

압입속도의 변화에 따른 탄성계수와 경도의 오차 연구

이규영^a · 이찬빈^b · 김수인^a · 이창우^{a*}

^a국민대학교 물리학과, 서울 136-702

^b상명대학교 사범대학 부속여자고등학교, 서울 110-743

(2010년 6월 21일 받음, 2010년 9월 15일 수정, 2010년 9월 16일 확정)

나노 소재의 물성을 측정하기 위하여 대부분의 연구 그룹에서는 크게 두 가지 분석 기법인 분광학을 이용한 분석과 나노트라이볼로지를 이용한 분석을 사용하고 있다. 분광학을 이용한 분석에는 NMR (Nuclear Magnetic Resonance), IR (Infrared Spectroscopy), Raman 등이 대표적이라 할 수 있고, 나노트라이볼로지를 이용한 분석에는 AFM (Atomic Force Microscope), EFM (Electrostatic Force Microscope), KFM (Kelvin Force Microscope), Nanoindenter 등의 탐침을 이용한 측정 기법이 대표적이다. Nanoindenter는 물질의 탄성 및 경도를 측정 할 수 있으며 이를 통해 물질의 특성을 연구 하는 데에 사용된다. 그러나 이런 Nanoindenter의 압입 실험에서 압입 조건 등의 통제 변수가 다르면 그 결과 값도 바뀌는 것을 볼 수 있는데 본 실험에서는 이런 압입 조건 중 Load - Hold - Unload force의 속도 및 시간을 변화시켜 물질의 탄성계수와 경도가 어떠한 차이를 가지는지 연구하였다.

주제어 : 나노트라이볼로지, 나노인텐터, 트리보인텐터, 탄성계수, 경도

I. 서 론

나노 소재의 물성측정 연구에 사용되어지는 nanoindenter는 나노크기 물질의 탄성계수와 경도 등의 기계적 성질을 측정하기 위한 실험 장치이다. 나노 크기의 압입자(indenter)를 정해진 하중으로 시편의 표면에 압입, 압입하중과 표면으로부터의 압입깊이 등을 측정하여 이로부터 시편의 탄성계수와 경도를 구할 수 있다. 보통 물질의 탄성계수와 경도에 영향을 미치는 요인 중 하나는 잔류응력에 있다고 알려져 있다 [1-2]. 따라서 nanoindenter로 물성을 측정 실험 시 잔류응력 부분을 고려해야 할 필요가 있다.

이 논문에서는 nanoindenter 측정시 잔류응력으로 인하여 시료 측정에서 발생하는 오차를 확인하였다. 이를 위하여 polishing된 Al (Aluminium)을 사용하였으며, 결정은 (100)으로 성장된 시편을 사용하였다. 일반적으로, 실험에서 사용된 알루미늄은 외부에서 인가된 힘에 대하여 힘이 가해진 총 시간에 따라서 물질의 물성이 다르게 측정되는 것으로 알려져 있다. 따라서 nanoindenter 측정 시 압입 조건 중 Load - Hold - Unload force의 속도 및 시간을 변화시켜 물질의 탄성계수와 경도가 속도나 holding 구간

의 유무에 따라 어떠한 차이를 가지는지 알아보았다.

II. 실험

Triboindenter는 나노 크기의 물질의 탄성 계수와 경도의 물성을 측정하기 위한 실험 장비로서 나노 크기의 압입자를 실험자가 지정한 압입력으로 시료 표면을 압입하고 그 압입력에 의한 하중과 시료 표면으로부터 얻어진 압입깊이를 이용하여 시료의 탄성계수와 경도를 구할 수 있다. 실험에 사용된 장비는 Hysitron사의 Triboindenter를 이용하여 측정하였고 압입팁은 Berkovich tip을 사용하였다. 최대 압입력은 8 mN으로 측정하였다.

물질의 탄성계수는 I. N. Sneddon에 유도된 다음의 식으로부터 구해진다 [3-5].

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \tag{1}$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}} \tag{2}$$

* [전자우편] cwlee@kookmin.ac.kr

여기서 S (Stiffness)는 Load force- Displacement 그래프에서 Unloading 곡선의 초기 기울기이며, A는 압자와 시편의 접촉면적, E_r 은 압자와 시료와 탄성계수, P는 압입력, h는 압입깊이이다. 식 (2)에서 β 는 압자의 모양에 따른 보정상수 값으로 Berkovich tip은 1.034의 값을 가진다.

환산탄성계수 E_r 은 시료와 압자의 Poisson's Ratio로부터 얻어낼 수 있다.

$$\frac{1}{E_r} = \left(\frac{1-\nu_s^2}{E_s}\right) + \left(\frac{1-\nu_i^2}{E_i}\right) \quad (3)$$

(3) 식에서 E_s, E_i 는 시편과 압자의 탄성계수이며 ν_s, ν_i 는 시편과 압자의 Poisson's Ratio이다.

한편 시료의 경도는 압입하중 P와 환산 접촉면적 A의 비율로 나타낸다 [6].

$$H = \frac{P}{A} \quad (4)$$

이 때 A는 접촉깊이(h_c)와 압자의 모양에 따라 달라진다.

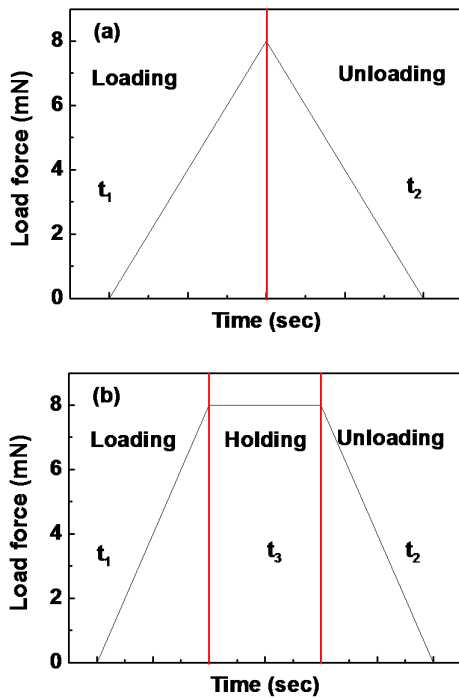


Figure 1. Quasi-static load function editor according to load, hold, unload step and time. (a) load-unloading, and (b) load-hold-unloading

Berkovich tip인 경우 A는 다음으로 알려져 있다 [7-8].

$$A = 23.897h_c^2$$

이 때 h_c 는 압입깊이로 총 변형량(h_{max}) - 탄성 변형량 (h_e)것 이므로 및 S를 이용하여 다음과 같은 식으로 나타낼 수 있다.

이 때 ϵ (압자선단 형상 상수)은 Berkovich tip에서 약 0.75를 갖는다.

$$h_c = h_{max} - \epsilon \frac{P}{S} \quad (6)$$

이 실험에서는 Hysitron사의 Triboindenter 장비에 Berkovich tip을 장착하여 사용하였으며 이로부터 앞의 식을 이용하여 탄성계수와 경도를 측정하였다. 측정은 크게 두 가지 그룹으로 나누어 최대 인가 압력을 정해진 시간동안 유지해주는 Holding 구간이 없는 그룹(a)과 Holding 구간이 있는 그룹(b)으로 나누었으며(Fig. 1의 (a)와 (b) 참조) 두 그룹 모두 인가압력 (0 mN)에서 최대 인가압력(8 mN) 까지 도달하는 시간(t_1), 최대 인가 압력을 유지하는 Holding 구간의 시간(t_3), 최대 인가압력에서 인가 압력 0 mN으로 도달하는 시간(t_2) 모두 각각 5, 100, 200초(s)로 고정시켜 측정하여 실험하였다.

III. 결과 및 고찰

Fig. 2와 Fig. 3은 압입 속도에 따른 Load force - Displacement의 그래프이다. 이 때 Fig. 2와 Fig. 3에서

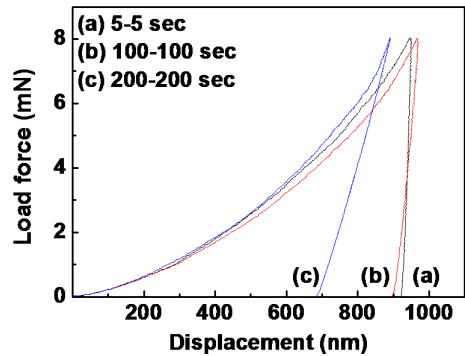


Figure 2. Displacement according to load-unload time on the samples. (a) 5s, (b) 100s, and (c) 200s.

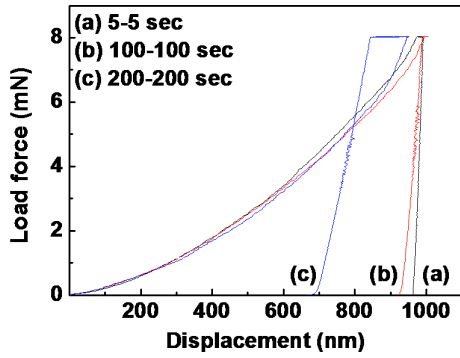


Figure 3. Displacement according to load-hold-unload time on the samples. (a) 5s, (b) 100s, and (c) 200s.

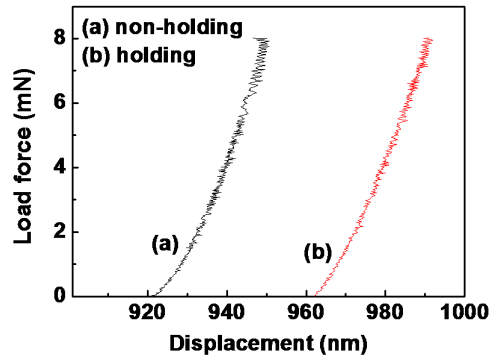


Figure 4. Unloading graph of according to hold time (load and unload time is same 5s). (a) 0s, and (b) 5s.

Table 1. Result of Elastic modulus and hardness according to quasi-static load function.

DATA		Er(GPa)	H(GPa)
non holding	(a)	80.52615	0.36095
	(b)	27.24733	0.365526
	(c)	14.77	0.404136
holding	(a)	64.72376	0.332774
	(b)	16.19029	0.498939
	(c)	14.16768	0.565746

Unloading 구간이 변화한 것을 볼 수 있었다. 두 그림 모두 최대 압입력은 8 mN으로 동일하게 적용하여 실험을 실시하였다. Unloading 후 시료 표면이 복원되면서 일정 부분 시료가 복원되고 이는 압입력이 제거된 후 압입깊이의 변화를 측정하여 확인 할 수 있다 하지만 이러한 측정은 시료 내의 잔류응력에 의하여 일정부분 오차를 발생하게 된다. Fig. 2와 3의 (a)와 (b)에서는 Unloading 후 시료 구간에서 같은 압입력을 받았을 때 접촉 깊이가 크게 변화하지 않았음을 볼 수 있었으나, (c)는 (a), (b)와 달리 같은 압입력에 대하여 (a), (b)에 비교하여 압입깊이가 상당히 작아지는 것을 볼 수 있었다. 이는 Loading 및 Unloading 구간에서 압입력의 변화율을 다르게 하였을 때 시료 내의 잔류응력에 영향을 주어 시료의 측정이 다르게 나타나는 것으로 사료된다.

또 Fig. 3에서 보듯이 Holding 구간을 주었을 때, Fig. 3의 (a), (b)와 같이 Holding 구간 내에서 holding 시간에 따라 같은 load force를 줘에도 불구하고 Displacement가 줄어드는 현상을 볼 수 있는데 이는 Holding의 시간이 충분히 크지 않은 경우 압입에 따른 관성력으로 인해 물질이

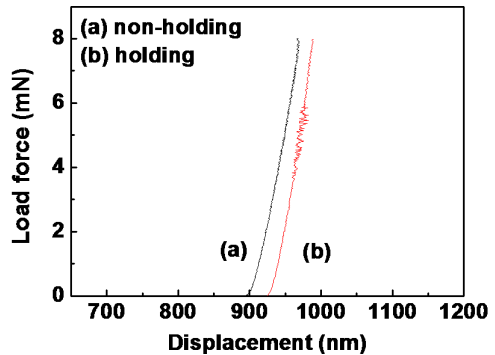


Figure 5. Unloading graph of according to hold time (load and unload time is same 100s). (a) 0s, and (b) 100s.

복원하려는 반발력과 관성력이 같아 Displacement의 변화가 없었으나 Holding의 시간이 충분히 커지면 관성력이 점차 감소하고 그 결과 물질의 복원력이 더 커져서 Displacement가 작아지는 것을 예상할 수 있었다.

이 실험을 통하여 측정된 탄성계수와 경도를 다음 Table 1로 덧붙였다. Table 1을 보면 Load force의 속도가 빠를수록 탄성계수의 증가를 확인할 수 있다. 압입 속도가 빠를수록 물질에 생기는 잔류응력이 높아져 탄성계수 값이 높게 나온 것이다.

특히 물질의 경도보다는 탄성계수가 더 영향을 받는데 이는 탄성계수는 경도에 비해 더 물질의 잔류응력에 관계가 깊기 때문이다. Fig. 4~6은 Holding 구간의 유무에 따라 Unloading의 속도가 같은 데이터의 Unloading구간을 겹쳐 그린 그래프이다. 그래프를 보면 같은 속도로 압입하였다고 하더라도 Holding 구간의 유무에 따라 그래프의 위치와 기울기가 다르게 나온다는 것을 확인할 수 있었다.

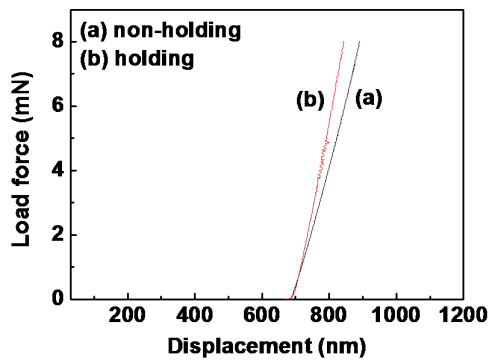


Figure 6. Unloading graph of according to hold time (load and unload time is same 200s). (a) 0s, and (b) 200s.

특히 Fig. 4에서 6으로 갈수록 Holding 구간의 시간이 길어지는데 Holding 구간의 시간이 길어질수록 Unloading의 그래프의 위치 변화가 점점 줄어든다. Table 1에서 보면 Holding 구간이 있는 경우 Holding 구간이 없는 구간 보다 상대적으로 탄성계수 값이 상이하게 측정되는 것을 확인 할 수 있으며 이는 측정 중에 삽입된 Holding 구간이 Loading 구간에서 생긴 잔류응력을 감소시키는 역할을 하여 상이한 측정 결과를 나타내는 것으로 사료된다.

IV. 결 론

물질의 탄성계수와 경도 측정은 압입시험 중 생기는 잔류

응력에 관계한다는 것이 알려졌다. 본 연구에서 압입 속도가 빠르면 빠를수록 잔류응력의 증가로 물질 본연의 탄성계수와 경도의 오차가 크다는 것을 알 수 있었다. 따라서 보다 오차가 작은 값을 확인하려면 압입 시험 중 Load force 속도를 낮추어 주거나, Hold 구간을 주어 오차를 줄이는 방법을 고안했으며 이 방법으로 오차를 줄일 수 있었다.

참고문헌

- [1] 현홍철, 김민수, 이진행, 이형일, 대한기계학회 **33**, 859 (2009).
- [2] I. C. Noyan and J. B. Cohen, “*residual stress*,” (Springer-Verlag, New York 1987).
- [3] I. N. Sneddon, J. Eng. Sci. **3**, 47 (1965).
- [4] M. F. Doerner and W. D. Nix, J. Mater. Res. **1**, 601 (1986).
- [5] W. C. Oliver and G. M. Pharr, J. Mater. Res. **7**, 1564 (1968).
- [6] 고성현, 이대웅, 지상은, 박현철, 이건홍, 황운봉, 대한기계학회 2004년도 춘계학술대회 강연 및 논문 초록집 144 (2004).
- [7] 김수인, 이창우, 한국진공학회지 **17**, 113 (2007).
- [8] 김수인, 이창우, 한국진공학회지 **17**, 544 (2008).

The Measurement Errors of Elastic Modulus and Hardness due to the Different Indentation Speed

Kyu Young Lee^a, Chan Bin Lee^b, Soo In Kim^a, and Chang Woo Lee^{a*}

^a*Department of Physics, Kookmin University, Seoul 136-702*

^b*SangMyung University Girls' High School, Seoul 110-743*

(Received June 21, 2010, Revised September 15, 2010, Accepted September 16, 2010)

Most research groups used two analysis methods (spectroscopy and nanotribology) to measure the mechanical properties of nano-materials: NMR (Nuclear Magnetic Resonance), IR (Infrared Spectroscopy), Raman Spectroscopy as the spectroscopy method and AFM (Atomic Force MicroScope), EFM (Electrostatic Force Microscope), KFM (Kelvin Force Microscope), Nanoindenter as the nanotribological one. Among these, the nano-indentation technique particularly has been recognized as a powerful method to measure the elastic modulus and the hardness. However, this technique are prone to considerable measurement errors with pressure conditions during measurement. In this paper, we measured the change of elastic modulus and hardness of an Al single crystal with the change of load, hold, and unload time, respectively. We found that elastic modulus and hardness significantly depend on load, hold, and unload time, etc. As the indent time was shortened, the elastic modulus value decreased while the hardness value increased. In addition, we found that elastic modulus value was more sensitive to indent load, hold, and unload time than the hardness value. We speculate that measurement errors of the elastic modulus and the hardness originate from the residual stress during indenting test. From our results, the elastic modulus was more susceptible to the residual stress than the hardness. Thus, we find that the residual stress should be controlled for the minimum measurement errors during the indenting test.

Keywords : Nanotribology, Nanoindenter, Triboindenter, Elastic modulus, Hardness

* [E-mail] cwlee@kookmin.ac.kr