

나노압입 시험기를 이용한 재료의 극미소 변형 거동 연구

심 상 훈 | RIST 강구조연구소, 선임연구원 | e-mail : shim@rist.re.kr

장 재 일 | 한양대학교 신소재공학부, 조교수 | e-mail : jijang@hanyang.ac.kr

이 글에서는 재료의 극미소 변형 거동을 연구하는 방법으로 나노압입 시험기를 이용한 극미소 압축 시험에 대해 소개하고자 한다.

기계 재료의 일반적인 성형 및 가공 프로세스(예; 단조, 압연, 굽힘, 펀칭 등)를 위해서는 해당 소재들에 대한 정확한 기계적 물성값의 파악이 필연적으로 선행되어야 한다. 이를 기반으로 각 프로세스에 소요되는 금형의 설계, 요구 하중, 윤활 조건, 가공 속도, 비용 등이 좌우되기 때문이다. 소재의 기본적인 기계적 물성값들은 일반적으로 인장 또는 압축시험으로부터 얻을 수 있는데, 이렇게 얻은 물성값들은 압축, 인장, 굽힘, 또는 복합 하중의 영향을 받는 부재의 전반적인 구조해석에도 유용하게 사용될 수 있다. 재료의 인장 및 압축시험은 통상적으로 ASTM-E8/E9에 명시된 표준 시험법을 따르고, 시험이 진행되는 동안 시험편의 축방향 인장(또는 압축) 하중과 변위를 모니터링하여 최종적으로는 탄성계수, 항복강도, 응력-변형률 선도 등의 기계적 물성값들을 산출하게 된다.

표준 시험을 수행할 경우 시험편의 치수에 따른 항복강도 및 압축강도 등의 차이가 거의 미미한 것으로 알려져 왔으나, 최근 수십 마이크로~수백 나노미터 단위의 시험편을 대상으로, 나노 압입시험 장치를 이용한 압축시험이 수행되면서, 그 결과 시험편의 치수에 따라 측정된 물성값에 상당한 차이가 있는 것으로 보고되고 있다. 이와 연계하여 결정질 재료(crystalline materials)의 소성변형을 지배하고 있는 것으로 알려진 '전위(dislocation)'의 생성, 증식, 상호 반응 및 표면으로의 소진(starvation) 등과 관련된 이론적/해석적/실험적 연구들이 한층 활발히 수행되고 있다. 이 글에서는 최근 주목 받고 있는 극미소 규모에

서의 항복 및 소성변형 거동(small-scale plasticity 또는 small-scale deformation behavior)에 대한 연구 동향들을 소개하고자 한다. 상기한 연구 목적을 위한 시험으로서 가장 주목받고 있는 '나노압입시험장치를 이용한 극미소 압축시험(또는 마이크로-필라 시험, micro-pillar test)'을 중심으로, 이를 활발히 수행하고 있는 해외의 연구기관들과 그 시험방법을 간단히 소개한 후, 실험 결과들의 이해를 돕기 위한 설명 및 향후 연구 방향들을 기술하고자 한다.

나노압입시험은 1980년대 중반 이후 그 실험장비가 상용화되고 물성 측정 절차가 정립된 이래 미소 규모의 재료 변형 거동을 규명하고 정량적으로 측정하는 데에 가장 중요한 시험방법 중의 하나로 각광받고 있다. 실험 장비의 향상 기술, 측정 기법, 측정 결과의 평가 기법 등 연구실 차원에서의 유용성은 충분히 검증된 바, 이제는 산업체 차원에서의 실질적이고 광범위한 응용으로 확산될 것으로 기대되고 있다. 특히 최근에는 측정 분해능의 장점을 응용하여 재료의 미세 규모 변형 거동 메커니즘을 규명하기 위한 연구가 활발히 진행되고 있다. 그 대표적인 사례를 다음의 세 가지로 요약할 수 있으며 그림 1에 개략적인 사항을 구성하였다.

- 1) 소성변형률의 구배(plastic strain gradient) 때문에 미세 규모에서 측정된 경도값이 거시 규모 경도값보다 현저히 증가하는 압입깊이효과(Indentation Size Effect 또는 ISE) 분석 시험
- 2) 시험편 내부의 전위 거동을 규명할 수 있을 정도로 크기

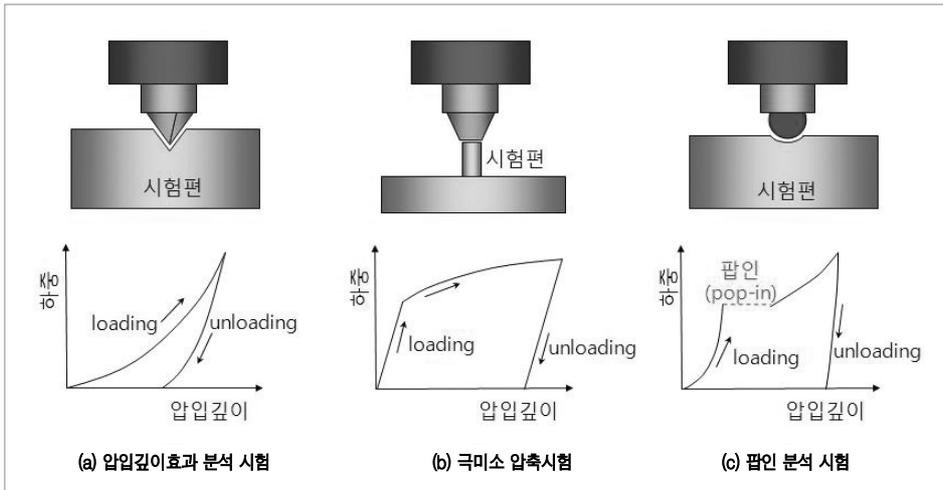


그림 1 나노 압입시험 장비를 이용한 미소 변형 거동 연구의 대표적인 사례들

가 작은 시험편을 제작한 후, 압축시험을 통해 그 시험편에 발생하는 변형 거동을 연구할 수 있는 극미소 압축, 혹은 마이크로-필라 시험(micro-pillar test)

3) 구형 압입자를 이용한 압입시험 중, 재료의 이론적 강도에 근접한 전단응력 상태에 도달했을 때, 새로운 전위의 생성으로 인해 압입 변위가 순간적으로 크게 증가하는 팝인(pop-in) 분석시험

위의 세 가지 사례들은 상호 밀접한 연관이 있는데, 전위들의 영향으로 인해 발생하는 소성 변형의 근본적인 현상을 나노압입 시험기를 응용하여 규명하고 정량화하며 더 나아가 단위 전위들의 거동을 제어하고자 하는 시도들인 것이다.

극미소 압축시험은 2000년대 초반 미국 공군연구소(Air Force Research Laboratory)의 Michael Uchic과 Dennis Dimiduk을 주축으로 처음 시도되었다. 실험 초기 결과물의 발표 당시 커다란 반응을 받은 것은 아니었으나, 2004년 Science 지에 정리된 결과물이 게재되면서부터 (Science (305) 986) 미세 영역에서의 변형 거동을 규명할 수 있는 새로운 실험 기법으로 큰 각광을 받아오고 있다. 실험 기법을 간략히 소개하자면, 시험편의 준비와 나노압입 시험기를 이용한 압축시험으로 구분할 수 있다. 시험편은 우선 표면연마 작업을 거치는데, 기계적 연마 (mechanical polishing) 이후 전기화학 연마(electro-chemical

polishing)로 마무리한다. 이렇게 하면 일반 나노압입 시험용 시험편 수준의 조도를 갖게 되어, 압축 시험 시 시험편의 윗면에 발생할 수 있는 응력집중을 최소화할 수 있고 시험편의 정밀 가공에 유리하다. 시험편 가공에는 주로 고농축이온빔 (focused Ion beam) 장비를 이용하는데, 평평한 시험편의 표면을 시험 대상체인 원통형 기둥만을 남긴 채 그

주변 일정부분을 고 에너지의 갈륨(Ga) 이온을 주사하여 깎아내는 것이다. 이 과정을 기계공작 과정 중의 밀링 공정에 빗대어 이온 밀링(ion milling)이라 칭하기도 한다. 고농축이온빔은 최근 이중 주사 형태의 듀얼 빔(dual beam)을 장착한 장비가 나오면서 그 정밀도가 한층 높아져 오차 범위 수 나노미터 이내에서의 가공까지 가능하다. 나노 압입시험을 위한 시험편은 이와 같은 작업을 거쳐 크기는 원통형 기둥의 직경이 수십 마이크로소에서 약 100나노미터 크기까지 다양한 크기로 제작될 수 있다. 물론 가공 시간은 시험편의 크기에 비례하여 길게는 수십 시간에서 짧게는 수분 이내가 소요된다. 직경 대 길이 비(aspect ratio)는 일반적으로 2.5에서 3까지로 한다. 그림 2의 왼쪽에 준비된 시험편의 사진을 보였다.

이와 같이 준비된 시험편은 나노 압입시험장치에 세팅하여 압축시험을 하게 된다. 시험을 위해서는 시험편을 누르게 되는 끝이 평평한 압입자의 제작이 선행되어야 하는데, 기본적으로 나노압입 시험에 사용되는 삼각뿔형 압입자(Berkovich tip)의 끝부분을 고농축이온빔으로 절단하여 평평하게 만든 압입자를 사용하는 것이 보통이다. 시험을 시작하기 전, 압입자의 위치와 시험편의 위치를 광학현미경으로 확인한 후 조정한다. 이때 시험편의 크기가 너무 작아 광학현미경을 사용하더라도 그 위치를 정확히 확인하는 것은 거의 불가능하다. 따라서 일반적으로 고농축이

온빔을 이용한 시험편 가공 시에 시험편을 중심으로 일정 크기(직경 약 20~100 마이크로)의 원형 분화구(crater) 형태를 가공하고, 광학현미경 관찰을 통해 압입자 위치를 그 분화구의 정중앙에 놓이도록 하는 것이 중요하다. 시험편의 위치 확인 및 조정이 완료된 이후의 실험 과정은 일반적인 나노 압입시험과 크게

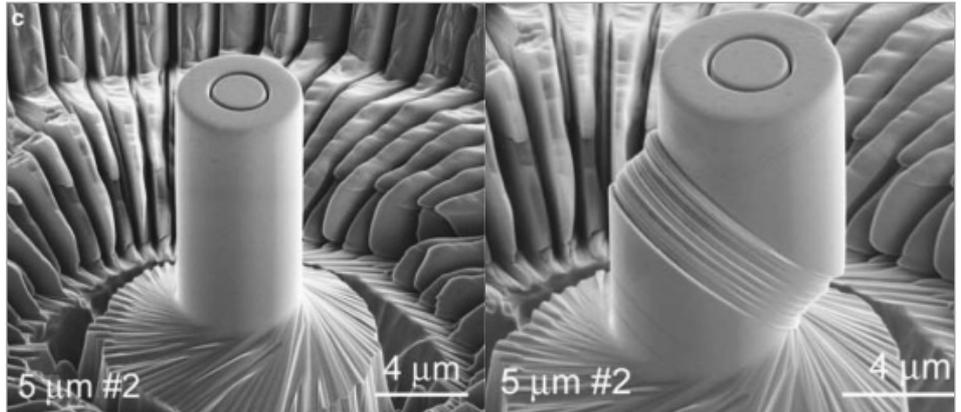


그림 2 마이크로 압축 시험의 대표적인 결과 사례; 시험 전 (왼쪽) 및 시험 후 (오른쪽), Acta Mat. (53) 4065에서 인용

다를 것이 없다. 압입자를 이용하여 원통형 시험편에 일정한 변형률 속도(일반적으로 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ /초)로 압축하중을 가하고 원하는 변형률 상태(15~30%)에 이르러 하중을 제거하면, 그 결과로 하중-변위 선도를 얻고 실험은 종료된다. 그림 2의 오른쪽에 실험이 종료된 후 소성 변형이 발생한 시험편의 사진을 보였다. 하중-변위 선도에 시험편의 단면적을 적용하고 시험편의 시험 전 초기 길이를 고려하여 변환하게 되면 최종적으로 그림 3의 왼쪽과 같은 응력-변형률 선도를 얻을 수 있는 것이다. 물론 응력-변형률 선도의 변환에는 시험편 전체가 균일하게 변형되고(homogeneous deformation), 시험편의 전체 부피는 변하지 않는다(volume preservation)는 두 가지의 중요한 가정이 수반되어야 한다.

특수한 장비를 이용한 시험편의 제작이 까다로울 뿐, 지극히 단순해 보일 수도 있는 이 시험이 큰 각광을 받아오고 있는 이유는 그림 3에 있다. 왼쪽의 응력-변형률 선도에서 볼 수 있듯이, 해당 재료의 경우(단결정 니켈의 벌크 시험편), 그 항복강도는 대략 30~40MPa 수준으로 알려져 있다. 그러나 시험편의 직경이 점차 작아져 10마이크론 정도가 되면 항복강도는 두 배 이상으로 측정되며, 직경이 1마이크론일 경우 무려 10배 이상인 400MPa에 근접하는 것으로 측정된다. 발표 당시 측정 분해능이나 시험편 표면의 산화막 등의 논란이 있기는 했으나, 이는 모두 관련이 없는 것으로 판명이 났다. 그리고 이후 여러 연구기관에서

동일한 방법의 실험들을 여러 가지 재료를 대상으로 수행하게 된다. 대표적으로 미국의 Caltech, 독일의 Gottingen 대학교, 오스트리아의 Leoben 대학 등이 있으며, 실험 재료도 금, 몰리브덴, 구리 등으로 다양하게 수행되어 왔다. 그림 3의 오른쪽에 외국 주요 연구기관의 실험 결과를 정리하였다. 다양한 실험 재료 및 수행 기관들에 따라 편차가 있기는 하지만, 시험편의 직경이 작아질수록 그 강도는 비약적으로 증가하는 경향은 모든 경우에 대하여 동일함을 확인할 수 있다. 이와 같은 금속성 재료들에게 이어 최근에는 벌크 비정질 재료, 나노결정 재료, 형상기억합금 등도 실험 대상 재료가 되고 있다.

이렇듯 직경이 작은 시험편일수록 강도가 비약적으로 증가하는 현상을 종종 다음과 같이 표현한다. “작을수록 강하다(Smaller is stronger).” 이러한 현상을 현상학적으로 설명하고 있는 주장을 간단히 소개하면 다음과 같다. 재료의 소성거동을 지배하는 인자는 재료의 내부에 존재하는 전위이다. 이 전위는 재료의 응력 상태에 따라 새로 생성되고 이동하며 상호 작용하고 결국에는 전위의 숫자가 기하급수적으로 증가하여 그 재료는 파단에 이르게 된다. 이러한 각 단계마다 일정한 조건이 수반되어야 하는데, 전위들이 상호 작용하기까지는 일정한 이동 거리가 필요하다. 금속의 종류에 따라 차이는 있지만 시험편의 크기가 수백 나노미터 정도라면, 전위가 상호 작용을 하기까지 필요한 일정 이동 거리보다 짧을 수 있고, 이 경우 전위

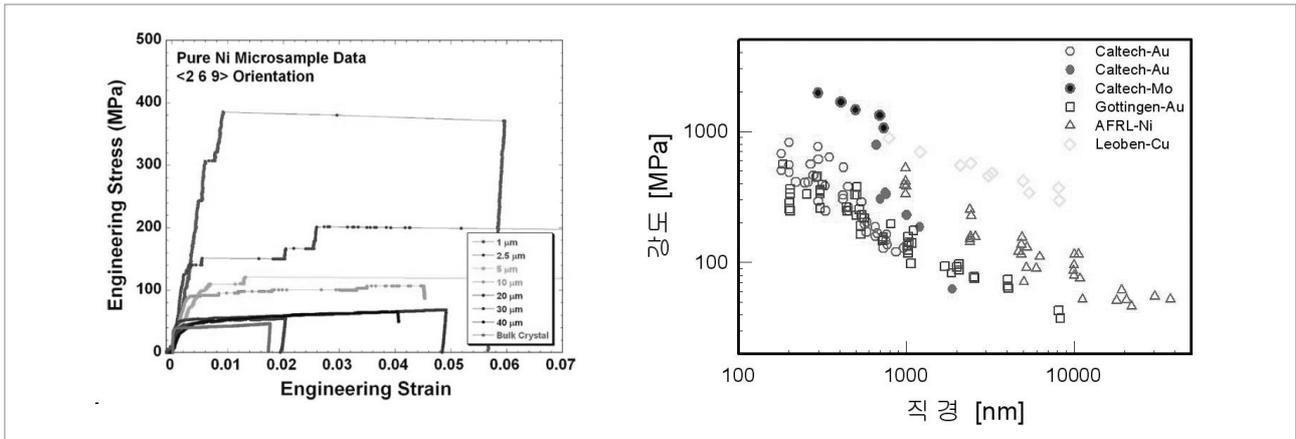


그림 3 외국 주요 연구기관의 마이크로 압축 시험 결과(왼쪽 그림은 Acta Mat. (53) 4065에서 인용, 오른쪽은 저자가 재구성)

들의 상호 작용이 발생하기 이전에 생성된 전위들이 시험편의 표면 바깥쪽으로 빠져나가 소진된다. 시험편은 다시 전위가 존재하지 않는 상태가 되며, 소성 변형을 위해서는 새로운 전위의 생성에 필요한 높은 응력(즉, 완전결정체가 나타내는 이론전단응력에 가까운 응력)이 추가적으로 요구된다. 이러한 현상이 반복되면 그 시험편의 소성 변형에 필요한 응력은 급격히 증가하게 된다는 것이다. 이 주장을 뒷받침하는 몇 가지 새롭고 흥미로운 실험 결과들이 보고되고 있으나, 아직까지 명확하게 밝혀진 단계는 아니다. 우선 시험편 내부에 변형률 구배가 존재하지 않는다고 확신할 수 없는 단계이며, 또한 시험편 가공에 사용되는 고농축이온빔의 경화 효과와 관련한 연구자들 사이의 논쟁도 풀어야 할 숙제이다. 이 때문에 일부 연구기관에서는 일방향 응고(directional solidification) 방법으로 제작한 재료에 에칭 기법을 적용한 새로운 시험편에 대한 연구를 수행 중이기도 하다. 또한 실시간 압입 시험(in-situ indentation experiment)도 등장하였는데, 실시간 시험은 장비 제작 기술의 비약적인 발전에 힘입어 주사전자현미경(SEM) 또는 투과전자현미경(TEM)의 본체 내부에 나노 압입시험 시스템을 장착하여, 분자동역학 수준에서만 구현할 수 있었던 전위의 생성, 이동 등을 실시간으로 관찰함으로써 재료거동의 근원을 규명하는 것이다.

IT 기술 및 MEMS/NEMS 기술의 비약적인 발전과 더불어 우리들이 사용하는 다양한 완제품을 구성하는 부품

들의 크기도 점점 소형화되고 있는 추세인 것은 주지의 사실이다. 이러한 소형 부품들의 구조를 설계하고 제작하는 데에는 서두에서 말한 기계적 물성값의 정확한 파악이 필수적이다. 향후 응용이 기대되는 부품의 크기에 상응하는 극미소 영역에서의 변형 거동에 대한 정확한 이해가 뒷받침된다면 훨씬 더 소형화된 부품의 디자인 및 신뢰성 확보에 접목되어 시너지효과를 낼 수 있을 것으로 기대된다. 나아가 단지 소형화된 부품만이 아닌, 일반적인 구조적 응용도 가능한데, 간단히 예를 들어 구조용 재료로 사용되는 금속의 직경이 수십 밀리미터로 설계된 경우, 동일한 재료이지만 그 강도가 10 이상 높은 1마이크론 직경 몇 가닥 만으로도 해결할 수 있는 것이다.