

## 論文

## 나노허니컴 구조물의 인장 및 굽힘 물성 측정

전지훈\*, 최덕현\*, 이평수\*\*, 이진홍\*\*, 박현철\*, 황운봉\*\*

## Measurement of Tensile and Bending Properties of Nanohoneycomb Structures

Ji Hoon Jeon\*, Duk Hyun Choi\*, Pyung Soo Lee\*\*, Kun Hong Lee\*\*,  
Hyun Chul Park\*, and Woonbong Hwang\*\*

## ABSTRACT

We measured mechanical properties, including Young's modulus, effective bending modulus and nominal fracture strength of nanohoneycomb structures using an Atomic Force Microscope (AFM) and a Nano-Universal Testing Machine (UTM). Anodic aluminum oxide (AAO) films are well suited as nanohoneycomb structures because of the simple fabrication process, high aspect ratio, self-ordered hexagonal pore structure, and simple control of pore dimensions. Bending tests were carried out for cantilever structures by pressing AFM tips, and the results were compared with three-point bending tests and tensile tests using a Nano-UTM. One side of the AAO films is clogged by barrier layers, and looks like a face material of conventional sandwich structures. Analysis of this layer showed that it did not influence the bending rigidity, and was just a crack tip. The present results can act as a design guideline in applications of nanohoneycomb structures.

## 초 록

나노허니컴 구조물의 영률, 굽힘 탄성 계수, 공칭파괴강도를 구하였다. 양극산화 알루미늄은 잘 정렬된 나노허니컴 구조물의 일종으로서 공정이 간단하고, 높은 종횡비, 자가 정렬된 기공구조를 가지고 있고, 기공의 크기를 조절할 수 있다. 원자현미경으로 외팔보 굽힘 시험을 수행하였고 나노-UTM을 이용한 3점 굽힘 실험결과와 비교하였다. 또한 나노-UTM으로 인장시험을 수행하였다. 나노허니컴 구조물의 한쪽 면은 막혀 있어서, 일반적인 샌드위치 구조물의 면재에 비유될 수 있다. 하지만 이러한 막힌 면은 굽힘 강도 증가에 영향을 끼치지 못하고 균열선단으로 작용한다는 것을 알 수 있었다. 본 연구로 나노허니컴 구조물을 설계하는데 기초적인 물성을 제공하고자 한다.

**Key Words** : 나노허니컴(Nanohoneycomb), 양극산화알루미늄(AAO), 원자현미경(AFM), 나노-UTM(Nano-UTM)

## 1. 서 론

허니컴 구조물은 높은 비강도와 굽힘강성을 가지고 있어서 많은 구조물에 사용된다. 나노기술의 발전으로 인해 마이크로/나노미터 크기의 허니컴 구조물을 다양한 방법으로 제작할 수 있다[1-3]. 나노미터 크기의 흡을 가진 구조물을 나

노허니컴이라 명명한다. 양극산화 알루미늄(Anodic aluminum oxide, AAO)은 나노허니컴 구조물로 제작이 간편하고 높은 종횡비를 가지고 있는 육각형의 기공구조를 가진다. 또한 기공의 크기는 조절이 가능하다[3]. 이러한 나노허니컴은 기존의 허니컴 구조물 못지 않게 다양하게 쓰일 수 있다. 예를 들면 자기저장장치[4], 태양전지[5], 카본나노튜브[6], 촉매[7],

\* 포항공과대학교 기계공학과

\*\* 포항공과대학교 화학공학과

\*\*+ 포항공과대학교 기계공학과, 교신저자(E-mail:whwang@postech.ac.kr)

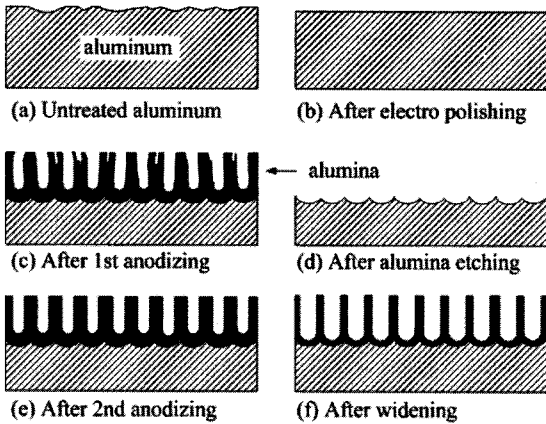


Fig. 1 Schematic diagram of fabrication of the nanohoneycomb structures by anodization process of aluminum.

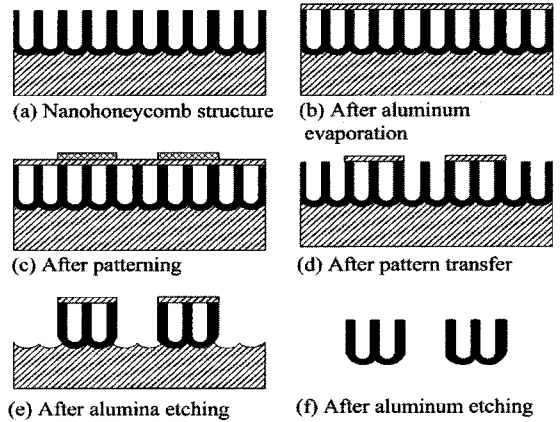


Fig. 2 Schematic diagram of fabrication of the nanohoneycomb microstructures for the mechanical tests.

금속 나노와이어[8-9]등을 제작하는데 쓰일 수 있다. 이러한 구조물을 제작하려면 기본적으로 나노허니컴 구조물의 기계적 물성들을 파악해야 한다. 그러한 연구의 일부분으로 본 논문에서는 나노 UTM, 원자현미경을 이용해 나노허니컴 구조물의 인장 및 굽힘 물성을 측정, 분석하고 일부 기본적인 물성을 구하였다.

## 2. 제작

### 2.1 양극산화 알루미늄 제작

본 물성측정에 사용된 나노허니컴 구조물의 제작과정은 다음과 같다. (Fig. 1 참조)

(a) Fig. 1(a)와 같은 순수한 알루미늄판에 Fig. 1(b)와 같이 전해 연마를 한다. 1 mm 두께의 순수한 알루미늄 판을 아세톤으로 세척한다. 에탄올에 여러 번 세척을 한 후 탈이온수로 세척한다. 그 후 시편을 과염소산 및 에탄올을 1:4의 부피비로 섞은 용액에 넣어 전해 연마를 한다. 그 다음 시편은 양극에 백금판은 음극에 연결하고, 60~90초 동안 20 볼트의 전압을 가한다. 전해 연마하는 동안 용액의 온도는 7℃로 유지한다.

(b) 첫번째 산화과정 후 시편의 형상이 Fig. 1(c)에 나와 있다. 시편을 15분 이상 에탄올에 세척한 후 탈이온수에 다시 세척한 다음 건조시킨다. 그후 0.3M의 옥살산 용액을 이용하여 8시간 이상 산화 시킨다.

(c) 시편을 Fig. 1(d)와 같이 65℃의 질량비 1.8%의 크롬산 및 질량비 6%의 인산 혼합용액에서 5시간 이상 담그어 AAO층을 제거 한다.

(d) Fig. 1(e)와 같이 AAO 필름을 (b)와 같은 방법으로 옥살산에서 다시 형성시킨다.

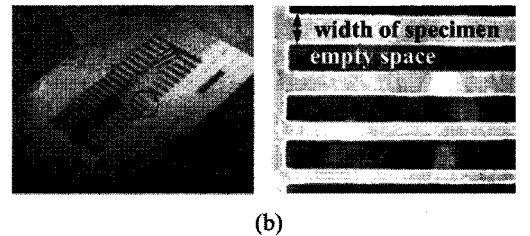
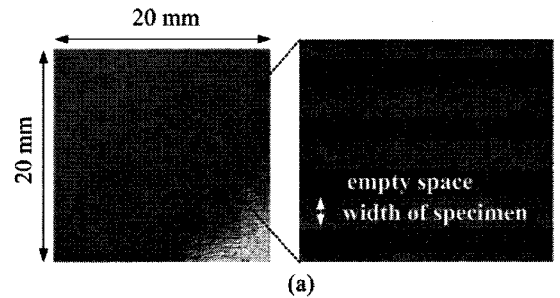


Fig. 3 Images of the nanohoneycomb specimen: (a) For the tensile and the bending tests using Nano-UTM. (b) For the bending test using AFM.

(e) 첫번째 산화과정과 똑같이 두번째 산화과정을 시작 하면 일정한 형태의 알루미늄 구조물을 얻을 수 있으며 산화 시간에 따라 시편의 두께가 조절된다.

(f) 30℃의 0.1M의 인산 용액에서 산화시키는 시간을 조절하여 기공의 크기를 변화시킬 수 있다. 제작물은 Fig. 1(f)와 같다.

모든 과정에서 용액은 자석 막대로 균일한 속도로 혼합 된다. 전해 연마과정과 산화 과정은 일정한 온도를 유지하기 위하여 덮개가 있는 비이커를 사용한다.

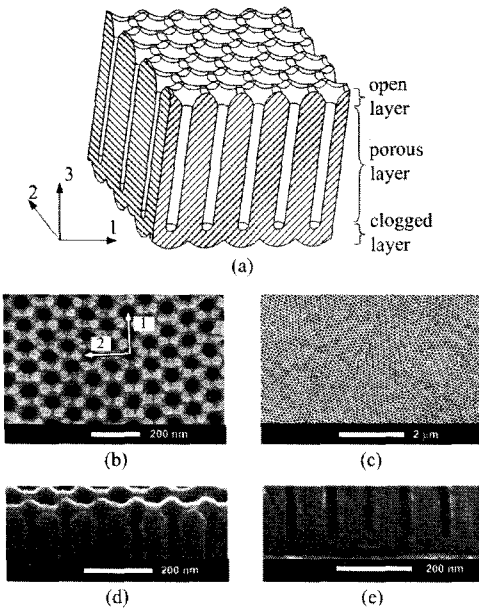


Fig. 4 Geometry of the nanohoneycomb structure. (a) Schematic view. (b) Pore arrangements within a grain boundary area. (c) Pore arrangements in many grain boundary areas. (d) The open layer. (e) The clogged layer.

2.2 물성측정용 시편 제작

인장 및 굽힘 시험용 시편을 제작하기 위해 빔 형상으로 가공하는 과정을 이후에 서술하였다[10].

(a) Fig. 2(a)와 같이 앞의 공정까지 제작한 AAO 나노허니컴 구조물에 열 증발 과정을 이용해 알루미늄층을 Fig. 2(b)와 같이 형성한다. 이 과정에서 빔 형상의 패턴을 제작하기 위해서 반사도가 높은 표면을 형성한다. 이러한 패턴은 Fig. 2(c)에 나와 있다.

(b) 샘플을 식각액에 담그어 알루미늄 층에 패턴을 만든다. 노출된 영역은 알루미늄 식각액에 의해 제거되며, PR에 의해서 보호된 부분만 남는다. 제작된 형상은 Fig. 2(d)와 같다.

(c) Fig. 2(e)와 같이 AAO 구조물 위에 마이크로 구조물을 만든다. 식각액에 노출된 AAO층은 제거되고 알루미늄층에 의하여 보호된 부분은 남는다. 염화 수은 용액으로 알루미늄과 알루미늄을 분리시키면 Fig. 2(f)와 같이 패턴이 형성된 구조물을 얻을 수 있다. 실제 구조물을 Fig. 3에 나타내었다.

3. 형 상

Fig. 4와 같이 나노허니컴 구조물은 열린 층(Open layer),

기공 층(Porous layer), 막힌 층(Clogged layer)의 3개 층으로 나눌 수 있다. 인장 및 굽힘 시험을 위해 만든 시편의 경우 열린 층 및 막힌 층의 높이는 구조물의 전체 높이에 비해서 매우 미미하다. 예를 들면 나노-UTM의 인장시험에 사용한 시편의 높이는 42 μm이다. 전자 현미경으로 측정 한 열린 층, 기공 층, 막힌 층의 높이는 각각 0.0404, 41.9, 0.064 μm이다. 기공 층 및 막힌 층은 기존 샌드위치 구조물의 심재 및 면재에 비유할 수 있다. 기존 샌드위치 구조물에서 면재는 굽힘강성을 증가시킨다. 나노 구조물에서도 막힌 층이 이와 같은 역할을 하는지 분석하였다.

홀과 홀간의 간격은 90 ~ 110 nm (평균: 100 nm)이며, 기공의 지름은 25 ~ 35 nm (평균: 30 nm)이다. 입자 영역 내에서 기공들은 보통의 허니컴 재료와 같이 균일하게 분포하기 때문에, 직교 이방재료(Orthotropic material)로 생각할 수 있다. 하지만 기공의 정렬방향은 입자영역에 따라서 무작위로 분포되어 있다. 이러한 재료는 횡등방재료(Transversely isotropic material)로 간주할 수 있다.

4. 응력 분석

4.1 나노허니컴을 이루는 알루미늄의 영률

Fig. 4(a)에서 3방향은 홀의 두께 방향이고 일반적인 나노허니컴 구조물의 경우 3방향은 1, 2 방향에 비해서 매우 얇다. 1, 2 방향을 평면 방향이라고 하면 이러한 구조물의 인장하중은 대체적으로 평면 방향으로 많이 작용한다. 입자영역 내에서는 Fig. 4(b)와 같이 직교이방성의 형태를 띠고 장섬유들이 1방향으로 배열 된 구조와 흡사하다. 따라서 평면 방향으로 하중을 받는 경우 1 방향으로 하중이 작용할 때의 영률이 제일 크고, 2 방향으로 작용할 때는 영률이 제일 작다. 이를 통하여 횡등방재료로 이루어진 나노허니컴 구조물의 영률의 범위를 나노허니컴 구조물의 인장 시험 결과 및 유한요소 해석으로 추정할 수 있다.

만약 나노허니컴 기공의 1방향 또는 2방향 각각 시편의 빔방향에 대해 모두 일치한다고 가정하여 시편의 영률을 구할 수 있다. 우선 나노허니컴을 구성하고 있는 알루미늄의 영률  $E_{Alumina-guess}$ 를 설정하고 Fig. 5와 같은 단위 형상에 대하여 유한요소해석을 하면 열린 층, 기공 층, 막힌 층의 하중  $F_{open}$ ,  $F_{porous}$ ,  $F_{clogged}$ 을 계산할 수 있다. 그러면 나노허니컴 구조물에 걸리는 하중  $F_{total}$ 은 다음과 같다.

$$F_{total} = F_{open} + kF_{porous} + F_{clogged} \tag{1}$$

여기서  $k$ 는 실제 나노허니컴 구조물의 높이를 해석 모델의 높이로 나눈 값이다.

나노허니컴 구조물의 영률 추정값은 다음과 같다.

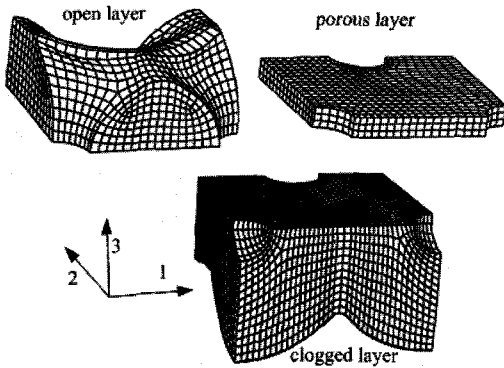


Fig. 5 Unit cell model of each layer for finite element analysis.

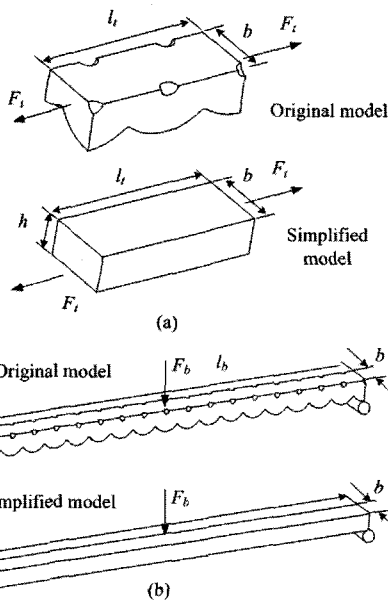


Fig. 6 Simplification of layer. (a) Tensile finite element analysis of the clogged layer (b) Bending finite element analysis of the clogged layer.

$$E_{\text{nanohoneycomb-guess}} = \frac{F_{\text{total}} \varepsilon}{h_{\text{total}} b} \quad (2)$$

여기서  $h_{\text{total}}$ 은 나노허니컴 구조물의 높이,  $b$ 는 폭,  $\varepsilon$ 는 인장 방향의 변형률이다. 나노허니컴의 영률과 이를 구성하는 알루미늄의 영률의 선형성을 고려하면, 나노허니컴을 구성하는 알루미늄의 영률은 다음과 같다.

$$E_{\text{alumina}} = \frac{E_{\text{nanohoneycomb-guess}}}{E_{\text{alumina-guess}}} E_{\text{nanohoneycomb}} \quad (3)$$

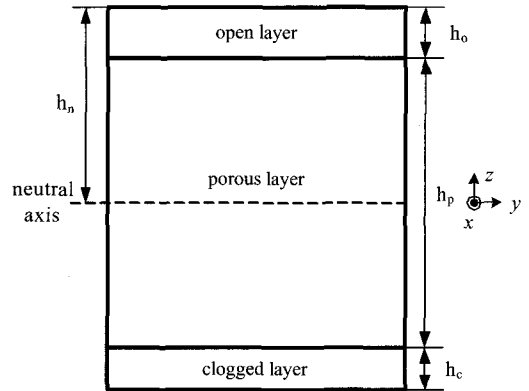


Fig. 7 Cross-section of the composite beam composed of the open, porous and the clogged layers for the simplified model.

### 4.2 단순 동등 모델

굽힘 거동 시 발생하는 현상을 간단히 분석하기 위해서, 인장 및 굽힘에 대해서 같은 거동을 보이는 단순 동등 모델 (Equivalent simple model)을 사용한다. Fig. 6에 막힌 층의 단순 동등 모델을 표시하였다. 실제의 형상으로 유한요소 해석을 수행하여 얻은 하중-변위 관계를 이용하여 단순 적층 모델의 영률  $E_{\text{sim}}$  및 높이  $h_{\text{sim}}$ 를 다음과 같은 식으로 구한다.

$$E_{\text{sim}} = \frac{2}{w} \left( \frac{F_t l_t}{l_b \delta_t} \right)^{3/2} \left( \frac{\delta_b}{F_b} \right)^{1/2} \quad (4)$$

$$h_{\text{sim}} = \frac{1}{2} \left( \frac{F_b \delta_b l_b^3}{F_t \delta_t l_t} \right)^{1/2} \quad (5)$$

여기서  $w$ 는 모델의 폭이며,  $l_t$ ,  $\delta_t$ ,  $F_t$ 는 각각 인장 해석 모델의 길이, 변형된 길이, 인장하중이다.  $l_b$ ,  $\delta_b$ ,  $F_b$ 는 각각 3점 굽힘 해석 모델의 길이, 가운데 하중을 가하는 부분의 변위, 하중이다. 위의 두 식은 3점 굽힘, 인장 하중시 발생하는 응력-변형률 관계에서 유도되었다.

### 4.3 굽힘하중을 받을 때 응력분포

단면적에 작용하는 빔 방향 힘의 합력이 상쇄되는 조건과 모멘트 곡률관계를 고려하면, Fig. 7에 나온 단순 동등 모델의 열린 층의 윗부분으로부터 중립 축까지의 거리  $h_n$ 은 다음과 같다.

$$h_n = \frac{E_o h_o^2 + E_p h_p (2h_o + h_p) + E_c h_c (h_c + 2h_o + 2h_p)}{2(E_o h_o + E_p h_p + E_c h_c)} \quad (6)$$

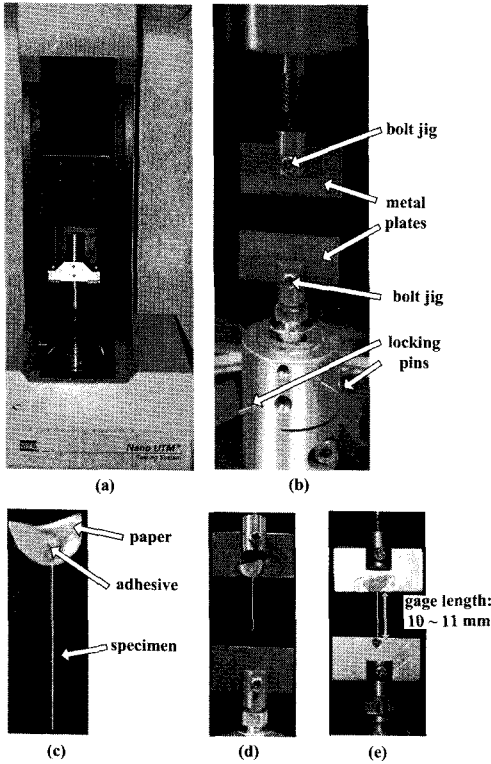


Fig. 8 Tensile testing procedure of the nanohoneycomb beam specimen using NanoUTM. (a) General view (b) Metal plate fastened on bolt jigs. (c) Nanohoneycomb specimen attached to the piece of paper by adhesive. (d) Nanohoneycomb specimen attached to the upper metal plate. (e) Nanohoneycomb structure mounted on the metal plate gripper after alignment. (The images of specimen on Fig. were repainted for ease of observation).

여기서  $E$ 와  $h$ 는 각 층의 영률 및 높이이며, 아래첨자  $o, p, c$ 는 각각 열린 층, 기공 층, 막힌 층을 의미한다.

굽힘 탄성 계수(Effective bending modulus)는 다음과 같다.

$$E_c = \frac{E_o I_o + E_p I_p + E_c I_c}{I_e} \quad (7)$$

여기서  $I_o, I_p, I_c, I_e$ 는 열린 층, 기공 층, 막힌 층, 전체구조물의 2차 관성 모멘트를 의미한다.

열린 층, 기공 층, 막힌 층의 축방향 응력  $\sigma_o, \sigma_p, \sigma_c$ 는 다음과 같이 계산된다.

$$\sigma_o = -\frac{MzE_o}{E_c I_e}, \quad \sigma_p = -\frac{MzE_p}{E_c I_e}, \quad \sigma_c = -\frac{MzE_c}{E_c I_e} \quad (8)$$

여기서  $z$ 는 중립 축으로부터의 거리,  $M$ 은 단면에 작용하는 굽힘 모멘트이다.

## 5. 실험

MTS사에서 제작한 나노-UTM은 작은 시편의 기계적 물성을 측정하기 위해 제작되었으며, 최대 측정 하중은 500 mN이며 50 nN의 하중 분해능을 지닌다. 시편의 단면적이 너무 큰 경우 인장 시험시 시편이 파괴되지 않을 수 있고, 단면적이 너무 작은 시편으로 굽힘 시험을 수행하면 하중이 너무 작고 큰 변형에 따른 비선형 거동이 발생하여 물성 측정을 제대로 못할 수가 있다. AFM으로는 외팔보 굽힘 시험을 편리하게 수행할 수 있다. 따라서 시편의 크기는 각각의 시험에 적합하도록 서로 다르게 제작하였다.

### 5.1 나노-UTM을 사용한 인장시험

매우 작은 시편의 인장시험 방법이 알려져 있으며 [11-13], 연성이 강한 재료에 대해서는 좋은 시험방법이다. 하지만 취성이 매우 강한 시편의 경우 시편을 고정하는 과정에서 발생하는 매우 작은 하중에 의해서 의도하지 않은 파괴가 많이 발생한다. 따라서 본 연구에서 사용하는 시편으로 인장하중을 측정하기 위한 방법을 고안하였다. Fig. 8에 시험과정을 나타내었다. 실제 시편은 매우 가늘고 약간 투명하기 때문에 사진으로 관찰하기가 어렵다. 이해의 편의를 위해서 사진에서만 시편형상을 두껍게 덧칠하였다. Fig. 8(a)에는 나노-UTM의 모습이 나와 있다. Fig. 8(b)와 같이 우선 두 장의 금속판을 아래 위의 지그에 볼트로 고정시킨다. Fig. 3(a)에 나와 있는 시편 다발에서 핀셋으로 조심스럽게 시편 하나를 추출한다. 그 후 Fig. 8(c)와 같이 작은 종이 위에 접착제로 시편을 고정시킨 다음, Fig. 8(d)와 같이 윗부분의 금속판에 접착시킨다. 윗부분의 지그를 아래로 내린 후, 윗부분의 금속판의 위치를 조정하여 시편의 방향이 연직선과 평행하도록 한다. 그 후 Fig. 8(e)와 같이 아래 부분을 아래쪽 금속판에 접착시킨다. 시편의 길이는 10 ~ 11 mm이고, 폭은 58  $\mu$ m, 두께는 42  $\mu$ m이었다.

### 5.2 나노-UTM을 사용한 굽힘 시험

Fig. 9에 나노-UTM을 이용한 3점 굽힘시험 과정을 나타내었다. 아랫부분 지지대의 거리는 7 mm, 시편의 폭 및 두께는 각각 140, 94  $\mu$ m이었다. 굽힘 시험시 최대 가할 수 있는 변위는 1.75 mm이며, 하중 제어 방식을 사용하였다. 예비 시험에서 0.1 ~ 1.0 mN/s 사이의 하중속도에서 하중속도에 따른 측정 물성의 차이는 미미하였기 때문에, 본 시험은 0.5 mN/s의 하중속도에 대해서만 수행하였다. 막힌 층이 위, 아래 있을 경우 각각 구별하여 시험을 수행하였다.

### 5.3 원자현미경을 사용한 굽힘 시험

Fig. 10에 원자현미경을 사용한 외팔보 굽힘 시험방법을

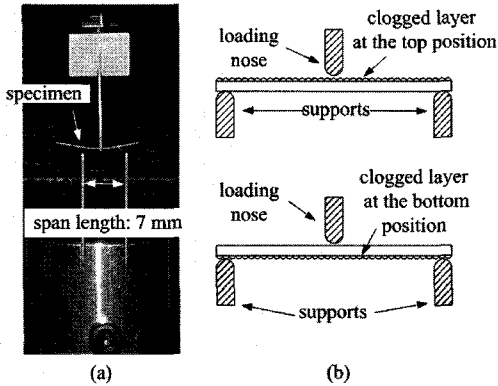


Fig. 9 Three-point bending test fixture.

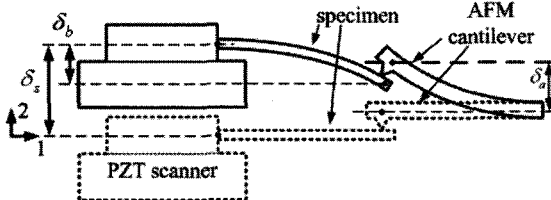


Fig. 10 Schematic diagram of the bending test procedure in AFM.

나타내었다. PZT 스캐너가 2 방향으로 이동하면서 광 감지 장치가 원자현미경 외팔보의 수직 방향 변위  $\delta_b$ 를 측정한다. 나노 허니컴 빔의 변형량  $\delta_b$ 는  $\delta_s - \delta_b$ 가 된다. 여기서  $\delta_s$ 는 PZT 스캐너의 접촉지점으로부터 이동량이다.

나노허니컴 빔에 작용된 하중은 다음과 같이 계산된다.

$$F = k_b \cdot \delta_o \tag{9}$$

여기서  $k_b$ 는 원자현미경 외팔보의 굽힘 탄성 계수이다. 본 연구에서는 사용된 원자현미경 외팔보는 세이코사에서 제작되었고, 굽힘 탄성계수는 45 N/m 이다. 또한 다이아몬드가 코팅되었다. 측정에 사용된 나노허니컴 시편의 길이는 1.5 mm, 두께는 40  $\mu\text{m}$ , 폭은 각각 41, 52, 72.5, 93  $\mu\text{m}$ 이다.

### 6. 결과 및 토의

Table 1에 인장시험 결과를 정리하였다.  $5.0 \times 10^{-6}$ ,  $1.0 \times 10^{-5}$ ,  $5.0 \times 10^{-5}$ ,  $1.0 \times 10^{-4}$ /s의 인장률 변형 속도에서 인장시험을 수행하였으며, 변형 속도에 따른 물성의 차이는 존재하지 않았다. 20개의 시험결과를 비교하였으며, 영률의 평균값은 40 GPa이고, 인장하중을 단순한 직사각형 단면적 ( $58 \times 42 \mu\text{m}^2$ )으로 나눈 공칭 파괴 강도(nominal fracture strength)의 평균은 150 MPa이었다.

Table 1 Tensile Testing Results using Nano-UTM

Number of samples		20
Strain rate (/s)		$5.0 \times 10^{-6} \sim 1.0 \times 10^{-4}$
Young's modulus(GPa)	Average	40
	Minimum value	36
	Maximum value	46
	Standard deviation	3.0
Nominal fracture strength(MPa)	Average	150
	Minimum value	120
	Maximum value	200
	Standard deviation	23

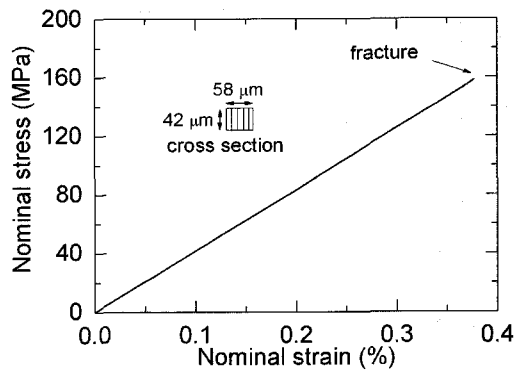


Fig. 11 Stress-strain relation in tensile test using Nano-UTM.

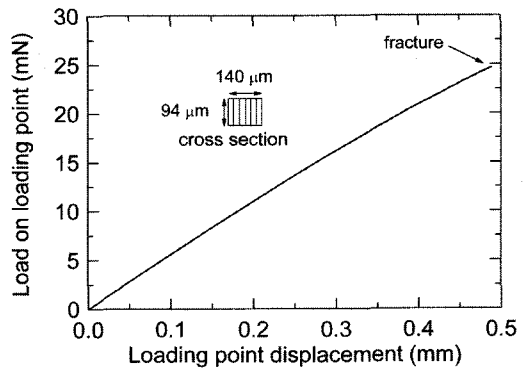


Fig. 12 Load-displacement relation in bending test using Nano-UTM.

Fig. 11에 대표적인 응력-변형률 결과를 나타내었으며 선형성이 매우 높음을 알 수 있다.

Table 2에 나노-UTM을 이용한 굽힘 시험결과를 정리하였다. 하중 제어 방식으로 시험을 수행하였다. 굽힘 탄성계수의 분포는 막힌 층의 위치의 영향을 크게 받지 않았으나, 막힌 층이 위에 위치할 경우의 파괴하중이 아래 위치할 경우보다 높았다. Fig. 12에는 굽힘 시험시 하중-변위 곡선을 나타내었다. 높은 선형성을 보임을 알 수 있다. Fig. 13에는 AFM을 이용한 굽힘 시험결과를 나타내었다. 막힌 층이 모두 아래 부분에 위치한다.

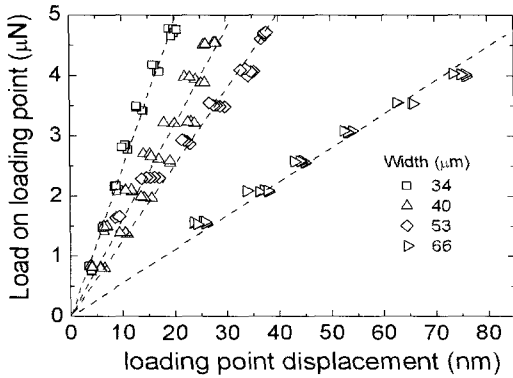


Fig. 13 Load-displacement relation from bending tests using AFM. The gradient is the bending stiffness of the specimens.

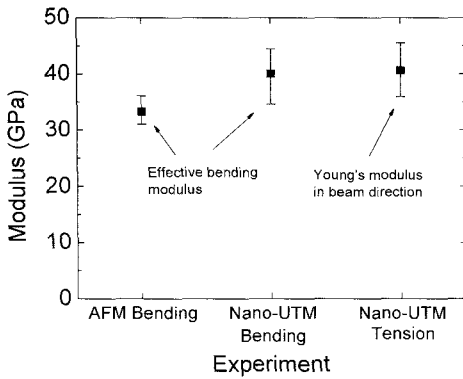


Fig. 14 Comparison of moduli.

각각의 점들은 각 실험에서 최종 하중 및 변위를 나타낸다.

Fig. 14에 각 탄성계수를 비교한 결과를 나타내었다. 원자현미경과 나노-UTM을 이용한 굽힘 시험의 굽힘 탄성계수, 인장 시험결과에서 계산한 영률을 비교하였다. 굽힘 시험의 경우, 막힌 층이 윗부분에 있는 경우와 아래 부분에 있는 경우의 실험 결과의 차이가 없기 때문에 모두 합쳐서 나타내었다. 인장 및 굽힘 시험 결과로 얻은 탄성계수의 차이는 별로 없으나, AFM을 이용한 실험결과는 다른 실험결과에 비해 작게 나왔다.

Fig. 15에 시편의 단면을 단순한 직사각형으로 가정하여 구한 열린 층의 공칭파괴강도(Nominal fracture strength)를 비교하였다. 공칭파괴강도는 막힌 층의 위치에 영향을 받았다. 막힌 층이 윗부분에 있는 경우보다 아래에 있는 경우 파괴강도가 크게 나타났다. 이 현상은 구조물의 형상과 균열진전 현상으로 설명할 수 있다. 막힌 층이 아래 부분에 있는 경우, 굽힘 하중을 받는 경우 막힌 층은 인장력을 받는다, 그 경우 막힌 층의 노치는 균열 시작점의 역할을 하고, 인장하중에 의해서 균열이 진전될 수 있다. 하지만 막힌 층이 아래 부분에 위치하면 이 부분은 압축하중을 받게 되어서, 균열이 진전하지 않는다. 이로 인해서 파괴강도가 증가한다.

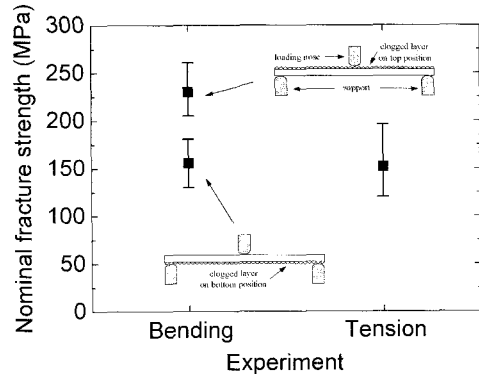


Fig. 15 Comparison of the nominal fracture strength of the porous layer.

Table 2 Bending Testing Results using NanoUTM

		Loading rate (mN/s)	
		0.5	
Clogged layer at top position	Bending modulus(GPa)	Number of sample	
		12	
		Average	
		38	
		Minimum value	
	35		
	Maximum value		
	40		
Fracture load per unit width (mN/μm)	Standard deviation		
	1.7		
	Average		
	0.19		
	Minimum value		
0.17			
Maximum value			
0.21			
Standard deviation			
0.016			
Clogged layer at bottom position	Bending modulus (GPa)	No. of sample	
		18	
		Average	
		42	
		Minimum value	
	44		
	Maximum value		
	37		
	Standard deviation		
	1.9		
Fracture load per unit width(mN/μm)	Average		
	0.13		
	Minimum value		
	0.11		
	Maximum value		
0.15			
Standard deviation			
0.011			

Table 3에 유한요소 해석 및 나노허니컴 인장시험결과를 이용한 알루미늄 영률의 계산결과가 나와 있다. 인장시험 결과 나노허니컴의 빔 방향 영률의 평균값은 40 GPa 이었다. 나노허니컴의 각각의 셀 (Fig. 5참조)에 인장 유한요소 해석을 수행하여 실제 구조물의 인장거동을 분석할 수 있다. 이를 나노허니컴 구조물의 인장시험결과와 비교하면, 나노허니컴을 구성하는 알루미늄의 영률을 추정할 수 있다. 해석결과 약 49 GPa이었다. 일반적으로 많이 사용하는 다결정(Poly crystal) 알루미늄의 영률은 350 ~ 390 GPa이다 [14]. 이는 나노허니컴에 사용되는 알루미늄이 다결정 알루미늄과 다르다는 것을 의미한다. 또한 밀도를 비교하여도 쉽게 알 수 있다. 다결정 알루미늄의 밀도는 3.99 g/cm<sup>3</sup> 이고,

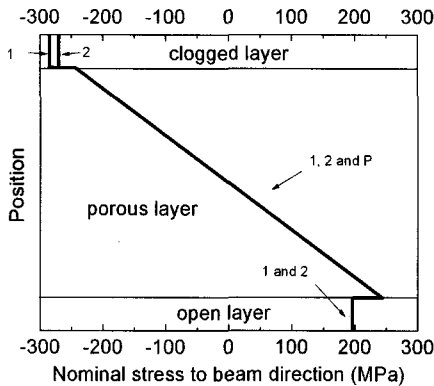


Fig. 16 Nominal stress distribution on each layer for three-point bending specimen.

Table 3 Calculation of Young's modulus of alumina in the beam direction by tensile simulation of the unit cell of nanohoneycomb structures. The total height is 42 mm.

Pore arrangement direction relative to the beam axis		1	2
Force-supporting ratio	Open layer	1 / 1500	1 / 4200
	Porous layer	1	1
	Clogged layer	1 / 780	1 / 780
Young's modulus in the beam direction (GPa)	Nanohoneycomb	40.0	40.0
	Alumina	48.5	48.7

Table 4 Height and Young's modulus of the simple model.

Layer	Pore arrangement direction to beam axis	Young's modulus (GPa)	Height (μm)
Open layer	1	32.2	0.0348
	2	32.2	0.0347
Clogged layer	1	44.3	0.0348
	2	46.7	0.0347

나노허니컴에 사용된 알루미늄의 밀도를 측정한 결과 2.32 ~ 2.50 g/cm<sup>3</sup> 이었다. Xia Z[15] 등은 나노미터 크기의 기공이 있는 양극산화 알루미늄에 대해서 인텐테이션 시험을 수행하여 영률을 측정하였으며 평균값은 140 GPa이었다. 이 결과는 본 논문 결과와는 매우 다른 경향을 보인다. 이는 나노허니컴을 이루는 알루미늄은 등방성이 아님을 의미한다. Xia Z[15] 등이 구한 알루미늄의 영률은 기공방향으로의 영률이고, 본 논문에서 구한 영률은 기공의 수직방향의 영률이다. 이러한 비등방성의 이유는 Al<sup>3+</sup>과 O<sup>2-</sup>의 구성비가 영역에 따라 다르기 때문이다. 홀 주위로 갈수록 O<sup>2-</sup>의 농도가 많아진다[16]. 이러한 이유로 Al<sup>3+</sup>과 O<sup>2-</sup>의 비 균일한 분포로 나노허니컴 구조물 알루미늄의 비등방성이 유발된다. 또한 알루미늄을 제거하는 공정에서 사용되는 염화수은용액이 시편의

표면을 많이 손상시키는데 이 과정에서도 알루미늄의 기계적 물성이 많이 감소하는 것으로 판단된다.

막힌 층과 열린 층이 지지하는 하중은 기공 층이 지지하는 하중과 비교하면 매우 미미하기 때문에, 나노허니컴 구조물이 인장하중을 받을 때 나노허니컴 구조물의 빔 방향의 영률은 기공 층의 영률과 동일하다. 또한 열린 층 및 막힌 층의 단순 모델에 대한 높이 및 영률을 유한요소 해석 및 식 (1), (2)를 이용하여 계산하였으며 Table 4에 결과가 나와 있다. 열린 층의 경우, 기공의 정렬방향에 따른 높이 및 영률의 차이는 거의 없었다. 하지만 막힌 층의 경우 약간의 차이가 있었다. 또한 굽힘 탄성계수와 기공 층의 영률은 거의 비슷하였다. 나노허니컴에서 막힌 층 및 열린 층의 존재 여부는 굽힘 하중에서 중립축의 위치를 결정하는데 영향을 끼치지 못하였다. 따라서 나노허니컴 구조물이 굽힘하중을 받을 때, 기공 층만 고려하면 되기 때문에 분석이 매우 단순해진다.

Fig. 16은 3점 굽힘 실험 시 파괴하중까지의 응력을 받을 때, 단순모델의 가운데 하중을 받는 지점의 빔 방향 응력분포를 나타낸다. 여기서 1, 2는 나노허니컴의 기공이 빔 방향에 대해서 모두 1 또는 2방향으로 일치할 때를 뜻하고, P는 나노허니컴 구조물이 막힌 층, 열린 층 없이 기공 층만 존재 할 경우 굽힘 응력 분석결과이다. 기공의 정렬 방향에 따른 열린 층 및 기공 층의 응력분포차이는 거의 없었다. 하지만 막힌 층에서는 약간의 차이가 있었다. 또한 열린 층과 막힌 층의 존재여부도 굽힘 하중 하에서 기공 층의 응력분포에 영향을 끼치지 않았다.

### 7. 결론

나노 UTM을 사용하여 나노허니컴 구조물의 인장 및 굽힘 거동을 살펴보았으며, 원자현미경을 통하여 굽힘거동을 살펴보았다.

매우 취성이 강한 나노허니컴 구조물의 인장시험을 하기 위한 새로운 고정방법을 제시하여 시험을 성공적으로 수행하였으며, 이러한 방법을 통하여 다른 취성이 강한 구조물도 시험을 할 수 있다. 인장변형률 속도는 영률이나 공칭파괴강도에 영향을 끼치지 않았다. 하지만 얻은 물성의 편차는 일반적인 인장시험의 결과와 비교하였을 때 비교적 컸다. 따라서 이러한 매우 작은 구조물로 물성을 측정하려면 비교적 많은 시험결과가 필요하다.

막힌 층 및 열린 층이 기공 층의 응력분포에 끼치는 영향은 매우 미미하였다. 따라서 인장이나 굽힘 하중에서는 기공 층만 고려해도 되므로, 나노허니컴의 굽힘 거동 분석이 매우 단순해진다.

열린 층 및 막힌 층의 굽힘 강성 증가효과는 매우 미미하기 때문에, 굽힘 탄성계수는 빔 방향으로의 기공 층의



영률과 같다고 가정할 수 있다. 하지만 막힌 층의 형상으로 인해서 막힌 층에서 균열이 발생한다. 막힌 층에 인장하중이 작용하면 압축하중이 작용할 때보다 굽힘 시 파괴강도가 감소한다. 따라서 나노허니컴 구조물을 사용하려면 막힌 층을 제거하거나 막힌 층이 압축하중을 받도록 해야 한다.

### 감사의 글

이 연구는 한국과학재단의 국책 연구과제 R01-2006-000-10585-0 (2006)에 의해 수행되었으며, 지원에 감사드립니다.

### 참고문헌

- 1) Hynes AM et al., "Recent advances in silicon etching for MEMS using the ASE process," *Sensor Actuat. A-Phys.*, Vol. 74, No. 13, 1999, pp. 13-17.
- 2) Gad-el-Hak Mohamed et al., "The MEMS handbook," Chap. 17, CRC Press, 2002.
- 3) Masuda H. et al., "Ordered metal nanohole arrays made by a two-step replication of honeycomb structures of anodic alumina," *Science*, Vol. 268, 1995, pp. 1466-1468.
- 4) Nielsch K et al., "Hexagonally ordered 100 nm period nickel nanowire arrays," *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 79, 2001, pp. 1360-1362.
- 5) Karnhag R et al., "Oxidation kinetics of nickel particles: comparison between free particles and particles in an oxide matrix," *Solar Energy*, Vol. 68, 2000, pp. 329-333.
- 6) Che G et al., "Carbon nanotube membranes for electrochemical energy storage and production," *Nature*, Vol. 393, 1998, pp. 346-349.
- 7) Che G et al., "Chemical vapor deposition based synthesis of carbon nanotubes and nanofibers using a template method," *Chem. Mater.*, Vol. 10, 1998, pp. 260-267.
- 8) Zhang ZB et al., "Processing and characterization of single-crystalline ultrafine bismuth nanowires," *Chem. Mater.*, Vol. 11, 1999, pp. 1659-1665.
- 9) Sauer G et al., "Highly ordered monocrystalline silver nanowire arrays," *J. Appl. Phys.*, Vol. 91, 2002, pp. 3243-3247.
- 10) Jee SE et al., "Fabrication of microstructures by wet etching of anodic aluminum oxide substrates," *Chem. Mater.*, Vol. 17, 2005, pp. 4049-4052.
- 11) MTS Nano Instruments Innovation Center, "Nano bionix/UTM universal testing system User Manual," MTS, 2005.
- 12) Hur YH et al., "Measurement of mechanical properties for micro-scaled specimen," *Workshop on the Mechanical properties of Nano-Structured Materials*, KRISS, 2003.
- 13) Tan EPS et al., "Tensile testing of a single ultra fine polymeric fiber," *Biomaterial*, Vol. 26, 2005, pp. 1453-1456.
- 14) Dörre E et al., "Alumina," *Springer-Verlag*, 1984.
- 15) Xia Z et al., "Mechanical properties of highly ordered nanoporous anodic alumina membranes," *Rev. Adv. Mater. Sci.*, Vol. 6, 2004, pp. 131-139.
- 16) Jessensky O et al., "Self-organized formation of hexagonal pore arrays in anodic alumina," *App. Phys. Lett.*, Vol. 72, No. 10, 1998, pp. 1173-1175.