

무딘 침단의 Berkovich 압입자를 이용하는 나노압입시험에 의한 압입깊이의존 경도 특성화

김주영 · 김민철 · 이윤희* · 김재현** · 권동일

서울대학교 재료공학부

*한국표준과학연구원 환경안전계측센터 강도평가그룹

**한국기계연구원 마이크로응용역학그룹

Depth-Dependent Hardness Characterization by Nanoindentation using a Berkovich Indenter with a Rounded Tip

Ju-Young Kim, Min-Chul Kim, Yun-Hee Lee*, Jae-Hyun Kim** and Dongil Kwon

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

*Strength Evaluation Group, Center for Environment and Safety Measurement,

Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-600, Korea

**Micro System and Structural Mechanics Group, Korea Institute of Machinery and Materials, Daejeon 305-343, Korea

Abstract : The height difference Δh_b between the ideally sharp Berkovich indenter tip and a rounded tip was measured by direct observation using atomic force microscopy (AFM). The accuracy of the indirect area function method for measuring Δh_b was confirmed. The indentation size effects (ISE) in (100) single crystal copper, (100) single crystal tungsten, and fused quartz were characterized by applying the ISE model considering the rounded tip effect. The model fit the data well for these materials even though fused quartz does not deform by dislocations. However, a very small value of the ISE characteristic length h' was obtained for fused quartz. The present h' value for (100) copper is 32% larger than a previously-measured value for polycrystalline copper. This may indicate that grain boundaries suppress the dislocation activity envisioned in the ISE model.

(Received June 3, 2005)

Key words : Indentation size effect, Nanoindentation, Rounded tip effect

1. 서 론

나노압입시험은 스케일이 작은 재료의 역학적 물성 특성화에 가장 유용하게 활용되고 있는 기술이다 [1,2]. 하지만, 나노압입 시험을 이용한 마이크로/나노 소재의 역학적 물성 측정에 어려움이 존재하는 이유는, 보통 마이크로미터 영역 이하에서 압입깊이가 감소함에 따라 경도 값이 증가하는 압입크기효과(indentation size effect)가 존재하기 때문이다. 이러한 문제를 극복하고, 나노압입시험을 통해 마이크로/나노 소재의 정확한 물성 측정을 위해서는 압입 깊이에 의존하는 경도의 관계를 명확하게 규명할 필요가 있다. 압입 깊이가 감소함에 따라 경도가 증가하는 압입크기현상은 여러 재료에 대해 일반적으로 관찰된다 [3,4]. 경도의 증가는 압입 시 재료에 가해지는 변형률 구배에 의해 발생하는 기하학적필요전위에 의해 설명되는데, 그 중 Nix와 Gao는 원뿔형 압입자에 의해 발생하는 기하학적필요전위의 밀도를 고려함으로써 압입크기효과를 명확하게 설명하였다 [5]. 그러나, 나노압입 시험에 일반적으로 사용되는 Berkovich 압입자와 같은 날카로운 압입자의 경우에는 그 침단에 불가피하게 무딘 영역이 존재하게 되는데, 이와 달리 Nix-Gao 모델의 경우에는 이상적으로 날카로운 압입자를 가정한 한계를 가지고 있다. 이러한 문제로 인해

Nix-Gao 모델은 대략 100 nm 미만의 압입 깊이를 가지는 경도 결과를 명확하게 설명하지 못한다 [6,7]. 이러한 한계를 극복하고자 하는 연구가 많이 진행되었는데, 그 중에서 나노압입자 침단의 무딘 효과를 고려하는 압입크기효과 모델을 이미 개발된 바 있다 [8].

본 연구에서는 개발된 압입크기효과에 필요한 압입자 침단의 무딘 정도를 대표하는 값인 Δh_b 측정 방법론에 대해 고찰하였다. 이상적으로 날카로운 침단과 무딘 침단의 높이 차이인 Δh_b 를 원자단위현미경(AFM)을 이용하여 직접적으로 측정하였고, 그 측정 결과로부터, Δh_b 측정에 간접적인 면적함수 응용법의 타당성을 검증하였다. 개발된 압입크기효과 모델을 적용하여 (100) 단결정 구리, (100) 단결정 텅스텐, 용융 퀴츠(fused quartz)에 대한 압입크기효과 특성 값들을 측정하였다. 개발된 모델을 적용하여 세 가지 재료에 대해 전체적인 접촉 깊이 영역에서 경도 변화를 잘 묘사함을 확인하였다. 측정된 (100) 단결정 구리 시편의 압입크기효과 특성 값들과 기존에 측정된 열처리된 다결정 구리 시편의 압입크기효과 특성 값들의 비교를 통해 결정립의 역할을 확인하였다.

2. 이론적 해석

Pile-up/sink-in이 고려된 투영접촉면적의 예측

나노압입시험을 통해 일반적으로 측정되는 물성은 경도와 탄

Corresponding author : Ju-Young Kim

[Tel.: 82-2-880-8404, E-mail: juyoung1@snu.ac.kr]

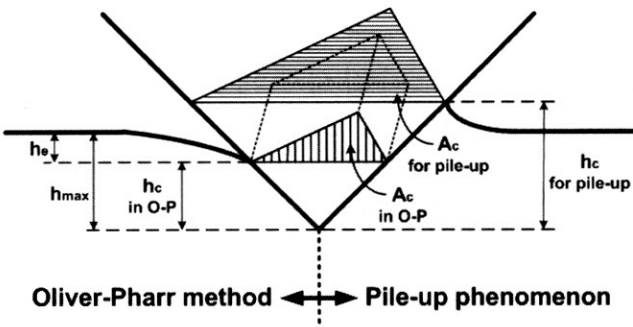


Fig. 1. Nanoindentation contact morphology assumed in the Oliver-Pharr method on the left side, real contact morphology considering pile-up phenomenon on the right side.

성계수이다. 경도의 경우에는 압입깊이가 감소함에 따라 그 값이 증가하는 성향으로 측정되는 것이 일반적이고, 이를 압입크기효과라 하는 반면, 탄성계수의 경우에는 압입깊이에 관계없이 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 투영 접촉면적이다. 기존에 나노압입시험 결과의 분석에 가장 일반적으로 활용되는 Oliver-Pharr 방법의 경우에는 [1], 접촉 깊이, 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 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 압입을 통해 pile-up/sink-in 효과가 고려된 실 투영접촉면적을 측정할 수 있다. 이렇게 측정된 실 투영접촉면적을 경도 환산에 사용함으로써, pile-up/sink-in 효과가 고려된 경도 측정이 가능하다.

3. 모델 재고 및 실험 방법

그림 2에 보이는 바와 같이, 압입 하중 제거 이후의 압흔 하부 영역에 접촉반경의 반구형 부피에 발생한 기하학적필요전위가 존재한다고 하면, 다음의 수식과 같이 기하학적필요전위의 밀도가 표현된다.

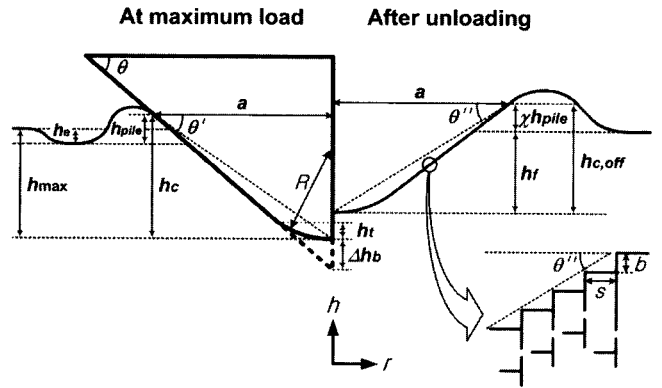


Fig. 2. Nanoindentation contact morphology including pile-up for a conical indenter with a blunt tip, and the distribution of geometrically necessary dislocations.

$$\rho_G = \frac{3\chi}{2bh_c} \tan^2 \theta' \tag{2}$$

본 수식에 표현된 χ 는 소성 대 전체 접촉 깊이 비이고, b 는 Burger's 벡터, h_c 는 접촉 깊이, θ' 는 최대 하중 인가 시 유효 주각이다. 변형의 저항을 평가하기 위해 전단강도 τ 에 대한 테일러 관계를 이용하고, von Mises의 흐름 법칙과 3의 Tabor 계수를 사용하면, 다음과 같이 경도에 대한 수식을 표현할 수 있다.

$$H = 3\sigma = 3\sqrt{3} \alpha \mu b \sqrt{\rho_S + \rho_G} \tag{3}$$

본 수식에 표현된 ρ_S 는 통계적저장전위의 밀도이고, μ 는 전단계수, α 는 기하학적 계수인데, ρ_S 는 압입 깊이에 의존하지 않고, α 는 0.5임을 가정하였다. 수식 (2), (3)을 이용하면 경도에 대한 수식을 다음과 같이 정리할 수 있다 [8].

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + J \frac{h'}{h_c}} \tag{4}$$

본 수식에 표현된, H_0 는 기하학적 필요전위가 존재하지 않는 상태의 거시 경도, h' 는 압입크기효과에 대한 특성거리, J 는 나노압입자 침단의 무딘 효과를 반영하는 압입크기효과에 대한 스케일링 요소로 다음과 같이 표현된다.

$$J = \chi \left(1 + \frac{\Delta h_b}{h_c} \right)^{-2} \tag{5}$$

본 수식에 표현된 Δh_b 는 이상적으로 날카로운 침단과 무딘 침단의 높이 차이이다. χ 항은 침단 무딘에 의한 탄성회복 효과와 연관된 항이고, $(1 + (\Delta h_b/h_c))^{-2}$ 항은 침단 무딘에 의한 기하학적 효과와 연관된 항이다. 무딘 침단을 가지는 압입자의 경우 낮은 접촉 깊이에서는 균일 유사(self-similar)하지 않기 때문에, χ 는 접촉 깊이의 함수이다. $(1 + (\Delta h_b/h_c))^{-2}$ 항은 기하학적필요전위가 분포하는 깊이에 대해 Δh_b 만큼을 보정하는 역할을 한다. 압입자 침단의 무딘 상수 Δh_b 가 측정되어야 하고, 접촉 깊이에 따른 H 와 χ 값 측정을 통해 개발된 모델을 적용할 수 있다.

개발된 모델에서 중요한 요소는 침단의 무딘 상수인 Δh_b 인데,

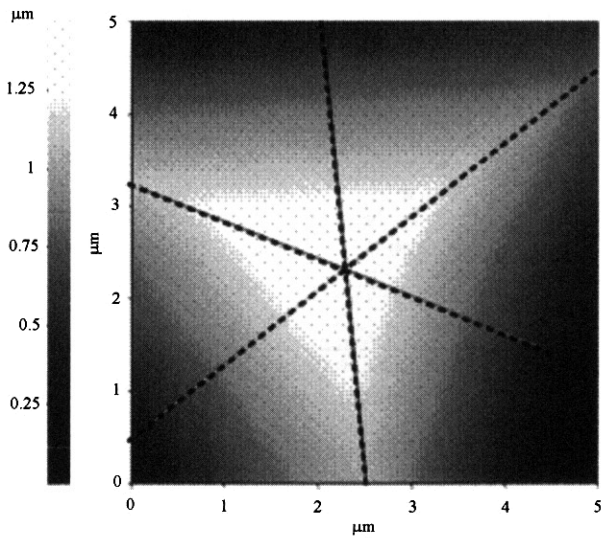


Fig. 3. AFM scan on a Berkovich indenter, and three lines to obtain height profiles.

그림 3에 보이는 바와 같이 원자단위현미경을 통해 그 값을 측정하였다. Berkovich 압입자에 대해 우선적으로 첨단 부근의 전체적인 스캔을 통해 형상을 확인한 후에, Berkovich 압입자의 모서리와 꼭지점을 통과하는 3개의 직선에 대한 높이 프로파일을 접촉 모드로 획득하였다. 구해진 3개의 높이 프로파일과 이상적인 Berkovich 압입자의 높이 프로파일과의 비교를 통해 Δh_b 를 측정하였다.

(100) 단결정 구리, (100) 단결정 텅스텐, 용융 퀴artz의 시편이 준비되었는데, 그 중에 구리와 텅스텐 시편 표면은 기계적 연마 후 전해 연마를 시행하였다. 용융 퀴artz의 경우, 소재 자체의 표면 조도가 매우 낮아 (평균 표면 조도, $R_a < \sim 10$ nm) 별도의 연마 작업을 시행하지 않았다. 소재 표면의 평균 조도는 원자단위현미경을 통해 측정하였다. 구리 시편의 경우 초음파 파동반향 기술을 이용하여 탄성계수와 전단계수를 측정하였고, 텅스텐 시편의 경우 기존의 문헌 값을 이용하였으며 [11], 용융 퀴artz의 경우 Oliver-Pharr 방법의 적용을 통해 탄성계수를 측정하였다. 시편의 Poisson비와 전단계수는 기존의 문헌 값을 이용하였다. 물성들을 표 1에 정리하였다.

나노압입시험은 0.1 nm의 깊이분해능과 0.1 μ N의 하중분해능을 갖는 Triboscope nanoindentation (Hysitron, Inc.) 장비를 이용하였다. 접촉 면적은 $A = \pi S^2 / E_{eff}^2$ 의 관계를 이용하여 결정하였는데, 본 수식에 표현되는 S는 하중 제거 시 측정되는 강성도이고, E_{eff} 는 유효 탄성계수이다 [1]. 표 1에 정리된 시편의 탄성계수, Poisson비와 다이아몬드 압입자의 1140 GPa의 탄성계수와 0.07의 Poisson비를 이용하여 E_{eff} 를 계산하였다 [1]. 경

Table 1. Surface roughness and Young's modulus of the samples

Material	Surface roughness, R_a (nm)	Young's modulus, E (GPa)
(100) copper	7.05	113.1
(100) tungsten	5.85	414.8
Fused quartz	2.11	74.1

도는 $H = P_{max} / A$ 의 관계를 이용하여 결정하였으며, 본 수식에 표현된 P_{max} 는 최대 인가 하중이다. 접촉 깊이 h_c 는 계산된 접촉 면적 A를 다음의 면적 함수 수식에 입력하여 계산하였다.

$$A = \pi \tan^2(90^\circ - \theta) (h_c + \Delta h_b)^2 \tag{6}$$

탄성 휨 깊이 h_e 는 $h_e = 0.75(P_{max} / S)$ 의 관계를 이용하여 계산하였다 [2].

4. 결과 및 고찰

압입자 첨단 형상

그림 4에 보이는 바와 같이, 측정된 높이 프로파일과 이상적으로 날카로운 Berkovich 압입자의 높이 프로파일 비교를 통해 Δh_b 를 측정하였는데, 측정된 값은 18 nm였다. 동일한 압입자를 이용하여 다양한 압입깊이(3~400 nm)에서 용융 퀴artz 표면에 대해 나노압입시험을 수행하였다. 나노압입시험 결과를 Oliver-Pharr 방법을 활용하여 분석하였고, 분석을 통해 측정된 Δh_b 는 19 nm였다 [8]. 원자단위현미경을 통해 직접 측정된 Δh_b 값과 Oliver-Pharr 방법을 통해 간접적으로 측정된 Δh_b 값이 매우 유사하게 측정됨을 알 수 있다. 원자단위현미경을 통해 측정된 무딘 압입자 첨단의 곡률 반경은 319 nm였다. 이상적인 구형첨단-원뿔형 압입자(sphero-conical indenter)의 경우에 기하학적 관계를 수식으로 정리하면, 무딘 압입자 첨단의 곡률 반경은 Δh_b 의 16.13배 정도이고 [9], Δh_b 가 18 nm이면 무딘 압입자 첨단의 곡률 반경은 대략 290 nm로 계산된다. 이는 실제 압입자 첨단의 마모된 정도가 이상적인 구형첨단-원뿔형 구조보다 다소 평평한 형태로 마모되었음을 의미한다.

압입크기효과 특성화

그림 5에서는 (100) 구리, (100) 텅스텐, 용융 퀴artz에 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.

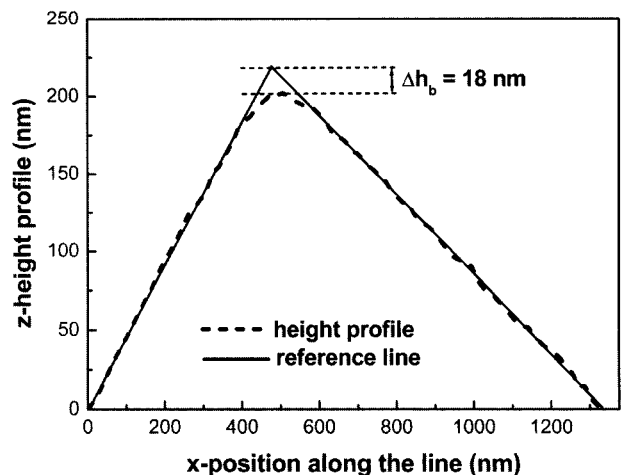


Fig. 4. Height profile used for the calculation of Δh_b and R.

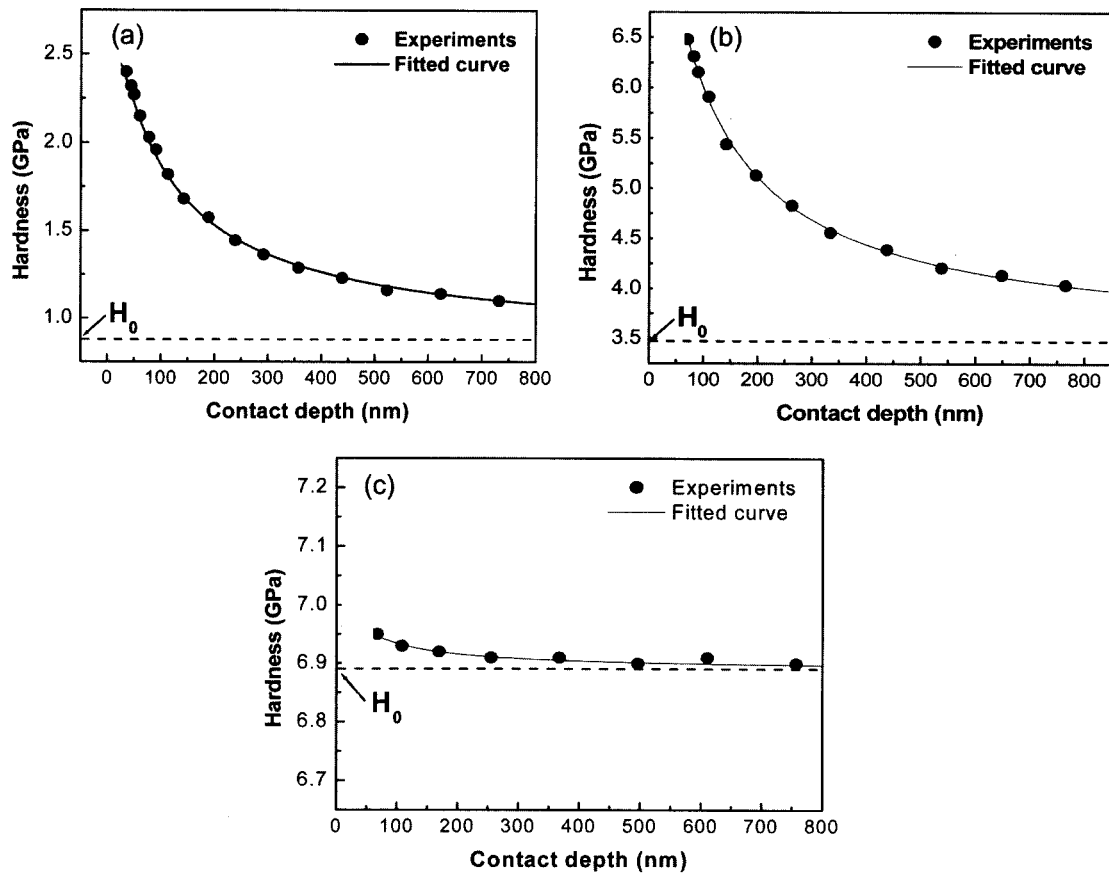


Fig. 5. Hardness results with contact depth and curves fitted by the model for (a) (100) single crystal copper, (b) (100) single crystal tungsten, and (c) fused quartz.

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 침단의 무딘 효과가 나타나기 시작하는 기준점을 잡을 수 있는데 [8], 그 값이 세 재료에 대해 모두 대략 90 nm로 측정되었다. 접촉 깊이가 제한되는 상황을 가정하여, 접촉 깊이가 90 nm 이하인 결과들에만 본 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 결과들만 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. 압입크기 효과 특성거리는 다음의 수식을 이용하여, 이론적으로 계산할 수 있다 [8].

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

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 [10]. 실험적으로 측정된 h' 값과 이론적으로 계산된 h' 값을 표 2에 정리하였다. 수식 7에 보면, 재료의 기하학적 상수인 α 항이 있는데,

Table 2. Measured and calculated characteristic values for indentation size effect

Material	Contact depths used for fitting	H_0 (GPa)	Measured h' (nm)	Calculated h' (nm)
(100) copper	Whole	0.84	612	826.3
	< 90 nm	0.84	683	826.3
(100) tungsten	Whole	3.48	295	771.0
	< 90 nm	3.63	253	708.6
Fused quartz	Whole	6.89	2	4.9
	< 90 nm	6.87	13	5.0

본 연구에서는 이 값을 0.5로 가정하여 계산하였다 [5]. α 값은 BCC와 FCC 결정구조의 재료에 대해서는 대략 0.3~0.6 범위의 값을 갖는 것으로 알려져 있다 [6,12]. 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 [8]. 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 [13]. 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 확연한 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 무딘 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 분포하였으며, 압입크기효과가 매우 미비하였다. 이와 같은 실험결과는 용융 퀴츠가 전위의 거동에 의해 소성 변형이 발생하지 않기 때문에, 압입에 의해 발생하는 소재 표면의 국부적 소성변형이 기하학적 필요전위에 의해 설명되지 않음을 알 수 있다.

5. 결 론

나노압입자 침단의 무딘 효과를 고려하여 개발된 압입크기효과 모델을 (100) 단결정 구리, (100) 단결정 텅스텐, 용융 퀴츠에 대해 적용하였다. 원자단위현미경을 이용하여 Berkovich 압입자 침단의 무딘 정도를 측정하였으며, 다양한 접촉 깊이에서 측정된 경도 값을 개발된 모델을 적용하여 압입크기효과 특성값들을 측정하였다. 본 연구를 통한 구체적인 결론은 다음과 같다.

1. 간접적인 Oliver-Pharr 방법을 활용하여 측정된 나노압입자 침단 무딘 상수 Δh_b 값은 19 nm 였고, 원자단위현미경을 이용한 직접적 관찰을 통해 측정된 Δh_b 는 18 nm 였다. Δh_b 측정에 간접적인 면적함수 응용법이 유용하다.

2. 개발된 모델을 적용하여 측정된 H_0 와 h' 값은 (100) 단결정 구리의 경우 각각 0.84 GPa, 612 nm, (100) 단결정 텅스텐의 경우 각각 3.48 GPa, 295 nm, 용융 퀴츠의 경우 각각 6.89 GPa, 2 nm였다. 접촉깊이 90 nm 이하의 결과들에 적용하여 측정된 H_0 와 h' 값도 이상의 결과와 유사한 값을 보였으며, 이론적으로 계산한 h' 값도 측정값과 합리적인 범위에서 일치하였다.

3. 다결정 재료의 경우, 압흔의 크기가 결정립 크기에 비해 충분히 작더라도, 결정립의 존재가 압입크기효과를 감소시키는 역할을 한다. 용융 퀴츠의 경우 압입크기효과가 미비하다.

후 기

본 연구는 과학기술부 21세기 프론티어 연구개발사업인 '나노소재기술개발사업단'의 지원(과제번호: 05K1501-01111)으로 수행되었습니다.

REFERENCES

1. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **7**, 1564 (1992).
2. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.* **19**, 3 (2004).
3. Q. Ma and D. R. Clarke, *J. Mater. Res.* **10**, 853 (1995).
4. K. W. McElhane, J. J. Vlassak and W. D. Nix, *J. Mater. Res.* **13**, 1300 (1998).
5. W. D. Nix and H. Gao, *J. Mech. Phys. Sol.* **46**, 411 (1998).
6. J. G. Swadener, E. P. George and G. M. Pharr, *J. Mech. Phys. Sol.* **50**, 681 (2002).
7. Y. Wei, X. Wang and M. Zhao, *J. Mater. Res.* **19**, 208 (2004).
8. J.-Y. Kim, B.-W. Lee, D. T. Read and D. Kwon, *Scripta Mater.* **52**, 353 (2005).
9. A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*, Springer-Verlag, New York (2002).
10. W. D. Callister, Jr., *Materials Science and Engineering: An Introduction*, John Wiley & Sons, New York (1994).
11. Y.-H. Lee and D. Kwon, *J. Kor. Inst. Met. & Mater.* **41**, 104 (2003).
12. G. E. Dieter, *Mechanical Metallurgy: SI Metric Edition*, McGraw-Hill, Singapore (1988).
13. J. P. Hirth and J. Lothe, *Theory of Dislocations: Second Edition*, John Wiley & Sons, New York (1982).