

## 나노압입자 첨단의 무뎀을 고려한 압입크기효과 모델

김주영 · 이백우 · 권동일

서울대학교 재료공학부

### Indentation Size Effect Model Considering Nanoindenter Tip Bluntness

Ju-Young Kim, Baik-Woo Lee and Dongil Kwon

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

**Abstract :** Bluntness is inevitable at the tip of a sharp indenter such as the Berkovich indenter used in nanoindentation experiments; this bluntness causes the hardness values observed at low contact depths (<~100 nm) to fall below the Nix and Gao model curve. We present an indentation size effect (ISE) model that extends the available contact depth for ISE application down to several tens of nanometers by considering the tip bluntness effect. The present model reflects the effect of tip bluntness on the distribution of geometrically necessary dislocations needed to accommodate the blunted tip, and the change in the ratio of plastic to total contact depth with contact depth. We applied the present model to nanoindentation results for annealed and strain-hardened Cu, and to previously reported nanoindentation results for surface-nanocrystallized Al-alloy. Good fit was observed between the present model and the hardness results over the full contact depth range.

(Received , 2004)

**Key words :** Geometrically necessary dislocation, Indentation size effect, Nanoindentation, Tip bluntness

### 1. 서 론

나노압입시험은 재료의 경도 측정에 널리 사용되고 있다. 연성 금속의 경도는 일반적으로 압축 시의 항복 강도와 관련된다. 하지만, 경도는 압입 깊이에 크게 의존하게 되므로, 압입 깊이에 의존하지 않는 재료의 항복 강도와 같은 유동 특성을 경도와 바로 연관 짓는 것이 불가능하다. 나노압입시험을 통해 측정되는 경도로부터 재료의 유동 특성을 연관 지으려면 압입 깊이에 의존하는 경도의 관계를 명확하게 규명할 필요가 있다. 압입 깊이가 감소함에 따라 경도가 증가하는 압입크기현상은 여러 재료에 대해 일반적으로 관찰된다<sup>1-3)</sup>. 경도의 증가는 압입 시 재료에 가해지는 변형을 구배에 의해 발생하는 기하학적필요전위에 의해 설명된다<sup>4,9)</sup>. Nix와 Gao는 원뿔형 압입자에 의해 발생하는 기하학적필요전위의 밀도를 고려함으로써 압입크기효과를 명확하게 설명하였다<sup>8)</sup>. 하지만, 나노압입시험에 일반적으로 사용되는 Berkovich 압입자와 같은 날카로운 압입자의 경우에는 그 첨단에 불가피하게 무딘 영역이 존재하게 되는데, Nix와 Gao 모델의 경우에는 이상적으로 날카로운 압입자를 고려한 한계를 가지고 있다. 이러한 문제로 인해 Nix와 Gao 모델은 대략 100 nm 미만의 압입 깊이를 가지는 경도 결과를 명확하게 설명하지 못한다<sup>8-11)</sup>. 이러한 문제는 압입 깊이가 제약을 가지는 미세소자에 대해 압입크기효과 모델을 적용하고자 할 때 결정적인 문제를 야기한다.

본 논문에서는 압입자 첨단 무뎀의 영향을 무딘 첨단을 수용하는 기하학적필요전위의 분포와 소성 대 전체 접촉 깊이 비의

변화로 반영하는 압입크기효과 모델을 개발하였다. 기하학적필요전위는 압입에 의해 인가되는 재료 표면의 불균일한 소성 변형에 의해 발생하기 때문에 압입크기효과가 압입자의 형상에 의존한다. 소성 대 전체 접촉 깊이 비는 첨단의 무뎀이 압입자 형상의 균일 유사를 파괴하기 때문에 그 영향이 나타나는 낮은 압입 깊이에서는 그 값이 접촉 깊이에 따라 변화한다. 본 모델의 효과적인 활용을 위해 이상 두 가지 첨단 무뎀의 영향을 일반적인 나노압입시험에서 쉽게 구해지는 계수들과 연결지었다. 본 모델이 100 nm 미만의 접촉 깊이를 가지는 경도 결과를 포괄하여 나노압입시험의 결과를 재연함을 보였으며, 합리적인 압입크기효과 특성 관계를 유추함을 보였다.

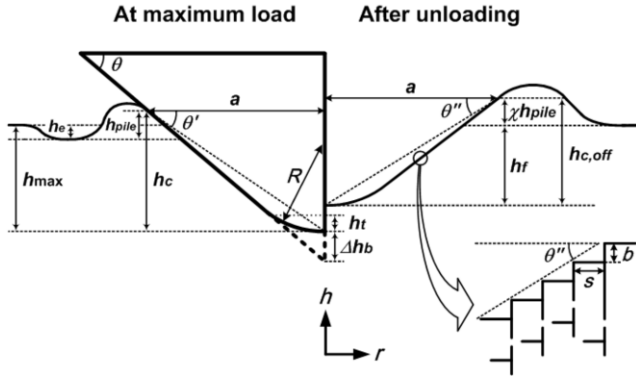
### 2. 모 델

무딘 첨단을 가지는 원뿔 압입자에 대한 나노압입시험 시 pile-up 현상을 포함한 접촉 형상 및 발생하는 기하학적필요전위의 개요를 그림 1에 나타내었다. 하중 제거 시 발생하는 탄성 회복은  $h$  축 방향으로만 발생하고(접촉 반경  $a$ 는 변화 없음), 다음과 같이 정의되는 소성 대 전체 접촉 깊이 비로 일정하게 회복됨을 가정하였다.

$$\chi = \frac{h_{c,off}}{h_c} \quad (1)$$

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 소성 변형을

Corresponding author :  
[Tel.: 82-00-000-0000, E-mail: ]



**Fig. 1.** Nanoindentation contact morphology including pile-up for a conical indenter with a blunt tip, and the distribution of geometrically necessary dislocations.

설명하기 위해 필요하다. 주각  $\theta$ 를 가지고, 그 침단이 무딘 원뿔 압입자를 고려하였다. 날카로운 침단과 무딘 침단의 높이 차이  $\Delta h_b$ 로 인해, 최대 하중 인가 시 유효 주각  $\theta'$ 는 접촉 깊이가 감소함에 따라  $\theta$ 에 비해 감소한다. 하중 제거 시 유효 주각  $\theta''$ 로 표현되는 재료 변형이 기하학적필요전위에 의해 발생한다. 그림 1에 보여 지는 것처럼, 각각의 기하학적필요전위 고리들이  $0 \leq r \leq a$ 인 영역에서  $\theta''$ 을 따라 일정한 간격으로 분포하고 있다고 가정하였다. 그러면,  $\chi$ 의 정의와 기하학적 관계로부터 다음의 수식이 성립한다.

$$\chi \tan \theta' = \frac{h_{c,off} h_c}{h_c a} = \frac{b}{s} \quad (2)$$

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

$$\lambda = \int_0^a 2\pi r \frac{1}{s} dr = \int_0^a 2\pi r \frac{\chi \tan \theta'}{b} dr = \frac{\pi a^2 \chi \tan \theta'}{b} = \frac{\pi a \chi h_c}{b} \quad (3)$$

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

$$\rho_G = \frac{\lambda}{V} = \frac{3\chi h_c}{2ba^2} = \frac{3\chi}{2bh_c} \tan^2 \theta' \quad (4)$$

변형의 저항을 평가하기 위해 전단강도  $\tau$ 에 대한 테일러 관계를 이용한다. von Mises의 흐름 법칙과 3의 Tabor 계수를 사용하면<sup>8)</sup>, 다음과 같이 경도에 대한 수식을 표현할 수 있다.

$$H = 3\sigma = 3\sqrt{3}\alpha\mu b\sqrt{\rho_s + \rho_G} \quad (5)$$

본 수식에 표현된  $\rho_s$ 는 통계학적저장전위의 밀도이고,  $\mu$ 는 전단 계수,  $\alpha$ 는 기하학적 계수인데,  $\rho_s$ 는 압입 깊이에 의존하지 않고,  $\alpha$ 는 0.5임을 가정하였다<sup>8)</sup>. 수식 (4), (5)번을 이용하면 경도에 대한 수식을 다음과 같이 정리할 수 있다.

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + J \frac{h'}{h_c}} \quad (6)$$

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.

$$h' = \frac{81}{2} b \alpha^2 \tan^2 \theta \left( \frac{\mu}{H_0} \right)^2 \quad (7)$$

$H_0$ 와  $h'$ 는 Nix와 Gao의 모델에서처럼 재료와 주압입자 형상의 상수들이다. 수식 (6)에서 정의된 스케일링 요소  $J$ 는 다음과 같이 정리된다.

$$J = \chi \left( \frac{\tan \theta'}{\tan \theta} \right)^2 = \chi \left( \frac{h_c}{h_c + \Delta h_b} \right)^2 = \chi \left( 1 + \frac{\Delta h_b}{h_c} \right)^{-2} \quad (8)$$

낮은 압입 깊이에서는 침단의 무딘으로 인해 압입자의 형상이 균일 유사하지 않기 때문에  $\chi$ 는 접촉 깊이의 함수이다. 우변의  $(1 + (\Delta h_b/h_c))^{-2}$  항은 기하학적필요전위의 분포에 있어서  $\Delta h_b$ 에 대한 보정항이다. 압입자의 무딘 상수인  $\Delta h_b$ 와 접촉 깊이에 따른  $H$ 와  $\chi$  값을 측정하여 본 모델을 적용할 수 있다. Nix와 Gao 모델의 경우, 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 주압입자의 형상으로 결정되는 상수 값이다.

### 3. 실험 방법

나노압입시험은 0.1 nm의 깊이분해능과 0.1  $\mu$ N의 하중분해능을 갖는 Triboscope nanoindentation (Hysitron, Inc.) 장비를 이용하였다. 두 종류의 Berkovich 압입자 A, B를 이용하여 fused quartz 표준시편에 대해 다양한 압입 깊이 (3-400 nm)에서 나노압입시험을 수행하였다. 본 결과에 대해 Oliver와 Pharr 방법<sup>12)</sup>으로 분석된 접촉 면적 A와 접촉 깊이  $h_c$ 의 결과를 다음의 수식에 연관지었다.

$$A = \pi \tan^2(90^\circ - \theta) (h_c + \Delta h_b)^2 \quad (9)$$

그림 2는 위의 결과를 보여주는데, Berkovich 압입자의  $\theta$  값인 19.7°를 이용하여 본 수식의 적용을 통해 A와 B 압입자의  $\Delta h_b$  값을 각각 19, 35 nm로 결정할 수 있었다. 99.99%의 순도를 갖는 다결정 구리시편으로부터 열처리 구리시편과 변형강화 구리시편을 제작하였다. 시편의 표면을 기계적으로 연마한 후 변형층의 제거를 위해 전해연마하였다. 결정립의 크기는 고하중 (~20000  $\mu$ N)의 나노압입시험 시 발생하는 압흔에 비해 충분히 큰 것을 확인하였다. 시편의 표면조도는 AFM을 이용하여 측정하였고, 시편의 탄성계수, Poisson비, 전단계수는 초음파의 파동 반향기술을 이용하여 측정하였다. 측정된 시편의 특성들을 표 1에 정리하였다.

두 종류의 압입자 A, B를 이용하여 나노압입시험을 수행하였다. 접촉 면적은  $A = \pi S^2/4E_{eff}$ 의 관계를 이용하여 결정하였는데, 본 수식에 표현되는  $S$ 는 하중 제거 시 측정되는 강성도이고,

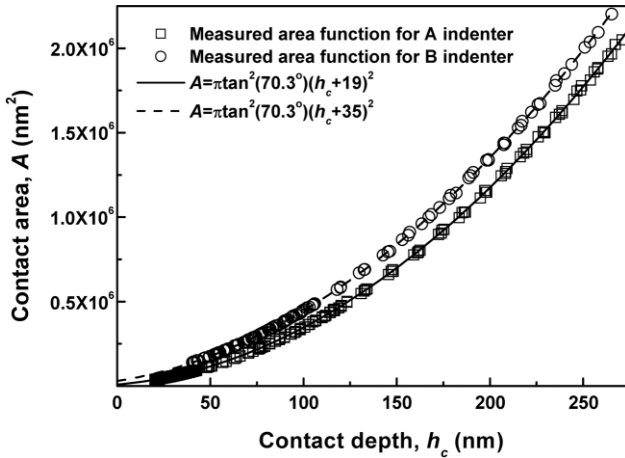


Fig. 2. Area functions of A and B indenters for the determination of the height difference between the sharp tip and the blunt tip,  $\Delta h_b$ .

Table 1. Properties of the samples

Material	Roughness (in 2000×2000 nm <sup>2</sup> ) (nm)	E (GPa)	$\nu$	$\mu$ (GPa)
Annealed Cu	7.78±1.31	114.0	0.36	41.8
Strain-hardened Cu	8.35±1.21	128.8	0.33	48.4

$E_{eff}$ 는 유효 탄성계수이다<sup>12)</sup>. 측정된 시편의 탄성계수, Poisson비와 다이아몬드 압입자의 1140 GPa의 탄성계수와 0.07의 Poisson비를 이용하여  $E_{eff}$ 를 계산하였다<sup>12)</sup>. 경도  $H$ 는  $H = P_{max}/A$ 의 관계를 이용하여 결정하였으며, 본 수식에 표현된  $P_{max}$ 는 최대 인가 하중이다. 접촉 깊이  $h_c$ 는 계산된 접촉 면적  $A$ 를 수식 (9)의 면적 함수에 입력하여 계산하였다. 탄성 휨 깊이  $h_e$ 는  $h_e = 0.75(P_{max}/S)$ 의 관계를 이용하여 계산하였다<sup>13)</sup>. 앞서 언급하였던 탄성 회복에 대한 가정에 따르면, 탄성 회복 시  $h_c$ 는 zero가 되고, pile-up을 제외한 접촉 깊이  $h_{max} - h_e$ 는  $h_f$ 가 된다. 앞의 수식에 표현된  $h_{max}$ 와  $h_f$ 는 각각 나노압입시험장비에서 읽혀지는 최대 압입 깊이와 최종 압입 깊이이다. Pile-up에 대응되는 접촉 깊이  $h_{pile}$ 는 탄성 회복 시  $\chi h_{pile}$ 이 된다. 그러므로, 다음의 관계를 이용하면 재료의 pile-up 여부에 관계없이 쉽게  $\chi$  값을 측정할 수 있다.

$$\chi = \frac{h_{c,off}}{h_c} = \frac{h_f}{h_{max} - h_e} \quad (10)$$

#### 4. 결과 및 고찰

이상적으로 날카로운 압입자의  $\chi$  값은 압입자 형상이 모든 접촉 깊이에서 균일 유사하기 때문에 하나의 상수 값이다<sup>2)</sup>. 그림 3에서는 실험을 통해 측정된  $\chi$  값들을 나타내었는데, 그 값들이 접촉 깊이가 감소함에 따라 감소하는 형태를 보인다.  $\chi$  값의 감소는 압입자 첨단부의 무딘함에 의한 것으로 사료되었으며, 특히 낮은 접촉 깊이 영역일수록 그 압입자 첨단부의 무딘 효과가 크게 나타난다. 균일 유사한 Berkovich 압입자에 대한  $\chi$  값  $\chi_0$ 는 그림 1에서 보여지는 바와 같이 무딘 첨단과 원뿔 압입자의 경계에 해당하는 접촉 깊이  $h_t$ 에 비해 충분히 큰 접촉 깊이에

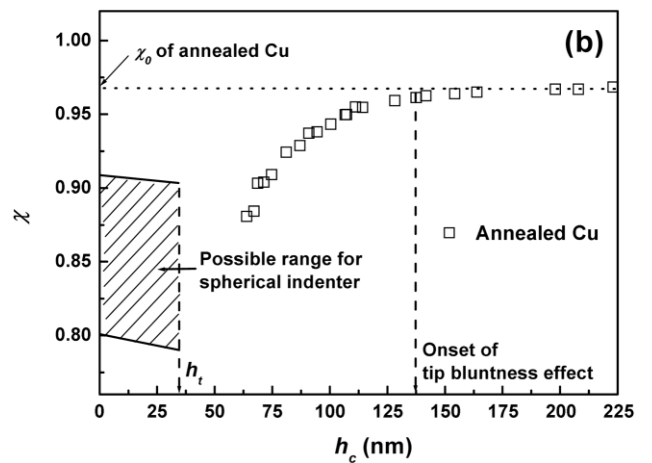
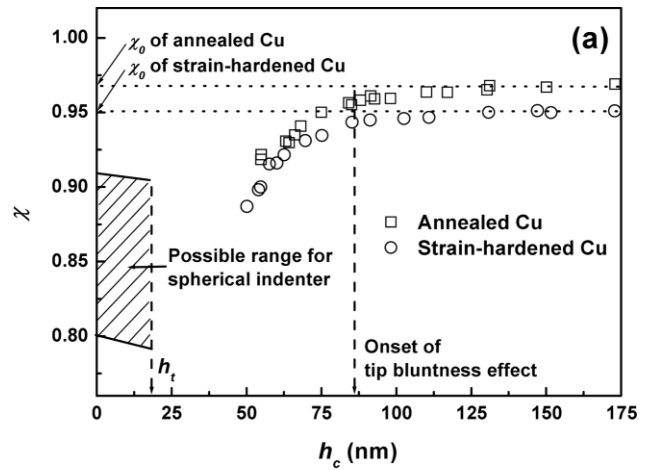


Fig. 3.  $\chi$  results with contact depth and possible range of  $\chi$  value calculated for the spherical tips of (a) A and (b) B indenters.

서 측정이 가능하다. 측정된 열처리 구리시편과 변형강화 구리시편의  $\chi_0$  값은 각각 0.967과 0.95이다. 압입자 첨단부의 무딘 효과가 나타나기 시작하는 경계를  $\chi/\chi_0 = 0.99$ 로 생각하면, 그에 상응되는 접촉 깊이는 A, B 압입자에 대해 각각 86, 137 nm이다.

첨단의 무딘 영역을 구형 압입 거동으로 고려함으로써  $0 < h_c \leq h_t$ 에서의 가능한  $\chi$  값 영역을 구할 수 있다. 구형 압입자로 압입이 된 재료의 변형 상태는 압입 깊이가 증가함에 따라 완전 탄성 영역에서 완전 소성 영역으로 진전된다<sup>16)</sup>. 압입자 반경을  $R$ 이라고 하면, 완전 소성 영역이 시작되는 기준이 대략  $a/R = 0.03$ 인 것으로 관찰된다<sup>9)</sup>. Berkovich 압입자 첨단 반경의 범위가 수 십에서 수 백 나노미터임을 고려하면<sup>11,17)</sup>, 완전 탄성 영역 혹은 탄성-소성 천이 영역에 해당하는 접촉 깊이는 1 nm 미만으로 계산된다. 그러므로, Berkovich 압입자를 이용한 나노압입시험의 경우 완전 탄성 영역과 탄성-소성 천이 영역의 영향은 미미하여, 완전 소성 영역에 대해서만 고려한다. 이 결론으로 인해,  $\chi$  값이 완전 소성 영역에서 변화하는 정도가 완전 탄성 영역 혹은 탄성-소성 천이 영역에서 변화하는 정도보다 크게 작기 때문에 구형 압입자의 가능한  $\chi$  범위를 예측하는데 있어서 문제를 간단화할 수 있다. 하중 제거 시 탄성 회복으로 인해, 구형 압입에 의한 압흔의 곡률 반경은 보통 압입자 반경보다

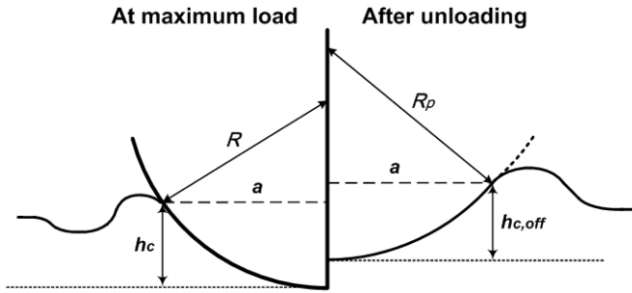


Fig. 4. Contact morphology of a spherical indenter.

10-25% 크게 관찰된다<sup>9)</sup>. 이 실험결과와 그림 4에서 보이는 기하학적 관계에 의해 탄성 회복 시 접촉 반경의 변화가 없다는 가정 하에 다음과 같은 두 개의 관계를 유도할 수 있다.

$$a^2 = 2h_c R - h_c^2 \quad (11-1)$$

$$a^2 = 2h_c R_p - h_{c,off}^2 = 2h_c p R - h_{c,off}^2 \quad (11-2)$$

본 수식에 표현된  $p$ 는 1.1에서 1.25 사이의 값을 갖는 비례상수이다.  $\chi$ 의 정의와 같은  $h_{c,off}/h_c$ 의 값이 위의 두 수식 (11-1)과 (11-2)에 의해 계산된다. 그림 3에 보여 지는 바와 같이, 이 계산을 통해  $0 < h_c \leq h_c$  영역에서의 가능한  $\chi$  값 영역을 유추할 수 있고, A, B 두 압입자 모두에 대해  $h_c$ 에서의  $\chi$  값의 범위가 0.79에서 0.90 사이임을 알 수 있다.

이상에서 구해진  $\chi$  값들로부터 그림 3에서 나타난  $\chi$  값의 거동에 대한 해석이 가능하다. 접촉 깊이가 감소함에 따라 구형으로 이상화된 침단의 무딘 영역의 영향이 증가한다. 그러므로 균일 유사한 Berkovich 압입자의  $\chi_0$  값으로부터 그보다 낮은 구형 압입자의 특성 값으로 감소하는 형태를 나타낸다. 압입크기효과가 뚜렷이 나타나는 재료는 보통의 경우 고유 경도가 낮은 연성 결정질 재료들인데<sup>8)</sup>, 이 재료들의  $\chi$  값은 보통 1에 가깝다<sup>1,2,12,14)</sup>. 이런 재료들에 대해서는 압입자 침단의 무딘 영향으로 인해 본 실험에서 사용된 재료의 경우와 같이 접촉 깊이가 감소함에 따라  $\chi$  값이 감소하는 성향을 보일 것으로 사료된다. 압입크기효과와 특성화에 반드시 고려되어야 하는 사항은 압입크기효과와 특성 값들이 균일 유사한 주압입자에 해당하는 값들이기 때문에 압입크기효과 특성화에 사용되는 경도 결과들은 무딘 영역이 미치는 영향보다 주압입자의 영향이 더 큰, 즉  $h_c$ 에 비해 적어도 2-3배 이상의 접촉 깊이에서 측정된 값들이어야 한다는 점이다.

그림 5에서는 A, B 압입자를 이용하여 열처리 구리시편에서 획득한 경도 결과를 나타내었다. A, B 압입자를 이용하여 획득한 경도 값은 앞서 언급되었던 침단 무딘 영향의 개시 접촉 깊이 이하에서 명확하게 구분되기 시작한다. 본 모델을 적용한 곡선과  $J=1$ 인 Nix와 Gao 모델을 적용한 곡선을 또한 그림 5에 나타내었다. 본 모델을 적용한 곡선은 전체적인 접촉 깊이 구간에 대해 경도 결과들을 포괄한다. 본 모델의 적용을 통해 구해진  $H_0$ 와  $h'$ 의 값은 A 압입자를 이용한 결과에 대해서는 0.846 GPa, 463 nm 이고, B 압입자를 이용한 결과에 대해서는 0.842 GPa, 472 nm 이다. 서로 다른 무딘을 갖는 압입자를 이용해 구한 경도 결과들이 낮은 접촉 깊이 영역에서 차이

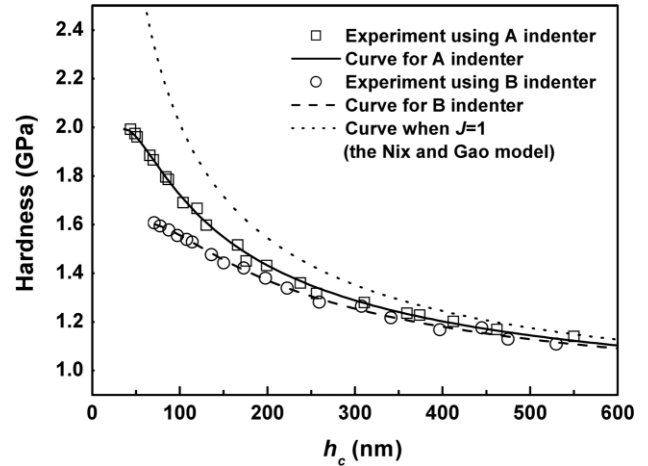


Fig. 5. Hardness results with contact depth and curves fitted by the present model for annealed Cu using A and B indenters.

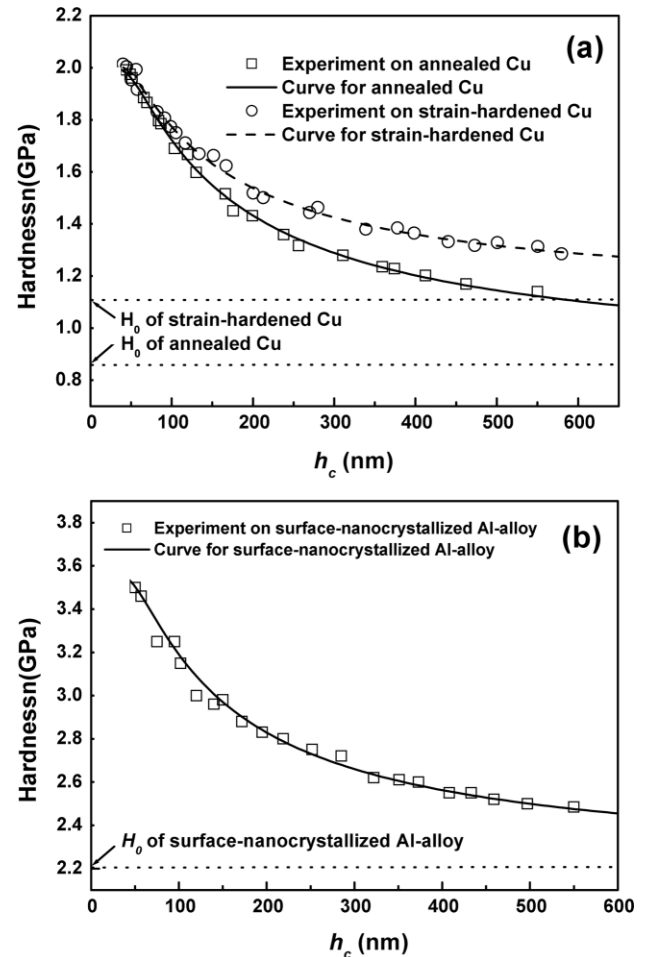


Fig. 6. Hardness results with contact depth and curves fitted by the present model for (a) annealed and strain-hardened Cu, and (b) surface-nanocrystallized Al-alloy.

를 보임에도 불구하고, 측정된  $H_0$ 와  $h'$  값은 유사하게 일치하는 결과는 나타낸다. 미세소자에 나노압입시험을 수행하는 경우와 같이 압입 깊이가 낮게 제한되는 경우를 감안하여 앞서 언급한 침단 무딘 영향의 개시 접촉 깊이 보다 낮은 접촉 깊이에

**Table 2.** Measured and predicted characteristic values for indentation size effect

Material	Indenter	$\chi_0$	$H_0$ (GPa)	$h'$ (nm)	$h'$ (predicted) (nm)
Annealed Cu	A	0.967	0.846	463	811
	B	0.967	0.842	472	819
Strain-hardened Cu	A	0.95	1.108	234	634
Surface-nanocrystallized Al-alloy	A(assumption)	0.95(assumption)	2.223	154	176

서 구해진 경도 결과들만을 가지고 본 모델을 적용하였다. 구해진  $H_0$ 와  $h'$  값은 A 압입자를 이용해 획득한 결과에 대해서는 0.798 GPa, 538 nm이고, B 압입자를 이용해 구한 결과에 대해서는 0.820 GPa, 505 nm이다. 전체 접촉 깊이 구간에 대해 구한 결과들과 합리적인 범위 내에서 유사한 결과를 획득하였다.

그림 6은 A 압입자를 이용하여 열처리 구리시편, 변형강화 구리시편, 표면나노결정화 알루미늄합금<sup>11)</sup>에 대해 획득한 경도 결과들을 보여주고 있다. 표면나노결정화 알루미늄합금의 스케일링 요소  $J$ 는 A 압입자를 이용하여 변형강화 구리시편에서 획득한 결과와 동일하다고 가정하였다. 본 모델을 적용하여 구한 곡선들은 전체 접촉 깊이 구간에 대해 경도 결과들을 재연한다. 본 모델의 물리적 타당성을 검증하기 위해 수식 (7)을 이용하여  $h'$  값들을 계산하였고, 결과들을 표 2에 정리하였다.  $\alpha$  값은 FCC 금속의 경우에 0.3-0.6의 범위를 갖는다<sup>15)</sup>. 수식 (7)로부터 계산된  $h'$  값들이  $\alpha$  값이 변할 수 있는 범위 내에서 측정된 값과 유사함을 확인하였다.

## 5. 결 론

기하학적필요전위 이론에 기반하여 압입자 침단의 무덤 효과를 반영하는 압입크기효과 모델을 개발하였다. 서로 다른 무덤을 가지는 Berkovich 압입자들을 이용하여 열처리 구리시편에 대해 본 모델을 적용하였다. 접촉 깊이가 감소함에 따라 서로 다른 침단의 무덤으로 인해 그 경도 결과가 차이가 발생하였음에도 불구하고, 유사한  $H_0$ 와  $h'$  값을 획득하였다. 열처리 구리시편, 변형강화 구리시편, 표면나노결정화 알루미늄합금에 대해 본 모델을 적용하였다. 전체 접촉 깊이 구간에 대해 재연성있게 실험 결과들을 포괄하였으며, 합리적인 거시적 경도와 압입크기효과의 특성 거리 값을 획득하였다.

## 후 기

본 연구는 과학기술부 21세기 프론티어 연구개발사업인 나노소재기술개발사업단의 지원(과제번호: 04K1501-01210)으로 수행되었습니다.

## REFERENCES

1. Q. Ma and D. R. Clarke, *J. Mater. Res.* **10**, 853 (1995).
2. K. W. McElhane, J. J. Vlassak and W. D. Nix, *J. Mater. Res.* **13**, 1300 (1998).
3. A. Krell and S. Schadlich, *Mater. Sci. Eng.* **A307**, 172 (2001).
4. N. A. Fleck and J. W. Hutchinson, *J. Mech. Phys. Sol.* **49**, 2245 (2001).
5. H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix and J. W. Hutchinson, *J. Mech. Phys. Sol.* **47**, 1239 (1999).
6. Y. Huang, H. Gao, W. D. Nix and J. W. Hutchinson, *J. Mech. Phys. Sol.* **48**, 99 (2000).
7. A. A. Elmestafa and D. S. Stone, *J. Mech. Phys. Sol.* **51**, 357 (2003).
8. W. D. Nix and H. Gao, *J. Mech. Phys. Sol.* **46**, 411 (1998).
9. J. G. Swadener, E. P. George and G. M. Pharr, *J. Mech. Phys. Sol.* **50**, 681 (2002).
10. T.-Y. Zhang, W.-H. Xu and M.-H. Zhao, *Acta Mater.* **52**, 57 (2004).
11. Y. Wei, X. Wang and M. Zhao, *J. Mater. Res.* **19**, 208 (2004).
12. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992).
13. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **19**, 3 (2004).
14. A. Bolshakov and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **13**, 1049 (1998).
15. H. Wiedersich, *J. Met.* **16**, 425 (1964).
16. D. Tabor, *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
17. A. Gouldstone, H.-J. Koh, K.-Y. Zeng, A. E. Giannakopoulos and S. Suresh, *Acta Mater.* **48**, 2277 (2000).