Soro, *Surf. Coat. Technol.* **108-109**, 489 (1998).
4. A. Bolshakov and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **13**, 1049 (1998).
5. R. Saha and W. D. Nix, Mater. *Sci. Eng. A* **319-321**, 898 (2001).
6. D. L. Joslin and W. C. Oliver, *J. Mater. Res.* **5**, 123 (1990).
7. Y.-H. Lee and D. Kwon, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.* **41**, 104 (2003).
8. S.-H. Kim, B.-W. Lee, Y. Choi, and D. Kwon, *Mater. Sci. Eng. A* **415**, 59 (2006).
9. Y. Y. Lim, M. M. Chaudhri, and T. Enomoto, *J. Mater. Res.* **14**, 2314 (1999).
10. D. Beegan, S. Chowdhury, and M. T. Laugier, *Surf. Coat. Technol.* **176**, 124 (2003).
11. Y.-H. Lee, J.-Y. Kim, Y. I. Kim, S. H. Nahm, and D. Kwon, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.* **44**, 485 (2006).
12. N. A. Stilwell and D. Tabor, *Proc. Phys. Soc.* **78**, 169 (1961).
13. J. R. Tuck, A. M. Korsunsky, S. J. Bull, and R. I. Davidson, *Surf. Coat. Technol.* **137**, 217 (2001).
14. M. M. Chaudhri and M. Winter, *J. Phys.* D **21**, 370 (1988).
15. K. Sangwal, P. Gorostiza, J. Servat, and F. Sanz, *J. Mater. Res.* **14**, 3973 (1999).