

## 인위적인 응력 상태의 (100) 텅스텐 단결정에 대한 나노 압입시험을 통한 잔류응력 분석 모델의 검증

李潤熙 · 權東一

서울대학교 공과대학 재료공학부

### Verification of Residual Stress-analyzing Model through Nanoindentation Tests on (100) W Single Crystal at Artificially Stressed States

Yun-Hee Lee and Dongil Kwon

School of Materials Science and Engineering, Seoul National University, Seoul 151-742, Korea

**Abstract :** A nanoindentation model for analyzing thin-film stress has been developed by considering stress interaction and relaxation concepts. It was applied to the stress characterization of diamond-like carbon and Au thin films in previous studies(Y.-H. Lee *et al.*, J. Kor. Inst. Met. & Mater., 39 (2001) p. 1101 and Y.-H. Lee *et al.*, J. Kor. Inst. Met. & Mater., 40 (2002) p. 744). However, the validity of the proposed model cannot be directly confirmed by the thin film testing with various affecting factors. Nanoindentation on thin film can be affected by additive deformation of free-standing film, surface roughness and microstructural inhomogeneity. Therefore, we tried to verify the proposed model experimentally through the nanoindentation tests on an artificially stressed monolithic material instead of thin film. An electropolished (100) tungsten single crystal, which is free from the microstructural inhomogeneity, was used for a nanoindentation specimen. Nanoindentation curves obtained from the stress-free and the artificially stressed states using specially designed jigs were compared and analyzed based on the proposed stress-analysis model. The analyzed stress from the proposed model was consistent with the artificially applied stress measured from the strain gage attached on the specimen surface.

(Received June 19, 2002)

**Key words :** Residual stress-analyzing model, Nanoindentation, Tungsten single crystal, Artificially applied stress

## 1. 서 론

### 잔류응력의 영향과 기존연구

이종 소재의 접합이나 불균일한 소성가공에 의해 발생하는 잔류응력은 각 소재의 기계적 물성치를 변화시켜 구조물의 안전성을 저해한다<sup>1)</sup>. 특히, 표면에 존재하는 인장 잔류응력은 미세 균열 발생을 촉진하여 구조물의 피로강도와 파손특성을 크게 떨어뜨린다. 박막의 잔류응력은 보편적으로 기판을 포함하는 전체 소재에 굽힘변형을 일으키며, 인장 및 압축 응력의 편차가 심각할 경우에는 각각 박막의 균열과 계면 박리를 유발할 수 있다<sup>2)</sup>. 소재들의 미세화와 다기능화를 목적으로 제작된 다층박막에서 잔류응력의 영향은 각 박막층에 반대부호의 응력이 존재하여 서로 상쇄될 수도 있지만, 그렇지 않은 경우에는 치명적인 손상을 유발할 수도 있다. 최근 들어 연구개발이 활발한 미소전기기계시스템(MEMS)은 표면 및 벌크 미세가공 기술을 이용하여 기계적으로 작동할 수 있는 특정 형태의 박막을 제작하여 전기적으로 구동하는 것이며, 잔류응력의 구배가 심하면 자유막 상태의 박막이 휘어지며 마찰 및 마모손상에 대한 저항력도 급격히 저하된다<sup>3)</sup>. 따라서, 박막재료로부터 제작되는 미세소재들의 생산 및 사용 중 신뢰성의 확보를 위해서는 잔류응력의 정확한 측정에 기반한 응력 제어 기술이 절실히 필요하다.

그러나 박막 잔류응력을 측정하는 기존 기법들은 아직까지 실험실 수준에 머물고 있으며, 시편의 제작과 시험과정의 복잡성으로 인해 적용성이 떨어진다. 벌크 소재에 사용되었던 X-선 회절

법을 박막에 적용하기 위해서는 투과정도를 고려한 광원을 선정해야 하며, 까다로운 시험과정을 거쳐야 한다<sup>1)</sup>. Raman 방법<sup>4)</sup>은 아직까지 잔류응력의 해석에 필요한 실험적인 변환인자가 다이아몬드 박막 등의 일부 소재에 대해서만 알려져 있다는 문제점이 있다. 박막 잔류응력의 보편적인 시험 방법으로 기판의 굽힘변형을 측정하는 곡률 측정법<sup>5)</sup>이 있다. 곡률 측정법은 비접촉식이며 in-situ 측정의 장점이 있으나, 장범위에 걸친 평균적인 응력값만을 제공한다는 문제점과 기판 두께에 비해 무시할 정도로 얇은 박막에만 적용할 수 있다는 한계가 있다. 따라서 특별한 시편 준비없이 비파괴적으로 박막의 잔류응력을 정량적으로 평가할 수 있는 방법으로 나노 압입시험 기법<sup>6)</sup>이 새롭게 제안되었다. 기존의 나노 압입시험 연구는 그림 1에 실선으로 나타난 하중제거곡선(unloading curve)을 분석하여 나노 경도(nanohardness)를 평가하는 것이 주를 이루었다. 압입 하중제거곡선을 압입깊이의 멱급수 식(power-law equation)으로 적합화하고, Oliver와 Pharr<sup>6)</sup>에 의해 제안된 식 (1)을 사용하면 최대 압입깊이에 대응하는 접촉깊이,  $h_c$ 의 평가가 가능하다. 압입자의 기하학적 형상정보가 존재하면 접촉깊이로부터 접촉면적의 환산이 가능하고, 압입하중을 접촉면적으로 나누어 나노 경도를 평가한다. 식 (1)에서  $h_0$ 와  $S$ 는 각각 절편깊이(intercept depth)와 하중제거곡선의 초기 기울기이다.

$$h_c = h - 0.72(h - h_0) = h - 0.72 \left( \frac{L}{S} \right) \quad (1)$$

Tsui<sup>7)</sup> 등은 인위적인 인가응력 상태의 알루미늄 합금 시편에

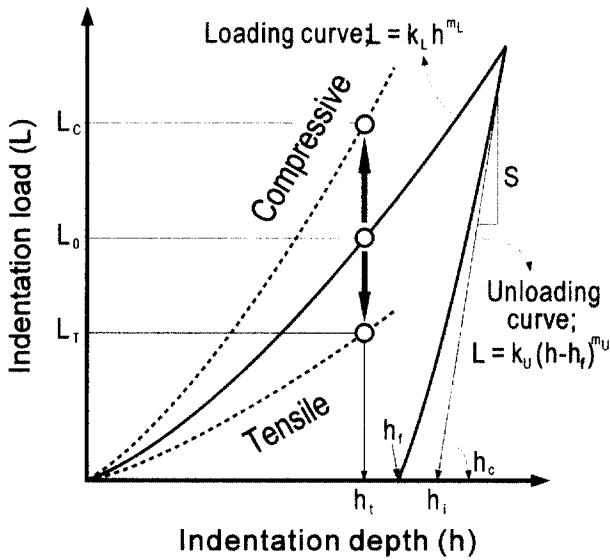


Fig. 1. Schematic diagram showing the contact depth analysis from power-law fitted indentation unloading curve<sup>6)</sup> and shape variation in indentation loading curve by the change of stress state<sup>7-10)</sup>.

나노 압입시험을 행하여 압입곡선과 압흔의 잔류응력 의존성을 조사하였다. 항복강도에 근접하는 인장 인가응력에 의해서 나노 압입곡선에서 분석된 압입경도와 탄성계수는 약 10% 정도의 감소를 나타내었으나, 고배율 현미경을 통해 관찰된 압흔의 실제 접촉면적은 인가응력 상태와 무관하게 무응력 상태의 접촉면적과 일치하였으며 경도와 탄성계수도 잔류응력에 무관하였다<sup>7)</sup>. Bolshakov<sup>8)</sup> 등은 유한요소해석(finite element analysis)을 통하여 여러 인가응력 상태에서 발생하는 압입자 근처의 변형형상을 모사하였다. 이로부터 잔류응력에 의해 소재의 소성 변형역은 주로 압입깊이 방향으로 확장하거나 축소되며, 표면부의 접촉면적과 압입경도는 잔류응력에 무관하게 일정한 것으로 나타났다<sup>8)</sup>. 압입시험 관련 인자들의 잔류응력 의존성을 분석하는 기존연구와 달리 응력에 의한 압입곡선의 형상변화로부터 잔류응력을 평가하고자 하는 연구도 시작되었다. 본 저자들은 선행연구<sup>9)</sup>에서 잔류응력과 압입응력 간의 상호작용을 고려한 잔류응력 평가 초기 모델을 제안하였다. 초기 모델에서는 박막의 2축 등방향 잔류응력과 동일한 크기의 가상 잔류응력(imaginary residual stress)이 압입응력에 추가되어 잔류응력 존재시 압입 하중인가곡선의 형상

변화가 유발되는 것으로 고려하였다. 즉, 일정한 압입깊이에 대응하여 잔류응력에 의한 압입하중의 변화분을 접촉면적으로 나누으로써 박막의 잔류응력을 평가하였다. 초기 모델은 경질 다이아몬드성 카본 박막(diamond-like carbon thin film)과 연결 Au 박막의 잔류응력 평가에 적용되었으며, 접촉깊이가 큰 영역에서는 곡률법에서 평가된 잔류응력치와 일치하는 양상을 나타내었다<sup>9)</sup>. 이처럼 나노 압입시험을 통해 박막의 잔류응력을 평가하는 연구는 초기 단계에 머물러 있으며, 이론적인 평가모델의 수정보완과 함께 적용 타당성의 검증이 필요한 실정이다.

나노 압입시험을 통한 잔류응력 평가 모델

박막 잔류응력을 평가하는 초기 모델<sup>9)</sup>을 바탕으로 잔류응력과 압입응력 간의 직접적인 상호작용을 소성변형의 측면에서 고려하고, 연속적인 잔류응력 완화거동을 분석하여 새로운 잔류응력 평가 기법을 개발하는 연구가 진행되었다<sup>10)</sup>. 잔류응력이 압입 소성 변형에 미치는 영향을 분석하기 위하여 박막의 등방향 2축 잔류응력( $\sigma_{res,x} = \sigma_{res,y}$ ) 중 편차응력(deviator stress) 부분만을 분해하였다. 편차응력에서 압입축 방향의  $\sigma_{33}$  응력성분인  $-2\sigma_{res}/3$ 가 잔류응력이 압입 접촉압력에 미치는 영향으로 분석되었고, 압입 하중인가곡선에서 잔류응력에 의해서 발생한 압입하중의 차이,  $L_{res}$ 는  $-2\sigma_{res}A_C/3$ 으로 정의되었다<sup>10)</sup>. 압입 하중인가곡선에서 잔류응력 유도 수직하중(residual stress-induced normal load;  $L_{res}$ )을 측정하고, 압입 하중제거곡선에서 접촉면적,  $A_C$ 를 분석하면 잔류응력의 평가가 가능하다. 그러나 잔류응력에 의한 하중인가곡선 형상 변화(그림 1)와 고유경도<sup>7-10)</sup>의 불변을 전제가정으로 얻어진 접촉면적은 일정한 값을 갖는 대신에 그림 2와 같이 잔류응력 상태에 따라 변화하였다. 즉, 동일한 압입깊이,  $h_c$ 에서 무응력 상태의 압입자/시편 간의 접촉면적,  $A_C$ 는 인장 잔류응력 상태에서는 압입자 주변의 sink-in 깊이,  $h_s$ 으로 인하여  $A_C^0$ 로 감소하였다. 그러므로 정확한 잔류응력의 평가를 위하여 그림 2에서 잔류응력 완화과정을 연속적으로 분석하는 것이 필요하였다<sup>10)</sup>. 등방향 2축 인장 잔류응력을 가진 시편에  $L_r$ 의 압입하중을 인가하여 압입깊이,  $h_i$ 를 형성시키고 강제 프레임(rigid frame)으로 압입자와 시편을 구속하여 잔류응력 제거시에도 최대 압입깊이가  $h_c$ 로 유지되도록 하였다. 인장 잔류응력을 일순간에 완화시키면 잔류응력에 의해 발생되었던 sink-in이 제거되면서 압입자를 시편 표면에서 밀어내려는 힘(rebounding force)이 작용하게 된다<sup>10)</sup>. 그러나 강제 프레임의 구속에 의해 최대 압입깊

Fig. 2. Changes in indentation load and contact morphology by applying equi-biaxial tensile stress. The contact parameters converge to those of stress-free state by a depth-controlled stress relaxation<sup>9,10)</sup>.

이는 유지되고, 압입자를 밀어내는 힘은 압입하중 및 접촉면적의 증가와 평형을 이루게 된다. 즉, 압입자를 표면에서 밀어내는 힘을 등방향 2축 잔류응력 유도 수직하중,  $L_{res}$ 로 표시하면, 응력 완화 전후의 압입하중 변화는 적분식 (2)로 나타내어진다<sup>10)</sup>.

$$L_0 = L_T + L_{res} = L_T - \frac{2}{3} \int_{L_T}^{L_0} d(\sigma \cdot A_c) \quad (2)$$

적분식을 풀기 위해 완화 과정 중에 나타나는 접촉면적과 응력,  $\sigma$ 의 변화는 압입하중에 대한 식으로 모델링되었다. 나노 압입시험에 사용된 삼각뿔(Berkovich) 압입자의 접촉면적은 압입하중의 3차식으로 실험적으로 적합화되었고, 잔류응력은 선형적인 완화거동으로 모델링되었다. 적분식 (2)와 응력 완화과정 중의 접촉면적 및 응력 변화를 정리한 결과 잔류응력 평가식은 식 (3)으로 정의되었다<sup>10)</sup>.  $\Omega$ 는  $R_3L_T^4 + (R_2 - R_3L_0)L_T^3 + (R_1 - R_2L_0)L_T^2 + (R_0 - R_1L_0)L_T - R_0L_0$ 로 주어졌으며,  $R_0$ 에서  $R_3$ 는 접촉면적을 압입하중의 다항식으로 표현할 때 나타나는 적합화 계수이다.

$$\sigma_{res} = \frac{3L_{res}^2}{2\Omega} \quad (3)$$

**응력 평가 모델의 실험적 검증**

제안된 잔류응력 평가식 (3)을 비정질 다이아몬드성 탄소 박막의 잔류응력 평가에 적용하였으며, 접촉깊이에 무관하게 일정한 잔류응력치를 나타내었다<sup>10)</sup>. 그러나 기판을 제거한 무응력 상태의 자유막(free-standing film)에 대한 나노 압입시험에서는 하중인가 중 지지대로부터 자유막의 탈락과 미끌어짐에 의한 실험 오차가 크게 발생하였고, 박막 잔류응력의 정확한 평가를 위해서는 다수의 압입시험을 통하여 무응력 상태를 대표하는 최적의 압입곡선 선택이 필요하였다. 연질 Au 박막에서는 그림 3과 같이 얇은 접촉깊이에서 잔류응력의 과대평가가 나타났다. 다이아몬드성 탄소 박막의 표면 거칠기(0.6  $\mu$ m 두께 박막:  $1.8 \pm 1.3$  nm, 0.4  $\mu$ m 두께 박막:  $8.6 \pm 3.1$  nm)에 비하여 1.0  $\mu$ m 두께의 Au 박막은 표면 거칠기가  $24.6 \pm 7.8$  nm로 매우 커서, 얇은 압입시험에서는 압입곡선 형상에 오차가 발생한 것으로 판단할 수

있었다. 또한, Au 박막은 원자현미경(atomic force microscope)으로 관찰한 결과, 약 158 nm의 표면 결정립 크기를 갖는 것으로 나타났으며, 비정질 다이아몬드성 탄소 박막과 달리 결정립계 주변의 나노 압입시험에서는 미세조직의 영향으로 압입곡선의 형상 변화를 예상할 수 있었다. 또한 나노 압입시험 기법과 상호 비교를 위해 사용된 곡률법도 ‘잔류응력의 영향과 기존연구’절에서 언급된 측정 한계점을 포함하고 있었다.

따라서 제안된 잔류응력 평가 모델의 정확한 검증을 위해서는 기계적인 잔류응력 외에 압입하중-변위곡선의 형상변화에 영향을 끼치는 인자들이 완전히 배제되어야 하며, 나노 압입모델로부터 평가된 응력치와 비교하기 위한 정확한 응력 측정기법이 필요하다. 본 연구에서는 박막 응력상태의 재현을 위한 등방향 잔류응력 발생장치(equi-biaxial stress-generating jig)의 고안, 스트레인 게이지를 이용한 인가응력의 측정 및 미세조직적 불균일성을 제거한 단결정 시편의 이용을 통하여 제안된 잔류응력 평가모델의 타당성을 검증하고자 하였다. 부가적으로 외부 구속이 없는 미소 단결정 시편을 무응력 시편으로 이용함으로써 자유막의 나노 압입시험시 발생했던 실험오차를 제거하였고, 전해연마 공정(electropolishing)을 이용하여 14.6  $\pm$  3.5 nm 이하의 거칠기를 갖는 평탄한 표면을 형성할 수 있었으며, 등방적인 변형 특성을 갖는 텅스텐(W) 단결정을 이용함으로써 압입하중-변위곡선의 형상 변화에 영향을 끼칠 수 있는 이방성 효과를 제거하였다.

**2. 실험 방법**

원판형의 미소시편에 인위적으로 등방향 2축 응력을 인가할 수 있는 응력발생 지그들을 고안하였다. 우선 시편 표면에 등방향 2축 인장 인가응력을 발생시키기 위하여 그림 4와 같은 단면 형상을 갖는 등방향 굽힘 지그를 제작하였다. 단면형상은 빔 시편의 4점 굽힘과 동일하며 외부 지지간격(outer supporting span)과 내부 지지간격(inner supporting span)에 힘이 작용하여 시편에 굽힘응력이 인가된다. 본 연구에서는 원판형 시편의 동심원적인 굽힘(concentric bending)을 유발하기 위하여 내부 및 외부 지지부를 곡률반경 0.5 mm의 링(ring)들로 대체하였다. 직경 6.0 mm의 외부 지지링(outer supporting ring)을 포함하는 상부 지그의 중심부에는 직경 4.0 mm의 관통형 구멍을 가공하여 인장 인가응력이 형성된 시편 표면이 노출되도록 하였다. 하

**Fig. 3.** Overestimation of residual stress according to the nanoindentation model in Au thin film by the effect of surface roughness and microstructure.

**Fig. 4.** Formation of equi-biaxial tensile stress on disk specimen using a concentric bending jig.

부 지그에는 직경 1.5 mm의 내부 지지링(inner supporting ring)을 형성하였다. 상부 및 하부 지그의 사이에 1.0 mm의 두께를 갖는 직경 8.0 mm의 표면 연마된 원판형 단결정 시편을 도입하고, 두 지그를 나사식으로 체결하여 시편에 동심원적인 굽힘변형을 발생시켰다. 상하부 지그 간의 결속 정도를 증가시키면 상부 지그 중심부에 노출된 시편 표면에 인가되는 인장응력이 증가하며, 인가응력의 크기는 표면에 부착된 스트레인 게이지에서 측정된 변형률로부터 계산되었다. 특히 균일한 등방향 2축 인장 인가응력이 형성되는 영역은 기존의 4점 굽힘시험에서 발생하는 응력상태와 유사하게 내부 지지링 안쪽 영역이기 때문에 나노 압입시험도 시편 중심의 직경 1.5 mm 영역 내에서 수행하였다.

등방향 2축 압축 인가응력은 시편의 직경보다 작은 내경(inner diameter)을 갖는 공구강 튜브(tube)에 원판형 시편을 강제로 끼워 맞춤(coercive inserting)으로써 형성하였다. 직경 8.0 mm의 원판형 시편은 튜브 내부로 도입되는 동안 휨(warping) 소성변형을 억제하기 위하여 두께를 2.5 mm로 증가시켰고, 그림 5와 같이 튜브 내경도 약 1.0도의 경사를 갖도록 가공하였다. 공구강 튜브 양쪽 끝의 내경은 각각 8.1과 7.9 mm를 가졌고, 전체 길이는 5.7 mm로 측정되었다. 끝단면이 평평한 직경 7.0 mm의 환봉 pusher를 이용하여 원판형 시편을 강제로 밀어 넣음으로써 등방향 2축 압축응력을 형성하고, 튜브 중 시편이 끼워진 부분만을 절단하여 그림 5와 같이 링 지그에 끼워진 시편의 형상을 얻었다. 나노 압입시험을 수행하기 위하여 링 지그를 포함하는 시편 전면을 연마하였으며, 나노 압입시험 이후에 시편 표면에 스트레인 게이지를 부착하고 링 지그를 제거함으로써 완

화되는 변형률을 측정하였다. 스트레인 게이지로부터 측정된 변형률과 상호 비교를 위하여 시편의 크기변화를 광학현미경으로 직접 관찰하는 방법도 병행하였다. 그림 5와 같이 원판형 시편 표면에 직경 7.0 mm의 동심원을 고려하고, 원 중심을 관통하는 지름선과 원주가 만나는 4점에 미소 경도기를 이용하여 표점을 형성하였다. 3 gf의 압입하중을 인가하여 표점으로 형성된 Knoop 압흔의 장축길이는 6.1  $\mu\text{m}$  이었으며, 지그 제거에 따른 표점거리의 변화로부터 완화 변형률을 직접 계산하였다.

응력발생 지그를 통해 인가된 응력 외에 시편의 미세조직과 결정학적 방향성에 의해 유발되는 나노 압입곡선의 형상변화를 배제하기 위하여 본 연구에서는 표면이 (100) 면을 갖는 등방성 텅스텐 단결정을 시편으로 사용하였다. Goodfellow사에서 대역 정제(floating zone refinement) 방법으로 제조한  $\pm 3$ 도의 방향성 오차를 갖는 직경 10.0 mm의 봉상 단결정에서 직경 8.0 mm와 두께 1.0 및 2.5 mm를 갖는 두 종류의 시편을 가공하였다. 1.0 mm 두께의 박판 시편과 링 지그에 강제 끼워맞춤된 2.5 mm 두께의 시편에 대해 동일하게 1000번 사포까지 기계연마를 행한 후, 2% NaOH 수용액에 침지하여 전해연마(electropolishing)를 행하였다<sup>11)</sup>. 6 V 인가전압에서 2분간 전해연마를 행한 시편을 에탄올로 세척하였다. 나노 압입시험은 그림 6의 정전기력 액츄에이터(electrostatic actuator)로 구동되는 Hysitron사의 Triboscope를 사용하였으며, 최대 인가하중과 변위는 각각 30 mN과 20  $\mu\text{m}$ 이었다. 압입하중 및 변위 분해능은 실제 외부진동을 고려하면 100 nN과 0.2 nm로 나타났다. 나노 압입시스템은 무부하 압입시험(air nanoindentation)을 통하여 액츄에이터와 하중/변위 센서의 자체교정(self-calibration)을 거쳤으며, fused quartz 표준시편에 대한 다중 나노 압입시험(multiple nano-indentation test)을 통하여 식 (4)와 같이 나노 압입시험에 사용한 삼각뿔 압입자(Berkovich indenter)의 실제 형상을 실험적으로 결정하였다.

$$A_c = 24.5h_c^2 + 95072.34h_c - 4988291.05h_c^{1/2} + 12572657.88h_c^{1/4} + 49479006.83h_c^{1/8} - 65334617.80h_c^{1/16} \quad (4)$$

최대 압입하중은 시편 두께가 얇은 인장 굽힘시편에는 5000  $\mu\text{N}$

**Fig. 5.** Formation of equi-biaxial compressive stress in disk specimen using a coercive inserting jig.

**Fig. 6.** Electrostatically driving nanoindentation system coupled with an atomic force microscope.

을 인가하였고, 2.5 mm의 두꺼운 압축 끼워맞춤 시편에는 10000  $\mu\text{N}$ 을 인가하였다. 등방향 2축 인가응력이 형성된 텅스텐 단결정 시편에 삼각뿔 압입자를 이용하여 250  $\mu\text{N}/\text{sec}$ 의 일정 압입속도로 나노 압입시험을 5회 이상 수행하였다. 각 응력상태에서 구해진 압입하중-변위곡선들을 중첩하고, 정 중심부에 존재하는 곡선을 각 응력상태를 대표하는 압입하중-변위곡선으로 결정하였다. 나노 압입시험 이후 저항 120  $\Omega$ 을 갖고 크기가  $1.0 \times 1.5 \text{ mm}$ 인 박막형 스트레인 게이지를 시편 표면에 부착하였다. 등방향 굽힘지그의 분리와 압축 인가응력 발생을 위한 링 지그의 절단을 통하여 무응력 상태를 형성하였고, 완화되는 변형률로부터 인가응력의 크기를 계산하였다. 무응력 시편에도 동일한 시험 조건으로 나노 압입시험을 행하여 대표 압입하중-변위곡선을 선택하였고, 잔류압흔의 형상은 원자현미경을 이용하여 직접 관찰하였다. 인가응력의 유무에 따른 압입하중-변위곡선의 형상 변화에 대해 잔류응력 평가 모델을 도입하여 응력치를 분석하고, 스트레인 게이지에서 측정된 인가응력과의 상호비교를 통하여 이론적 모델의 타당성을 검토하였다.

### 3. 결과 및 고찰

#### 인가응력에 따른 압입하중-변위곡선의 형상 변화

10000  $\mu\text{N}$ 의 압입하중을 인가하여 형성된 잔류 압흔 주변에는 소성변형에 기인한 소재 쌓임 영역(pile-up region)이 뚜렷이 관찰되었으며, 이 현상에 의해 접촉면적은 식 (1)과 (4)로부터 분석된 값에 비해 약 14.3% 증가하는 것으로 나타났다. 포아슨비의 문헌치<sup>11)</sup>인 0.28을 대입하고, 나노 압입시험시 하중제거곡선 기울기와 접촉면적 관찰치를 대입하여 계산한 (100) 텅스텐 단결정의 탄성계수는 408.4 GPa로 나타났으며, Bahr<sup>11)</sup> 등의 연구결과와도 일치하였다. 시편 표면에 부착된 스트레인 게이지로부터 측정된 완화 변형률을 등방향 2축 인가응력으로 환산하기 위하여 고려된 이축 탄성계수(biaxial modulus;  $E/(1-\nu)$ )는 567.2 GPa로 나타났다. 표 1에 인장 및 압축 응력 발생 지그에 의해서 시편에 형성된 탄성 변형률을 스트레인 게이지를 이용하여 측정된 결과와 이로부터 계산된 등방향 2축 인가응력을 정리하였다. 압축 링 지그를 제거했을 때 두 원판형 시편(Com #1, #2)에서 측정된 표점거리는 응력 상태의 초기 표점거리인 7000  $\mu\text{m}$ 에 비해 각각 3.0  $\mu\text{m}$ 와 4.0  $\mu\text{m}$  증가하였다. 표점거리의 증가로부터 계산한 완화변형률은 두 시편에 대해 각각  $4.285 \times 10^{-4}$ 과  $5.713 \times 10^{-4}$ 로 나타났다. 완화변형률과 반대부호를 갖는 인가변형률에 시편의 2축 탄성계수를 곱하여 계산한 등방향 압축 인가응력은 표 1에서 괄호 내에 표시하여 스트레인 게이지로부터 측정된 응력치와 직접 비교하였다. 스트레인 게이지에서 측정된 응력치에 비해 광학 관찰법은 낮은 분해능으로 인해

$\pm 19.0 \text{ MPa}$ 의 응력 편차가 발생하였으나, 스트레인 게이지의 측정 응력치와 호환적인 결과를 나타내었다.

각 응력 상태에서 얻어진 압입곡선들은 최대 압입하중에서 약  $\pm 1.7 \text{ nm}$ 의 압입깊이 편차 내에서 재현성 있는 결과를 나타내었으며, 중첩된 곡선의 정 중심에서 각 응력 상태를 대표하는 압입하중-변위곡선을 선택하였다. 여러 인가응력 상태에서 대응하여 선택된 압입하중-변위곡선들과 응력발생 지그를 제거하여 형성한 무응력 상태의 압입하중-변위곡선을 그림 7(a)에 중첩하였다. 등방향 2축 인장 인가응력(+224 MPa - Ten; 기호  $\diamond$ )에 대응하는 압입곡선은 무응력 상태 압입곡선(그림 7(b)의 무응력 상태의 중첩곡선 중 선택, Stress-free; 기호  $\bullet$ )의 오른쪽에 위치하는 양상을 나타내었고, 반대로 압축 인가응력에 대응하여 압입곡선(-220 MPa - Com #1; 기호  $\circ$ , -338 MPa - Com #2; 기호  $\triangle$ )들은 왼쪽으로 이동(shifting)하는 양상을 나타내었다. 응력 발생 지그들을 제거한 상태에서 형성된 무응력 압입하중-변위곡선들은 그림 7(b)와 같이 완벽히 상호 중첩되는 거동을 나타내었기 때문에 인가응력에 의한 시편의 소성변형은 없음을 확인할 수 있었다.

그림 7의 압입 하중인가곡선에는 초기 탄성변형 영역, 임계하중에서 전위의 급격한 발생에 따른 pop-in 영역<sup>12)</sup> 및 탄소성

(a)

(b)

**Table 1.** Equi-biaxial applied stresses of the artificially strained (100) tungsten single crystal using the stress-generating jigs. The stress values in brackets are measured from direct observation of specimen before and after compression jig removal

|                     | Ten                     | Com #1                  | Com #2                  |
|---------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Strain gage         | $+3.943 \times 10^{-4}$ | $-3.882 \times 10^{-4}$ | $-5.956 \times 10^{-4}$ |
| Applied stress(MPa) | +224                    | -220 (-243)             | -338 (-324)             |

**Fig. 7.** Superposition of nanoindentation curves from (a) various applied stress states and (b) stress-free state.

변형영역이 뚜렷이 나타나 있다. 인장 굽힘 지그에서 형성된 압입곡선을 제외한 탄성변형 영역의 압입곡선들은 인가응력 상태에 무관하게 상호 중첩되었으며, 잔류응력이 탄성변형에 미치는 영향이 없음을 확인할 수 있었다. 인장 응력상태에서 pop-in 이전의 압입하중 인가곡선이 오른쪽으로 이동하는 현상은 굽힘지그에 사용되는 텅스텐 단결정의 두께가 얇기 때문에 나노 압입하중을 인가할 때 발생하는 부가적인 굽힘현상에 의한 것으로 판단되었다<sup>13)</sup>. 또한, pop-in은 압입자 하부에 전위가 도입되어 소성변형이 급격히 발생할 때 나타나기 때문에 완전 결정에서 pop-in이 발생하는 임계 압입하중(critical indentation load)은 소재의 임계전단응력과 밀접한 관계<sup>12,14)</sup>가 있다. 그러나 전위와 같은 결정 결함이 내재하는 단결정에서 pop-in 하중은 압입응력장이 이동전위(mobile dislocation)와 만날 수 있는 확률에 의존한다. 따라서 본 연구 결과에서 pop-in 발생하중과 인가응력 간에 직접적인 관계가 나타나지 않는 이유도 사용한 텅스텐 단결정 내부의 불균일한 전위분포로 설명될 수 있다.

**압입깊이 제어 완화과정 분석을 통한 잔류응력 평가**

그림 7(a)에 나타난 여러 인가응력 상태에 대응하는 탄/소성 변형영역의 압입하중 인가곡선은 표 2와 같이 멱급수 식으로 적합화되었다. Pop-in 영향을 배제한 탄/소성 영역에 대한 압입하중 인가곡선만을 표시하기 위한 적합화 영역을 설정하였다. 일정 압입깊이에 대응하는 무응력과 인가응력 상태의 압입하중은 잔류응력 완화 모델링을 나타내는 식 (2)의 적분한계가 되며, 압입하중의 차이는 잔류응력에 의해 유도된 수직하중이 된다. 표 2의 압입하중 인가곡선 분석과 함께 무응력 상태의 압입하중 제거곡선을 멱급수 식으로 표시하고, 최대 압입하중에 대응하는 접촉깊이를 Oliver와 Pharr<sup>6)</sup>에 의해 제안된 식 (1)의 계산치와 원자현미경으로 관찰한 pile-up 높이의 합으로 결정하였다. 접촉면적은 압입자 형상 보정식 (4)를 이용하여 접촉깊이로부터 환산할 수 있었다. (100) 텅스텐 단결정에 대한 환산탄성계수(reduced modulus)가 압입깊이에 무관하게 일정한 것으로 가정하면, 식 (1)과 (5)로부터 표 3과 같이 분석하고자 하는 압입깊이(압입하중)에 대응하는 접촉깊이와 접촉면적을 평가할 수 있다<sup>9,10)</sup>.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}L}{2(h-h_i)\sqrt{A_c}} \tag{5}$$

잔류응력을 적분식 (2)를 이용하여 평가하기 위해서는 완화과정 중 소재 내부의 응력과 접촉면적의 변화를 압입하중의 향으로 표현하는 것이 필요하다. 접촉면적의 변화는 표 3에서 실험

**Table 2.** Power-law fitted loading curves for various applied stress states in (100) tungsten single crystal

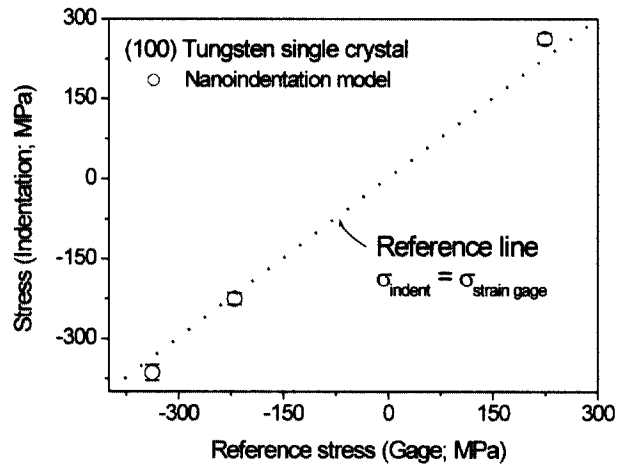
| Stress state     | Loading curve    | Fitting range      |
|------------------|------------------|--------------------|
| Stress-free      | $L=2.98h^{1.45}$ | 3000-10000 $\mu$ N |
| Ten(+224 MPa)    | $L=2.87h^{1.47}$ | 3000- 5000 $\mu$ N |
| Com #1(-220 MPa) | $L=2.95h^{1.47}$ | 6000-10000 $\mu$ N |
| Com #2(-338 MPa) | $L=3.11h^{1.47}$ | 6000-10000 $\mu$ N |

**Table 3.** Calculated contact properties at various indentation load based on the concept of invariant reduced modulus regardless of indentation depth

| Load ( $\mu$ N) | Depth (nm) | Contact depth (nm) | Contact area ( $\text{nm}^2$ ) |
|-----------------|------------|--------------------|--------------------------------|
| 10000           | 253.5      | 242.0              | 2999184.8                      |
| 9000            | 237.6      | 225.6              | 2234080.2                      |
| 8000            | 219.3      | 207.5              | 1846477.5                      |
| 7000            | 200.2      | 188.7              | 1491556.1                      |
| 6000            | 180.2      | 169.1              | 1174530.9                      |
| 5000            | 159.1      | 148.6              | 901553.3                       |
| 4000            | 136.6      | 126.9              | 679263.3                       |
| 3000            | 112.2      | 103.9              | 511887.0                       |

**Table 4.** Direct comparison of the stresses evaluated from nanoindentation model and measured from strain gage attached on the specimen surface

| Applied stress from strain gage | Evaluated stress from indentation model |
|---------------------------------|---|
| +224 MPa                        | +263.1 $\pm$ 10.2 MPa                   |
| -220 MPa                        | -225.2 $\pm$ 11.1 MPa                   |
| -338 MPa                        | -364.0 $\pm$ 14.7 MPa                   |



**Fig. 8.** Comparison of the evaluated stress from the nanoindentation model and applied stress value from strain gage.

적으로 얻어진 결과를 3차식으로 표현함으로써 적합화 상수  $R_0, R_1, R_2$  및  $R_3$ 를 -477017.97, 442.69, -0.05 및  $4.37 \times 10^{-6}$ 으로 구하였고, 인가응력의 완화 중 텅스텐 내부의 응력은 선형적인 감소를 가정하였다. 응력 완화과정 중에 발생하는 압입인자 들의 변화를 최종 잔류응력 평가식 (3)에 대입함으로써 응력치를 분석하였고, 표 4와 그림 8에서 스트레인 게이지로부터 측정된 인가응력과 비교하였다. 압축 인가응력 영역에 비해 인장 인가응력에서 압입 모델을 적용하여 평가한 응력치가 다소 과대 평가되는 것으로 나타났으며, 이러한 결과를 유발하는 하나의 요인으로 압입하중의 인가에 의한 박판시편의 굽힘현상<sup>13)</sup>을 고려해 보았다. 그림 9에 나타난 박판의 탄성적인 굽힘변형은 인장 잔류응력에 의한 압입하중 인가곡선의 형상천이에 합해지며, 결과적으로 응

Fig. 9. Additive deflection of a disk-shaped specimen by indentation load in the case of the concentric bending jig<sup>13)</sup>.

력 완화 모델링을 통한 잔류응력의 과대평가가 일어날 수 있다. 그림 4의 등방향 인장 인가응력 발생지그를 고려할 때 압입하중에 의해서 부가적인 굽힘변형이 발생하는 영역은 내부링(inner ring)의 크기인 직경 1.5 mm 영역이다. 원판의 탄성적인 굽힘을 고려한 식 (6)<sup>13)</sup>을 이용하여 두께,  $t$ 와 직경,  $d$ 가 각각 1.0 mm와 1.5 mm인 텅스텐 원판 중심부에 5000  $\mu$ N의 하중이 인가될 때 계산된 최대 탄성굽힘 변위,  $\delta h_{\max}$ 는 0.003 nm였으며, 압입곡선의 천이에 미치는 영향은 미미한 것으로 판단되었다.

$$\delta h_{\max} = \frac{3(3+\nu)(1-\nu)Ld^2}{16\pi Et^3} \quad (6)$$

그러므로 단결정의 나노 압입시험시 발생하는 복잡한 변형거동과 미소 원판 시편을 사용할 때 발생하는 여러 영향인자에도 불구하고, 그림 8과 표 4에 나타난 것처럼 평가된 평균 잔류응력치는 스트레인 게이지로부터 측정된 인가응력과 잘 일치하는 양상을 나타내었고, 제안된 압입깊이 제어 잔류응력 평가 모델링의 타당성을 실험적으로 확인할 수 있었다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 저자들이 선행 연구에서 제시한 나노 압입시험을 통한 잔류응력 평가 모델의 타당성을 검증하고자 (100) 표면을 갖는 텅스텐 단결정에 인위적인 응력을 형성하고 나노 압입 시험을 수행하였다. 다결정 자유막의 다양한 실험오차를 포함하는 선행연구와 달리 기계적인 응력 영향만으로 발생하는 압입곡선의 형상변화를 분석함으로써 모델의 타당성을 실험적으로 검증할 수 있었으며, 구체적인 결론은 다음과 같이 정리할 수 있다.

1. 잔류응력이 압입 소성변형에 미치는 영향을 편차응력 성분으로 분석하였으며, 잔류응력 완화과정을 적분식으로 묘사함으로써

최종적인 잔류응력 평가식이 유도되었다. 그러나 잔류응력 평가식을 여러 박막의 물성 평가에 직접 적용한 선행연구에서는 무응력 상태의 자유막 시편에 나노 압입을 행할 때 발생하는 실험 오차나 미세조직의 영향으로 인해 정확한 응력값을 평가할 수 없었고, 모델의 타당성을 검증하는 것도 곤란하였다.

2. 특수하게 고안한 응력 발생장치를 이용하여 원판 형태의 (100) 텅스텐 단결정 시편에 인위적으로 등방향 2축 인가응력을 형성하였으며, 스트레인 게이지와 광학 현미경 관찰을 통하여 인가된 응력을 적절하게 측정할 수 있었다. 텅스텐 단결정의 압입곡선에서 나타난 pop-in 현상은 인가응력과는 무관하였으나, 이후의 탄/소성 압입변형 곡선은 기존 연구결과와 마찬가지로 인장 및 압축 인가응력에 대응하는 압입곡선이 무응력 상태의 압입곡선에 비해 오른쪽과 왼쪽으로 치우침을 확인할 수 있었다.

3. 탄/소성 압입 하중인가곡선의 형상과 무응력 상태의 압입 하중제거곡선 분석 결과를 잔류응력 평가식에 대입하여 얻어진 응력치는 표준편차  $\pm 27.3$  MPa 이내에서 스트레인 게이지에서 측정된 인가응력과 일치하는 거동을 나타내었으며, 제안된 압입깊이 제어 잔류응력 평가 모델링의 타당성을 확보하였다.

#### REFERENCES

1. I. C. Noyan and J. B. Cohen: Residual Stresses, Springer-Verlag, New York (1987) 7
2. L. Karlsson, L. Hultman, and J. E. Sundgren: Thin Solid Films, **371** (2000) 167
3. W. Fang and C.-Y. Lo: Sensors and Actuators, **84** (2000) 310
4. G. Lucazeau and L. Abello: J. Mater. Res., **12** (1997) 2262
5. P. A. Flinn: Mater. Res. Soc. Symp. Proc., **130** (1989) 41
6. W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **7** (1992) 1564
7. T. Y. Tsui, W. C. Oliver, and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **11** (1996) 752
8. A. Bolshakov, W. C. Oliver, and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **11** (1996) 760
9. Y.-H. Lee, Y. Choi, and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **39** (2001) 1101
10. Y.-H. Lee, W. Ji, J.-h. Jeong, and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **40** (2002) 744
11. D. F. Bhar, D. E. Kramer, and W. W. Gerberich: Acta Mater., **46** (1998) 3605
12. N. Gane and F. P. Bowden: J. Appl. Phys., **39** (1968) 1432
13. W. D. Pilkey: Formulas for Stress, Strain and Structural Matrices, John Wiley & Sons, Inc., New York (1994) 987
14. M. Guken, R. Sakidja, W. D. Nix, and J. H. Perepejko: Mater. Sci. Eng., **A319-321** (2001) 902