

나노 압입곡선에 미치는 잔류응력 영향의 미세역학적 분석

李潤熙 · 權東一

서울대학교 공과대학 재료공학부

Micromechanical Analysis of the Effect of Residual Stress on the Nanoindentation Curve

Yun-Hee Lee and Dongil Kwon

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

Abstract : A new model is presented for measuring equi-biaxial stress on thin-film using nanoindentation. The model was focused on the analysis of a depth-shift in the nanoindentation curve by stress effect. A load-controlled relaxation of the shifted indentation depth was chosen to avoid the variation of the contact area occurred in a depth-controlled relaxation. Nanoindentation experiments on (100) W single crystal at artificial equi-biaxial stress states verified that the proposed load-controlled relaxation model is capable of analyzing the residual stress within the standard deviation of ± 35.9 MPa.

(Received August 21, 2002)

Key words : Residual stress, Nanoindentation, Load-controlled relaxation, Tungsten single crystal

1. 서 론

구조물에 존재하는 잔류응력을 압입경도의 변화로 측정하는 연구는 Sines과 Carlson에 의해 이루어졌다¹⁾. 이들은 탄성 굽힘 하중이 인가된 강재의 빔 시편에 압입시험을 행하여 Rockwell 경도가 인가응력 상태에 따라 변화하는 양상을 조사하였다. 그 후 1축 및 2축 인가응력 상태에 다양한 형상의 압입자를 이용하여 경도 변화를 조사하는 연구들이 활발히 진행되었다^{2,4)}. 대다수의 연구결과에서 압입 경도값의 변화는 10% 미만으로 잔류응력에 대해 낮은 민감도를 나타내었다. 이것은 금속 소재에 수십 kgf의 압입하중이 인가될 때 발생하는 과도한 소성유동에 의해 잔류응력장이 압입변형에 미치는 영향이 감소되고, 결과적으로 압흔형상의 변화가 뚜렷하지 않기 때문이다⁵⁾. 기존의 매크로 압입경도 시험 대신에 마이크로 소재의 기계적 물성을 나노 압입시험(nanoindentation test)을 통하여 평가하는 연구가 진행되었다^{6,7)}. 나노 압입시험은 압입하중을 μN 수준으로 낮추고, 시험 중에 나타나는 다이아몬드 압입자의 침투깊이와 시편이 압입변형에 저항하는 하중을 연속적으로 측정하여 그림 1에 실선으로 나타낸 압입하중-변위곡선(indentation load-depth curve)을 형성한다. 탄성회복 거동을 나타내는 압입 하중제거곡선(unloading curve)을 분석하여 초기 회복기울기와 최대 압입하중에서 압입자와 시편 사이의 접촉면적을 평가하면 압입경도 및 탄성계수의 평가가 가능하다^{6,7)}. 또한 나노 압입시험은 국소 영역의 물성 평가가 가능하고, 압흔의 직접적인 관찰이 아니라 압입곡선의 분석을 통해 경도값과 탄성계수를 평가하기 때문에 기존의 압입경도 시험에 비해 장점을 갖고 있다. 접촉깊이의 분석을 위하여 압입곡선 회복과정에 대한 여러 모델이 제안되었으며^{6,7)}, 최근에는 유한요소 해석에서 모사된 곡선형상과 실험적으로 구해진 압입곡선 형상을 직접 비교하여 접촉물성을 유추하는 역분석(reverse

analysis)도 행해지고 있다⁸⁾. 그러나 최근까지 보편적으로 사용되고 있는 압입 하중제거곡선의 분석법은 Oliver와 Pharr가 제시한 식 (1)을 이용하여 접촉깊이 h_c 를 평가하는 방법이다⁷⁾.

$$h_c = h - 0.72(h - h_i) \quad (1)$$

h_i 는 그림 1에 나타난 하중제거곡선의 접선이 압입깊이축과 만나는 절편깊이(intercept depth)를 나타낸다.

나노 압입시험을 통해 박막의 잔류응력을 평가하는 연구는 초기의 경도 측정연구와 유사하게 하중제거 곡선에서 분석된 압입경도와 잔류응력 간의 실험적인 관계를 구하는 것이었다^{9,10)}. LaFontaine⁹⁾ 등은 알루미늄 박막의 어닐링(annealing)에 따른 잔류응력의 변화를 X선 회절법과 나노 압입경도로 측정하였으며, 실험상수를 곱하여 압입경도의 변화분을 잔류응력으로 나타내었다. 그러나 Doerner¹¹⁾ 등에 의한 유사한 연구에서는 잔류응력에 의한 압입경도의 변화는 측정오차 범위 내에 존재하는 것으로 나타났다. Tsui⁵⁾ 등은 1축 및 등방향 2축 응력을 인가한 세립 알루미늄 합금 시편에 나노 압입시험을 행한 뒤 압입곡선 및 압흔의 형상변화를 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 무관하였다⁵⁾. Bolshakov¹²⁾ 등은 유한요소해석을 통하여 여러 인가응력 상태에서 발생하는 압입자 근처의 변형형상을 조사하였다. 이로부터 잔류응력에 의해 소재의 소성 변형역은 주로 압입깊이 방향으로 확장하거나 축소되며, 표면부의 접촉면적과 압입경도는 잔류응력에 무관하게 일정한 것으로 나타났다. 실험 및 모사를 통해 증명된 잔류응력에 무관한 압입 경도값

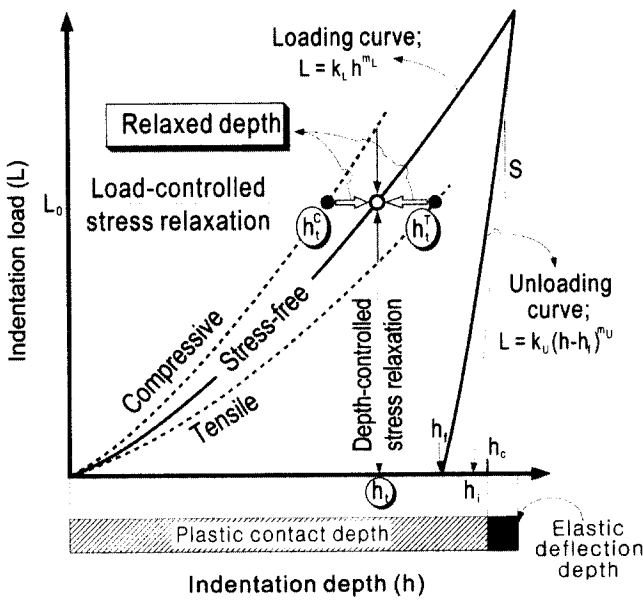


Fig. 1. Analysis of the unloading curve at the stress-free state⁷⁾ and elimination of the stress effect at the loading curve during a load-controlled relaxation^{5,12-16)}.

의 전제가정과 차등 접촉응력(differential contact stress)의 개념으로 등방향 2축 잔류응력과 압입응력 간의 상호작용을 고려함으로써 Suresh¹³⁾ 등은 기하학적 유사성을 가진 각진 압입자를 이용하여 잔류응력을 분석하는 방법을 제안하였다. 일정한 압입깊이 하에서 인가응력과 무응력 상태의 접촉면적 비가 잔류응력의 식으로 표현되었으나, 기법에 대한 실험적인 검증이 이뤄지지 않았다. 저자들은 선행 연구^{14,15)}에서 박막 잔류응력 중에서 소성변형에 영향을 주는 편차응력 성분만을 분리하여 새롭게 응력 상호작용 개념을 수정하고, 그림 1의 압입깊이 제어 잔류응력 완화(depth-controlled stress relaxation) 중에 발생하는 접촉형상의 변화를 압입하중-변위곡선에서 분석함으로써 수정된 잔류응력 평가식을 제시하였다. 그러나 잔류응력 완화 중에 발생하는 연속적인 접촉면적 변화의 모델링을 위해서 완화과정에 대한 복잡한 전제가정들이 필요하였다¹⁴⁾. 따라서 잔류응력 완화 중에 접촉면적의 변화가 없는 그림 1의 하중제어 과정(load-controlled process)이 주목받게 되었으며, 본 연구에서는 응력 상호작용 개념과 평면편치 이론⁶⁾을 결합하여 새로운 잔류응력 평가식을 제안하였다. 또한 (100) 텅스텐 단결정에 형성한 인가응력 상태에 따른 압입곡선의 형상변화를 제안된 모델을 이용하여 분석함으로써 응력 평가식의 타당성을 검증하고자 하였다.

2. 잔류응력 평가 이론

박막 잔류응력과 압입응력의 상호작용

박막 잔류응력(in-plane residual stress)은 균일한 등방향 2축 상태($\sigma_{res,x} = \sigma_{res,y} = \sigma_{res}$)로 가정하고¹³⁻¹⁵⁾, 표면에 수직방향으로 인가되는 압입응력과의 상호작용을 고려하였다. 소성변형에 주요한 역할을 하는 편차응력(deviator stress) 성분으로 잔류응력의 압입변형에 대한 영향을 표현하기 위하여 식 (2)와 같이 등방향 2

축 잔류응력을 소성변형에 무관한 평균응력(mean stress) 부분과 편차응력(deviator stress) 부분으로 분해하였다¹⁴⁾.

박막 잔류응력	평균응력 부분	편차응력 부분
$\begin{pmatrix} \sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} \frac{2}{3}\sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{2}{3}\sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{2}{3}\sigma_{res} \end{pmatrix}$	$\begin{pmatrix} \frac{1}{3}\sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{3}\sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3}\sigma_{res} \end{pmatrix}$

$$\begin{pmatrix} \sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{2}{3}\sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{2}{3}\sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{2}{3}\sigma_{res} \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \frac{1}{3}\sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{3}\sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3}\sigma_{res} \end{pmatrix} \quad (2)$$

편차응력 부분 중에서 압입 축방향의 응력(σ_{zz})은 $-2\sigma_{res}/3$ 로 주어지며, 접촉면적을 곱하면 식 (3)으로 잔류응력 유도 수직하중(residual stress-induced normal load; L_{res})이 정의되었다. 잔류응력 상태에서 일정 압입깊이에 도달하기 위한 압입하중은 무응력 상태의 압입하중에 비해 잔류응력 유도 수직하중 만큼 변화한다.

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

본 연구에서는 잔류응력 상태의 압입곡선이 응력완화 과정을 거쳐서 무응력 상태의 압입곡선으로 가역적으로 회복된다는 가정을 이용하여, 그림 1에 가로방향 화살표(open arrow)로 나타낸 압입하중 제어 완화과정에서 발생하는 압입깊이의 회복분(relaxed depth)에서 잔류응력 평가식을 유도하였다.

압입깊이 회복분과 잔류응력 유도 수직하중의 상관관계

선행 연구¹⁴⁾에서는 그림 1에 나타낸 변위제어 응력완화(depth-controlled stress relaxation) 과정을 고려하였다. 일정한 압입깊이 h_c 에 대응하는 압축 및 인장 잔류응력 상태의 압입하중은 무응력 상태의 압입하중 L_0 에 비해 증가 및 감소하며, 압입하중의 증감분을 L_{res} 로 측정하였다. 그러나 응력 상태에 따라 달라지는 압입하중은 응력 의존성이 없는 고유경도의 전제가정에 따라 접촉면적의 민감한 변화로 나타난다. 그러므로 잔류응력을 정확히 평가하기 위해서는 응력완화 과정 중에 발생하는 연속적인 접촉면적과 박막 응력의 변화를 적분적으로 풀이하는 것이 필요하였다. 이를 위하여 접촉면적의 압입하중 의존성과 완화과정 중에 내부 응력의 감소양상을 부가적으로 모델링하는 복잡한 과정이 필요하였다¹⁴⁾.

따라서 응력완화 중 접촉면적의 변화가 없는 하중제어 응력완화(load-controlled stress relaxation) 과정이 주목받게 되었다. 그림 1에서 살펴보면 동일한 압입하중 L_0 에 대응하는 압입깊이는 압축 및 인장 잔류응력에 의해서 각각 h_c^c 와 h_c^t 로 무응력 상태의 압입깊이 h_c 에 비해 감소하거나 증가한다. 그러나 응력 의존성이 없는 고유경도를 고려하면^{5,12-15)}, 동일한 압입하중 L_0 에 대응하여 접촉깊이 h_c 와 접촉면적 A_c 는 그림 2와 같이 응력상태에 무관하게 유일한 값으로 결정되었다. 따라서 응력 의존적인 압입깊이(stress-dependent indentation depth)와 응력 상태에 무관한 접촉면적(stress-independent contact area)를 동시에 고려하면, 인장 잔류응력 상태의 접촉영역 주변에는 sink-in 깊이 h_n 이

Fig. 2. Recovery of indentation depth during the load-controlled stress relaxation based on the elastic flat punch theory⁶⁾.

발생하게 된다. 압축 잔류응력에 대해서도 동일하게 고려해 보면, 접촉영역 주변에 pile-up 높이 h_p 가 발생하여 잔류응력의 영향을 수용하게 된다. 그림 2에 나타난 것과 같이 하중제어 응력완화 과정에서는 접촉면적이 동일하기 때문에 무응력 상태의 하중제거 곡선 분석을 통하여 접촉면적을 계산할 수 있다. 인장 잔류응력이 존재하는 시편에 L_0 의 압입하중을 인가하여 h_t^I 의 압입깊이를 형성한 뒤 일순간에 화살표로 나타난 잔류응력을 제거하면, 시편은 압입자를 표면으로부터 밀어낸다. 즉 무응력 상태의 접촉형상에 도달할 때까지 압입자는 시편 표면에서 밀려나고, sink-in 깊이 h_n 과 동일한 $h_t^I-h_t$ 의 회복깊이가 발생한다.

하중제어 응력완화 과정에서 나타나는 일정 접촉면적 하의 탄성적인 압입깊이 변화는 그림 2의 탄성적인 평면편치(flat punch) 접촉양상⁶⁾으로 근사할 수 있다. 평면편치 이론에 따르면 접촉부 주변의 탄성 굽힘깊이 h_s 는 식 (4)와 같이 압입하중과 탄성물성으로 표현되었다. a_{eff} 는 원형 접촉면을 고려할 때 유효 접촉반경(effective contact radius)을 나타내고, E_r 은 압입자/시편의 탄성물성을 동시에 고려한 환산탄성계수(reduced elastic modulus)이다.

$$h_s = \frac{(1-\nu^2)}{2E_r a_{eff}} L_0 \tag{4}$$

그림 2에 화살표로 나타난 인장 잔류응력에 의해서 접촉영역 외부에는 탄성적인 sink-in이 발생하며, 잔류응력의 기여없이 sink-in 깊이 h_n 만큼의 추가 굽힘변형을 유발하기 위해서는 추가 압입하중 L_{res}^E 가 필요하다. 식 (4)를 확장하면 접촉영역 외각에 h_s+h_n 의 탄성 굽힘변형을 일으키기 위한 무응력 상태의 압입하중 $L_0+L_{res}^E$ 를 식 (5)로 계산할 수 있다.

$$h_s+h_n = \frac{(1-\nu^2)}{2E_r a_{eff}} (L_0+L_{res}^E) \tag{5}$$

식 (5)에서 식 (4)를 제하고, 그림 2를 통해 동일한 크기로 확인된 $h_t^I-h_t$ 로 sink-in 깊이 h_n 을 대치하였다. 마지막으로 식 (3)의 잔류응력 유도 수직하중의 정의를 L_{res}^E 에 대입하여 정리하면, 잔류응력 완화에 의해 완전 탄성적인 압입깊이의 회복이 일어날 때의 잔류응력 평가식이 유도되었다.

$$\sigma_{res}^E = 1.5 \frac{L_{res}^E}{A_c} = \frac{3E_r a_{eff}}{(1-\nu^2)A_c} (h_t^I-h_t) \tag{6}$$

식 (6)의 타당성을 검증하기 위하여 인위적으로 형성한 인가응력 상태에 대해 나노 압입시험을 행하고, 본 모델링을 적용하여 분석된 결과와 인가응력을 직접 비교하였다.

3. 실험 방법

동방향 2축 인가응력의 형성하기 위하여 원판형의 미소시편에 인위적으로 응력을 인가할 수 있는 응력발생 장치들을 고안하였다¹⁶⁾. 표면에 인장 잔류응력을 유발하기 위하여 그림 3(a)와 같은 동방향 굽힘지그를 제작하였다. 직경 6.0 mm의 외부링(outer ring)을 포함한 상부 지그와 직경 1.5 mm의 내부링(inner ring)을 포함한 하부 지그 사이에 1.0 mm의 두께를 갖는 직경 8.0 mm의 원판형 시편을 도입하고, 두 지그를 나사식으로 결합함으로써 상부 지그 중심의 노출된 시편 표면에 동방향 2축 인장 인가응력(equi-biaxial tensile applied stress)을 발생시켰다. 동방향 2축 압축 인가응력(equi-biaxial compressive applied stress)을 발생시키기 위하여 그림 3(b)의 링 강제 끼워맞춤 지그(ring coercive inserting jig)를 고안하였다. 관 두께 2.0 mm와 내경(inner diameter)의 경사(gradient)를 갖는 공구강 튜브(최소 직경 7.9 mm)에 직경 8.0 mm의 원판형 시편을 강제로 끼워 넣었다. 시편이 삽입된 튜브 부분을 절단하여 압축 인가응력에 대한 나노 압입시험을 수행하였다.

기계적으로 인가된 응력 외에 미세조직과 방향성이 압입변형에 미치는 영향을 배제하기 위하여 본 연구에서는 (100) 표면을 갖는 등방성 텅스텐 단결정을 시편으로 사용하였다. Goodfellow사에서 대역정제(floating zone refinement) 방법으로 $\pm 3^\circ$ 의 방향성 오차를 갖도록 제조된 직경 10.0 mm의 봉상 단결정에서 직경 8.0 mm와 두께 1.0 및 2.5 mm를 갖는 두 종류의 시편을

(a)

(b)

Fig. 3. Cross-sectional shape of equi-biaxial stress-generating jigs; (a) tensile stress using a concentric bending jig and (b) compressive stress using a coercive inserting jig¹⁶⁾.

가공하였다. 1.0 mm 두께의 박판 굽힘시편과 링 지그에 강제 끼워맞춤된 2.5 mm 두께의 시편에 대해 동일하게 1000번 사포까지 기계연마를 행한 후, 2% NaOH 수용액에 침지하여 전해연마(electropolishing)를 행하였다^{16,17}. 6 V 인가전압에서 2분간 전해연마를 행한 시편을 에탄올로 세척하였다.

동방향 2축 인가응력을 형성한 텅스텐 단결정 시편에 삼각뿔 압입자(Berkovich indenter)를 이용하여 250 μN/sec의 일정 압입속도로 나노 압입시험을 5회 이상 수행하여 인가응력 상태에 대응하는 대표적인 압입하중-변위곡선을 얻었다. 최대 압입하중은 두께가 얇은 인장 굽힘시편에서는 5000 μN으로 결정하였고, 2.5 mm의 두꺼운 압축 끼워맞춤 시편에는 10000 μN을 인가하였다. 나노 압입시험은 정전기력 액츄에이터(electrostatic actuator)로 구동되는 Hysitron 사의 Triboscope을 사용하였으며, 최대 인가하중과 변위는 각각 30 mN과 20 μm으로 주어졌다. 동방향 2축 인가응력에 대한 나노 압입시험 후 1.0×1.5 mm 크기의 박막형 스트레인 게이지를 시편 표면에 부착하고, 동방향 굽힘지그의 제거와 강제 압축 링의 절단 시에 완화되는 변형률을 측정하여 인가응력을 계산하였다. 무응력 시편에도 동일한 시험 조건으로 나노 압입시험을 행하여 압입하중-변위곡선을 구하였다. 인가응력에 따른 압입하중-변위곡선의 형상 변화를 잔류응력 평가 모델에 대입하여 응력치를 분석하고, 스트레인 게이지에서 측정된 인가응력과 상호 비교하였다.

4. 결과 및 고찰

인가응력의 형성 및 압입하중-변위곡선의 형상 변화

10000 μN의 압입하중을 인가하여 형성된 잔류 압흔 주변에는 그림 4와 같이 소성변형에 기인한 소재 쌓임 영역(pile-up zone)이 뚜렷이 나타났으며, 이 현상에 의해 접촉면적은 식 (1)과 압입자의 기하학적 형상으로부터 계산된 값에 비해 약 14.3% 증가하는 것으로 나타났다. 포아슨 비의 문헌치¹⁷⁾인 0.28을 대입하여 나노 압입시험 시 하중제거곡선으로부터 분석된 (100) 텅스텐 단결정의 탄성계수는 408.4 GPa로 나타났다. 스트레인 게이지로부터 측정된 완화 변형률을 동방향 2축 인가응력으로 환산하기 위하여 고려된 이축 탄성계수(biaxial modulus; $E/(1-\nu)$)는 567.2 GPa로 나타났다. 표 1에는 인장 굽힘 및 압축 응력 발생지그에 의해서 시편에 형성된 탄성 변형률과 이로부터 계산된 동방향 2축 인가응력을 정리하였다.

인가응력 상태에 대응하는 압입하중-변위곡선과 무응력 상태의 압입하중-변위곡선을 그림 5(a)와 같이 중첩하였다. 동방향 2축 인장 인가응력(+224 MPa, Ten; 기호 ◇)에 대응하는 압입곡선은

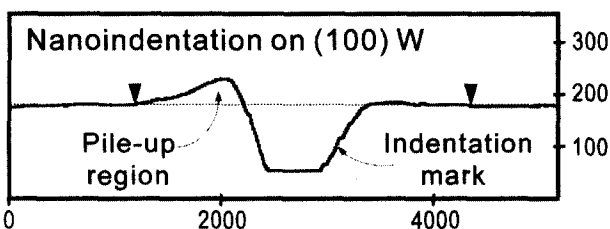


Fig. 4. Plastic pile-up profile around Berkovich indentation mark on (100) W single crystal.

Table 1. Equi-biaxial applied stresses of the artificially strained (100) tungsten single crystal using the stress-generating jigs

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

(a)

(b)

Fig. 5. Superposition of nanoindentation curves from (a) various applied stress states and (b) stress-free state.

무응력 상태 압입곡선(그림 5(b)의 무응력 상태의 중첩곡선 중 택일, Stress-free; 기호 ●)의 오른쪽에 위치하는 양상을 나타내었고, 반대로 압축 인가응력에 대응하여 압입곡선(-220 MPa, Com #1; 기호 ○, -338 MPa, Com #2; 기호 △)들은 왼쪽으로 이동(shifting)하는 양상을 보였다. 각 인가응력 상태에 대한 나노 압입곡선 형성 후 응력발생 지그를 제거한 상태에서 형성된 무응력 압입하중-변위곡선은 그림 5(b)와 같이 완전히 상호 중첩되어 인가응력 인가에 의한 시편의 소성변형이 없음을 나타내었다. 압입하중-변위곡선에는 초기 탄성변형 영역, 임계하중에서 전위의 급격한 발생에 따른 pop-in 영역^{17,18)} 및 탄소성 변형영역이 뚜렷이 나타났다. 잔류응력이 탄성 압입변형에 미치는 영향이 미미하기 때문에 탄성영역의 압입곡선들은 인가응력 상태에 무관하게 완전히 중첩되었다. 완전결정(perfect crystal)에서

pop-in이 발생하는 임계 압입하중(critical indentation load)은 소재 내부에 전위가 도입되기 위한 임계전단응력에 의존하지만¹⁸⁾, 전위가 존재하는 단결정에서는 압입응력장이 이동전위(mobile dislocation)와 만날 수 있는 확률에 의존한다. 따라서 불균일한 전위분포의 영향으로 인하여 인가응력과 pop-in 발생하중과의 직접적인 관계는 없었다.

응력완화시 압입깊이의 탄성회복을 고려한 잔류응력 평가

그림 5(a)에 나타난 인가응력에 대응하는 탄/소성 변형영역의 압입하중 인가곡선은 표 2와 같이 멱급수 식으로 적합화되었다. 일정한 압입하중에 대응하는 무응력과 인가응력 상태의 압입깊이 차가 완화깊이 $h_t^r - h_t$ 이며, 각 압입하중에 대응하는 접촉면적은 무응력 상태의 하중 제거곡선에서 분석되었다. 식 (1)을 이용하여 최대 압입하중에 대응하는 접촉깊이를 결정하였고, 압입자의 기하학적 형상 보정식을 이용하여 접촉면적으로 환산하였다. (100) 텅스텐 단결정에 대한 환산탄성계수 E_r 이 압입깊이에 무관하게 일정한 것으로 가정하면, 식 (1)과 (7)을 이용하여 임의의 압입하중에 대응하는 접촉깊이와 접촉면적을 표 3과 같이 평가할 수 있다.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}L}{2(h-h_t)\sqrt{A_c}} \quad (7)$$

표 2의 인가응력 제거에 의한 탄성 완화깊이와 표 3의 접촉물성 식 (6)에 대입하여 텅스텐 시편에 걸린 응력치를 계산하였다. 그림 6에서 압입깊이의 탄성적인 회복을 고려하여 평가된 응력치는 인가응력을 과대평가하는 것으로 나타났다.

이러한 결과는 텅스텐과 같은 금속 소재의 압입에서 나타나는 소성적인 pile-up 변형의 영향으로 설명되었다. 그림 4와 같이 pile-up 변형이 접촉영역 외각까지 확장하면, 소성영역의 영향으로

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

Stress state (MPa)	Loading curve	Fitting range (μN)	Relaxed depth (nm)
Stress-free (0)	$L=2.98h^{1.46}$	3000-10000	-
Ten (+224)	$L=2.87h^{1.47}$	3000- 5000	3.5 (at 5000 μN)
Com #1 (-220)	$L=2.95h^{1.47}$	6000-10000	-7.5 (at 10000 μN)
Com #2 (-338)	$L=3.10h^{1.47}$	6000-10000	-11.7 (at 10000 μN)

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

Load (μN)	Depth (nm)	Contact depth(nm)	Contact area(nm^2)	Effective contact radius (nm)
10000	253.5	242.0	2999184.8	977.1
9000	237.6	227.4	2601414.5	910.0
8000	219.3	209.3	2152355.3	827.7
7000	200.2	190.5	1740422.6	744.3
6000	180.2	170.8	1371443.7	660.7
5000	159.1	150.2	1052518.7	578.8
4000	136.6	128.4	791418.1	501.9
3000	112.2	105.1	593727.3	434.7

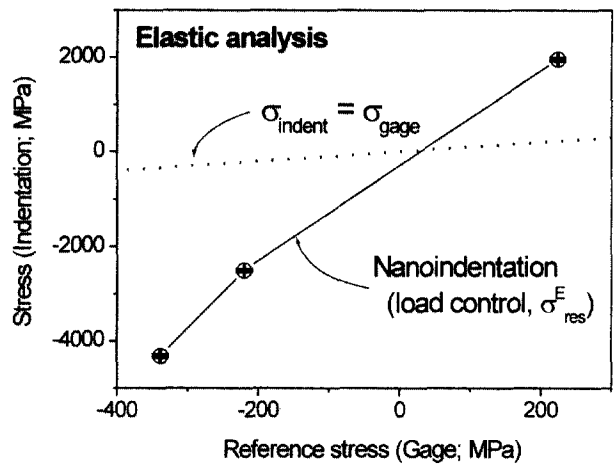


Fig. 6. Stress evaluated from the elastic analysis of the relaxed depth was overestimated.

압입깊이의 완전 탄성회복은 발생하지 않는다. 그러므로 하중제어 잔류응력 완화과정을 통해 잔류응력을 정확히 평가하기 위해서는 압입곡선에서 측정된 회복깊이를 가역적인 부분(reversible part)과 비가역적인 부분(irreversible part)의 합으로 분석하는 것이 필요하였다.

응력완화시 회복깊이의 탄/소성적인 분석을 통한 잔류응력 평가

그림 2에서 인장 잔류응력의 영향으로 발생한 압흔 주변의 sink-in이 완전 소성변형이면, 잔류응력 완화시 접촉형상의 회복은 없다. 또 일정한 접촉면적 하에서 압입깊이가 변화하는 거동은 평면편치로 소재 표면에 소성변형을 유발시키는 과정과 유사하다. 평면편치로 압입하중을 인가할 때 나타나는 압입자 하부의 접촉압력은 그림 7과 같이 소재의 가공경화 특성에 따라 증가한다. 그림 7과 같이 평면편치로 압입하중을 인가하면 소성 가공경화로 인하여 압입깊이가 h_t 에서 h_t^r 로 증가함에 따라 접촉압력은 p_m 에서 p_m^r 로 증가한다. Yu¹⁹⁾ 등에 따르면 접촉압력을 소성 변형 구속인자 C_p 로 나누어 유도응력 σ_r 를 표현할 수 있었으며, 유효 압입변형률 ϵ_{eff} 는 압입깊이와 평면편치 직경의 비인 $\alpha h_t / 2a_{eff}$ 로 나타났다. 금속소재의 평면편치 압입 시험결과와 일축 압축에서 얻어진 유도곡선의 상호비교로부터 C_p 와 α 는 3.0과 1.0으로 주어졌고, Hollomon 형태($\sigma_r = K_{st} \epsilon_{eff}^n$)의 가공경화 거동을 고려하면 평면편치 하부의 접촉압력은 식 (8)로 나타낼 수 있었다.

$$p_m = C_p \sigma_r = 3K_{st} \left(\frac{h_t}{2a_{eff}} \right)^n \quad (8)$$

인장 잔류응력 하에서 L_0 의 압입하중으로 형성한 압입깊이 h_t^r 를 잔류응력의 기여없이 도달하기 위해서는 $L_0 + L_{res}^p$ 의 압입하중이 필요하며, L_{res}^p 는 평면편치 하부의 가공경화를 고려한 접촉압력의 차이와 접촉면적의 곱인 $(p_m^r - p_m)A_c$ 로 나타났다. 식 (8)을 이용하면 p_m^r 도 h_t^r 로 나타낼 수 있으며, 평면편치 압입시 가공경화 거동으로부터 유도된 L_{res}^p 와 잔류응력 유도 수직하중의 정의인 식 (3)을 결합하면 그림 1과 2에 나타난 압입깊이의 회

Fig. 7. Schematic diagram showing the increase of contact pressure beneath the flat punch by the effect of plastic work-hardening¹⁹⁾.

복분을 소성적으로 분석할 때의 잔류응력 평가식 (9)가 유도되었다.

$$\sigma_{res}^p = \frac{9K_{st}((h_i^T)^n - h_i^n)}{2(2a_{eff})^n} \quad (9)$$

그러나 '응력완화시 압입깊이의 탄성회복을 고려한 잔류응력 평가'절에서 언급한 것과 같이 표 2에 나타난 압입깊이의 회복분은 완전 탄성회복이나 가상의 완전 소성회복으로 설명하기보다는 탄/소성 회복거동으로 설명하는 것이 타당하며, 잔류응력 평가식은 식 (6)과 식 (9)의 부분 합으로 표현할 수 있다.

회복깊이를 탄성부분과 소성부분으로 나누기 위해서는 잔류응력 하에서 형성된 압흔이 응력 완화시 회복되는 정도를 직접 측정해야 하는 어려움이 있다. 본 연구에서는 잔류응력에 무관하게 소재가 나타내는 탄/소성 변형의 비는 동일할 것으로 가정하고, 그림 1의 탄성 굽힘깊이와 소성 접촉깊이의 비를 탄/소성 변형 특성비로 사용하였다. 전체 회복 깊이 중 탄성회복 깊이의 분율을 X_E 로 고려하면 가상의 소성회복 분율은 $(1-X_E)$ 가 되고, 회복깊이의 탄/소성적인 분석에 의한 잔류응력 평가식은 식 (10)으로 표현되었다.

$$\sigma_{res}^{E/P} = \frac{3E_r a_{eff}}{(1-\nu^2)A_C} X_E (h_i^T - h_i) + (1-X_E) \frac{9K_{st}((h_i^T)^n - h_i^n)}{2(2a_{eff})^n} \quad (10)$$

Fig. 8. Comparison between the evaluated stress from the elastic/plastic analysis of the relaxed depth and the applied stress measured from strain gage.

참고문헌¹⁷⁾에 보고된 (100) 텅스텐 단결정의 압축 유동곡선을 식 (8)의 평면편치 하부의 접촉압력으로 나타내면 $1.524 \times 10^{10} (h_i/2a_{eff})^{0.45}$ Pa로 주어졌고, 표 3에서 계산된 탄성회복 분율 X_E 는 0.04로 매우 낮은 값을 가졌다. 그림 5의 탄성 응력분석치에 X_E 를 곱하고, 식 (9)의 소성 응력분석치에 $(1-X_E)$ 를 곱한 뒤 두 값을 합한 응력치를 그림 8에서 스트레인 게이지로부터 측정된 인가응력과 막대그래프로 비교하였다. 그림 1의 전체 압입깊이 중 탄성 압입깊이가 차지하는 분율은 미미하였으나, 잔류응력 평가결과에서 탄성응력은 약 50%의 기여도를 갖는 것으로 나타났고, 회복깊이를 탄/소성적으로 분석하는 식 (10)의 타당성은 실험적으로 확인되었다. 표 4에서는 잔류응력 평가치의 오차 정도를 인가응력과 수치적으로 비교함으로써 탄/소성적인 응력분석의 타당성을 확인하였다. 평가된 응력치는 표준편차 ± 35.9 MPa 이내에서 텅스텐 단결정에 인가된 인가응력과 일치하였다.

5. 결 론

박막 잔류응력을 평가하기 위하여 하중제어 응력 완화과정 (load-controlled stress-relaxation procedure) 중의 나노 압입곡선의 형상변화를 이론적으로 모델링하였다. 일정한 압입하중과 접촉면적 하에서 응력을 완화시킬 때 나타나는 압입깊이의 완화분을 탄성적인 평면편치 이론을 수정하여 적용함으로써 잔류응력 평가식을 제안하였다. 인가응력이 인가된 (100) 단결정 텅스텐에 대한 나노 압입시험을 통하여 잔류응력 평가식의 타당성을 실험적으로 검증하였으며, 본 연구에서 얻어진 구체적인 결론은 다음과 같이 정리할 수 있다.

1. 박막의 등방향 2축 잔류응력 중 편차응력 성분에서 잔류응

Table 4. Total stresses evaluated from the elastic/plastic analysis were consistent with the applied values measured from strain gage

Applied stress	Elastic analysis portion, $X_E \sigma_{res}^E$	Plastic analysis portion, $(1-X_E) \sigma_{res}^P$	Total stress evaluated from elastic/plastic analysis
+224 MPa	+136.1 ± 6.1 MPa	+87.4 ± 0.4 MPa	+225.7 ± 6.5 MPa
-220 MPa	-133.8 ± 7.3 MPa	-114.6 ± 1.9 MPa	-248.3 ± 5.6 MPa
-338 MPa	-211.6 ± 14.7 MPa	-181.9 ± 0.4 MPa	-393.5 ± 14.5 MPa

력 유도 수직하중(residual-stress-induced normal load)을 정의하였고, 응력완화 중에 발생하는 압입깊이의 회복을 탄성 평면편치 이론을 수정한 식에 대입함으로써 잔류응력 평가식을 유도하였다. 인가응력 상태의 (100) 텅스텐 단결정에서 얻어진 압입곡선의 형상변화를 제안된 탄성 응력 평가식을 이용하여 분석하였으나 평가된 응력치 σ_{res}^E 는 스트레인 게이지로부터 측정된 인가 응력보다 과대 평가되었으며, 이 결과는 압흔 관찰에서 확인된 소성적인 pile-up 변형의 영향으로 판단되었다.

2. 잔류응력 완화시 발생하는 압입깊이의 회복을 소성적으로 분석하기 위하여 평면편치 압입시험에 적용된 소성 가공경화 이론을 이용하였다. 인장 잔류응력의 영향으로 접촉영역 외부에 발생한 sink-in 깊이를 잔류응력의 기여가 없는 무응력 상태의 소성변형을 통하여 형성하기 위해서는 추가적인 압입깊이에 대응하는 접촉압력과 압입하중의 증가가 필요하다. 이 압입하중의 증가분을 잔류응력 유도 수직하중으로 고려함으로써 소성변형의 측면에서 잔류응력 평가식을 유도하였다.

3. 실제 압입깊이의 회복분은 탄성 및 소성부분으로 구성되며, 본 연구에서는 소성 접촉깊이(plastic contact depth, h_c)와 탄성 굽힘깊이(elastic deflection depth, h_e)의 비 값을 탄/소성 분율로 가정하여 최종적인 탄/소성 잔류응력 평가식을 아래와 같이 유도하였다. 인가응력 상태의 텅스텐 단결정에서 얻어진 나노 압입곡선의 형상변화를 탄/소성 잔류응력 평가식에 대입하여 평가한 응력치는 표준편차 ± 35.9 MPa 이내에서 스트레인 게이지로부터 측정된 인가응력과 일치하였으며 잔류응력 평가식의 타당성이 확보되었다.

$$\sigma_{res}^{E/P} = \frac{3E_r a_{eff}}{(1-\nu^2)A_C} X_E (h_i^T - h_i) + (1 - X_E) \frac{9K_{st}((h_i^T)^n - h_i^n)}{2(2a_{eff})^n}$$

REFERENCES

1. G. Sines and R. Carlson: ASTM Bulletin, February (1952) 35
2. P. A. Blain: Metal Progress, **71** (1957) 99
3. G. U. Opper: Experimental Mech., **4** (1964) 135
4. J. Frankel, A. Abbate, and W. Scholz: Experimental Mech., **33** (1993) 164
5. T. Y. Tsui, W. C. Oliver, and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **11** (1996) 752
6. M. F. Doerner and W. D. Nix: J. Mater. Res., **1** (1986) 601
7. W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **7** (1992) 1564
8. T. A. Venkatesh, K. J. Van Vliet, A. E. Giannakopoulos, and S. Suresh: Scripta Mater., **42** (2000) 833
9. W. R. LaFontaine, C. A. Paszkiet, M. A. Korhonen, and C.-Y. Li: J. Mater. Res., **6** (1991) 2084
10. A. V. Zagrebelny and C. B. Carter: Scripta Mater., **37** (1997) 1869
11. M. F. Doerner, D. S. Gardner, and W. D. Nix: J. Mater. Res., **1** (1986) 845
12. A. Bolshakov, W. C. Oliver, and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **11** (1996) 760
13. S. Suresh and A. E. Giannakopoulos: Acta Mater., **46** (1998) 5755
14. Y.-H. Lee, W. Ji, J.-h. Jeong, and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **40** (2002) 744
15. Y.-H. Lee, Y. Choi, and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **39** (2001) 1101
16. Y.-H. Lee and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., (2002) accepted
17. D. F. Bhar, D. E. Kramer, and W. W. Gerberich: Acta Mater., **46** (1998) 3605
18. M. Guken, R. Sakidja, W. D. Nix, and J. H. Perepejko: Mater. Sci. Eng., **A319-321** (2001) 902
19. H. Y. Yu, M. A. Imam, and B. B. Rath: J. Mater. Sci., **20** (1985) 636