

# 나노인덴테이션과 유한요소법을 결합한 철 분말의 기계적 물성 취득

정혁재 · 이동준 · 윤은유<sup>a</sup> · 이언식<sup>b</sup> · 김낙준<sup>c</sup> · 김형섭\*

포항공과대학교 신소재공학과, <sup>a</sup>한국 재료연구소 경량금속단 변형제어연구실,  
<sup>b</sup>포항산업과학연구원, <sup>c</sup>포항공과대학교 철강대학원

## Obtaining Mechanical Properties of Fe Powder Using a Combined Nanoindentation and the Finite Element Method

Hyeok Jae Jeong, Dong Jun Lee, Eun Yoo Yoon<sup>a</sup>, Eon Sik Lee<sup>b</sup>,  
Nack Joon Kim<sup>c</sup> and Hyeong Seop Kim\*

Department of Materials and Engineering, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Korea

<sup>a</sup>Korea Institute of Materials Science, Light Metal Division, Materials Deformation Department, Changwon, Korea

<sup>b</sup>Research Institute of Industrial Science and Technology, Pohang, Korea

<sup>c</sup>Graduate Institute of Ferrous Technology, Pohang University of Science and Technology, Pohang, Korea

(Received August 13, 2013; Accepted August 27, 2013)

**Abstract** Stress-strain curves are fundamental properties to study characteristics of materials. Flow stress curves of the powder materials are obtained by indirect testing methods, such as tensile test with the bulk materials and powder compaction test, because it is hard to measure the stress-strain curves of the powder materials using conventional uniaxial tensile test due to the limitation of the size and shape of the specimen. Instrumented nanoindentation can measure mechanical properties of very small region from several nanometers to several micrometers, so nanoindentation technique is suitable to obtain the stress-strain curve of the powder materials. In this study, a novel technique to obtain the stress-strain curves using the combination of instrumented nanoindentation and finite element method was introduced and the flow stress curves of Fe powder were measured. Then obtained stress-strain curves were verified by the comparison of the experimental results and the FEA results for powder compaction test.

**Keywords :** Fe powder, Finite element method, Nanoindentation

### 1. 서 론

분말야금은 금속이나 금속 산화물의 분말을 가열하여 결합시킴으로써 금속재료나 금속가공제품을 만드는 기술로서, 광범위하게는 제조, 소결 외에도 가공, 평가 및 분석까지 포함한다. 분말야금법은 상대적으로 간단한 공정을 통해 복잡한 형상의 제품을 만들 수 있고, 주조에 비해 비교적 낮은 온도에서 사용할 수 있다. 또한 재료의 화학 성분비를 정확하게 준수할 수 있으며, 분말을 균일하게 혼합 시킴으로써 제품의 재질 또한 균일하게 만들 수 있는 등 많은 장점을 가지고 있다.

분말야금의 과정 중 원하는 형상 및 특성을 얻기 위한 성형 공정은 주조 등 여타 성형기법에 비해서는 소규모의 설비로 작업할 수 있으나, 소요되는 비용이 적지 않기 때문에 성형 공정 연구에는 유한요소법 등 전산모사 기법이 주로 이용된다. 그러나 유한요소법을 이용한 분말야금 성형해석에도 문제점이 있다. 응력-변형률 곡선은 재료의 특성을 연구하는데 있어서 기본이 되는 재료의 물성으로, 유한요소해석의 해석 결과를 직접적으로 좌우하는 매우 중요한 요소이다. 그러나 이를 얻기 위해 일반적으로 사용되는 단축인장 및 압축 시험은 시편의 크기나 형상 제한으로 인해 분말재료에 대해 적용되기 어렵기 때문에, 분말재

\*Corresponding Author : Hyoung Seop Kim, TEL: +82-54-279-2150, FAX: +82-54-279-2399, E-mail: hskim@postech.edu

료와 동일한 조성의 벌크재료의 물성이 분말재료와 같다고 간주하고 벌크재료에 대해 인장시험을 실시하거나 압분성형 등을 이용하여 간접적으로 물성을 측정하고 있는 실정이다. 간접적으로 측정된 물성을 이용한 해석으로도 성형공정을 이해하는데 큰 도움이 되지만, 보다 정확하고 실제에 가깝게 해석하기 위해서는 분말의 물성을 직접적으로 측정할 방법을 확립할 필요가 있다.

계장화 나노압입시험(instrumented nanoindentation test)은 Oliver와 Pharr[1]가 실험 결과를 분석하여 경도와 탄성계수를 측정하는 기법을 개발, 소개한 이후 국부적 재료 물성을 측정하는데 널리 사용되고 있는 기법이다. 나노압입시험은 종래의 압입시험에 비해 정확한 시험 결과를 실시간으로 제공할 뿐만 아니라 수십 nm에서 수  $\mu\text{m}$ 에 이르는 매우 작은 영역에 시행할 수 있기 때문에[2] 일반적으로 수십~수백  $\mu\text{m}$ 의 크기인 분말재료의 물성을 충분히 측정할 수 있다. 그러나 나노압입시험을 이용해서 얻을 수 있는 신뢰할만한 정보는 하중-변위 곡선, 탄성계수, 경도 등으로 그다지 많지 않은 실정이며, 이를 극복하기 위해 나노압입시험 결과를 분석하여 보다 많은 재료물성을 얻고자 하는 연구들이 이루어지고 있다[3-5]. 나노압입시험으로부터 응력-변형률 곡선을 추출하는 것은 그러한 시도의 일환으로, 본 연구에서는 나노압입시험과 유한요소해석 및 수치해석기법을 병용하여 철분말의 응력-변형률 곡선을 취득하고 이를 검증하였다.

## 2. 실험방법

포항산업과학연구원에서 생산한 순철 분말재를 이용하여 실험을 진행하였다. SEM으로 관찰한 결과 분말의 크

기는 약 150~180  $\mu\text{m}$ 인 것으로 확인되었다.

철분말의 물성을 취득하기 위하여 큐브 코너 압입자를 장착한 Agilent G200 나노압입시험기로 철분말에 나노압입 시험을 시행하였다. 특정 철분말의 물성만이 반영되는 오류를 피하기 위하여 여러 철분말에 끌고루 나노압입시험을 시행하였고, 변위 제어 조건 하에 실시된 각 시험의 최대 변위는 1400 nm, 최대 하중에서의 하중 유지 시간은 10초이다.

동일한 나노압입시험 공정을 상용 탄소성 유한요소해석 코드인 ABAQUS 6.11을 사용하여 해석하였다. 큐브 코너 압입자와 동일한 접촉면적을 지니는 원뿔 모양 압입자를 사용할 경우, 큐브 코너 압입자를 이용한 나노압입시험 결과와 동일한 결과를 얻을 수 있으므로[2], 연산시간을 절감하기 위하여 3차원 해석 대신 2차원 축대칭 해석을 하였다. 이 때 압입자의 반각은 42.28°이며, 실제 다이아몬드 압입자의 탄성계수는 약 1240 GPa로 재료에 비해 매우 높기 때문에 압입시험 중 압입자의 변형을 무시할 수 있으므로 압입자는 강체로 가정하였다. 철분말은 CAX4R 요소 5200개로 구성되어 있으며, 압입자 바로 아래의 요소 크기를 줄여 초기 변형을 잘 반영할 수 있도록 고려하였다.

본 연구에서 나노압입시험을 통해 얻은 하중-변위 곡선을 분석하여 재료의 응력-변형률 곡선을 취득한 방법은, 파악되지 않은 요소가 있을 때 해당 요소를 직접 추적하는 것이 아니라 요소에 의해 발생한 현상을 모사를 통해 재현함으로써 간접적으로 요소를 파악하는 역해석 기법을 두고 있다[4]. 본 연구에서 최종적으로 얻고자 하는 요소는 재료의 응력-변형률 곡선이다. 재료에 나노압입 시험을 시행하면 재료의 물성, 즉 응력-변형률 곡선을 반영하는 하중-변위 곡선이라는 현상이 나타나게 되는데, 동일한 조건의 나노압입시험을 유한요소법으로 해석하여 얻

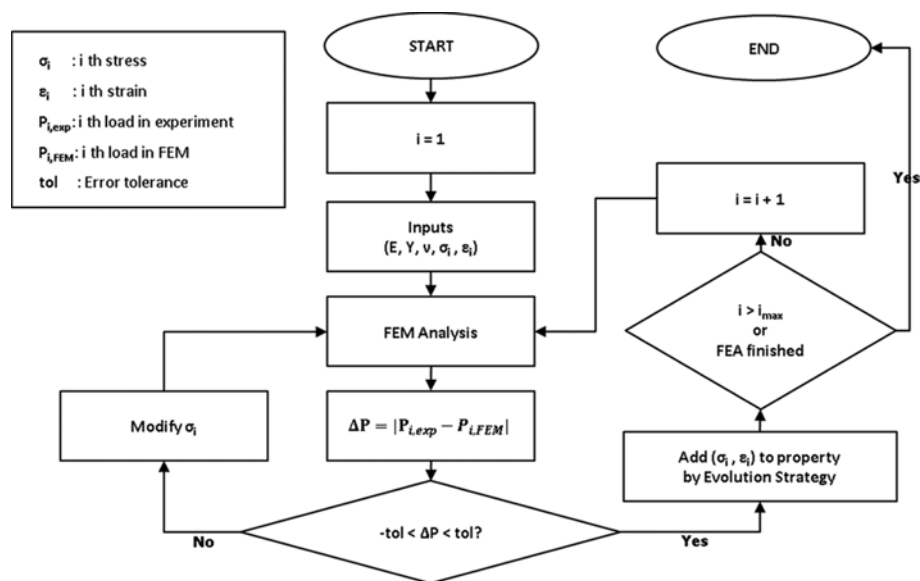


Fig. 1. Flow chart for obtaining flow stress curves from the nanoindentation results.

은 하중-변위 곡선 모사 결과가 실험 결과와 동일할 경우, 재료의 응력-변형률 곡선과 유한요소해석에 사용된 응력-변형률 곡선이 동일하다고 간주할 수 있다. 단, 역해석 기법을 통해 재료의 물성을 취득하기 위해서는 실험과 동일한 하중-변위 곡선을 얻을 때까지 유한요소해석에 입력되는 재료의 물성을 변경하면서 해석을 반복할 필요가 있고, 최적화된 규칙을 부여하지 않으면 해를 구하는데 시간이 매우 오래 걸리거나 해를 구할 수 없다. 따라서 본 연구에서는 응력-변형률 곡선 전체를 한꺼번에 구하는 것이 아니라 응력-변형률 곡선을 여러 구간으로 나누어 순차적으로 해를 찾는 기법을 채택하였고, 이를 그림 1에 나타내었다. 순차적 역해석 기법을 사용하면 나노압입시험의 결과로부터 응력-변형률 곡선을 비교적 빠르고 확실하게 찾을 수 있을 뿐만 아니라, 구간을 작게 나누면 나노압입시험에서 유동응력을 취득하고자 할 때 가장 큰 문제점으로 꼽히는 유일해[6, 7] 문제를 극복할 수 있다.

나노압입시험 결과로부터 취득한 유동 응력 곡선의 타당성을 검증하기 위하여 분말 압축성형을 실험과 유한요소해석으로 각각 실시하고, 각각의 결과를 비교하였다. 압분성형에 사용된 금형은 그림 2과 같다. 실험에 사용된 철분말의 질량은 7 g이고, 압력을 가하기 전의 초기 상태에서 반지름 5 mm, 높이 28.3 mm의 원기둥 형태이므로 초기 상태에서의 압분밀도는 약  $3.15 \times 10^{-3} \text{ g/mm}^3$ 이며 순철의 밀도  $7.874 \times 10^{-3} \text{ g/mm}^3$ 를 통해 계산한 상대밀도는 0.4이다. 또한 압분성형 시 일반적으로 관측되는 압력 의존성 거동을 배제하기 위하여 최대 압력 200, 400, 600, 800 MPa를 가하고, 각 압력 조건 하의 압분밀도 및 상대밀도를 측정하였다.

본 연구에서는 압분성형 공정을 올바르게 모사하기 위하여 재료의 미세조직과 밀도를 고려하는 모델을 도입하였다[8]. 전위 밀도를 비롯한 미세조직적 요소를 고려한 모델을 사용함으로써 보다 정확한 결과를 얻을 뿐만 아니라 결과에 물리적 의미를 부여할 수 있다.

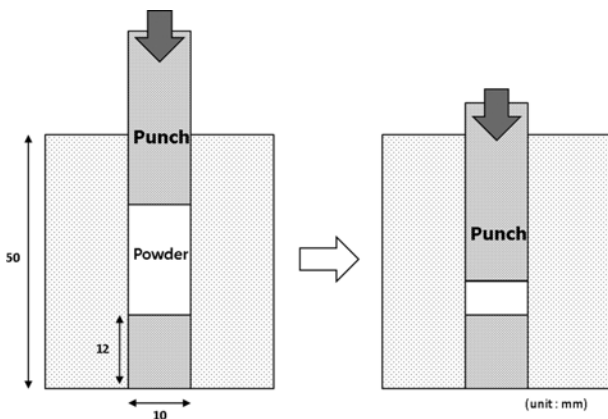


Fig. 2. Schematic of the powder compaction die.

기존의 연구[8-11]에 따르면, 다공질 재료 및 분말재료의 기계적 거동을 묘사하는 항복조건은 다음과 같이 표현된다.

$$AJ_2 + BJ_1^2 = \eta \sigma_s^2 = \sigma_R^2$$

$J_1$ 과  $J_2$ 는 각각 1차 응력 불변량과 2차 응력 불변량에 해당되며,  $\sigma_s$ 는 기준 벌크 재료의 항복응력,  $\sigma_R$ 은 다공질 재료의 항복응력이다.  $\eta$ 는 상대밀도  $R$ 에 관한 함수로 표현되는 기하경화를 나타낸다. 다공질 재료의 포아송 비와 상대밀도의 관계를 이용한 연구 결과들[9, 10]에 따르면 계수  $A$ 와  $B$ 는 다음과 같다.

$$A = 2 + R^2, \quad B = \frac{1 - R^2}{3} \tag{2}$$

식 (1)과 (2)를 이용하여 다공질 재료 소성변형의 항복 함수가 제안된 바 있다[10].

$$(2 + R^2)J_2 + \frac{1 - R^2}{3}J_1^2 = \sigma_R^2 = \left(\frac{R - R_C}{1 - R_C}\right)^2 \sigma_s^2 \tag{3}$$

$R_C$ 는  $R = R_C$  일 때 다공질 재료의 항복응력이 0이 되는 임계상대밀도로, 실험적으로 도출되며, 본 연구에 사용된 철분말의 임계상대밀도는 0.406이다. 기하경화계수  $\eta = [(R - R_C)/(1 - R_C)]^2$ 는  $R_C \leq R \leq 1$ 의 범위에서  $0 \leq \eta \leq 1$ 의 값을 가진다.

식 (3)을 이용해 분말 및 다공질 재료의 밀도가 소성변형에 미치는 영향을 모사할 수 있으나, 재료의 기계적 거동을 올바르게 표현하기 위해서는 벌크재료의 항복응력  $\sigma_s$ 의 가공경화를 고려할 필요가 있다. 본 연구에서는 전위의 성장을 이용한 점소성 모델[12]을 도입하여 재료의 가공경화를 재현함으로써, 미세조직과 재료밀도를 모두 고려하였다. 전위밀도 구성방정식에서, 등가변형률  $\dot{\epsilon}^P$  과 전위밀도는 다음과 같은 관계를 가진다.

$$\dot{\epsilon}^P = \dot{\epsilon}^*(\sigma/\sigma_0)^m Z^{m/2} \tag{4}$$

$\dot{\epsilon}^*$ 은 정규화 인자,  $\sigma$ 는 등가응력이며,  $\sigma_0$ 는 전위밀도가 초기값일 때의 항복응력을 나타낸다.  $Z$ 는 전위밀도  $\rho$ 를 초기 전위밀도  $\rho_0$ 를 이용해 정규화시킨 값이다.  $m$ 은 재료상수에 해당된다. 상당소성변형  $\epsilon_p$ 에 따른 전위밀도의 성장은

$$\frac{dZ}{d\epsilon_p} = C + C_1\sqrt{Z} - C_2Z \tag{5}$$

$$C = M \frac{b}{d} \left( \frac{M\alpha G}{\sigma_0} \right)^2 \tag{6}$$

$$C_2 = C_{20} \left( \frac{\epsilon_p}{\epsilon_0} \right) \tag{7}$$

식 (5)의  $C$ 와  $C_1\sqrt{Z}$  재료의 가공경화를 나타내고,  $-C_2Z$ 는 전위의 동적복구를 의미한다. 식 (6)은 각종 미세조직 변수를 고려하는 값으로, 결정립 크기  $d$ 에 반비례한다.  $M$

은 Taylor 지수,  $b$ 는 전위의 Burgers 벡터 크기,  $G$ 는 전단 계수를 의미하며,  $\alpha$ 는 상수값이다.  $C_1, C_2, C_{20}, \sigma_0, \dot{\epsilon}, \dot{\epsilon}_0, m, n$  등은 모두 재료의 응력-변형률 곡선을 분석하여 얻을 수 있는 값들이며, 본 연구에서는 나노압입시험을 통해 얻은 유동응력 곡선을 분석하여 점소성 모델의 각종 변수들을 계산하고 이를 압분성형 모사에 적용하였다.

### 3. 결과 및 고찰

분말재료는 분말 크기나 분말 내부의 결정립 크기에 따라 물성이 어느 정도 변화하게 되는데, 이로 인해 동일 압입 깊이에서의 하중에 편차가 발생하는 것을 철분말의 나노압입시험 결과를 나타낸 그림 3에서 확인할 수 있다. 일반적인 경향과 Hall-Petch 수식을 고려할 때, 하중이 높을수록 분말 크기가 작고, 하중이 작을수록 분말 크기가 크다고 간주할 수 있다. 이 때의 평균 경도는 2.855 GPa, 탄성계수는 192.7 GPa로, 일반적으로 알려진 철의 탄성계수 범위 내이다.

하중-변위 곡선으로부터 응력-변형률 곡선을 추출하기 위해서는 유동응력을 취득할 하중-변위 곡선을 선정할 필요가 있는데, 재료의 물성이 균일하지 못하기 때문에 특정 부분의 실험 결과가 전체 재료를 대표하지 못하는 경우, 임의의 하중-변위 곡선으로부터 유동응력을 추출하면 재료의 물성을 잘못 예측하게 될 가능성이 높다. 따라서 본 연구에서는 가장 높은 최대 하중(11.892 mN)을 가진 곡선, 가장 낮은 최대 하중(10.333 mN)을 가진 곡선, 그리고 모

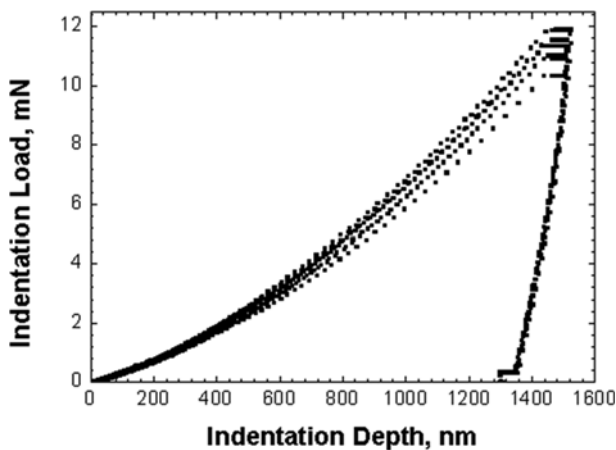


Fig. 3. Load-displacement curves obtained from Fe powder.

든 나노압입시험 결과의 평균에 가장 가까운 최대 하중 (11.276 mN)을 가진 곡선을 대표 곡선으로 선정하여 재료의 유동응력을 취득하였고, 각각의 유동응력 곡선으로부터 전위 점소성 모델의 계수를 구하였다. 그림 4는 나노압입시험으로부터 추출한 철분말의 응력-변형률 곡선과 전위 점소성 모델 계산 결과로 얻은 응력-변형률 곡선을 나타낸 것으로, 전위 점소성 모델이 나노압입시험을 통해 취득한 응력-변형률 곡선을 잘 재현한다는 것을 알 수 있다. 표 1에 각 곡선에 사용된 점소성 모델의 계수를 기록하였다. 그림 5에는 각각의 물성을 FEM에 입력하여 나노압입시험을 모사하여 얻은 하중-변형 곡선과 실험 결과를 비

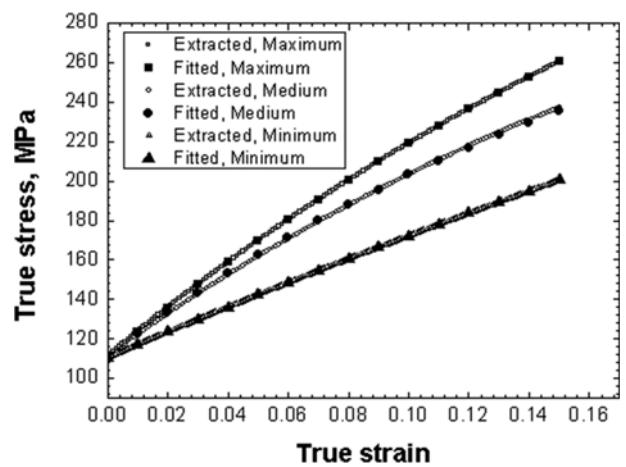


Fig. 4. Extracted flow stress curves and fitted flow stress curves of Fe powder.

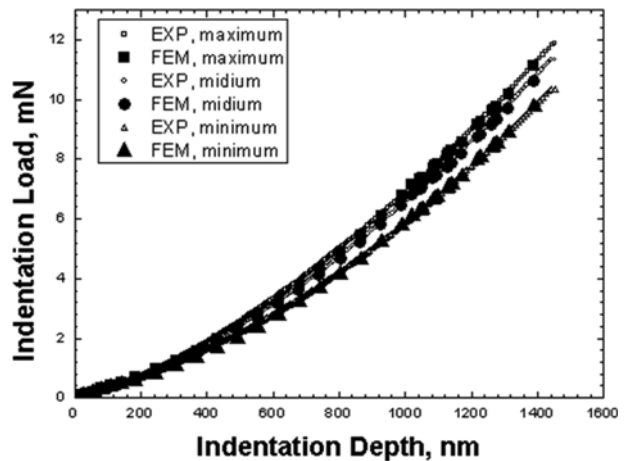


Fig. 5. Experimental P-h curves and simulated P-h curves using extracted flow stress curves.

Table 1. Parameters for dislocation density based viscoplastic model of Fe powders

| Maximum Load, mN | $R_c$ | $M$ , GPa | $b$ , nm | $d$ , $\mu\text{m}$ | $\alpha$ | $m$ | $n$ | $C_1$ | $C_{20}$ |
|------------------|-------|-----------|----------|---------------------|----------|-----|-----|-------|----------|
| 11.892           | 0.406 | 82        | 0.248    | 158                 | 0.33     | 300 | 44  | 30.56 | 6.2      |
| 11.276           | 0.406 | 82        | 0.248    | 165                 | 0.33     | 300 | 44  | 28.86 | 7.3      |
| 10.333           | 0.406 | 82        | 0.248    | 174                 | 0.33     | 300 | 44  | 14.06 | 2.2      |

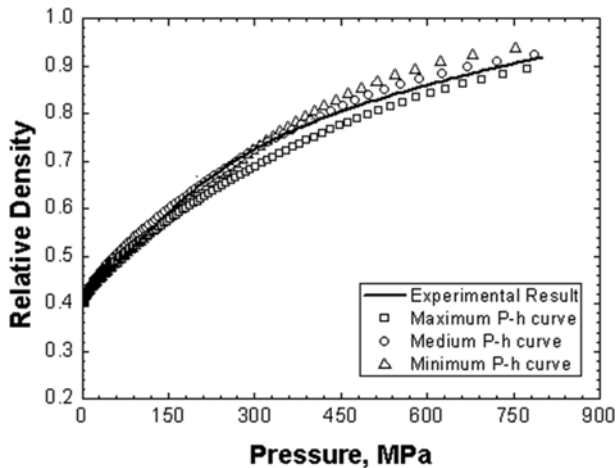


Fig. 6. Comparison between the experimental results and the simulated results for powder compaction test.

교하였으며, 각 물성을 기초로 한 해석 결과가 모사 목표인 철분말 나노압입시험 결과를 잘 재현하고 있다.

그림 6은 압분성형 시 압력에 따른 상대밀도 변화의 실험값과 나노압입시험에서 추출한 세가지 유동응력 곡선을 이용해 유한요소해석한 해석값들을 비교한 것이다. 유한요소 해석 결과에 따르면 강도가 높으면 동일 압력 하에서의 상대밀도가 낮고, 강도가 낮으면 동일 압력 하의 상대밀도가 높다. 분말의 크기 뿐만 아니라 분말 형상이나 개별 분말의 선변형 여부 등 또한 분말의 기계적 특성에 영향을 미칠 수 있으므로 최종적인 결론을 내리기 위해서는 더 많은 연구가 필요할 것으로 생각되지만, 일반적으로 분말 크기와 강도는 반비례하므로 분말 크기가 작을수록 동일 압력에서의 상대밀도가 낮다고 분석할 수 있다. 한편, 실험과 해석결과를 비교해보면, 세가지 해석결과가 모두 최대 오차 10% 내에서 실험 결과와 잘 일치하였으므로, 나노압입시험과 유한요소법을 이용하여 얻은 응력-변형률 곡선이 실제 물성과 일치, 혹은 유사하다는 것을 뒷받침해 준다. 또한 평균적인 하중곡선에서 추출한 재료물성을 사용한 해석결과가 실험값에 가장 근접하였으므로 이를 통해 본 연구에 사용된 철분말의 크기를 어느 정도 짐작할 수 있는데, 150~180  $\mu\text{m}$  범위 내에서 중간 크기를 가진 철분말이 가장 많이 존재했던 것으로 추측된다. 분말재료의 크기를 구체적으로 파악하기 위해서는 분말 크기를 분명하게 파악한 상태에서 나노압입시험을 실시하는 등의 추가적인 연구가 필요할 것으로 생각된다. 또한, 분말성형 중 밀도는 분말재료의 물성 뿐만 아니라 분말들 사이에 작용하는 마찰력에도 영향을 받는다[13]. 그러나 본 연구에서는 분말재료를 다공질 재료로 가정하고 다공질 재료의 소성변형에 관한 항복함수를 사용하였으므로 분말의

마찰과 유동성에 관해서는 고려를 하지 못하였다. 따라서 현 시점에는 이로 인한 오차가 발생할 여지가 남아 있으며, 추후의 연구를 통해 개선할 필요가 있다.

#### 4. 결 론

본 연구에서는 나노압입시험과 유한요소해석을 병용한 순차적 역추적 기법을 통해 철분말의 기계적 특성을 취득하였다. 압분성형의 실험결과와 전위밀도를 기반으로 한 미세조직 모델, 다공질 재료의 소성변형모델을 이용한 유한요소해석 결과를 비교함으로써 취득한 응력-변형률 곡선의 타당성을 검증하였고, 실험과 해석을 통해 얻은 상대밀도 추이가 잘 일치하여 취득한 유동응력이 실제 재료의 물성과 일치할 가능성이 높다는 것을 확인할 수 있었다. 또한 다양한 크기를 가진 분말에서 얻은 물성을 사용한 해석결과와 실험결과를 비교하여 분말 재료의 크기 분포를 추정하는 가능성을 제시하였다.

#### 감사의 글

이 연구는 포스코의 연구비 지원으로 수행되었습니다.

#### 참고문헌

- [1] W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **7** (1992) 1564.
- [2] W. C. Oliver and G. M. Pharr: J. Mater. Res., **19** (2004) 3.
- [3] B. W. Lee, Y. Choi, Y.-H. Lee, J.-Y. Kim and D. Kwon: Mat. Res. Soc. Symp., **795** (2004) 345.
- [4] K. D. Bouzakis, N. Michailidis and G. Erkens: Surf. Coat. Tech., **142-144** (2001) 102.
- [5] J. Dean, J. M. Wheeler and T. W. Clyne: Acta Mater., **58** (2010) 3613.
- [6] K. K. Tho, S. Swaddiwudhipong, Z. S. Liu and K. Zeng: Mater. Sci. Eng. A, **390** (2005) 202.
- [7] N. Chollacoop, M. Dao and S. Suresh: Acta Mater., **51** (2003) 3713.
- [8] H. S. Kim, Y. Estrin, E. Y. Gutmanas and C. K. Rhee: Mater. Sci. Eng. A **307** (2001) 67.
- [9] S. M. Doraivelu, H. L. Gegel, J. S. Gunasekera, J. C. Malas, J. T. Morgan and J. F. Thomas: Powder Metall., **35** (1992) 275.
- [10] D. N. Lee and H. S. Kim: Powder Metall., **35** (1992) 275.
- [11] H. S. Kim and S.-J. Kim: J. Korean Powder Metall. Inst. **3** (1996) 104.
- [12] Y. Estrin and H. Mecking: Acta Metall., **32** (1984) 57.
- [13] D. J. Lee, E. Y. Yoon, H. N. Kim, H.-S. Kang, E. S. Kim and H. S. Kim: J. Korean Powder Metall. Inst., **18** (2011) 406.