

## 잔류응력 완화 중 나노접촉 형상의 천이거동 모델링을 통한 DLC 박막의 잔류응력 평가

李潤熙 · 池源宰 · 鄭增鉉 · 權東一

서울대학교 공과대학 재료공학부

### Evaluation of Residual Stress in DLC Thin Films through the Theoretical Modeling of the Transitional Behavior in Nanocontact Morphology during Stress Relaxation

Yun-Hee Lee, Wonjae Ji, Jeung-hyun Jeong and Dongil Kwon

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

**Abstract :** Assessment of residual stress is an important point to prevent the failures of thin film devices. Nanoindentation technique was proposed as a stress-measuring method of thin film in a previous research. However, the stress-analyzing model used at the previous research had the problems of a partial deformation-irrelative stress interaction concept and no consideration of the change in the contact area during continuous stress relaxation. Therefore, we modified the model by analyzing a new residual stress-induced normal load based on deformation-dependent shear stress component and by calculating the continuous relaxation procedure as an integration method. The modified model was applied to evaluate the residual stresses in two diamond-like carbon films. The evaluated residual stresses from the newly modified model were more consistent with the results from the conventional curvature method than those from the earlier model.

(Received April 2, 2002)

**Key words :** Residual stress, Nanoindentation, Stress interaction, Contact morphology

#### 1. 서 론

박막과 같은 이중 접합소재는 계면에서의 구속에 의해 필수 불가결하게 잔류응력이 존재하며, 잔류응력의 영향에 의해서 고 유물성과 다른 겉보기 물성치가 나타난다<sup>1,2)</sup>. 높은 잔류응력은 박막균열 및 계면박리를 일으켜 박막재료의 수명에 악영향을 미치며, 잔류응력이 낮을 경우에는 기판의 굽힘변형을 유발하거나 피로 손상에 대한 저항력을 저하시킨다<sup>2,4)</sup>. 또한, 최근 연구개발이 활발한 초소형 전기기계 시스템(Micro-electro-mechanical system; MEMS)에서 잔류응력은 자유막 구동자(free-standing film driver)의 굽힘을 유발하거나 내마찰 및 내마모성이 저하시켜 소자 전체의 신뢰성에 문제를 유발시킨다<sup>3)</sup>. 그러므로, 박막재료로부터 제작되는 소자들의 생산 및 사용 중 신뢰성 확보를 위해서는 잔류응력의 정확한 측정에 기반한 응력제어 기술이 절실히 필요하다<sup>4)</sup>. 박막 잔류응력의 보편적인 시험 방법으로 기판의 굽힘변형을 측정하는 곡률 측정법<sup>5)</sup>이 있다. 곡률 측정법은 비접촉식이며 in-situ 적인 측정의 장점이 있으나 장범위에 걸친 평균적인 응력값만을 제공한다 한계가 있다.

따라서 박막 표면에 국소 비파괴적인 변형만을 유발하는 나노 압입시험이 잔류응력 측정 기법으로 제시되었다<sup>6-10)</sup>. 나노 압입시험에서는  $\mu\text{N}$  수준의 하중을 인가하여 압입자가 nm 수준으로 재료에 침투하는 상황을 연속적으로 측정하여 그림 1의 압입하중-변위곡선을 형성한다<sup>11,12)</sup>. 실선으로 나타난 무응력 상태의 압입하중 인가 및 제거곡선은 각각 압입깊이의 멱급수 식(power-law equation)으로 적합화되며, 하중제거곡선을 분석하면 최대하

중이 인가되었을 때의 압입자/시편 간의 접촉깊이를 결정할 수 있다. 압입하중 제거에 의해 압흔 주위의 탄성굽힘(elastic deflection) 만이 회복되면 압입하중 제거곡선은 접촉면적이 일정한 평면편치이론(flat punch theory)로 분석된다<sup>11)</sup>. 평면편치 이론에서 접촉깊이,  $h_c$ 는 그림 1과 같이 압입하중 제거곡선의 접선을 외삽하여 압입깊이 축과 만나는 점인 절편값(intercept

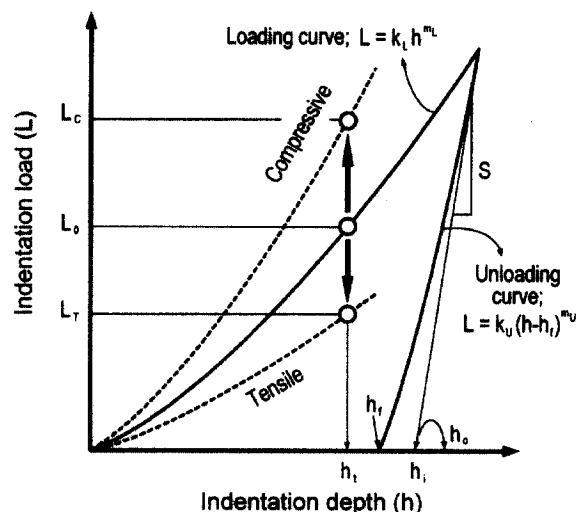


Fig. 1. Schematic diagram showing the contact depth analysis from the power-law fitted indentation unloading curve<sup>11)</sup> and the shape variation in indentation loading curve by the change of stress state<sup>7-10)</sup>.

depth),  $h_c$ 로 결정되었으며, 선행연구에서는 평면편치 이론에서 계산된 절편깊이를 접촉깊이로 사용하였다( $h_c = h_i$ ). 그러나 평면편치가 아닌 일정 첨단각을 갖는 압입자를 이용한 압입시험에서 나타나는 회복곡선은 압흔 주위의 탄성굽힘 뿐만 아니라 접촉영역 내부의 회복에 의해서도 영향을 받는 것으로 보고되었다<sup>12)</sup>. 이 때 실제 접촉깊이(real contact depth)는 최대 압입깊이와 절편깊이 사이의 값을 갖게 되며, Oliver와 Pharr<sup>12)</sup>에 의해 제안된 식 (1)을 이용하여 계산하였다. Berkovich 삼각뿔 압입자를 사용한 본 연구에서도 선행연구의 평면편치 이론 대신에 식 (1)을 이용하여 접촉깊이를 계산하였다.

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

식 (1)에서  $\omega$ 는 압입자의 기하학적 형상을 고려한 상수로 삼각뿔 압입자에 대해 0.72로 주어졌으며, S는 그림 1에 나타난 것과 같이 하중제거곡선의 초기 기울기이다. 수십 nm 이내의 첨단에서 압입자는 가공상의 한계로 인해 이상적인 삼각뿔 형태 대신에 무딘(blunt) 형태를 가지며, 탄성계수와 경도가 알려진 표준재료에 대한 압입시험 결과를 이용하여 식 (2)의 실험적인 적합화 식을 이용하여 압입자 형태를 보정한다<sup>12)</sup>. 본 연구에서는 식 (2)를 이용하여 식 (1)에서 결정된 접촉깊이에 대응하는 접촉면적,  $A_c$ 를 환산하였으며, 구별을 위하여 선행연구에서 절편깊이,  $h_i$ 로부터 계산된 절편 접촉면적은  $A_i$ 로 표기하였다.

$$A_c = C_0 h_c^2 + C_1 h_c + C_2 h_c^{1/2} + C_3 h_c^{1/4} + C_4 h_c^{1/8} + C_5 h_c^{1/16} \quad (2)$$

$C_0$ 는 삼각뿔 압입자의 기하학적 형상에 근거하여 24.5로 고정되고,  $C_1$ 에서  $C_5$ 까지의 상수들은 실험적인 다항 적합화(polynomial fitting)를 통해 구해진다<sup>12)</sup>. 나노경도(nanohardness; H)는 최대하중을 계산된 접촉면적으로 나누어 평가하고, 압입자 및 박막의 탄성성질을 포함하는 환산탄성계수(reduced modulus;  $E_r$ )는 하중제거시의 탄성회복 기울기, S와 접촉면적으로 나타난 식 (3)에서 계산한다<sup>12)</sup>. 환산탄성계수가 미세조직 변화에 영향이 적고, 압입깊이에 무관하게 일정한 것으로 가정할 수 있기 때문에 최종 하중제거곡선에서 환산탄성계수가 구해지면 최대하중보다 낮은 여러 압입하중에서 개별적인 하중제거곡선의 분석이 없더라도 식 (1), (2) 및 (3)을 이용하여 접촉깊이와 접촉면적을 계산할 수 있다<sup>9,10)</sup>.

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}S}{2\sqrt{A_c}} = \frac{\sqrt{\pi}L}{2(h-h_i)\sqrt{A_c}} \quad (3)$$

그림 1에는 무응력 시편에 대한 압입하중-변위곡선과 중첩하여 압축 및 인장 잔류응력이 걸린 시편에 나노 압입시험을 행할 때 얻어지는 압입하중 인가곡선을 점선으로 나타내었다. 기존의 연구 결과에서 일정한 최대 압입깊이,  $h_c$ 에 대응하는 인가 압입하중은 압축 및 인장 잔류응력 하에서 각각  $L_c$ 와  $L_r$ 로 무응력 상태의 압입하중인  $L_0$ 에 비해 증가 및 감소하는 것으로 나타났다<sup>7-10)</sup>. 따라서, 최근에는 단순한 압입경도와 잔류응력의 의존성을 실험적으로 파악하는 연구<sup>6)</sup>에서 벗어나 압입하중-변위곡선의 형상 변화를 유한요소법이 결합된 이론적인 방법으로 해석하여 잔류응력을 평가하는 시도가 있었다<sup>8)</sup>.

본 연구자들은 인장 및 압축 잔류응력에 의해서 형성된 접촉 형상이 잔류응력 완화 시에 무응력 상태의 접촉 형상으로 변하는 과정을 이론적으로 모델링하여 여러 박막의 잔류응력을 평가한 바 있다<sup>9,10)</sup>. 그러나 압입깊이가 감소할수록 압입모델링을 통해 평가된 잔류응력치가 급격히 증가하여 곡률법의 응력 측정치와 불일치하는 양상을 나타내었다. 따라서, 본 연구에서는 앞선 연구<sup>9,10)</sup>에서 제시한 잔류응력 평가 모델링 상의 문제점들을 새롭게 분석하고, 압입응력과 잔류응력의 상호작용을 소성변형에 미치는 영향을 고려하여 명확히 규명함으로써 새로운 잔류응력 해석 모델을 제시하였다. 수정된 잔류응력 평가 모델을 이용하여 다이아몬드성 카본 박막에서 기존의 곡률법으로 측정된 응력치와 호환성이 있고, 압입깊이에도 상관없이 일정한 잔류응력값을 평가할 수 있었다.

## 2. 이론적 해석

나노 압입시험을 통해 이중재료 접합부의 잔류응력을 정량적으로 평가하기 위해서는 압입응력과 소재 내의 잔류응력 간의 상호작용에 대한 이론적인 모델링이 필요하다. 압입응력장에 대한 기존의 모델링을 바탕으로 잔류응력과 압입응력의 상호중첩 및 재분해를 통하여 잔류응력의 압입거동에 대한 영향을 구체화시켰다. 잔류응력의 압입거동에 대한 영향을 인가 압입하중의 차이에서 고려하고, 잔류응력 완화 시 나타나는 접촉형상의 천이과정을 분석함으로써 수정된 잔류응력 평가 모델을 제시하였다.

### 잔류응력 유도 수직하중의 정의

강성 압입자(rigid indenter)에 의한 압입 변형은 셸(shell) 모양으로 확장한 소성역이 비압축성 코어(incompressible core)를 둘러싸고 있는 그림 2의 단면 형태로 Johnson<sup>13)</sup>에 의해 모델링되었다. 압입자 직하에 존재하는 코어는 Hill<sup>14)</sup>의 구형공동 모델(spherical cavity model)에서 공동과 같은 역할을 한다. 구형공동을 중심으로 포함한 탄성재료의 응력분포는 Hill에 의해 제시되었으며, 공동/탄성역 경계에 Tresca 항복조건을 도입함으로써 초기 항복을 유발하는 공동 내부의 정수압 응력(hydrostatic stress)이  $-2\sigma_y/3$ 로 결정되었다. 재료가 탄성-강소성 거동(elastic-rigid plastic behavior)을 가지면, 정수압의 증가에 대응해 공동 외각

Fig. 2. Stress interaction between residual stress,  $\sigma_{res}$  and hydrostatic stress,  $2\sigma_y/3$  in the incompressible core of an elastic/plastic indentation<sup>12,13)</sup>; tensile residual stress decreases the indentation load,  $L_0$  of stress-free state to  $L_r$ .

의 소성역이 점차 확장하게 된다. 이때 소성역 내부의 응력 분포도 구형 셀에 대한 응력해석과 항복조건을 결합하여 분석되었다.<sup>14)</sup>

본 연구에서는 그림 2에 나타낸 복잡한 압입변형 응력장에서 코어 내부의 응력(-2σ<sub>y</sub>/3)과 외부에서 인가되는 등방향 2축 잔류응력(σ<sub>res</sub>)과의 상호중첩을 고려하였다. 등방향 2축 잔류응력을 코어에 인가하면 내부의 정수압은 변화되어 전단응력 성분이 부가적으로 발생하게 된다. 식 (4)의 코어 내부 정수압과 등방향 2축 잔류응력의 합, σ<sub>com</sub>은 정수압과 편차응력(deviator stress)으로 재분해 될 수 있고, 정수압이 소재의 소성변형과 무관하므로 편차응력 성분에서 잔류응력의 압입변형에 대한 영향을 확인할 수 있다.

<코어내부 정수압 상태> <등방향 2축 잔류응력 상태>

$$\sigma_{com} = \begin{pmatrix} -\frac{2}{3}\sigma_y & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{2}{3}\sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3}\sigma_y \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

<재분해된 코어내부 정수압 상태>

<편차응력 상태>

$$= \begin{pmatrix} -\frac{2}{3}(\sigma_y - \sigma_{res}) & 0 & 0 \\ 0 & -\frac{2}{3}(\sigma_y - \sigma_{res}) & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3}(\sigma_y - \sigma_{res}) \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \frac{1}{3}\sigma_{res} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{1}{3}\sigma_{res} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{2}{3}\sigma_{res} \end{pmatrix} \quad (4)$$

식 (4)의 편차응력 성분 중 박막 표면에 수직인 압입하중에 미치는 잔류응력의 영향은 σ<sub>33</sub>에 나타난 -2σ<sub>res</sub>/3 임을 확인할 수 있다. 등방향 2축 인장 잔류응력, σ<sub>res</sub>가 걸린 시편에 압입하중(L<sub>T</sub>)을 인가하여 최대 압입깊이, h<sub>t</sub>를 형성한 뒤, 인장 잔류응력을 완화시키면 압입하중은 증가하며, 이 인가하중의 증가분이 식 (5)로 표현된 잔류응력 유도 수직하중(residual stress-induced

normal load; L<sub>res</sub>)이다.

$$L_{res} = \frac{2}{3}\sigma_{res} \cdot A_c \quad (5)$$

식 (5)와 달리 선행 연구<sup>8-10)</sup>에서는 압입축 방향의 가상응력(imaginary stress)을 도입함으로써 L<sub>res</sub>를 σ<sub>res</sub>·A<sub>i</sub><sup>0</sup>로 정의하였다. 그러나 기존의 정의에는 잔류응력이 압입 소성변형에 영향을 미치지 않는 정수압 성분(σ<sub>res</sub>·A<sub>i</sub><sup>0</sup>/3)이 포함되어 실제 잔류응력 유도 수직하중을 과대 평가하는 문제점이 있다.

**응력완화 시 접촉형상 분석을 통한 수정 잔류응력 평가모델 제시**

선행 연구에서는 그림 1의 응력 유·무에 따른 압입하중 차이(L<sub>0</sub>-L<sub>T</sub>)를 잔류응력 유도 수직하중으로 구하고, 잔류응력은 L<sub>res</sub>를 무응력 상태의 접촉면적, A<sub>i</sub><sup>0</sup>로 나눈 값으로 정의하였다<sup>9,10)</sup>. 그러나 일정 압입깊이를 유지하면서 잔류응력을 완화시킬 때 나타나는 압입자/시편 간의 접촉형상의 변화는 복잡한 과정이며, 본 연구에서는 그림 3의 모식도를 이용하여 재분석하였다. 무응력 상태의 압입자/시편 간의 접촉 깊이(h<sub>c</sub><sup>0</sup>) 및 접촉면적(A<sub>c</sub><sup>0</sup>)은 인장 잔류응력 상태에서는 압입자 주변의 뚜렷한 sink-in 깊이, h<sub>n</sub>의 존재로 인해 접촉깊이(h<sub>c</sub><sup>T</sup>)와 접촉면적(A<sub>c</sub><sup>T</sup>)으로 감소하여 식 (6)의 고유경도 일정의 법칙<sup>7,10)</sup>을 만족시킨다.

$$H = \frac{L_T}{A_c^T} = \frac{L_0}{A_c^0} = \frac{L_c}{A_c^c} \quad (6)$$

등방향 2축 인장 잔류응력을 가진 시편에 L<sub>T</sub>의 압입하중을 인가하여 최대 압입깊이 h<sub>t</sub>를 형성시킨 뒤, 강체의 프레임(rigid frame)으로 압입자와 시편을 구속하여 잔류응력 제거시에도 최대 압입깊이는 h<sub>t</sub>로 유지되도록 하였다. 인장 잔류응력을 일순간에 완화하면 잔류응력에 의해 발생되었던 sink-in이 제거되면서 압입자를 시편표면에서 밀어내려는 힘이 작용하게 된다. 그러나, 강체 프레임의 구속에 의해 최대 압입깊이는 유지되고, 시편이 압입자를 밀어내려 했던 힘(rebounding force)은 압입하중과 접촉면적의 증가와 평형을 이루게 되며, 접촉부 외부에는 탄성 굽힘깊이, h<sub>s</sub> 만이 존재한다. 즉, 인장 잔류응력의 완화에 의해서 압입하중은 L<sub>T</sub>에서 L<sub>T</sub>+L<sub>res</sub>(=L<sub>0</sub>)로 증가하고, 접촉깊이 및 접촉면적은 각각 h<sub>c</sub><sup>T</sup>에서 h<sub>c</sub><sup>0</sup>와 A<sub>c</sub><sup>T</sup>에서 A<sub>c</sub><sup>0</sup>로 증가한다. 본 연

Fig. 3. Schematic diagram of the changes in contact during maximum depth controlled stress relaxation<sup>9)</sup>. A rebounding force originated by removing tensile residual stress increases indentation load and contact area from (L<sub>T</sub>, A<sub>c</sub><sup>T</sup>) to (L<sub>0</sub>, A<sub>c</sub><sup>0</sup>) under the condition of constant maximum indentation depth, h<sub>t</sub>.

구에서는 잔류응력 완화과정 중의 접촉면적 변화를 무시하고 잔류응력 평가식을 전개한 선행 연구<sup>9,10)</sup>와 달리 압입깊이를 제어 하면서 인장 잔류응력을 완화시킬 때 나타나는 연속적인 접촉면적의 증가를 적분식으로 분석하였다. 잔류응력 유도 수직하중의 정의인 식 (5)와 그림 3의 접촉 형상의 변화를 고려하면 응력 완화 전·후의 인가 압입하중의 변화는 식 (7)로 나타낼 수 있다.

$$L_0 = L_T + L_{res} = L_T + \int_{L_T}^{L_0} dL_{res}$$

$$= L_T + \frac{2}{3} \int_{L_T}^{L_0} d(\sigma \cdot A_c) \quad (7)$$

적분식을 풀기 위해서 잔류응력 완화 과정 중에 나타나는 접

촉면적,  $A_c$ 와 완화 중의 응력,  $\sigma$ 의 압입하중,  $L$ 에 대한 의존성을 그림 4에 나타내었다. 잔류응력 유·무에 따른 압입하중 인가곡선 및 잔류응력의 완화경로는 그림 4(a)에서 살펴볼 수 있다. 인장 잔류응력 하에서 압입하중을 증가하여 일정 압입깊이,  $h_t$ 에 도달하면 압입하중은  $L_T$ 가 된다. 최대 압입깊이를  $h_t$ 로 일정하게 유지하면서 인장 잔류응력을 완화시키면, 압입자/시편의 접촉깊이 및 압입하중은 증가하여 ( $L_0, h_t$ )의 무응력 상태에 도달하게 된다. 압입깊이 제어 응력완화 경로를 따를 때 접촉면적의 변화와 잔류응력의 감소양상은 그림 4(b)와 (c)에 구체적으로 나타내었다. 그림 4(b)에서 일정한 고유경도를 고려하면, 식 (6)에 따라 접촉면적은 압입하중에 선형적으로 비례하며, 그 직선의 기울기는  $1/H$ 가 된다. 한편, 실제 나노 압입시험에 사용되는 압입자는 가공상의 문제로 인해 첨단 수십 nm 영역에서 무딘 형태를 갖게 되며, 이를 보정하기 위하여 식 (8)과 같이 압입하중에 대한 3차식으로 접촉면적을 표현하였다. 그러나 접촉하중이 증가하여 기하학적으로 불완전한 무딘 첨단영역을 벗어나면 실제 압입하중에 대한 접촉면적 곡선은 그림 4(b)에서 점선으로 나타낸 이상적인 형태의 압입자에서 나타나는 직선에 근접하게 된다. 식 (8)에서  $R_0, R_1, R_2, R_3$ 는 실험적으로 결정되는 적합화 상수이며, 기하학적으로 완벽한 삼각뿔 압입자를 이용하여 고유경도가 일정한 균일 재료에 대해 나노 압입시험을 행하면  $R_0, R_2$ 와  $R_3$ 는 사라지며, 직선의 기울기인  $R_1$ 은  $1/H$  값을 갖는다.

$$A_c = R_3 L^3 + R_2 L^2 + R_1 L + R_0 \quad (8)$$

그림 4(c)에서 잔류응력 완화과정 중 박막 내 응력의 감소는 압입하중에 선형적으로 반비례 하는 것으로 가정하였다. 식 (9)에서 나타낸 것처럼 초기 인장 잔류응력 상태인  $L_T$ 에서 응력은  $\sigma_{res}$ 이며, 완화가 끝난 무응력 상태인  $L_0$  하중에서 응력은 0이 된다.

$$\sigma = \left( \frac{\sigma_{res}}{L_{res}} \right) L_0 - \left( \frac{\sigma_{res}}{L_{res}} \right) L \quad (9)$$

잔류응력 유도 수직하중의 정의인 식 (5)를 사용하고, 식 (8)과 (9)에 나타낸 잔류응력 완화시 접촉면적 증가와 응력 감소거동을 식 (7)에 대입하여 정리하면 잔류응력 평가식은 식 (10)으로 표현된다.  $\Omega$ 는  $R_3 L_T^4 + (R_2 - R_3 L_0) L_T^3 + (R_1 - R_2 L_0) L_T^2 + (R_0 - R_1 L_0) L_T - R_0 L_0$ 로 주어진다.

$$\sigma_{res} = \frac{3L_{res}^2}{2\Omega} \quad (10)$$

동방향 2축 잔류응력과 압입 소성변형 간의 상호작용을 잔류응력에서 분해한 편차응력 성분만으로 정의한 새로운 응력상호작용 모델을 사용하고, 압입깊이 제어 잔류응력 완화시 발생하는 연속적인 압입하중과 접촉면적의 변화를 적분법으로 고려하여 잔류응력 평가식을 식 (10)으로 나타내었다. 수정된 식 (10)은 선행연구에서 사용한 잔류응력 평가식인  $\sigma_{res} = L_{res} / A_c^0$ 에 비하여 잔류응력을 1.5배 크게 평가하며, 응력 완화 중 실제 접촉면적의 변화를 적분으로 감안한  $L_{res} / \Omega$  항이 선행연구의 절편 접촉면적과 관련된  $1/A_c^0$  항을 대체하는 것으로 나타났다. 서론과 이론적 해석 부분에서 설명된 선행 연구에서 제안된 모델과 본 연구에서 수정한 모델을 서로 비교하면 표 1로 정리할 수 있다.

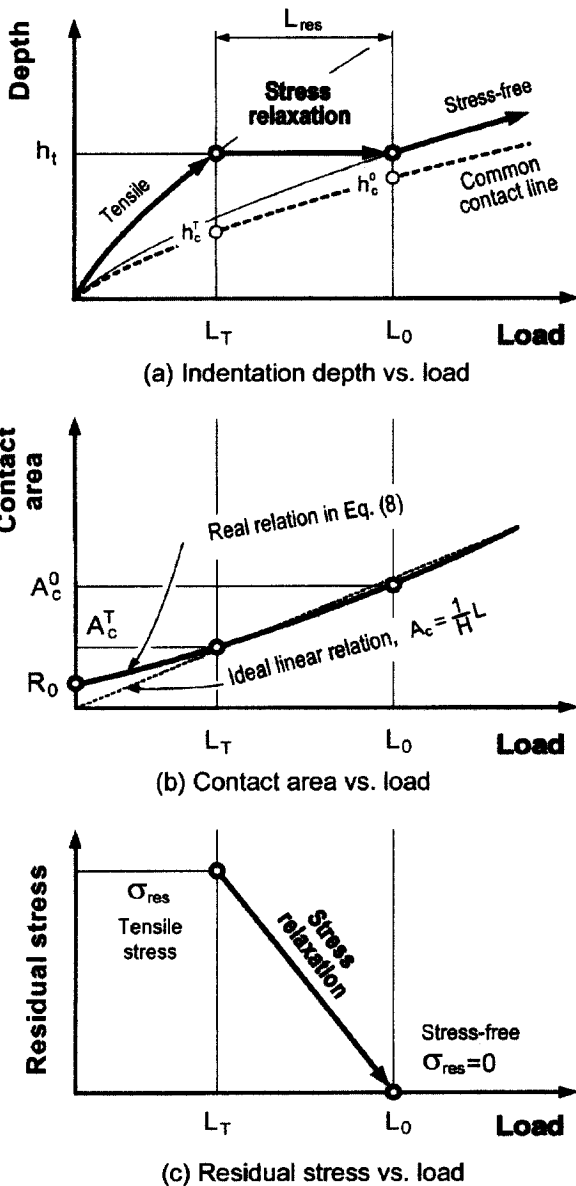


Fig. 4. (a) Transition of applied load from  $L_T$  of tensile stressed state to  $L_0$  of stress-free state<sup>9,10)</sup> and (b) nonlinear increase of contact area were occurred by assuming (c) a linear decrease of tensile residual stress in thin film.

**Table 1.** Initial stress-analyzing model in the previous research was modified at 3 aspects of contact depth(area), residual stress-induced normal load and stress relaxation procedure

Item	Previous research (initial model)	Current research (modified model)
Contact depth and contact area	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ Flat punch theory proposed by Doerner &amp; Nix</li> <li>▷ Linear recovery of the unloading curve</li> <li>▷ Contact depth = intercept depth, <math>h_i</math></li> <li>▷ Contact area = intercept contact area, <math>A_i</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ Contact theory applicable to the Berkovich indenter (Oliver &amp; Pharr)</li> <li>▷ Power-law fitted nonlinear recovery</li> <li>▷ Contact depth, <math>h_c (h_i \leq h_c \leq h_f)</math></li> <li>▷ Contact area, <math>A_c (A_c \geq A_i)</math></li> </ul>
Residual stress-induced normal load	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ Introduction of imaginary stress parallel to the indentation axis based on an equivalent stress concept</li> <li>▷ <math>L_{res} = \sigma_{res} \cdot A_i^0</math> : hydrostatic stress remains in the effect of residual stress on the indenting plastic deformation</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ Decomposition of thin-film stress as hydrostatic part beneath an indenter and deviator stress part</li> <li>▷ <math>L_{res} = \{2/3\} \sigma_{res} \cdot A_c</math> : the effect of residual stress on the indenting plastic deformation is expressed by the deviator stress component</li> </ul>
Depth-controlled stress relaxation procedure	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ Simple comparison between <math>L_T</math> for the tensile stressed state and <math>L_0</math> for the stress relaxed state (discontinuous concept)</li> <li>▷ <math>L_0 = L_T + L_{res}</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ Integral equation for the continuous stress-relaxation procedure using the definition of the residual stress-induced normal load</li> <li>▷ <math>L_0 = L_T + \int_{L_T}^{L_0} dL_{res}</math></li> <li>: expressions of residual stress, <math>\sigma</math> and contact area, <math>A_c</math> with the term of indentation load during the stress-relaxation</li> </ul>
Equation for equi-biaxial residual stress	▷ $\sigma_{res} = L_{res} / A_i^0$	<ul style="list-style-type: none"> <li>▷ <math>\sigma_{res} = \{3/2\} \{L_{res}^2 / \Omega\}</math></li> <li><math>\Omega = R_3 L_T^4 + (R_2 - R_3 L_0) L_T^3 + (R_1 - R_2 L_0) L_T^2 + (R_0 - R_1 L_0) L_T - R_0 L_0</math></li> </ul>

### 3. 실험 방법

수정된 잔류응력 평가식의 검증을 위해 다이아몬드성 카본 박막(diamond-like carbon film)에 대한 잔류응력 평가를 행하였다. 다이아몬드성 카본 박막의 증착은 벤젠( $C_6H_6$ )을 합성가스로 사용하여 radio frequency plasma-assisted chemical vapor deposition(r.f.-PACVD) 방법을 이용하였다. 증착 중 반응기 내 압력은 10 mtorr 였고, 기관의 바이어스 음전압은 400 V를 인가하였다. 증착 시간을 조절하여 0.4와 0.6  $\mu m$  두께의 박막을 형성하였고, 나노 압입시험을 위하여 5 mm×5 mm 크기로 박막시편을 절단하여 준비하였다.

잔류응력을 가진 증착박막과 비교하기 위한 무응력 상태의 자유막 시편은 습식에칭으로 기관을 완전히 제거하였다. 박막에 대한 기관의 구속을 제거하면 열응력 및 에피택셜 응력은 물론, 박막 내부 결함에 의해 야기된 고유응력도 일부 제거되어 무응력 상태에 도달하게 된다. 실리콘 기관이  $HNO_3:HF:CH_3COOH$ 를 6:3:1로 혼합한 용액에 가용성인 반면에 다이아몬드성 카본 박막은 불용성인 성질을 이용하여 실온에서 혼합액 속에 침지하여 실리콘 기관을 완전히 제거하였다<sup>9,10</sup>. 기관이 제거된 자유막(free-standing film)은 에탄올을 이용하여 세척한 뒤, 접착제 없이 시험용 지지대에 올려놓고 나노 압입시험을 행하였다. 나노 압입은 원자단위 현미경이 부착된 Hysitron사의 Triboscope II 시스템을 이용하였다. 박막만의 물성을 평가하기 위하여 최대 압입깊이가 박막 두께의 1/10 이하가 되도록 압입하중을 결정하였다<sup>15</sup>. 이로 부터 압입하중은 0.6  $\mu m$  두께의 박막에서 2000  $\mu N$ , 0.4  $\mu m$  두께의 박막에서는 1000  $\mu N$ 으로 결정하였고, 삼각뿔 압입자를 이용하여 250  $\mu N/s$ 의 일정속도로 압입시험을 행하였다. 잔류응력이

걸린 증착박막과 무응력 상태의 자유막에 대해 10회씩 압입시험을 실시하였고, 실험 오류가 있는 곡선을 제외한 나머지 곡선들을 중첩하였다. 중첩시 중심부에 위치한 곡선을 각 응력 상태를 대표하는 곡선으로 선정하여 분석에 이용하였다. 또한, 나노 압입시험을 통해 분석된 잔류응력과의 상호비교를 위하여 레이저 곡률법<sup>16</sup>을 사용하여 DLC 박막의 평균 잔류응력을 평가하였다.

### 4. 결과 및 고찰

#### 하중 인가곡선 분석을 통한 잔류응력 유도 수직하중의 계산

증착 박막과 기관이 제거된 자유막 상태의 다이아몬드성 카본 박막에 대한 나노 압입시험 결과로 그림 5와 같은 압입하중-변위곡선의 형상을 얻었다. 그림 5에 나타난 압입하중-변위곡선은 10회의 압입 시험을 반복하여 얻어진 압입하중-변위곡선을 중첩하고, 각 응력 상태를 대표하는 하나의 곡선을 선택한 것이다. 무응력 상태의 자유막에 대한 압입하중 인가곡선이 잔류응력이 걸린 증착박막의 압입하중 인가곡선에 비해 오른쪽에 위치하므로 두 박막에는 압축 잔류응력이 존재함을 알 수 있다.

식 (7)에서 살펴보면 박막의 잔류응력 평가를 위해서 잔류응력 유도 수직하중의 계산이 필요하다. 잔류응력 유도 수직하중은 일정 최대압입깊이 조건에서 응력의 유무에 따른 압입하중의 차이에서 측정하였다. 그림 1에 나타난 것과 같이 압입하중-변위곡선 중 하중인가곡선 부분을 분리하여  $L = k_L h^{m_L}$ 의 멱급수 형태로 표 2에 나타내었고,  $k_L$ 과  $m_L$ 은 적합화 상수이다. 분석하고자 하는 최대 압입깊이를 표 2의 최적화식에 대입함으로써 잔류응력의 유·무에 따라 달라지는 인가 압입하중을 구하고, 두 값

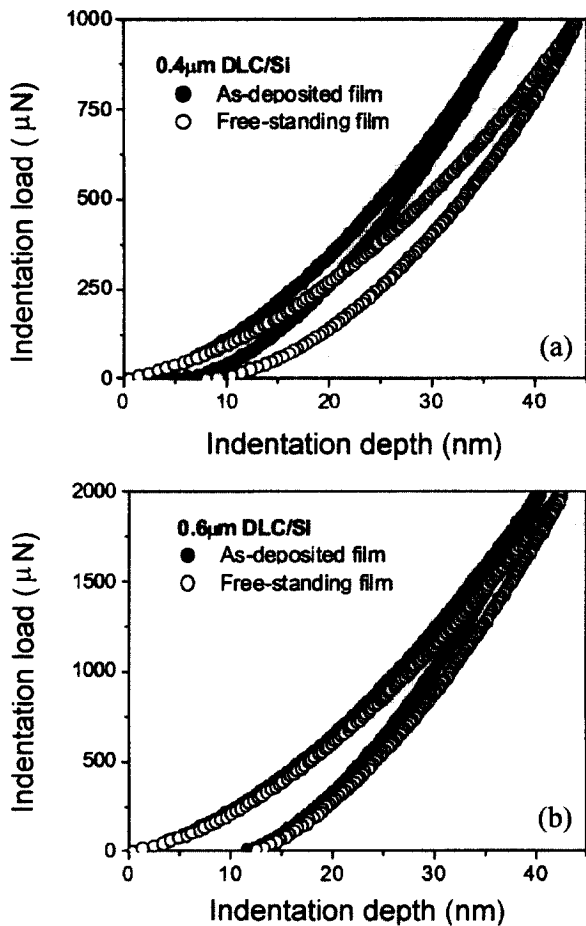


Fig. 5. Shape change in the indentation load-depth curves for (a) 0.4 μm thick DLC/Si and (b) 0.6 μm thick DLC/Si by the effect of thin film residual stress.

Table 2. Power-law fitting of the indentation loading curves of two DLC films for as deposition and free-standing states

	0.4 μm thick DLC/Si	0.6 μm thick DLC/Si
As deposited film	$L = 2.459 h_i^{1.652}$	$L = 5.922 h_i^{1.570}$
Free-standing film	$L = 2.204 h_i^{1.609}$	$L = 5.301 h_i^{1.580}$

의 차에서 잔류응력 유도 수직하중을 계산하였다.

하중 제어 완화과정 분석을 통한 잔류응력 평가

다음으로 잔류응력 완화과정 중에 발생하는 실제 접촉면적의 변화를 확인하기 위해서는 압입하중 제거곡선 분석을 통해 접촉깊이 및 접촉면적을 분석하여야 한다. 그림 1과 같이 압입하중 제거곡선을  $L = k_U(h - h_f)^{m_U}$ 의 멱급수 형태로 나타낸 뒤 식 (1)을 이용하여 접촉깊이를 분석하였다.  $k_U$ 와  $m_U$ 는 적합화 상수이며, 식 (2)를 이용하여 접촉깊이를 접촉면적으로 환산하였다. 여러 압입깊이에서 접촉면적의 추이를 분석하기 위하여 식 (1), (2) 및 (3)을 이용하였다. 최종 압입하중 제거곡선의 분석을 통해 박막과 압입자의 탄성성질을 포괄하는 환산탄성계수가 계산되면, 분석하고자 하는 최대 압입깊이 및 대응하는 압입하중과 계산된 환산탄성계수를 식 (3)에 대입하여 역으로 접촉깊이와 접촉면적을 계산할 수 있다. 계산된 접촉면적을 압입하중에 대한 3차식으로 적합화 시켜서 식 (8)에 표현된 상수값들을 구하고, 식 (10)에 대입하여 박막의 잔류응력을 평가하였다. 0.4 μm과 0.6 μm 두께의 박막에서 다양한 최대 압입깊이에서 분석된 결과치를 표 3과 4에 나타내었다. 그림 6에서는 본 연구에서 수정된 응력완화 모델링을 적용하여 다양한 최대 압입깊이에서 평가된 박막의 잔류응력과 선행연구<sup>9,10</sup>에서 얻어진 잔류응력치를 중첩하여 비교하였다.

Table 3. Residual stress values of 0.4 μm thick DLC film analyzed at various contact depths

Maximum indentation depth (nm)	Contact depth (nm)	Contact area (nm <sup>2</sup> )	Residual stress induced normal load (μN)	Ω term in Eq. (10) (μN · nm <sup>2</sup> )	Analyzed residual stress (GPa)
39.0	27.2	256976.1	245.6	80091921.9	-1.13
35.9	24.9	226290.7	211.6	61488946.5	-1.09
32.6	22.5	194585.5	178.2	44737965.6	-1.06
29.1	19.9	161772.1	145.3	30356744.6	-1.04
25.4	17.0	127813.0	113.2	18689123.5	-1.03
21.2	13.9	92916.9	81.9	9908295.8	-1.02
16.5	10.3	58445.0	51.8	4018296.5	-1.00
10.7	6.5	31292.7	23.6	848409.1	-0.99

Table 4. Residual stress values of 0.6 μm thick DLC film analyzed at various contact depths

Maximum indentation depth (nm)	Contact depth (nm)	Contact area (nm <sup>2</sup> )	Residual stress induced normal load (μN)	Ω term in Eq. (10) (μN · nm <sup>2</sup> )	Analyzed residual stress (GPa)
42.0	28.0	83985.7	149.7	13832819.5	-2.43
39.3	25.7	72484.4	135.6	10881727.1	-2.53
36.4	23.3	61346.6	121.3	8265912.8	-2.67
33.3	20.8	50708.2	106.9	6024398.7	-2.85
30.1	18.2	40775.6	92.3	4177548.8	-3.05
26.7	15.6	31852.3	77.5	2726464.6	-3.30
23.0	12.9	24285.5	62.4	1652193.4	-3.53
18.9	10.4	18171.6	46.9	914609.0	-3.61

**Fig. 6.** Comparisons of the analyzed residual stress values from the previous and the newly modified models for (a) 0.4  $\mu\text{m}$  thick DLC/Si and (b) 0.6  $\mu\text{m}$  thick DLC/Si with the results from curvature method.

#### 접촉깊이 평가와 실제 압입자 형상 인자가 잔류응력에 미치는 영향

선행 연구의 분석결과는 전반적으로 잔류응력을 과대 평가하며 압입깊이가 증가함에 따라 평가치가 급격히 감소함을 확인할 수 있었다. 선행 연구의 잔류응력 과대평가 양상은 평면편치 이론<sup>11)</sup>을 적용한 접촉면적 평가와 응력완화 과정에서 실제 접촉면적의 변화를 고려하지 않은 데서 이유를 찾을 수 있다. 평면편치 이론에서 계산된 절편깊이에 대응하는 절편 접촉면적,  $A_c^d$ 는 본 연구에서 사용된 실제 접촉면적,  $A_c^r$ 에 비해 작은 값을 가지기 때문에 선행연구에서 잔류응력의 과대 평가가 나타난다. 뿐만 아니라 그림 7에서 압입깊이가 얇고(shallow indentation), 기하학적으로 불완전한 무딘 압입자 침단에서는 접촉깊이,  $h_c^s$  대신에 절편깊이,  $h_c^d$ 를 사용함에 따라 접촉면적의 비,  $A_c^d/A_c^r$ 가 감소하는 정도가 깊은 압입(deep indentation) 영역의 접촉면적 감소 정도,  $A_c^d/A_c^r$ 에 비해 훨씬 크기 때문에 접촉깊이의 감소에 따라 잔류응력이 두드러지게 증가하는 것으로 나타난다. 또, 압축 잔류응력이 완화되는 과정에서 접촉면적은  $A_c^C$ 에서  $A_c^0$ 로 점차 감소하지만, 선행연구에서는 잔류응력 완화가 끝난 시점의 가장 작은 접촉면적,  $A_c^0$ 로 잔류응력 유도 수직하중을 나눔으로써 잔류응력을 과대평가할 수 밖에 없었다. 곡률법을 통해 측정

**Fig. 7.** Overestimation of residual stress occurred in the previous model especially in shallow indentation region by a significant underestimation of intercept contact area,  $A_c^d$  (calculated from the intercept depth,  $h_c^d$ ) compare to  $A_c^r$  (calculated from the real contact depth,  $h_c^r$ ) and the effect of a blunt tip at shallow indentation.

된 다이아몬드성 카본 박막의 표면 잔류응력은 0.4  $\mu\text{m}$ 와 0.6  $\mu\text{m}$  두께에 대해 각각  $-0.98 \pm 0.07$  GPa과  $-3.8 \pm 0.5$  GPa로 얻어졌다. 본 연구에서 제안된 잔류응력 평가식을 적용하여 분석된 잔류응력은 0.4  $\mu\text{m}$ 와 0.6  $\mu\text{m}$  두께의 다이아몬드성 카본 박막에 대해 각각  $-1.08 \pm 0.005$  GPa과  $-3.04 \pm 0.16$  GPa로 평가되었다. 앞서 연구에서 평가된 잔류응력이 일부 영역에서 곡률법의 결과와 일치하는 것과 달리 새롭게 수정된 모델링을 통해 분석된 잔류응력치는 전체 접촉깊이에 걸쳐 일정한 잔류응력 값이 평가되었다.

## 5. 결 론

본 연구에서는 나노 압입시험시 얻어지는 압입하중-변위곡선의 형태변화의 분석을 통해 선행 연구에서 제시한 잔류응력 평가 모델을 응력 상호작용과 접촉형상에 중점을 두고 재분석하였다. 기존 연구에서 간과되었던 부분을 세부적으로 분석함으로써 수정된 잔류응력 식을 유도하였고, 다이아몬드성 카본 박막의 잔류응력 평가에 수정된 식을 적용하였다. 그 결과 얻어진 구체적인 결론은 다음과 같이 정리할 수 있다.

1. 선행 연구에서 잔류응력 유도 수직하중의 분석을 위해 도입된 가상 1축 응력에는 압입 소성변형과 무관한 3축 정수압 응력 성분이 포함되어 있으므로, 본 연구에서는 압입 정수압 응력과 등방향 2축 잔류응력의 결합과 재분해를 통해 잔류응력이 압입변형에 영향을 주는 편차응력 성분만을 분리하였다. 이로써 잔류응력 유도 수직하중을 아래와 같이 유도하였다.

$$L_{res} = \frac{2}{3} \sigma_{res} \cdot A_c$$

2. 선행 연구에서 평면 편치 이론을 통해 계산된 절편깊이,  $h_c^d$ 와 절편 접촉면적,  $A_c^d$ 을 이용한 것과 달리 본 연구에서는 다양한 압입자 형태에 대해 접촉깊이를 분석하는 Oliver-Pharr 식을 적용하였다. 또한, 일정 압입깊이 제어 잔류응력 완화 과정 중에 발생하는 점진적인 접촉면적의 변화를 적분식으로 고려하였으며, 수정된 잔류응력 평가식을 아래와 같이 유도하였다.

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

3. 수정된 잔류응력 평가식을 이용하여 평가된 잔류응력은 0.4  $\mu\text{m}$ 와 0.6  $\mu\text{m}$  두께의 다이아몬드성 카본 박막에 대해 각각  $-1.08 \pm 0.005 \text{ GPa}$ 과  $-3.04 \pm 0.16 \text{ GPa}$ 로 나타났으며, 곡률법을 통해 평가된  $-0.98 \pm 0.07 \text{ GPa}$ 과  $-3.8 \pm 0.5 \text{ GPa}$ 과 비교할 때 잘 일치함을 알 수 있었다. 또한, 평가된 잔류응력치가 압입깊이에 무관하게 일정한 양상을 나타내어 타당성이 있음을 확인하였다.

4. 선행 연구에서 평가된 잔류응력치가 얇은 압입깊이에서 두드러지게 높게 나타나는 이유는 접촉물성 평가 방법과 압입자 실제형상의 측면에서 설명되었다. 즉, 선행 연구에서 계산한 절편깊이는 실제 접촉깊이를 과소 평가하게 되며, 실제 압입자의 무딘 첨단은 접촉깊이의 과소평가에 대응하는 접촉면적의 감소를 더욱 크게 한다. 이에 따라 얇은 압입에서 잔류응력의 과대평가가 두드러지게 된다.

## REFERENCES

1. J.-h. Jeong, Y. J. Baik, H. J. Kim and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **39** (2002) 26
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. E. Uhlmann and K. Klein: Surf. Coatings Technol., **131** (2000) 448
5. P. A. Flinn: Mater. Res. Soc. Symp. Proc., **130** (1989) 41
6. W. R. LaFontaine, C. A. Paszkiet, M. A. Korhonen and Che-Yu Li: J. Mater. Res., **6** (1991) 2084
7. T. Y. Tsui, W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **11** (1996) 752
8. S. Suresh and A. E. Giannakopoulos: Acta Mater., **46** (1998) 5755
9. Y. H. Lee, Y. Choi and D. Kwon: J. Kor. Inst. Met. & Mater., **39** (2001) 1101
10. Y. H. Lee and D. Kwon: J. Mater. Res., **17** (2002) 901
11. M. F. Doerner and W. D. Nix: J. Mater. Res., **1** (1986) 601
12. W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **7** (1992) 1564
13. K. L. Johnson: Contact Mechanics, Cambridge University Press, Cambridge (1985) 171
14. R. Hill: Theory of Plasticity, Oxford University Press, Oxford (1950) 306
15. T. Y. Tsui and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **14** (1999) 292

1. J.-h. Jeong, Y. J. Baik, H. J. Kim and D. Kwon: J. Kor. Inst.