

나노압입시험을 이용한 마이크로/나노 소재의 물성 특성화 및 응용

김주영¹ · 이윤희² · 장재일³ · 권동일^{1,*}

¹서울대학교 재료공학부

²한국표준과학연구원 삶의질표준부, ³한양대학교 신소재공학부

Characterization of Properties of Micro/Nano Materials Using Nanoindentation and its Applications

Ju-Young Kim¹, Yun-Hee Lee², Jae-il Jang³, and Dongil Kwon^{1,*}

¹School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul 151-744, Korea

²Division of Metrology for Quality Life, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-600, Korea

³Division of Materials Science and Engineering, Hanyang University, Seoul 133-791, Korea

Over the last two decades, nanoindentation has been widely used for evaluating mechanical properties of micro/nano materials. Principles to measure mechanical properties, basically hardness and elastic modulus, using nanoindentation were introduced and its applications are also presented. We explain and introduce main nanoindentation topics in detail as follows: contact depth determination to take surface roughness into account, indentation size effect models, quantitative evaluation of residual stress, materials phenomena such as yielding and phase transformation.

Key words : nanoindentation, contact area, indentation size effect, residual stress, yielding, pressured-induced phase transformation

1. 서 론

박막, 코팅, MEMS 등에 사용되는 마이크로 소재 및 나노 소재는 사용용도 및 목적에 맞도록 다양하게 제작되어 여러 분야에 활용되고 있다. 이처럼 마이크로/나노 소재의 활용 범위가 넓어짐에 따라 이러한 소재의 기계적 물성을 어떻게 측정하는가에 대한 관심이 높아지고 있다. 그러나 기계적 물성을 측정하는 일축인장 시험, 경도 시험, 파괴인성 시험 등 기존의 일반적인 방법으로는 마이크로/나노 소재의 기계적인 물성을 측정하는데 어려움이 있다. 또한 소재의 기계적 물성은, 여타의 물성과 유사하게, 소재의 기하학적 부피가 작아지면 판이하게 다른 양상을 나타낸다^[1]. 이러한 이유로 마이크로/나노 소재의 기계적 물성을 측정하고자 하는 여러 새로운 시도가 이루어지고 있는데, 이러한 시도 중에 가장 활발한 연구가 이루어지고 있고 활용도가 높은 기술이 나노압입시험이다. 이는 별도의 시험편 준비가 필요 없고, 시험 방법이 매우 간편하면서도, 매우 작

은 (수십 나노미터 수준) 부피의 소재에 대한 물성 평가가 가능하기 때문이다^[2,3].

나노압입시험은 일정한 기하학적 형상을 가지는 압입자를 이용하여, 대상 소재 표면에 하중을 인가, 제거하는 과정 중의 하중과 압입 깊이를 연속적으로 기록하여 얻어지는 압입 하중-변위 곡선의 해석을 통하여 소재의 기계적 물성을 측정하는 기법으로 그 하중의 범위가 대략 μN - mN 수준이고, 압입 깊이의 범위는 대략 nm - μm 수준이다. 1986년 Doerner-Nix가 flat punch 가정에 근거하여, 나노압입시험을 통해 경도와 탄성계수를 측정할 수 있는 기반을 마련하였다^[2]. 근본적으로 별도의 압흔 관찰 없이 소재의 소성변형에 대한 저항성의 척도인 경도, 탄성변형에 대한 저항성의 척도인 탄성계수를 간단한 압입시험을 통해 측정할 수 있는 혁신적인 제안이었다. 하지만 압입자 형상을 고려하지 못하는 문제점 등으로 인해 현실적 적용에는 한계가 있다는 문제점을 내재하고 있었는데, 그 후 1992년 Oliver-Pharr는 Doerner-Nix의 flat punch의 한계를 극복하면서 탄성 접촉 이론에 기반한 나노압입시험의 분석 기법을 제안하였다. 이 Oliver-Pharr 방법은 탄성 접촉의 한계에도 불구하고,

*Corresponding author: dongilk@snu.ac.kr

현재까지 가장 일반적으로 활용되고 있는 나노압입시험의 분석 기술이다^[3]. Oliver-Pharr 방법에 대해서는 다음 절에 더 자세하게 설명하도록 하겠다. 그 이후, 기본적으로 측정되는 경도, 탄성계수 외에, 인장 물성, 잔류 응력, 파괴인성 등의 물성 측정의 도구로 활용되는 연구와 항복 거동, 압력 유기 상변태 등 소재에 일정한 변형 상태를 인가하는 도구로 활용되는 방향으로도 활발한 연구가 진행되어 오고 있다.

나노압입시험을 이용하여 구하는 대부분의 물성에는 투영 접촉면적이 직접적인 인자로 들어가게 되는데, 별도의 압흔 관찰 없이 하중이 인가된 상황의 투영접촉면적을 압입 하중-변위 곡선의 해석만을 통해 유추해야 하는 어려움이 있다. 이에 본 논문에서는 나노압입시험의 가장 기본적인 분석 방법이라 할 수 있는 투영접촉면적 결정에 대한 연구에 대해 고찰하고자 한다. 또한 본 논문에서는 나노압입시험을 응용한 연구 중에서 가장 대표적인 연구 분야에 대해 정리하고자 한다. 우선, 압입 하중이 감소함에 따라 측정되는 경도값 역시 감소하는 압입크기효과에 대해 고찰하고자 한다. 그리고 압입크기효과의 나노압입 시험 응용을 위해서 필히 고려되어야 하는 압입자 첨단 기하학적 비이상성을 고려한 최근의 연구에 대해서도 소개하고자 한다. 다음으로, 대부분의 마이크로/나노 소재는 제조 공정상에서 잔류응력이 발생하게 되는데, 이 잔류응력이 시스템의 파손 및 신뢰성에 관련한 연구에서 큰 이슈가 되고 있다. 이러한 잔류응력을 나노압입시험을 이용하여 정량적으로 측정하는 기술에 대해 정리하고자 한다. 마지막으로, 나노압입시험을 이용하여 소재의 변형을 유발하고, 재료학적 현상을 이해하는 항복 거동 및 압력 유기 상변태에 대한 연구 분야를 소개하고, 현재 새로운 이슈로 부각되고 있는 분야들에 대해 고찰하고자 한다.

2. 압입 하중-변위 곡선으로부터 접촉면적의 결정

2.1. Pile-up/sink-in이 고려된 접촉면적의 결정

나노압입시험을 통해 일반적으로 측정되는 물성은 경도와 탄성계수이다. 경도의 경우에는 압입깊이가 감소함에 따라 그 값이 증가하는 성향으로 측정되는 것이 일반적이고, 이를 압입 크기효과라 하는 반면, 탄성계수의 경우에는 압입깊이에 관계 없이 일정한 값으로 측정된다. 이러한 탄성계수의 압입깊이 비의존성을 이용하여 pile-up/sink-in이 고려된 투영접촉면적의 환산이 가능하다. 경도, H , 수식은 $H = P_{max} / A$ 로 표현하며, 본 수식에 표현된 P_{max} 는 하중 인가시의 최대 하중, A 는 최대 하중 인가시의 투영접촉면적이다. 기존에 나노압입시험 결과의 분석에 가장 일반적으로 활용되는 Oliver-Pharr 방법의 경우에는^[3], 접촉깊이, h_c , 를 $h_c = h_{max} - h_e$ 로 표현하며, 본 수식에 표현된 h_{max} 는 접촉 시점으로부터의 압입깊이, h_e 는 탄성 굽힘에 의해 감소된 접촉 깊이이다. 하지만, 대부분의 연성 재료의 경우 압입자 주변에 소성 유동에 의한 pile-up에 의해 그림 1에 보이는

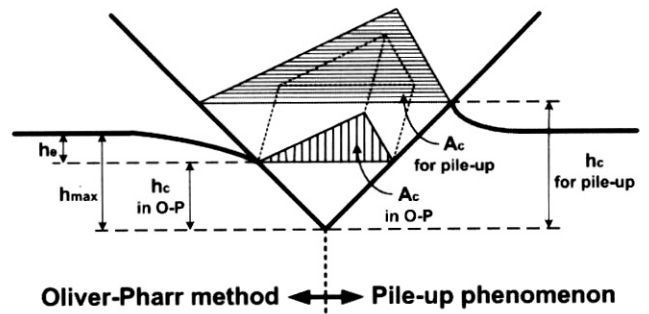


Fig. 1. Nanoindentation contact morphology assumed in the Oliver-Pharr method on the left side, real contact morphology considering pile-up phenomenon on the right side.

바와 같이 실제 접촉 면적은 Oliver-Pharr 방법에 의해 분석되는 면적보다 크다. Pile-up/sink-in 효과가 두드러진 재료의 경우 이에 대한 보정을 통해 측정되는 투영접촉면적을 경도 측정에 사용하여야 한다. 나노압입시험을 통해 탄성계수를 측정하는 원리는 다음과 같다.

$$E_{eff} = \frac{\sqrt{\pi} S}{2 \sqrt{A_c}} \tag{1}$$

본 수식에 표현된 E_{eff} 는 시편과 압입자의 탄성변형을 동시에 고려한 환산탄성계수이고, S 는 하중 제거 곡선의 초기 기울기로 측정되는 강성도이다. 본 수식에서 S 를 나노압입시험을 통해 측정하고, Oliver-Pharr 방법을 통해 분석된 A_c 를 수식에 넣어 시편의 탄성계수를 측정하는 것이 일반적인 방법인데, 역으로 시편의 탄성계수를 아는 경우에는 측정된 S 값 삽입을 통해 pile-up/sink-in 효과가 고려된 실 투영접촉면적을 측정할 수 있다. 이렇게 측정된 실 투영접촉면적을 경도 환산에 사용하면으로써, pile-up/sink-in 효과가 고려된 경도 측정이 가능하다.

2.2. 표면 조도 효과를 반영한 접촉면적 모델

압입 과정 중에 실제로 압입자와 접촉이 발생하는 소재의 표면은 초기 표면 조도와 무관하게 평탄하다^[4]. 그림 2에 보여지는 바와 같이, 최대 하중이 인가된 상황에서의 접촉 면적 A_c 안에 존재했던 미세 표면 형상들은 위로 볼록한 부분들이 골을 채우는 형태의 완전 소성변형을 통해 평탄화 된다. 일반적으로 압입자 첨단의 반경이 미세 표면 형상들의 반경보다는 훨씬 크

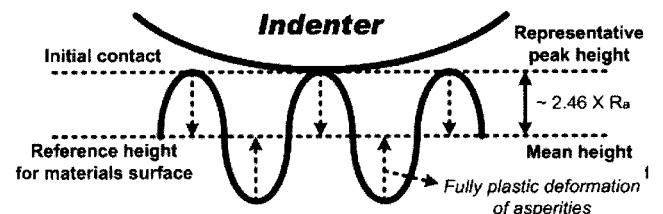


Fig. 2. Schematic of rough-surface model in determining projected contact area.

기 때문에 초기 접촉은 미세 표면 형상들의 첨단 부근에서 발생하게 된다^[5,6]. 초기 접촉이 발생하는 높이를 이상적으로 평탄한 소재의 표면을 가정하는 기존의 분석 방법들에서는 이 초기 접촉발생높이를 소재의 표면 높이로 인지하게 된다. 하지만, 하중이 인가된 상황에서 접촉 면적안의 거친 표면들이 이미 평탄화 되었다면, 거친 표면 형상의 평균 높이가 소재 표면의 기준 높이가 되어야 한다. 미세 표면 형상의 대표적인 첨단 높이와 평균 높이의 차이만큼이 정확한 접촉 면적 결정을 위해서 보정되어야 한다.

거친 표면의 가장 현실적인 수학적 표현은 표면의 높이들이 정규 분포를 따르는 것이다^[27]. 이때 각각의 높이 값들을 확률론적 관점에서 포괄할 수 있는 경계값을 설정해 주어야 한다. 이 경계값들은 미세 표면 형상의 대표적 첨단과 골 값으로 고려될 수 있다. 정규 분포의 중앙 값 95%를 포괄하는 경계값은 평균값±표준편차의 1.96배로 표현되는데, 이 값을 허용한계라 한다^[7]. 그러므로 미세 표면 형상들의 대표 첨단 높이와 평균 높이의 차이를 높이 값 분포 표준편차의 1.96배로 가정할 수 있다. 표면 높이의 정규 분포 상황에서는 평균 표면 조도 R_a 와 표준편차 σ 의 관계가 $\sigma = \sqrt{\pi/2} \times R_a$ 로 표현할 수 있다. 이를 바탕으로 계산하면, 미세 표면 형상들의 대표 첨단 높이와 평균 높이의 차이는 평균 표면 조도의 2.46배인 것을 알 수 있다.

하중이 인가된 상황에서 소재의 소성변형에 의해 압입자 주변에 pile-up/sink-in현상이 발생하게 된다. 가장 일반적인 Oliver-Pharr 방법에 pile-up/sink-in 높이 h_{pile} 가 보정된 다음의 수식이 현존하는 이상적으로 평탄한 표면을 가정한 모델의 접촉 깊이 결정식이다.

$$h_c = h_{max} - h_d + h_{pile} \quad (2)$$

본 수식에서 h_{max} 는 초기 접촉으로부터 압입된 최대 압입 깊이이다. 다음의 수식은 표면 조도 효과를 고려하여 제안된 거친 표면 모델의 접촉 깊이가 결정식이다.

$$h_c = h_{max} - h_d + h_{pile} - 2.46 \times R_a \quad (3)$$

3. 압입 크기 효과 (Indentation size effect) 특성화

3.1. 나노 스케일에 적용 적합한 압입 크기 효과 모델

무딘 첨단을 가지는 원뿔 압입자에 대한 나노압입시험 시 pile-up현상을 포함한 접촉 형상 및 발생하는 기하학적필요전위의 개요를 그림 3에 나타내었다. 하중 제거 시 발생하는 탄성회복은 h 축 방향으로만 발생하고(접촉 반경 a 는 변화 없음), 다음과 같이 정의되는 소성 대 전체 접촉 깊이 비로 일정하게 회복됨을 가정하였다.

$$\chi = \frac{h_{c, off}}{h_c} \quad (4)$$

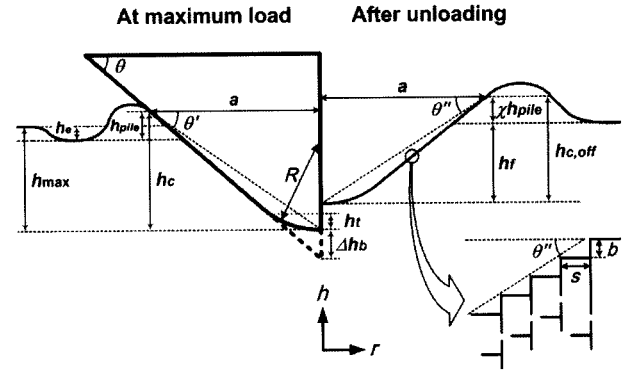


Fig. 3. Nanoindentation contact morphology including pile-up for a conical indenter with a blunt tip, and the distribution of geometrically necessary dislocations.

본 수식에 표현된 $h_{c, off}$ 와 h_c 는 하중 제거 후와 최대 하중 인가 시의 접촉 깊이이다. 하중 제거 후의 압흔이 재료의 표면에 수직인 방향으로 크기 b 의 Burgers 벡터를 가지는 기하학적필요전위 고리들로 둘러싸여져 있음을 가정하였다. 기하학적필요전위는 압입 시 재료의 표면에 인가되는 불균일한 소성변형을 설명하기 위해 필요하다. 주각 θ 를 가지고, 그 첨단이 무딘 원뿔 압입자를 고려하였다. 날카로운 첨단과 무딘 첨단의 높이 차이 Δh_b 로 인해, 최대 하중 인가 시 유효 주각 θ' 는 접촉 깊이가 감소함에 따라 θ 에 비해 감소한다. 하중 제거 시 유효 주각 θ'' 로 표현되는 재료 변형이 기하학적필요전위에 의해 발생한다. 그림 3에 보여 지는 것처럼, 각각의 기하학적필요전위 고리들이 $0 \leq r \leq a$ 인 영역에서 θ'' 을 따라 일정한 간격으로 분포하고 있다고 가정하였다. 그러면 χ 의 정의와 기하학적 관계로부터 다음의 수식이 성립한다.

$$\chi \tan \theta' = \frac{h_{c, off}}{h_c} \frac{h_c}{a} = \frac{b}{s} \quad (5)$$

본 수식에 표현된 s 는 슬립단의 거리이다. λ 를 전체 기하학적필요전위의 길이라고 한다면, r 과 $r + dr$ 사이의 그 성분은 $2\pi r(dr/s)$ 가 되어, 이를 적분하면 다음과 같이 기하학적필요전위의 총길이를 계산할 수 있다.

$$\lambda = \int_0^a 2\pi r \frac{1}{s} dr = \int_0^a 2\pi r \frac{\chi \tan \theta'}{b} dr = \frac{\pi a^2 \chi \tan \theta'}{b} = \frac{\pi a \chi h_c}{b} \quad (6)$$

기하학적필요전위 고리들이 접촉이 발생하는 반경의 반구 부피, $V = 2\pi a^3/3$, 내에 존재한다면, 다음의 기하학적필요전위 밀도를 계산할 수 있다.

$$\rho_G = \frac{\lambda}{V} = \frac{3\chi h_c}{2ba^2} = \frac{3\chi}{2bh_c} \tan^2 \theta' \quad (7)$$

변형의 저항을 평가하기 위해 전단강도 τ 에 대한 테일러 관계를 이용한다. Von Mises의 흐름 법칙과 Tabor 계수를 사용하

면^[8], 다음과 같이 경도에 대한 수식을 표현할 수 있다.

$$H = 3\sigma = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s + \rho_G} \quad (8)$$

본 수식에 표현된 ρ_s 는 통계학적저장전위의 밀도이고, μ 는 전단계수, α 는 기하학적 계수인데, ρ_s 는 압입 깊이에 의존하지 않고, α 는 0.5임을 가정하였다^[8]. 수식 (7), (8)번을 이용하면 경도에 대한 수식을 다음과 같이 정리할 수 있다.

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + J\frac{h'}{h_c}} \quad (9)$$

본 수식에 표현된 H_0 는 $H_0 = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s}$ 의 관계로 표현되는 기하학적필요전위가 존재하지 않는 상태의 거시적 경도이며, h' 는 압입크기효과에 대한 특성거리로 다음과 같이 표현된다.

$$h' = \frac{81}{2}b\alpha^2 \tan^2\theta \left(\frac{\mu}{H_0}\right)^2 \quad (10)$$

H_0 와 h' 는 Nix와 Gao의 모델에서처럼 재료와 주압입자 형상의 상수들이다. 수식 (9)에서 정의된 스케일링 요소 J 는 다음과 같이 정리된다.

$$J = \chi \left(\frac{\tan\theta'}{\tan\theta}\right)^2 = \chi \left(\frac{h_c}{h_c + \Delta h_b}\right)^2 = \chi \left(1 + \frac{\Delta h_b}{h_c}\right)^{-2} \quad (11)$$

낮은 압입 깊이에서는 첨단의 무덤으로 인해 압입자의 형상이 균일 유사하지 않기 때문에 χ 는 접촉 깊이의 함수이다. 우변의 $(1 + (\Delta h_b/h_c))^{-2}$ 항은 기하학적필요전위의 분포에 있어서 Δh_b 에 대한 보정항이다. 압입자의 무덤 상수인 Δh_b 와 접촉 깊이에 따른 H 와 χ 값을 측정하여 본 모델을 적용할 수 있다. Nix와 Gao 모델은 모든 접촉 깊이에 대해 J 가 1인 경우이다. 이상적으로 날카로운 압입자의 경우에 기하학적필요전위의 분포에 대해 탄성 접촉 깊이분을 배제한다면, J 값은 접촉 깊이에 상관없이 재료의 탄소성 특성과 압입자의 형상으로 결정되는 상수값이다.

3.2. 압입 크기 효과 특성화

그림 4에서는 (100) 구리, (100) 텅스텐, 용융 퀴츠에 대한 접촉 깊이에 따른 나노압입시험 결과와 개발된 모델을 적용한 곡선을 나타내었다. 곡선들은 낮은 영역을 포함하는 전체적인 접촉 깊이에 대해 실험결과를 잘 반영하고 있음을 알 수 있다. 측정된 H_0 와 h' 값은 (100) 구리의 경우 각각 0.84 GPa, 612 nm, (100) 텅스텐의 경우 각각 3.48 GPa, 295 nm, 용융 퀴츠의 경우 각각 6.89 GPa, 2 nm였다. 접촉 깊이가 감소함에 따라 χ 값이 감소하기 시작하는 접촉 깊이로부터, 압입자 첨단의 무덤 효과가 나타나기 시작하는 기준점을 잡을 수 있는데^[6], 그 값이 세 재료에 대해 모두 대략 90 nm로 측정되었다. 접촉 깊이가 제한되는 상황을 가정하여, 접촉 깊이가 90 nm 이하인 결과들에만 본

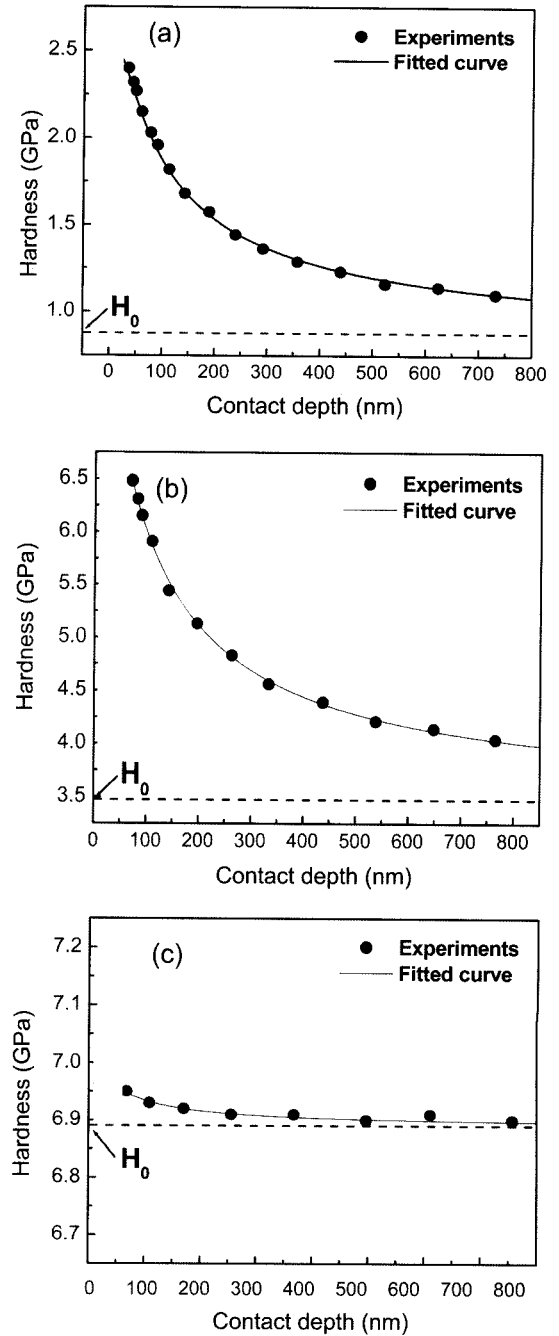


Fig. 4. Hardness results with contact depth and curves fitted by the model for (a) (100) single crystal copper, (b) (100) single crystal tungsten, and (c) fused quartz.

모델을 적용하였다. 그 결과 측정된 H_0 와 h' 값은 (100) 구리의 경우 각각 0.84 GPa, 683 nm, (100) 텅스텐의 경우 각각 3.63 GPa, 253 nm, 용융 퀴츠의 경우 각각 6.87 GPa, 13 nm였다. 90 nm보다 낮은 접촉 깊이의 결과들로부터만 적용하여 측정된 H_0 와 h' 결과와 전체 접촉 깊이의 결과들에 적용하여 측정된 H_0 와 h' 결과가 잘 일치함을 확인할 수 있었으며, 이 결과는 개발된 모델의 타당성을 보여준다. 압입크기효과 특성거리는 다음의 수

식을 이용하여 이론적으로 계산할 수 있다^[6].

$$h' = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \frac{\mu^2}{H_0^2} \quad (12)$$

본 수식에 표현된 μ 는 전단 계수로, 문헌 값을 참고하여 (100) 구리의 경우 41.9 GPa, (100) 텅스텐의 경우 160.0 GPa, 용융 퀴츠의 경우 31.7 GPa의 값을 계산에 사용하였다. 수식 (8)에 보면, 재료의 기하학적 상수인 α 항이 있는데, 본 연구에서는 이 값을 0.5로 가정하여 계산하였다. α 값은 BCC와 FCC 결정구조의 재료에 대해서는 대략 0.3 - 0.6 범위의 값을 갖는 것으로 알려져 있다. 이러한 대략적인 α 값의 가정과 h' 이 α 의 제곱에 비례하는 것을 고려하면, 측정된 h' 값과 이론적으로 계산한 h' 값이 합리적인 범위에서 일치하고 있음을 알 수 있다.

기존의 연구에서 열처리된 다결정 구리 시편의 경우 0.846 GPa의 H_0 와 463 nm의 h' 이 측정되었다^[6]. 본 연구에서 측정된 (100) 단결정 구리 시편과 비교해 보면, H_0 의 값은 유사한 반면, (100) 단결정 구리의 h' 값이 열처리된 다결정 구리의 h' 값보다 32% 크다. 열처리된 다결정 구리 시편의 결정립 크기는 2913 nm였다. Berkovich 압입자의 경우 접촉 깊이가 500 nm이면 대략적인 접촉 반경이 1400 nm이다. 그 이하의 접촉 깊이에서는 압흔의 크기가 결정립의 크기보다 작음을 알 수 있다. 개발된 모델에서는 소재 표면의 국부적 소성변형에 의해 발생하는 기하학적 필요전위가 접촉반경의 반구형 부피 안에 존재한다고 가정하였다. 본 결과로부터, 접촉 반경이 결정립 크기보다 충분히 작아도, 결정립의 존재가 압입크기효과를 감소시키는 역할을 하는 것을 확인할 수 있다. 결정립은 다양한 메카니즘을 통해 전위의 공급원 역할을 한다. 결정립이 존재하는 다결정 재료의 경우, 압입 시 압입자 하부에서 발생하는 소성변형에 의한 전위의 발생 및 증진이 결정립이 존재하지 않는 단결정 재료에 비해 용이하여, 기하학적필요전위의 밀도를 단결정 재료에 비해 상대적으로 낮춘다. 이 효과로 인해 압입크기효과 정도를 약화시킨 결과가 나타났다. (100) 텅스텐의 경우 접촉 깊이가 70 nm에서 한 번의 확인한 pop-in 현상이 발생하여 80~85 nm의 접촉 깊이에서 pop-in 현상이 마감되었다. Pop-in 현상은 압입으로 인해 소재에 가해진 변형에너지가 pop-in 시점에서 급격한 소성 변형에 소요되는 것으로 알려져 있다. 그런 이유로 거시적 pop-in 이전의 영역을 완전탄성변형으로 생각할 수 있고, 경도의 개념을 재료의 소성변형에 대한 저항성으로 규정할 경우, 거시적 pop-in 이후 접촉 깊이의 결과가 경도의 개념으로 의미가 있다. 이와 같은 이유로, 나노압입자 침단의 무덤 현상이 나타나기 시작하는 시점으로 측정되었던 90 nm 이하의 접촉 깊이를 갖는 경도 결과가 다른 재료들에 비해 많지 않아, 전체 접촉 깊이에 대해 측정된 H_0 와 h' 값과 90 nm 이하의 접촉 깊이에 대해 측정된 H_0 와 h' 값이 차이가 크음을 알 수 있다. 용융 퀴츠에 대해 측정된 경도는 전체 접촉 깊이에 대해 고르게 분

포하였으며, 압입크기효과가 매우 미비하였다. 이와 같은 실험 결과는 용융 퀴츠가 전위의 거동에 의해 소성변형이 발생하지 않기 때문에, 압입에 의해 발생하는 소재 표면의 국부적 소성 변형이 기하학적 필요전위에 의해 설명되지 않음을 알 수 있다.

4. 잔류 응력 평가

그림 5와 같이 Sines와 Carlson은 다양한 일축 잔류응력 상태를 굽힘시편을 통해 인위적으로 모사하고^[9], 대응하는 로크웰 경도의 변화를 측정하였을 때 고탄소강 소재의 기준경도에 비해 응력상태의 겉보기 경도(apparent hardness)는 최대 압축응력에서 1% 증가하였고, 항복강도에 근접한 최대 인장응력에 대응하여 5% 감소함을 확인하였다. 인장과 압축에서 비대칭적인 겉보기 경도변화는 압축응력보다는 인장응력에 대응하여 민감한 소성변형과 관련된 최대 전단응력으로 설명되었다. 로크웰 경도의 응력민감 거동을 잔류응력이 압입항복조건에 미치는 영향으로 모델링하는 연구를 Frankel 등이 시도하였으나^[10], 제안된 모델의 경우 실험적으로 결정하여야 하는 여러 상수와 항복강도가 주어져야 하는 문제점이 있었다. 이들 압입경도 방법은 면내 응력(in-plane stress)에 대응한 경도의 작은 변화폭으로 인해 정량적인 잔류응력 측정에서는 한계를 보였으나, 간단한 실험 절차로 인해 용접부에서 잔류응력의 정성적인 분포를 확인하고자 하는 연구에서는 많이 사용되어 왔다.

1990년대 들어서면서 나노압입기법을 통해 박막의 잔류응력을 측정하고자 하는 연구들이 시작되었다. LaFontaine 등은 Si 기판에 증착된 Al 박막의 잔류응력이 등온열처리에 따라 이완되는 거동을 X-선 회절과 비커스 나노압입시험을 통해 측정하

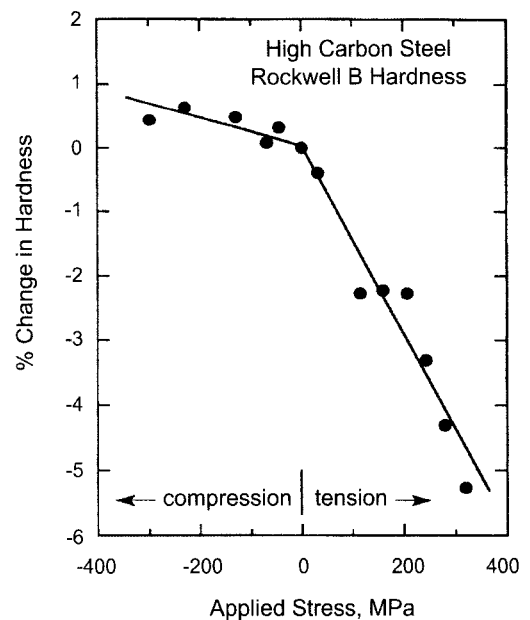


Fig. 5. Rockwell hardness changes produced by uniaxial stresses in steel bend beams^[9].

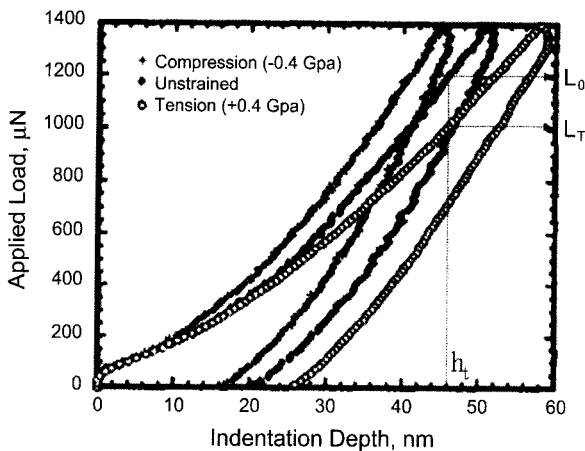


Fig. 6. Changes in nanoindentation curve by the effect of residual stress^[12].

고 결과를 비교하였다^[11]. 고유항복강도(intrinsic yield strength)는 변화하지 않고, 잔류응력과 대응하는 겉보기 경도를 압입소성구속인자로 나는 겉보기 항복강도(apparent yield strength)의 합이라는 개념에 기반하여 응력의 측정을 시도하였으나, 실험에서 도출된 환산상수(conversion constant)의 정확한 물리적 개념과 이론적인 분석이 없이는 적용이 불가능한 맹점이 있었다. Zagrebelny 등은 외부구속으로 왜곡된 기관 위에 실리콘이트 유리막을 증착한 후에 기관의 구속을 제거함으로써 박막에 잔류응력을 유도한 뒤에 그림 6과 같이 각 응력 상태에 대응하는 나노압입곡선의 형상변화를 얻고, 선행 압입경도 연구와 유사한 겉보기 경도의 응력 의존성을 측정하였으나 증착 중 고유응력이나 열응력 등에 따른 인가응력의 변화를 고려하지 못한 문제점을 내포하고 있다^[12].

Tsui 등은 알루미늄 합금으로 일축 및 등방향 이축응력 인가가 가능한 시편을 제작하여 다양한 응력상태에서의 나노압입곡선 변화는 물론 잔류압흔(remnant indent)의 응력의존성을 고배율의 액상침지현미경(oil immersion microscope)을 이용하여 관찰하였다^[13]. Oliver와 Pharr가 제안한 나노압입곡선 분석기법을 적용하였을 때 계산된 접촉면적은 압축응력에서 인장응력으로 변화됨에 따라 점차 증가 양상을 나타내었고^[3], 기준응력 상태에서 평가된 압입경도는 기준경도에 비해 20% 이내의 감소양상을 보였다. 반면에 정밀 관찰된 압흔의 접촉면적은 잔류응력에 무관하게 일정한 양상을 나타내었고, 결과적으로 응력상태에 무관하게 압입경도와 탄성계수는 일정한 것으로 나타났다^[4]. Bolshakov 등의 응력상태 하에서의 압입시험에 관한 유효요소 모사결과인 그림 7과 일치하는 것으로 확인되었다^[14]. 뿐만 아니라 다양한 면내 응력 하에서 발생하는 압입소성변형역(indentation-induced plastic zone)의 크기도 표면부근에서는 거의 유사하였고, 압입깊이 방향으로는 증감하는 양상을 나타내었다. 그러므로 이들 결과에 따르면 잔류응력에 따른 압입경도의 변화는 주로 압흔의 부정확한 관찰과 압흔 주위의

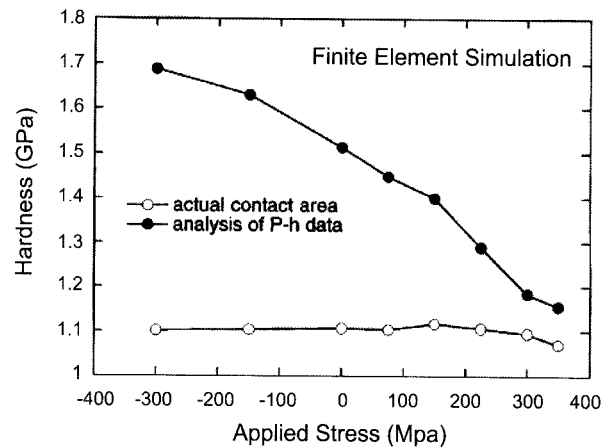


Fig. 7. Comparison of stress-independent intrinsic hardness from contact mesh and apparent hardness from nanoindentation curve^[14].

재료쌍임을 고려하지 못하는 Oliver와 Pharr의 나노압입곡선 분석법에서 오는 오차로 확인되었다.

이상의 정성적인 연구들과는 달리 압입시험을 통해 정량적인 잔류응력치를 평가하는 연구는 취성재료에서 먼저 진행되었다^[9-13]. 즉 표면에 발생한 반원형 압입균열(half-penny indentation crack)로부터 고유 파괴인성을 구하는 Lawn 등의 방법을 확장하여 응력에 민감한 균열길이의 감소분 혹은 증가분으로부터 정량적인 압축 및 인장 잔류응력치를 계산하였다^[15]. 이 방법은 소다 유리 등의 국소표면에 존재하는 이차원적인 불균일 잔류응력 분포를 확인하는 연구에 확장 적용된 바 있으나^[16], 잔류응력 하에서 표면 균열길이가 달라짐에 따라 전반적인 압입균열의 형상이 반원형으로부터 왜곡되는 등에 대한 응력확대계수의 보완 등 아직까지 연구의 여지가 존재한다. 그림 6의 나노압입곡선의 응력의존성을 압입변형에 미치는 응력 상호작용으로 모델링함으로써 정량적으로 잔류응력을 측정하고자 하는 연구가 Suresh와 Giannakopoulos에 의해 시도되었다^[17]. 기준시편에서 압입깊이 h_1 까지 압입자가 침투했을 때의 압입하중은 L_0 이고 접촉면적은 A_C^0 이다. 반면에 그림 6에서 확인할 수 있는 바와 같이 인장 잔류응력이 시편에 인가되면 동일한 압입깊이 h_1 까지 도달하는 데 필요한 하중은 L_T 로 감소하고, Tsui 등의 연구결과를 바탕으로 응력에 무관한 압입경도(stress-independent indentation hardness)를 가정하면 이때의 접촉면적 A_C^T 는 L_T/H 혹은 $L_T A_C^0 / L_0$ 가 된다^[13]. 이축 등방향 잔류응력을 삼축 정수압 응력에 압입축 방향의 일축응력을 제함으로써 발생한다는 응력등가(stress equivalence) 개념에 기반하여 잔류응력에 의한 압입하중 변화를 Suresh 등은 삼축 응력상태에 더해진 가상 일축응력과 접촉면적의 곱으로 정의하고^[17], 최종적으로 기준시편과 응력시편에서 발생하는 접촉면적의 비로 잔류응력을 수식화하였다. 그러나 접촉면적 측정의 어려움과 잔류응력식 유도에 사용된 가상 일축잔류응력 성분 중에 소성변형에 관여하지 않는 정수압 성분이 혼재하고 있다는 문제점이 있다. 따라서 저자

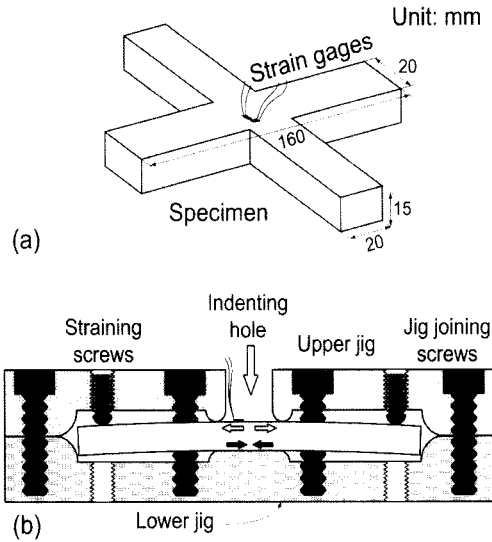


Fig. 8. (a) cruciform specimen and (b) its bent view fixed in a stress-generating jig^[19].

들은 이축 등방향 잔류응력에서 삼축 정수압 성분을 제거하고 남은 전단 편차응력(shear deviatoric stress) 중 압입축 방향에 평행한 응력성분 만이 압입변형에 기여하는 것으로 판단하였다^[18]. 즉 이축 등방향의 인장 잔류응력에 의해 감소한 압입하중 L_0-L_T 는 압입축 방향의 편차응력 성분 $2\sigma_{res}^x/3$ 와 응력상태의 접촉면적 A_C^T 로 표시된다. 특수 제작된 이축 등방향 압축 및 인장치구에 텅스텐 단결정을 결속하여 원하는 잔류응력을 모사하고, 기준 무응력 및 잔류응력 상태에 대한 나노압입 결과를 중첩하여 분석함으로써 새롭게 제시된 잔류응력 식의 타당성을 실험적으로 확인하였다^[18]. 또한 저자들은 그림 8과 같이 표면에 존재하는 최소와 최대 주응력의 비 κ 혹은 $\sigma_{res}^y/\sigma_{res}^x$ 를 다양하게 변화시킬 수 있는 비등방성 이축응력용 십자형 특수 치구를 고안하였다^[19]. 즉 κ 를 -1에서 0을 거쳐 1로 변화시키에 따라서 순수전단($\sigma_{res}^x = -\sigma_{res}^y$), 일축응력($\sigma_{res}^x \neq 0, \sigma_{res}^y = 0$) 및 이축 등방향($\sigma_{res}^x = \sigma_{res}^y$) 응력상태들을 모사할 수 있었다. 이축 응력이 인위적으로 모사된 다양한 십자형 시편에 비커스 압입시험을 수행한 결과의 분석을 통해 압입곡선의 형상변화는 두 주응력의 산술적인 평균치에 의존함을 확인할 수 있었다^[19]. 이것은 표면 압입변형에 비등방향 이축응력이 작용하지만, 응력영향을 받은 하중 및 변위신호는 하나의 압입 축으로만 전달되기 때문이다. 추가적으로 주응력 비 κ 가 주어지면 식 (13)을 통하여 최대 주응력의 평가가 가능하다. 식 (13)에서 구해진 σ_{res}^x 에 주응력 비 κ 를 곱함으로써 최소 주응력 σ_{res}^y 의 평가도 가능하다.

$$\sigma_{res}^x = \frac{3}{1+\kappa} \frac{L_0-L_T}{A_C^T} \quad (13)$$

그러나 κ 가 -1인 순수전단 응력상태로 근접하면 기준 무응력

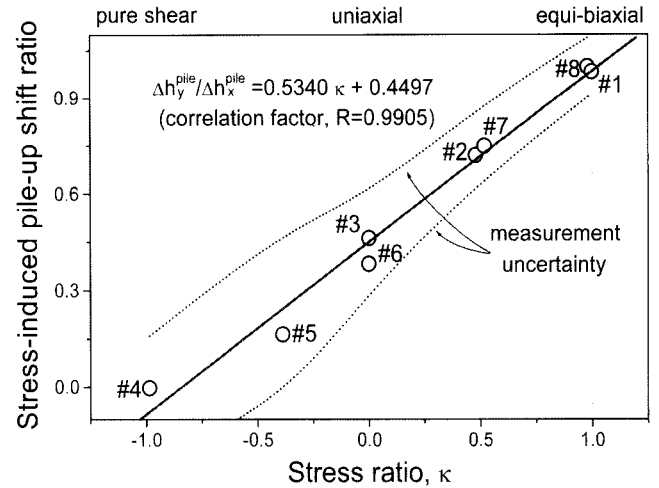


Fig. 9. A linear dependency of the two axial stress-induced pile-up shift ratio on the principal stress ratio^[22].

상태와 응력상태의 압입곡선의 중첩도가 커서 L_0-L_T 가 0으로 근접하는 반면 $3/(1+\kappa)$ 가 무한대로 접근하여 정확한 잔류응력의 측정이 불가능하다^[19]. 용접부나 기계적 가공부 등 다수의 잔류응력이 문제되는 대상들이 비등방향 잔류응력을 포함하고 있기 때문에 식 (13)의 활용 필요성이 점차 증가하고 있다^[20,21].

그러므로 응력 방향성을 나타내는 주응력 비 κ 에 대한 정보를 확인하고자 하는 노력들이 전개되고 있다. 저자들은 그림 8의 치구를 이용하여 얻은 다양한 이축 잔류응력 상태에 로크웰 압입시험을 수행하고^[22], 대응하는 압흔 형상을 표면조도기로 측정하여 주응력비를 확인하고자 하는 연구를 수행하였다. 이 연구를 바탕으로 그림 9와 같이 두 축방향으로 측정된 압흔 주변의 재료쌓임 높이비가 주응력 비와 비례적인 상관관계가 있음을 확인할 수 있었다. 또한 최근에는 응력 방향성을 확인하고자 하는 영역에 일방향성이 두드러진 누프압입을 서로 수직되게 병행함으로써 대응하는 압입곡선의 형상변화만으로 주응력비를 구하고자 하는 연구와 함께 원자현미경(atomic force microscope) 등을 이용하여 관찰된 압흔형상을 3차원적으로 분석하여 새로운 응력인자와 응력방향성을 판단하고자 하는 연구도 진행되고 있다. 그림 6의 압입곡선 형상변화를 고정된 압입깊이에 대응하는 압입하중의 변화로 모델링하는 연구와 함께 저자들은 고정된 압입하중에 대응하는 압입깊이의 변화로 모사하는 연구도 수행한 바 있으나 주로 경질 탄성박막의 잔류응력에만 적용될 수 있음을 확인할 수 있었다^[23].

5. 극미소 재료 현상의 이해

앞서 소개한 바와 같이 나노압입시험법은 크기의존성을 가지는 재료의 극부적 역학물성을 평가하는데 있어서 눈부신 발

전을 이루는 계기를 마련하였다. 이같은 물성측정 연구와 함께 나노압입시험의 새로운 응용분야로서 최근 들어 활기를 띠고 있는 연구는, 극미소 영역에서 일어나는 재료과학적 현상들, 특히 기계적 거동과 관련한 현상들을 규명하려는 시도들이다. 이 새로운 분야의 연구는, 이론적으로 가능했지만 실험적인 제약 때문에 관찰할 수 없었던 극미소 영역의 재료 거동이 나노압입 시험이라는 비교적 용이한 시험법을 통해 규명될 수도 있음이 알려지면서 양적, 질적 팽창이 급속도로 이루어지고 있다. 또, 최근 개발되고 있는 많은 부수적인 기술들, 즉 직접 혹은 간접적인 시각화(*in-situ & ex-situ imaging*) 기술, 고온 실험장치, 음향방출 감지(*acoustic emission detection*) 기술 등과 유기적으로 결합함으로써, 나노압입기술은 가장 효과적인 재료의 기계적 거동 분석 기술 중 하나로 자리잡아 가고 있다. 본 절에서는 이처럼 나노압입시험이 재료과학적 현상의 이해에 사용된 일부 사례를 소개하고자 한다. 지면 관계상 참고문헌의 소개가 제한적이므로 더욱 많은 관련 논문들을 참고하기 위해서는 본 리뷰의 참고문헌 속에 인용된 논문들을 찾아보기 바란다.

5.1. 항복거동

일반적으로 나노압입시험에 사용되는 다이아몬드 압입자는 크게 (1) 피라미드형 압입자와 원뿔형 압입자를 포함한 뾰족한 압입자(*sharp indenter*)와 (2) 구형 압입자(*spherical indenter*)로 나눌 수 있다. 지금까지 나노압입시험에서 가장 널리 사용되어 온 삼각 피라미드형 베르코비치 압입자(*Berkovic indenter*)를 포함한 뾰족한 압입자는 압입깊이에 따른 형상의 변화가 없다는 뜻의 형상적 자기유사성(*geometrical self-similarity*)을 가지고 있는데, 만일 이상적으로 완전히 뾰족한 압입자라면 압입초기부터 최대하중까지 항상 일정한 응력과 변형률을 나타내게 된다. 또, 이상적으로 뾰족한 압입자의 경우 압입자 하부에는 날카로운 균열처럼 응력이 무한대가 되는 특이성(*singularity*)을 가지게 되어 접촉초기부터 일정수준의 탄소성거동을 필연적으로 나타내게 되므로, 이론적으로는 완전탄성변형이나 항복거동을 관찰할 수 없게 된다. 반면, 구형압입자의 경우는 압입하중이 증가할수록 압입자와 시험편 표면 사이의 각도가 변하게 되고, 따라서 이론적으로는 탄성영역에서 완전소성영역까지 넓은 범위의 변형 거동을 차례로 나타내게 된다.

초기의 나노압입시험의 경우는 압입자 제작의 어려움 때문에 구형 압입자를 사용하는 경우가 매우 드물었고, 완전한 형태는 아니지만 구형에 가까운 압입자가 상업적으로 판매되는 현재까지도 대부분의 경우는 베르코비치 압입자를 사용하고 있다. 하지만, 이러한 베르코비치 압입자의 경우, 압입자를 자세히 관찰해 보면, 가공상의 한계 혹은 사용 중의 마모로 인하여 첨단이 둥근 형상을 지니게 됨을 알 수 있다. 이러한 무덤(*blunting*) 현상 때문에, 압입초기에는 구형 압입자 경우처럼 시험재료의 탄성 영역부터 탄소성영역까지의 응력-변형률 증가

를 나타내게 되고, 이러한 변형 영역의 천이 과정에서 필연적으로 항복거동을 나타내게 된다. 따라서 압입자의 형상에 거의 무관하게 극미소 영역의 항복거동 관찰에 있어서 나노압입시험은 유용한 역할을 할 수 있다.

이와 같이 아주 작은 압입자의 하중인가에 의해 소재가 탄성에서 탄소성으로 천이 거동, 즉 항복거동을 나타내는 것을 처음으로 보고한 것은 1968년, 주사전자현미경 내에 압입 지그를 설치했던 *Gane*와 *Bowden* 이었지만^[24], 현재 사용되는 나노압입시험을 통해 직접적으로 관찰한 것은 1992년, *Page* 등이 최초였다^[25]. *Page* 등이 Al_2O_3 와 6H-SiC 단결정에 대해 항복 거동을 발견하고 가능한 분석방법을 제시한 이후, 현재까지 Au, Fe-3%Si, Fe, Ni₃Al, SiC, Al, Pt, GaAs, W 등 다양한 단결정 및 다결정 재료에 대해 실험이 수행되어 오고 있지만, 항복 기구에 대한 논의가 차이가 있을 뿐, 평가하는 방법에는 큰 차이가 없다.

그림 10은 나노압입시험 시 관찰되는 대표적인 항복 거동을 나타내는데^[26], 압입자의 구형 현상에 따른 응력증가에 따라 탄성영역에서 탄소성영역으로 접어들면서 일명 ‘팝인(*pop-in*)’이라고 불리는 압입깊이의 폭발적인 증가가 관찰된다. 이러한 팝인 시점 이전의 하중-변위 곡선은 구형압입자에 의한 탄성거동을 나타낸 Hertz 탄성접촉이론 식 (14)을 따르게 되고, 주어진 하중에 따른 최대전단응력은 재료 내에 식 (15)처럼 얻어진다^[27].

$$P = \frac{4}{3} E_r \sqrt{R} \cdot h^{\frac{3}{2}} \quad (14)$$

$$\tau_{max} = 0.31 \left(\frac{6E_r^2}{\pi^3 R^2} P \right)^{\frac{1}{3}} \quad (15)$$

윗 식에서 R 은 압입자 반경이고, E_r 은 유효탄성계수(*effective modulus*, 혹은 *reduced modulus*), P 와 h 는 각각 압입하중과 깊이이다. 식 (15)에서 얻어진 최대전단응력이 재료의 항복에 필요한 임계전단응력을 넘어서면 항복이 일어나게 되는 것이다.

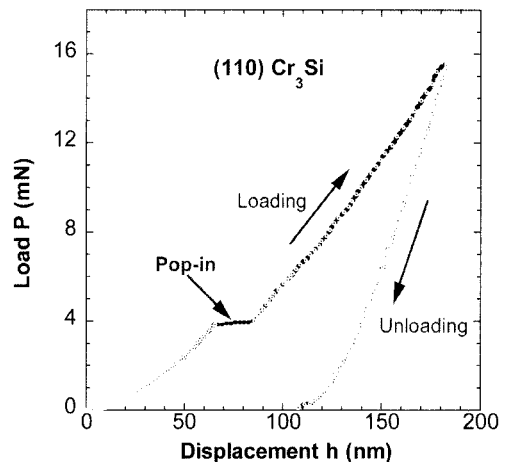


Fig. 10. Load-displacement data for a (110) single crystal of Cr_3Si illustrating the pop-in behavior^[26].

그러므로 식 (15)에 팝인 시점의 하중값 P 와 압입자 반경 R , 탄성영역에서 구한 E_r 값을 대입하면 항복에 필요한 임계전단응력을 구할 수 있다. 흥미로운 것은 상당수의 실험에서 얻어진 임계전단응력 값이 재료의 이론 전단 강도(theoretical shear strength)인 $G/10$ 또는 $G/2\pi$ 에 도달한다는 것이다. 이것이 접촉 부위가 워낙 작아서 기존 전위가 없는 영역만을 자극했기 때문인지, 아니면 전술한 압입크기효과 등 기타요인에 따른 강도의 자연 상승에 의한 결과인지는 앞으로 규명해야 할 숙제이다. 이와 유사하게 전위의 발생 또는 증식이 항복거동을 유발한다고 할 때, 그 기구가 균일핵생성에 기반하는지 아니면 불균일 핵생성에 기반하는지에 대한 논의 또한 진행 중이다. 한편, 재료 내부의 균열이 갑작스럽게 전파할 경우에도 이같은 갑작스러운 변위 증가(팝인)가 관찰될 수 있으므로 주의해야 한다.

5.2. 압력유기 상변태

나노압입시험시 압입자 하부에는 일축 인장/압입시험시보다 훨씬 복잡한 고응력이 존재하는데, 이러한 고응력은 일부 반도체 재료와 세라믹 재료에서 상변태를 유발하게 된다. 이러한 나노압입에 의한 상변태 현상은 단순한 학문적 호기심을 넘어서서, 근래에 필요성이 증대되고 있는 반도체 및 세라믹 단결정 소재의 나노머시닝(nano-machining) 공정의 설계에도 다양한 기본 정보를 제시할 수 있기 때문에, 관련 연구자들의 관심의 대상이 되고 있다.

이들 재료 중에서 가장 많은 연구가 이루어져 있는 소재는 바로 실리콘(Si) 단결정이다. 1960년대 초부터 수행된 다양한 이론적 분석과 고압시험을 통해, 11-13 GPa 정도의 정수압을 받으면 실리콘은 반도체인 다이아몬드 입장정(diamond cubic) 구조인 Si-I 상에서 금속상(β -Sn 구조)인 Si-II 상으로 상변태를 일으키고, 하중 제거 시에는 또 다른 결정상인 Si-III 상이나 Si-XII 상으로 상변태를 일으키는 것으로 알려져 있다. 1970년대에 이르러 러시아 과학자들인 Gridneva 등^[28]과 영국의 Gerke와 Tabor^[29]는 각각 고전적인 경도시험을 통해, 위와 같은 실리콘의 압력유기 상변태 현상이 압입시험 시에도 관찰되며, 실리콘의 경우, 압입에 의한 소성변형이 전위가 아닌 금속상으로의 상변태에 이루어짐을 제안하였다.

나노압입시험법의 개발 초기인 1980년대 후반, Pharr 등은 실리콘의 나노압입시험을 통해^[30], 위와 같은 주장을 뒷받침할 수 있는 압입하중-변위 곡선의 특이 현상을 보고하였는데, 상대적으로 고하중의 압입 후 하중제거 시 하중-변위곡선에서 관찰되는 갑작스런 변위 증가, 즉 ‘팝아웃(pop-out)’ 현상(그림 11(a)), 또는 상대적으로 저하중에서 압입 후 하중제거-재인가시 히스테리시스 루프(또는 elbow)가 출현하는 현상(그림 11(b))이 그것이다. 이러한 하중제거 곡선의 특이거동은 고압력 상인 Si-II 상이 압력제거에 의해 Si-III 또는 Si-XII 상으로 다시 상변태를 일으키거나(팝아웃 경우), 또는 비정질 상태로 상변태를 일으

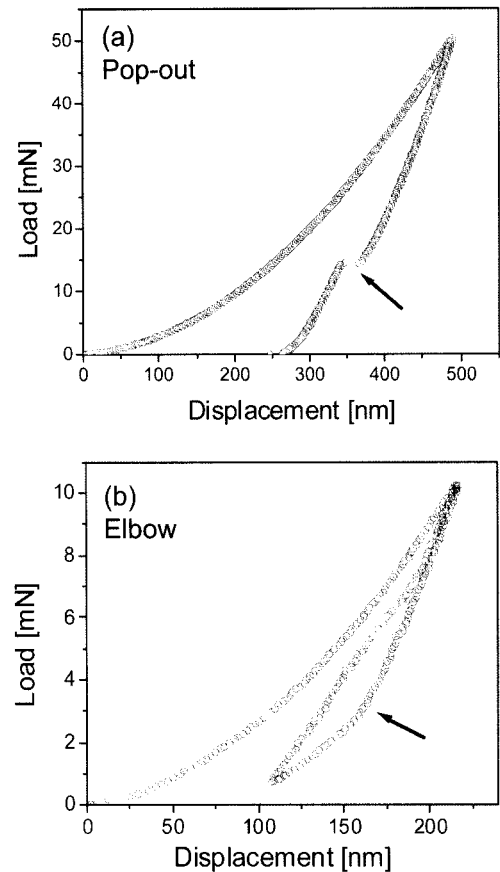


Fig. 11. Typical examples of pop-out and elbow observed in nanoindentation P-h curves of single crystal silicon: (a) pop-out and (b) elbow^[31].

키기 때문인 것(히스테리시스 루프 경우)으로 받아들여지고 있다. 이후 이러한 현상을 체계적으로 규명하고자 하는 많은 연구가 이루어져 왔으며, 특히 2000년 이후에는 관련 논문발표의 수가 급증하였다.

최근의 체계적 실험 연구 결과에 따르면^[31], 그림 12에 나타난 바와 같이 압입하중과 하중제거속도(unloading rate), 압입자 형상의 변화에 따라 최종적으로 얻어지는 상이 달라지는 경향이 재현성 있게 확인되었고, 나아가서 이들 압입조건을 적절히 제어함으로써 원하는 방향의 상변태를 유도할 수도 있음이 보고되었다.

이러한 압입유기 상변태 현상의 연구는 최근 들어 재료의 범위를 넓혀가고 있는데, 실리콘과 유사한 반도체 재료이면서도 나노압입유기 상변태의 가능성 자체가 의문시 되어 오던 저메니움(Ge)에 대해서도 동일한 상변태 현상이 발생할 수 있음이 관찰되었고^[32], 벌크 비정질합금(bulk metallic glass, BMG)의 압입유기 나노결정화^[33], SiC 단결정과 Si₃N₄의 압입유기 비정질화 현상이 제안되기도 했다^[34,35]. 이 중, 비정질 합금의 나노결정화의 경우, 이러한 결정화가 투과전자현미경 관찰의 준비과정에서 얻어진 결과(artifact)라는 논란이 있고, 세라믹 재료의

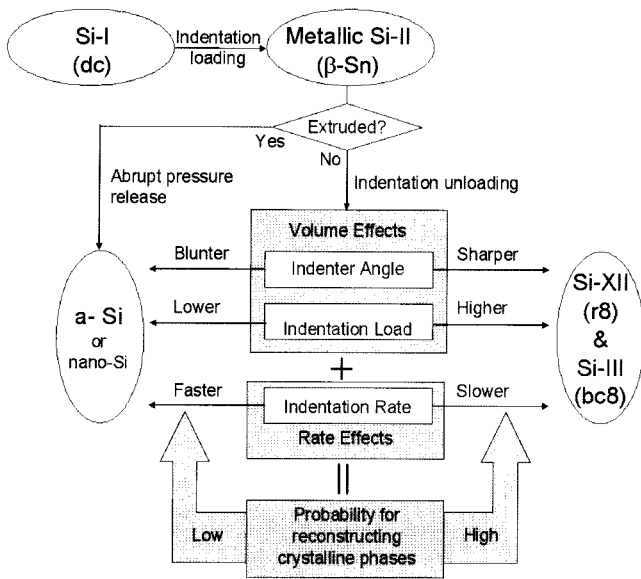


Fig. 12. Schematic illustration of phase transformation processes and influences of indentation testing parameters on them^[31].

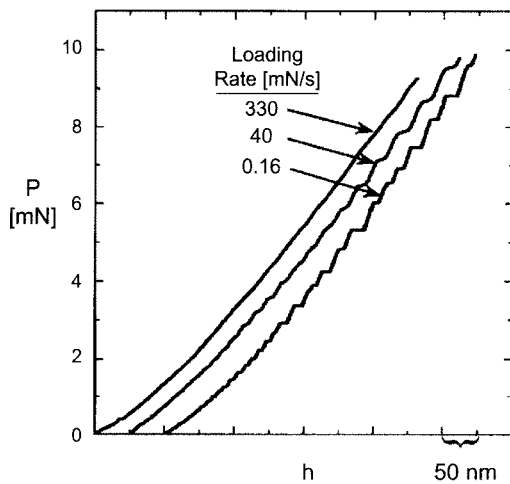


Fig. 13. Example of the rate-dependence of serrated flow beneath a nanoindenter in Pd-30Cu-10Ni-20P metallic glass^[39].

경우, 전위를 중심으로 설명해 온 기존의 소성변형 이론과 상치되는 부분이 많이 있기 때문에, 분자동역학 등의 컴퓨터 시뮬레이션 방법과 더욱 체계적이고 광범위한 투과전자현미경 관찰 등을 병행한 추가적인 연구가 요구되고 있다.

5.3. 기타 연구가 진행중인 주제들

위에서 소개한 항복거동과 상변태 현상 외에도 나노압입시험을 통해 재료과학적 실마리를 찾으려는 많은 연구가 진행중이다. 그 중 가장 활발하게 진행되고 있는 연구 중 하나는 소성 불안정성(plastic instability)에 대한 연구이다. 일축인장 시 관찰되는 Portevin-Le Chatelier 현상과 유사하게 압입곡선에 톱

니바퀴 모양의 불안정한 소성유동을 나타내는 이 현상은 Al-Cu 합금, Al-Mg 합금과 같이 고용강화 금속재료에서 관찰될 뿐만 아니라^[36], 최근 많은 연구가 이루어지고 있는 벌크 비정질 합금의 나노압입곡선에서도 관찰되고 있다^[37]. 특히 벌크 비정질 합금의 경우, 이러한 소성 불안정 현상의 존재가 그림 13에 나타낸 바와 같이 압입하중인가 속도에 따라 큰 영향을 받는다고 보고된 바 있다^[37]. 이처럼, 불안정 소성유동 현상이 느린 하중속도에서만 관찰되고, 빠른 하중속도에서는 사라지는 이유로는 (1) 전단밴드의 전파가 저속에서는 하나씩 이루어지지만 고속에서는 집단으로 이루어지는데 따른 비정질 재료 고유의 성질이라는 주장^[37]과 (2) 시험장치의 분해능 한계에 따른 데이터 실수(artifact)라는 분석으로^[38] 나뉘어졌는데, 현재는 전자 쪽 이론이 더욱 설득력 있는 것으로 받아들여지고 있다.

이외에도 나노압입시험은 탄소나노튜브^[39], 형상기억합금^[40], 압전재료(piezoelectric material)^[41] 등의 다양한 신소재의 기계적 거동 분석, 새로운 조합방식(combinatorial approach)의 재료설계^[42] 및 구조용 소재의 미세조직과 강도와의 상관관계 분석^[43] 등에 응용되어 왔다. 최근에는 투과전자현미경내에서 나노압입 시험장치를 설치하여 압입자 하부의 재료거동을 직접 관찰하게 되고^[44], 또 고온 압입시험의 상용화가 가속화됨에 따라^[45], 재료 과학적 현상의 이해를 목적으로 하는 나노압입시험의 활용은 더욱 활기를 띠 것으로 기대된다.

6. 결 론

나노압입시험의 기본 원리와 응용에 대해 고찰하였다. 하중이 인가된 상황에서의 투영접촉면적을 결정하는 방법에 대해 정리하고, 마이크로나노 소재의 표면 조도를 고려하는 접촉면적 결정 모델에 대해서도 소개하였다. 압입 하중이 감소함에 따라 측정되는 경도가 증가하는 압입크기효과에 대해 고찰하였다. 그 중에서도, 압입크기효과의 나노압입시험 응용을 위해서 필히 고려되어야 하는 사항이 압입자 침단의 기하학적 비이상성인데, 이를 고려하는 모델과 실험적 검증 결과를 정리하였다. 마이크로나노 소재의 파손 및 신뢰성의 주요 요인인 잔류응력을 나노압입시험을 이용하여 측정하는 기술에 대해 정리하고, 정량적으로 측정하는 알고리즘에 대해 소개하였다. 나노압입시험을 이용하여 소재의 항복 거동을 측정하는 연구들에 대해 소개하였고, 나노압입시험에 의해 인가되는 일정한 압력에서 발생 하는 상변태에 대한 연구에 대해서도 소개하였다. 최종적으로, 현재 새로운 이슈로 부각되고 있는 테마들을 정리하였다.

REFERENCES

1. E. Arzt, *Acta Mater.* **46**, 5611 (1998).
2. M. F. Doerner and W. D. Nix, *J. Mater. Res.* **1**, 601 (1986).

3. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992).
4. J. Pullen and J. B. P. Williamson, *Proc. R. Soc. Lond. A* **327**, 159 (1972).
5. B. Bushan and B. K. Gupta, *Handbook of Tribology : Materials, Coatings, and Surface Treatments*, McGraw-Hill, New York (1991).
6. J.-Y. Kim, B.-W. Lee, D. T. Read, and D. Kwon, *Scripta Mater.* **52**, 353 (2005).
7. R. E. Walpole and R. H. Mayers, *Probability and Statistics for Engineers and Scientists*, Prentice Hall, Englewood Cliffs (1993).
8. W. D. Nix and H. Gao, *J. Mech. Phys. Sol.* **46**, 411 (1998).
9. G. Sines and R. Carlson, *ASTM bulletin*, February, 35 (1952).
10. J. Frankel, A. Abbate, and W. Scholz, *Exp. Mech.* **33**, 164 (1993).
11. W. R. LaFontaine, C. A. Paszkiet, M. A. Korhonen, and C.-Y. Li, *J. Mater. Res.* **6**, 2084 (1991).
12. A. V. Zagrebelny and C. B. Carter, *Scripta Mater.* **37**, 1869 (1997).
13. T. Y. Tsui, W. C. Oliver, and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **11**, 752 (1996).
14. A. Bolshakov, W. C. Oliver, and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **11**, 760 (1996).
15. B. R. Lawn, A. G. Evans, and D. B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.* **63**, 574 (1980).
16. K. Zeng and D. J. Rowcliffe, *Acta Metall. Mater.* **43**, 1935 (1995).
17. S. Suresh and A. E. Giannakopoulos, *Acta Mater.* **46**, 5755 (1998).
18. Y.-H. Lee and D. Kwon, *Scripta Mater.* **49**, 459 (2003).
19. Y.-H. Lee and D. Kwon, *Acta Mater.* **52**, 1555 (2004).
20. J.-i. Jang, D. Son, Y.-H. Lee, Y. Choi, and D. Kwon, *Scripta Mater.* **48**, 743 (2003).
21. Y.-H. Lee, J.-Y. Kim, J.-S. Lee, K.-H. Kim, J. Y. Koo, and D. Kwon, *Phil. Mag. A* (2006) (accepted for publication).
22. Y.-H. Lee, K. Takashima, Y. Higo, and D. Kwon, *Scripta Mater.* **51**, 887 (2004).
23. Y.-H. Lee, K. Takashima, and D. Kwon, *Scripta Mater.* **50**, 1193 (2004).
24. N. Gane and F. P. Bowden, *J. Appl. Phys.* **39**, 1432 (1968).
25. T. F. Page, W. C. Oliver, and C. J. McHargue, *J. Mater. Res.* **7**, 450 (1992).
26. H. Bei, E. P. George, J. L. Hay, and G. M. Pharr, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 045501 (2005).
27. K. L. Johnson, *Contact Mechanics*, pp. 84-95, Cambridge University Press, Cambridge (1985).
28. V. Gridneva, Y. V. Milman, and V. I. Trefilov, *Phys. Stat. Sol. (a)* **9**, 177 (1972).
29. A. P. Gerck and D. Tabor, *Nature* **271**, 732 (1978).
30. G. M. Pharr, W. C. Oliver, and D. R. Clarke, *Scripta Mater.* **23**, 1949 (1989).
31. J.-i. Jang, M. J. Lance, S. Wen, T. Y. Tsui, and G. M. Pharr, *Acta Mater.* **53**, 1759 (2005).
32. J.-i. Jang, M. J. Lance, S. Wen, and G. M. Pharr, *Appl. Phys. Lett.* **86**, 131907 (2005).
33. J.-J. Kim, Y. Choi, S. Suresh, and A. S. Argon, *Science* **295**, 654 (2002).
34. J. Patten, R. Fesperman, S. Kumar, S. McSpadden, J. Qu, M. Lance, R. Nemanich, and J. Huening, *Appl. Phys. Lett.* **83**, 4740 (2003).
35. I. Szlufarska, R. K. Kalia, A. Nakano, and P. Vashishta, *Appl. Phys. Lett.* **85**, 378 (2004).
36. N. Q. Chinh, J. Gubicza, Zs. Kovacs, and J. Lendvai, *J. Mater. Res.* **19**, 31 (2004).
37. C. A. Schuh and T. G. Nieh, *J. Mater. Res.* **19**, 46 (2004).
38. A. L. Greer, A. Castellero, S. V. Madge, I. T. Walker, and J. R. Wilde, *Mater. Sci. Eng. A* **375-377**, 1182 (2004).
39. J. F. Waters, P. R. Guduru, M. Jouzi, J. M. Xu, T. Hanlon, and S. Suresh, *Appl. Phys. Lett.* **87**, 103109 (2005).
40. Y. Zhang, Y.-T. Cheng, and D. S. Grummon, *Appl. Phys. Lett.* **88**, 131904 (2006).
41. A. Rar, G. M. Pharr, W. C. Oliver, E. Karapetian, and S. V. Kalinin, *J. Mater. Res.* **21**, 552 (2006).
42. C. A. Tweedie, D. G. Anderson, R. Langer, and K. J. Van Vliet, *Adv. Mater.* **17**, 2599 (2005).
43. T. Ohmura, T. Hara, and K. Tsuzaki, *J. Mater. Res.* **18**, 1465 (2003).
44. A. M. Minor, E. T. Lilleodden, E. A. Stach, and J. W. Morris, Jr., *J. Mater. Res.* **19**, 176 (2004).
45. C. A. Schuh, C. E. Packard, and A. C. Lund, *J. Mater. Res.* **21**, 725 (2006).