금속 재료의 국부 변형 거동 분석 방법과 연구 동향: 리뷰

이민수¹ · 전종배² · 전태성^{1,*}

¹인천대학교 기계공학과

²한국생산기술연구원 동남지역본부

Investigation of Local Deformation Behaviour of Metallic Materials and Recent Research Trends: A Review

Min-su Lee¹, Jong Bae Jeon², and Tea-Sung Jun^{1,*}

¹Dept. of Mechanical Engineering, Incheon National University, Incheon 22012, Republic of Korea

²Dongnam Regional Division, Korea Institute of Industrial Technology, Busan 46938, Republic of Korea

Abstract: The behaviour and performance of complex metallic materials (e.g., advanced high strength steel and dual phase Ti alloys) are acknowledged to be multi-scale in nature and to rely on the details of the three-dimensional morphology, chemistry and crystallography at the meso-scale level and on macro-scale level geometry and boundary and loading conditions. As those materials often contain a multi-phase and complicated microstructure, it is difficult to fully characterise a material's deformation behaviour with conventional macro-scale testing. Recently, a small-scale testing method has been developed to investigate the local deformation behaviour of metallic materials based on the following core techniques: portable nanoindentation platform for providing a high resolved load-displacement system, focused ion beam (FIB) for fabricating a small-scale geometric specimen and electron backscatter diffraction (EBSD) for characterising microstructure and crystallographic orientation. This method has been combined with further high resolution techniques including HR-EBSD and X-ray micro-Laue diffraction, providing us a rich understanding of the fundamental behaviour of materials on the level of the individual microstructural constituents and potentially strengthening our understanding of materials by relating macro- and micro-scale behaviour. In this review article, we describe the small-scale testing method and further high resolution techniques used to studying complex metallic materials.

(Received July 16, 2018; Accepted July 25, 2018)

Keywords: metallic materials, deformation, micromechanics, small-scale testing, characterisation

1. 서 론

항공·우주 등의 분야에 적용되는 첨단 기술 및 기기의 발전에는 향상된 기계적 특성을 지니는 재료의 필연적 도입이 뒤따랐다. 뛰어난 기계적 특성을 지닌 재료는 통상적으로 복잡한 내부 구조와 화학 결합을 통해 얻어지는 경우가 많다. 특히 금속 재료는 미세조직 (microstructure) 및 집합조직 (texture)의 제어, 금속의 합금화 등을 통해 기계적 특성 변화가 가능하고, 이는 근본적으로 미소영역에서

발생하는 전위 (dislocation) 및 전위와 관련된 변형 메커니즘 (deformation mechanism)에서 기인한다. 따라서, 미소영역에서 재료의 변형 거동에 관한 이해는 금속 재료의 기계적 특성 향상을 위해서뿐만 아니라 실제 산업에서 발생하는 재료 관련 문제점에 대한 근본적인 원인 규명을 위해서도 상당히 중요하다.

일반적으로, 재료의 기계적 특성과 그 변형 거동은 거시적 (macro) 영역에서 진행되는 기계적 실험법으로 분석되었고, 이를 기반으로 제품 또는 구조물이 설계되었다. 하지만 초고강도 강, 타이타늄 합금, 니켈기 초합금 등의 복잡한 내부 구조를 갖는 소재들이 개발 및 적용되면서 기존 실험방법을 통한 신뢰성 높은 분석에는 한계점이 발견되었

*Corresponding Author: Tea-Sung Jun

[Tel: +82-32-835-8034, E-mail: tjun@inu.ac.kr]

Copyright © The Korean Institute of Metals and Materials

다. 이러한 한계를 극복하기 위해 최근에는 마이크로 또는 나노미터 크기의 시편을 이용한 미소 영역에서의 기계적 실험법 (small-scale testing)이 국부적인 영역에서 기계적 실험을 수행하는 방법론 중 하나로서 근본적인 재료 변형 거동과 특성 연구에 크게 적용되고 있다. 일례로, 항공 분야에 적용되는 타이타늄 합금은 제품 설계단계에서 예상치 못했던 cold dwell fatigue 문제점이 발견되었고, 이에 대한 근본적인 원인을 규명하고자 미세역학 (micromechanics)에 기반을 둔 미소 영역에서의 변형 거동 연구가 최근 활발히 진행되고 있다 [1-4].

미세역학 기반의 기계적 시험법을 이용한 금속 재료의 연구에는 기계적 특성과 밀접한 관련이 있는 결정 구조, 합금 성분 등의 미세 조직의 분석이 매우 중요하며, 이를 분석하기 위해 주사전자현미경 (scanning electron microscope, SEM), 에너지분산형 분광분석법 (energy dispersive x-ray spectroscopy, EDS), X선 회절분석법 (x-ray diffraction, XRD) 등과 같은 분석 장비 및 기술이 이용되고 있다. 특히, 결정립 및 결정립 이하의 미세조직과 결정 방위 (crystallographic orientation) 등의 분석 방법으로 후방산란전자회절 (electron-backscattered diffraction, EBSD)분석의 적용이 점진적으로 증가하고 있는 추세이다. 뿐만 아니라 매우 높은 공간 및 각 분해능을 보유한 투과 전자현미경 (transmission electron microscope, TEM), 고 분해능 EBSD (high resolution-EBSD, HR-EBSD), micro-Laue diffraction 등의 분석 기술은 미소 영역의 기계적 시험법에서 아결정립 (subgrain) 또는 격자 (lattice) 단위의 정밀 분석에 활용된다.

일반적으로 금속 재료의 국부 변형 거동 연구에는 미소 영역에서 실험 시편에 정밀 하중 및 변위를 통제하고 측정하는 수단으로 나노인덴테이션 장비가 활용되고 있으며, 이를 이용한 변형 거동 및 특성을 해석 방법으로는 Oliver-Pharr method가 신뢰성 높은 방법으로 크게 적용되고 있다 [5]. 또한, 미소 단위의 실험에 적용되는 마이크로 또는 나노 단위의 형상을 지닌 시편의 신속하고 정밀한 제작 방법으로 집속이온빔 (focused ion beam, FIB)이 활용되고 있다.

FIB의 마이크로 또는 나노 단위 형상의 시편 제작 기술을 활용한 미소 단위의 실험은 단결정의 마이크로 필라 (micro-pillar) 형상의 시편과 평평한 펀치 형상의 인덴터 팁을 이용하여 처음 수행되었다 [6]. 최근에는 마이크로 필라 [1,4,7-16], 단일 마이크로 캔틸레버 (micro-single cantilever beam, Micro-SCB) [17-21], 마이크로 인장 시편 [22-25]등의 다양한 형상의 시편을 이용한 size effect

현상 연구와 국부 변형 거동에서 단일 미세 조직 (e.g. 결정 구조 및 방위)과 결정립 계 등의 영향력 연구가 진행되고 있으며, 국부적인 영역에서 금속 재료의 파괴 인성 분석 실험이 단일 마이크로 캔틸레버 [26,27], 마이크로 이중 클램프 빔 (micro-doubly clamped beam) [28], 이중 마이크로 캔틸레버 (micro-double cantilever beams, Micro-DCBs) [29,30], 마이크로 필라 [31,32]등의 다양한 형상과 실험 방법을 통해 수행되었다.

따라서, 본 논문에서는 기존의 문헌들을 바탕으로 미소 영역에서의 변형 거동 및 특성 연구를 위해 활용되는 금속 재료의 미소 단위의 실험에 관한 이론적 고찰과 이와 관련된 분석 기술 및 장비 그리고 최근 크게 주목 받고 있는 실험 방법에 대한 정보를 제공하고자 한다.

2. 미세 조직 및 합금 성분 분석 기술

금속 재료의 변형 거동 및 특성은 미세 조직 및 집합 조직과 합금화에 크게 영향을 받는다는 것을 서론에서 언급한 바 있다. 따라서, 국부적 변형 거동의 해석에 적용될 시편을 제작하기에 앞서, 금속 재료 내에서 목표하는 미세 조직이 존재하는 실험 영역을 선별 및 확인 하고 화학 조성을 조사할 필요가 있다.

SEM은 집속된 전자를 시료 표면에 주사하였을 때 발생하는 다양한 신호를 검출기에서 검출하여 시료를 분석한다. 일반적인 현미경과 비교하여 SEM은 높은 공간 분해능을 보유하기 때문에 수 나노 단위의 형상의 이미지 화에 매우 유용하게 이용된다. 또한, SEM이 보유한 높은 분해능을 활용하기 위해 SEM 내에 부수적인 분석 장치를 설치하는 경우가 많다.

EDS는 SEM과 함께 이용되는 분석 장비로 SEM 내에서 시료 표면에 방출된 전자빔에 의해 발생하는 X선을 검출하여 화학 성분을 조사하는 분석 장비이다. 그림 1a는 X선에서 검출된 에너지 영역에 따라 나타나는 화학 조성의 정성적 분석과 강도에 따른 정량적 분석을 보여준다.

XRD 분석은 시료 표면에 파장을 지닌 X선을 시료의 결정 격자에 입사각, θ 로 방출하고 브래그의 법칙 (Bragg's law)에 의해 회절 된 회절 X 선을 검출하는 분석 방법이다. 그림 1b는 Ti-Fe-Mn 합금의 고용화 열처리 (solution heat treatment)와 시효 처리 (aging)를 적용한 후 XRD 분석을 진행한 결과를 보여주며 [34], 시료 내의 결정 구조와 그 정량적 정보가 회절각, 2θ 와 강도로 나타나는 것을 보여준다.

EBSD는 후방산란전자의 회절 패턴을 이용한 분석 기술

Fig 1. (a) EDS spectrum showing the energy intensity as following elements [33] and (b) X-ray diffraction patterns of Ti-Fe-Mo system obtained in the solution heat treated and aged condition [34].

Fig. 2. (a) Schematic diagram of a typical EBSD installation [35] and (b) EBSD pattern consisted of Kichuch band [36].

로 저조도 카메라를 이용한 EBSD 패턴 연구가 1954년 처음 소개 되었으며 [37], 근래에는 CCD (charge-coupled device) 카메라와 함께 미세 조직 분석에 적용되기 시작했다 [38]. 그림 2a는 전반적인 EBSD 시스템을 보여주는 모식도이며, 기존의 TEM과 같은 고 분해능의 분석에 비해 고른 격면을 가지는 상대적으로 간단한 시편 준비과정을 요구한다 [39]. 통상적으로 EBSD 분석 시편은 CCD 카메라에 전자를 수용하기 위해 진공 상태의 SEM안에서 크게 기울여진 상태 (60° 에서 80° [40])로 위치하고 수용된 전자는 그림 2b와 같이 형광면 (phosphor screen)에 키쿠치 밴드 (Kikuchi band)로 이루어진 EBSD 패턴을 투영하게 된다. 이 후, EBSD 패턴을 형성하는 키쿠치 밴드는 소프트웨어 상에서 Hough transform 알고리즘을 통해 효과적으로 피크 포인트로 전환되고 Hough transform에 의해 정의된 parameter에 맞게 평면 상에 위치하게 된다. 피크 포인트는 소프트웨어 상에 존재하는 순람표 (look-up table)와 비교하여 최종적으로 금속의 결정 구조, 결정 방위 그리고 패턴의 수준 등을 결정하고 색인 (indexing) 과정을 거쳐 각 분석 구간마다 데이터화 및 시각화 한다 [40].

위와 같은 EBSD의 일련의 분석 절차는 SEM의 전자

Fig 3. (a) Pole figure (PF) showing the initial texture and (b) inverse pole figure (IPF) map showing the orientation on normal direction of annealed Mg alloy, AZ31 sheet [41].

주사 기능 및 높은 공간 분해능과 소프트웨어의 데이터 전산 기능을 아울러 자동화된 시스템으로 그림 3와 같은 결정립 및 결정립 이하의 미세조직의 신뢰성 높은 분석 기술로 평가되고 있다. EBSD를 이용한 가장 일반적인 결정 방위 분석에는 그림 3a와 같이 시편의 내부 극 좌표에 따른 결정 방위의 분포를 극점도 (pole figure, PF)로 나타내는 집합조직 분석과 그림 3b와 같이 분석 영역 내의 미세조직 및 결정 방위의 분포를 역극점도 (inverse pole figure, IPF)맵을 이용해 구체적으로 나타내는 분석이 존재한다.

3. 집속이온빔을 이용한 시편 제작 기술

마이크로 또는 나노미터 크기의 다양한 형상의 시편은 실험 목적에 알맞은 특정 형상 (e.g. 마이크로 필라)과 시편 내부의 환경 (e.g. 목표하는 결정 방위)을 제공하는 역할을 하며, 이러한 시편의 신속하고 정교한 제작 방법으로 FIB이 크게 적용되고 있다.

일반적으로 FIB은 갈륨 이온을 사용하며, 그림 4a와 같

Fig 4. (a) A schematic of focused ion milling showing the sputtering process [42] and (b) bright-field TEM micrograph of the Cu film showing undamaged (left) and Ga damaged (right) areas [43].

이 전기장에 가속된 이온이 금속 표면에 충돌했을 때 발생하는 스퍼터링 (sputtering) 현상 [42,44]을 이용해 시편을 제작한다. FIB을 이용한 정형화된 시편 제작 과정은 다음과 같다.

- 1) 금속 판재 및 블록에서 상대적으로 제작 시편 보다 큰 샘플 채취
 - 2) 연삭 및 연마와 부식 등의 시편 표면 처리, 시편에 따라서 이온 밀링, 전해 연마, 열처리 등의 특수한 절차 수행
 - 3) 2 장에서 언급한 다양한 장비 및 기술을 통해 재료 분석
 - 4) FIB을 이용하여 목표하는 형상의 시편 제작
- 위 같은 절차는 재료 및 시편의 형상 등에 따라 다소 차이가 존재할 수 있다. 일례로, 마이크로 필라의 제작은 lath와 annular 가공의 두 가지 방식으로 진행할 수 있다 [45].

FIB을 이용한 시편 제작에는 FIB에 의한 데미지를 초래할 수 있다 [42-47]. 그림 4b는 Cu 박막 제작 중 FIB에 의해 발생한 데미지 영역을 보여주며, FIB 데미지는 높은 이온빔 에너지와 시편 표면으로의 큰 입사각의 공정에서 데미지가 크게 발생하는 것으로 알려져 있다 [43].

FIB 데미지라는 잠정적인 문제에도 불구하고 FIB은 신속하고 정교한 시편 제작의 이점을 가지고 가공 변수를 최적화하는 방식으로 마이크로 또는 나노미터 크기의 시편 제작법으로 폭넓게 사용되고 있다. 또한, 전기도금 (electroplate) [7], 방향성 응고 (directional solidification) [47] 등의 시편 제작 방법이 FIB의 이온 데미지에 대한 영향력을 조사하는 연구와 함께 수행되고 있다.

4. 나노인덴테이션의 기본 원리

일반적으로 미소 단위의 실험을 이용한 금속 재료의 국

Fig 5. A schematic representation of load versus indenter displacement data for an indentation experiment. And h_c is contact depth as geometric constant, ϵ depending on the shape of indenter tip ($\epsilon = 1$ for the flat punch and $\epsilon = 0.75$ for the paraboloid of resolution) [5].

부 변형 거동 연구에는 정밀한 하중-변위의 통제를 위해 나노인덴테이션이 사용되고 있다. 따라서, 미소 단위의 실험을 통한 변형 거동의 해석을 위해서는 나노인덴테이션의 기본 원리에 대해 이해할 필요가 있다.

나노인덴테이션은 높은 분해도의 하중-변위 시스템을 보유하며, 하중 적용-제거를 하나의 사이클로 정의하고 시편의 표면에서 국부적인 영역의 변형 거동 및 특성을 해석하는 것이 기본이 되기 때문에 실험 준비 및 과정이 간단하다.

일반적으로 나노인덴테이션 실험의 해석은 그림 5의 인덴테이션 하중-변위 그래프와 같이 하중과 변위를 기반으로 이루어진다. 그림 5의 하중 적용 구간 (loading)에서는 시편 표면에 인덴터가 침투하면서 탄성 및 소성 변형이 혼재된 복잡한 변형이 일어나고 지속적인 접촉 면적의 변화와 하중 구배가 발생하기 때문에 재료의 변형 거동 해석이 쉽지 않다.

반면, 그림 5의 하중 제거 구간 (unloading)에서는 인덴터의 최대 변위에서 발생한 접촉 면적이 유지되고 탄성 회복이 오직 변위의 회복으로 나타나는 것으로 보고되었다 [48,49]. Doerner과 Nix는 이를 바탕으로 하중 제거 시작점에서 인덴터가 평평한 펀치 (flat punch)라는 전제하에 변형 거동을 해석하는 방법을 제안하였다 [50]. 하지만, Oliver와 Pharr는 flat punch 가정이 엄격하게 만족하지 않는다는 것을 실험적으로 밝혔고 Doerner과 Nix의 해석 방법을 flat punch 가정에 국한하지 않는 방법으로 발전시켰다 [51].

Fig. 6. A schematic representation of a section through an indentation showing various quantities used in the analysis [5].

그림 6은 Oliver-Pharr method에 해당하는 인덴터 실험 과정 중 정의되는 변위와 시편 표면의 변화를 보여준다. 나노인덴테이션 실험에서 경도, H 는 다음과 같은 식으로 나타낸다.

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (1)$$

위 식에서, A 는 접촉면적을 나타내며, 하중 제거 구간의 시작점에서 해석되므로 P_{max} 을 적용한다. 또한, Sneddon [52]에 의해 제안된 선대칭의 인덴터 형상에 적용되는 접촉 강성 식은 다음과 같다.

$$S = \frac{dp}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A} \quad (2)$$

여기서, 강성은 하중 제거 시작점의 기울기를 나타내는 것을 알 수 있다. E_r 는 축소 탄성 계수로 다음과 같은 식으로 나타낸다.

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu)^2}{E} + \frac{(1-\nu_i)^2}{E_i} \quad (3)$$

여기서, E 와 ν 는 각각 실험 재료의 탄성 계수 (elastic modulus)와 푸아송 비 (Poisson's ratio)를 나타내며, E_i 와 ν_i 는 인덴터 팁의 탄성 계수와 푸아송 비를 나타낸다.

여기서, Oliver와 Pharr는 flat punch 가정 하에 하중 제거 시작점의 기울기가 엄격히 선형이 아니라는 것을 실험적으로 밝혔으며, 접촉 면적에 관한 식을 다음과 같이 제안하였다.

$$A = F(h_c) \quad (4)$$

여기서, F 는 인덴터 팁의 변위와 단면적 관계를 나타내는 형상 함수이며, h_c (그림 6)은 실질적인 접촉 변위로 다음과 같은 식으로 나타낸다.

$$h_c = h_{max} - h_s \quad (5)$$

여기서, h_{max} 는 최대 하중에서의 최대 변위를 의미하며, h_s (그림 6)는 탄성에 의해 회복되는 변위를 말한다. 이때, h_s 은 인덴터의 형상에 크게 의존하는 값으로 다음과 같이 나타낼 수 있다.

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad (6)$$

여기서, ε 는 인덴터의 형상에 따른 접촉 상수로 flat punch 그리고 포물면 (paraboloid) 형상의 팁으로 가정되는 구 (spherical) 및 Berkovich 등과 같은 끝이 날카로운 형상의 인덴터 팁에서 각각 $\varepsilon = 1$, $\varepsilon = 0.75$ 을 갖는다. 일반적으로 가장 많이 이용되는 이상적인 Berkovich 팁 형성에서는 접촉 면적, $A = 24.56h_c^2$ 값을 갖는다.

최근에는 다양한 정현파 신호를 인덴터 변위의 출력 신호에 입력할 때 발생하는 증폭된 특정 진동수를 이용하여 하중 적용 구간에서도 강성을 구하는 CSM (continuous stiffness measurement) 방법이 등장하였다 [53]. 또한, 재료의 경도 및 탄성 계수의 제한된 기계적 특성을 도출하는 인덴테이션의 한계를 극복하는 방법으로 나노인덴테이션의 실험과 유한요소해석법 (finite element method)을 이용한 전산모사 (simulation) 결과의 비교 분석을 통한 응력-변형률 분석에 관한 연구가 진행되었다 [54,55].

5. Small-scale testing 방법

미소 단위의 실험에는 높은 하중-변위 분해도를 보유한 나노인덴테이션과 마이크로 또는 나노미터 크기 형상의 시편을 제작하는 방법으로 FIB이 폭 넓게 적용되고 있다. 나노인덴테이션은 탄성 및 소성 그리고 파괴와 같은 변형 모드의 실험을 수행할 수 있으며, FIB을 이용한 시편 제작은 기존의 거시적 영역의 조대한 시편에서 실현하기 어려운 금속 시편의 내부 환경 통제가 용이하다는 장점을 갖는다. 따라서, 두 장비의 우수한 성능을 이용한 미소 단위의 실험은 금속 재료의 국부적인 변형 거동 연구를 수행하는데 매우 유용하게 활용되고 있다.

5.1. Small-scale 실험을 이용한 변형 거동 연구

그림 7은 미소 단위의 실험에 적용되는 다양한 형상의 시편을 보여준다. FIB을 활용한 미소 단위의 실험은 마이크로 필라 형상 (그림 7a)과 flat punch 형상의 인덴터 팁을 이용한 압축 실험을 시작으로 size effect 연구에 적용되었다 [6]. Size effect는 재료의 구조적 크기와 강도가

Fig. 7. (a) micro-pillar [56], (b) micro-single cantilever beam [18] and (c) micro-tensile specimen [22] fabricated by FIB milling process.

반비례하는 현상으로 미세 조직 (e.g. 결정립 크기)의 제한 [57,58] 및 기하학적 필수 전위 (geometrically necessary dislocations, GNDs) [49,50]와 같은 재료 내부적 요인을 바탕으로 해석되어 왔지만, 단결정의 시편 내부 환경 조성 과 마이크로 필라와 flat punch 사이의 균일 하중 적용을 통해 샘플 길이 및 부피 제한과 같은 외부적 요인에 의한 전위 생성 및 이동 등의 메커니즘의 해석 또한 진행되었다 [6-12]. 뿐만 아니라 조대한 시편에서 실현하기 어려운 시편 내부 미세 조직의 통제 (e.g. 쌍결정)를 통해 재료 변형 거동의 결정립 계 [13-16] 또는 결정 구조 및 방위 [1,4,12,16]등의 영향력 연구에 이용되고 있다.

미소 영역에서 재료의 변형 거동의 해석에는 FIB을 이용한 시편 제작 기술을 바탕으로 보다 다양한 형상의 시편이 이용되었다. 그림 7b는 단일 마이크로 캔틸레버 형상의 시편으로 마이크로 필라를 이용한 압축 실험의 균일 하중 조건과 달리 시편에 굽힘 하중에 의한 변형 구배 (strain gradient)를 발생시킨다. 따라서, 단일 마이크로 캔틸레버를 이용한 미소 단위의 실험은 재료 변형 거동을 변형 구배의 영향력과 함께 해석하는 시험 방법으로 size effect 현상 연구에 이용되었다 [17]. 또한, 상업적으로 이용되는 순수 Zr [18]과 Ti [19,21]의 결정 방위에 따른 변형 슬립 및 CRSS 분석과 Ti 합금의 고용 강화 및 2상 조직의 영향력 연구에 적용되었다 [20].

미소 단위의 실험은 재료 변형 거동의 신뢰성 높은 해석을 위해 시편의 기하학적 요인을 충분히 고려할 필요가 있다. 마이크로 필라 형상을 이용한 압축 실험에서는 종횡비 (시편 높이와 지름의 비), 필렛 반경 (바닥 면의 곡률), 테이퍼 각도 (윗 면과 바닥 면 사이의 기울기), 인덴터와 마이크로 필라의 정렬 축 등의 실험 결과에 영향을 미치는 기하학적 요인이 존재하며, 이 같은 요인들이 적절하게 통제되지 않을 경우 좌굴 (buckling), 응력 집중, 경화 현상 등을 초래한다고 보고되었다 [59]. 마이크로 필라 형상과 마찬가지로 단일 마이크로 캔틸레버는 종횡비 (시편 너비

와 길이의 비)를 가지며, 기하학적 특성에 의해 굽힘 변형이 발생하면 중심 축을 기준으로 상부에는 인장, 하부에는 압축 응력이 작용하고 고정단에 응력이 집중되는 특징을 갖는다 [18].

마이크로 또는 나노 크기의 시편 형상의 기하학적 요인으로 인한 현상의 구체적인 예시로, 마이크로 필라의 과도한 종횡비는 시편이 무너져 내리는 좌굴 현상을 초래하기 때문에 일정 수준의 종횡비를 만족할 수 있도록 시편 형상이 제한된다. 하지만, 그림 7c의 마이크로 인장 시편은 실험 수행에 있어 종횡비에 대한 제한이 없이 특수한 집게 (gripper)를 이용한 균일 하중 적용이 가능하다. 이러한 실험적 특성을 바탕으로 마이크로 인장 시편을 이용한 미소 단위의 실험이 개발 되었다 [22]. 또한, 마이크로 인장 시편을 이용한 미소 단위의 실험은 마이크로 필라를 이용한 압축 실험과 함께 압축/인장의 상이한 하중 조건에서 금속 재료의 비대칭적인 변형 거동 [23,24]과 전위 생성 및 이동 메커니즘의 분석 연구에 적용되었다 [25].

미소 영역에서 진행되는 미소 단위의 실험에서는 재료의 변형 거동을 관찰하는 것이 쉽지 않으며, 금속 재료의 변형에 의해 발생하는 미세 조직의 변형 메커니즘에 대한 규명에 한계를 갖는다. 하지만, 그림 8과 같이 높은 분해능을 보유한 실험 장비 (e.g. SEM)내 설치 가능한 이동식 나노인덴테이션은 금속 재료의 변형 거동의 양상을 직접적으로 관찰하는 in situ 실험을 가능하게 해준다. 최근에는 SEM-EBSD와 이동식 나노인덴테이션을 동시에 적용해서 변형에 따른 결정 방위와 미세조직의 변화 양상을 실시간으로 관찰하는 연구 [61]가 진행되었다. 추가적으로, HR-EBSD 기법을 적용하여 변형에 따른 국부 응력 변화와 기하학적 필수 전위 분석 연구 [60,62]와 micro-Laue diffraction 적용을 통한 격자 회전과 변형 구배 분석 연구 [63]는 미소 단위의 실험을 통한 국부 변형 거동의 정량적 분석을 가능하게 하였다. 그림 9는 앞서 언급한 실험 방법의 이해를 돕는 미소 단위의 실험의 예로, SEM, HR-

Fig 8. SEM micrograph showing a flat punch tip (10 μm dia.) and fabricated pillars within a trench, with inserts of Alepnis nanoindentation platform for in-situ compression test and the load-hold test conditions with various strain rates [1].

EBSD 그리고 나노인덴테이션과 함께 단일 마이크로 캔틸레버를 이용한 in situ 실험의 전반적인 실험 방법과 결과

를 보여준다. 인덴터에 의해 시편에 하중이 가해지면 변형 거동을 관찰하는 것 (그림 9, SEM 이미지)과 동시에 나노인덴테이션의 하중-변위 측정 시스템을 통해 데이터를 얻게 된다 (그림 9, 그래프). 또한, 인덴터의 변위 통제를 이용한 유지 구간 (그림 9, 그래프 A와 B)에서 EBSD 분석을 진행함으로써 국부 변형 거동의 변화 양상에 대한 분석을 수행할 수 있다.

5.2. Small-scale 실험을 이용한 파단 거동 연구

일반적으로 금속 재료의 파단 거동의 해석은 파괴 인성 (fracture toughness) 평가로 이루어지며, 이를 평가하기 위해 인덴터가 금속 재료에 침투 시 발생하는 크랙을 해석하는 파괴 인성 평가 실험이 진행되었다 [64-67]. 하지만, 인덴터에 의해 발생하는 크랙의 다양한 유형 [68]은 인덴터 형상 및 재료 특성에 크게 의존하며 [69, 70], 이러한 영향

Fig. 9. In situ micromechanical testing of tungsten micro-SCB experiment with nano-indentation, SEM and HR-EBSD showing the overall experiment method and evolution of local deformation [60].

Fig. 10. (a) Micro-single cantilever beam (SCB) [26], (b) Micro-doubly clamped beam [28], Micro-double cantilever beam (DCBs) for (c) compression [30] and (e) wedging [29] test, also (d) Micro-pillar for splitting test [31].

Table 1. Fracture toughness (K_c) equations with respective to each test methods of Fig. 10. In the equation (7) α is empirical constant and c is crack length. In the equation (8) σ_c is fracture stress, a is crack length and $F(a/b)$ is dimensionless shape factor that depends on sample geometry. In the (9) method, the fracture toughness is analyzed through the extended finite element analysis (XFEM). In the equation (10) l is width of specimen, e is the distance between the line of action of the load P , P_c is critical load for crack extension and μ is the friction coefficient between flat punch indenter. In equation (11) γ is dimensionless coefficient, R is pillar radius and P_c is critical load at failure. In equation (12) the fracture toughness is presented to elastic strain energy, U_M , hear, d is the beam width, δ is maximum displacement and a is the crack length.

Equation No.	Test methods	Equation	Ref.
(7)	Nanoindentation	$K_c = \alpha \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{2/3}}$	[64, 65]
(8)	SCB (bending)	$K_c = \sigma_c \sqrt{\pi a} F\left(\frac{a}{b}\right)$	[27]
(9)	Doubly-clamped beam (bending)	XFEM	[28]
(10)	DCBs (compression)	$K_c = \sqrt{3} \frac{(e - \mu h)}{ld^{3/2}} P_c$	[30]
(11)	Micro-pillar (splitting)	$K_c = \gamma \frac{P_c}{R^{3/2}}$	[31]
(12)	DCBs (wedging)	$U_M = \frac{Ed^3 \delta^2}{8a^3}$	[29]

력으로 인해 발생하는 수직 방향의 크랙 (e.g. palmqvist crack)은 파괴 인성 해석에 어려움을 가져온다.

최근에는 위 같은 한계를 극복하는 방법으로 FIB 을 통해 제작된 다양한 시편 형상을 이용한 재료의 국부적인 파괴 인성을 해석하는 미소 단위의 실험이 진행되고 있다 [26-32].

그림 10은 파괴 인성 평가 실험을 위해 FIB을 통해 제작된 시편 형상을 보여주며, 표 1은 그림 10의 파괴 인성 실험에 적용되는 파괴 인성 식을 보여준다. 재료의 파괴 인성은 파단이 일어나는 임계 하중과 크랙의 생성 및 전파 등을 통해 해석된다. 그림 10과 같은 미소 단위의 실험을 이용한 파괴 인성 평가에서는 시편에 크랙 생성 및 전파를 위한 하중-변위 통제를 위해 끝이 뾰족한 췌기 (wedge [71]) (그림 10b), flat punch (그림 10c), Berkovich (그림 10a와 d), 췌기 (그림 10e)형상의 인덴터 팁이 이용되었다.

일반적으로 미소 단위의 파괴 인성 실험은 FIB을 이용한 시편 제작 단계에서 시편에 인위적인 노치 (notch)를 만들고 시편에 나노인덴테이션을 이용한 굽힘 (그림 10a와 b), 압축 (그림 10c), 침투 (그림 10e)등의 응력 모드를 적용하여 표 1의 식 (7-8), (10) 그리고 (12)와 같이 크랙의 전파 메커니즘을 크랙 길이를 바탕으로 해석하여 파괴 인성을 해석한다. 반면에, 마이크로 필라 형상을 이용한 파괴 인성 실험 (그림 10d)은 마이크로 필라 시편이 파단에 이

르러 분열될 때, 표 1의 식 (11)과 같이 시편 크기와 파단이 일어나는 임계 하중, P_c 를 이용하여 파괴 인성을 해석한다.

미소 단위의 파괴 인성 실험은 나노인덴테이션을 이용하여 시편에 하중을 가하여 크랙의 생성 및 전파를 유도한다. 하지만, 시편에 가해지는 하중은 금속 재료에 파단 거동을 제외한 변형 거동을 발생시킬 우려가 있다. 이러한 관점에서 미소 단위의 췌기 형상을 이용한 실험 (그림 10e)은 DCBs시편에 인위적으로 발생시킨 노치에서 췌기 형상의 인덴터 팁과 나노인덴테이션의 변위 통제 시스템을 이용해 시편에 하중 발생에 의한 변형을 최소화하고 효과적으로 크랙을 전파시키는 방법으로서 표 1의 식 (12)와 같이 크랙의 전파 길이와 실험 변위를 이용해 재료 내부의 탄성 변형 에너지, U_M 를 해석하여 파괴 인성 분석에 적용되었다.

6. 결 론

최근 금속 재료의 기계적 특성 및 변형 거동에 대한 미세 조직 및 합금 성분의 영향력과 변형 메커니즘의 변화를 근본적으로 이해하고 기존의 거시적인 기계적 실험법의 한계를 극복하는 금속 재료의 국부 변형 거동 연구의 방법론 중 하나로서 미세역학에 기반을 둔 미소 단위의 실험이 폭넓게 진행되고 있다.

미소 단위의 실험은 SEM, EDS, XRD 그리고 EBSD와 같이 금속 재료의 미세 조직 및 합금 성분 등을 분석하는 유용한 분석 장비 및 기술들과 함께 진행된다. 특히, 미소 영역에서 정밀 하중-변위 통제 시스템으로 나노인덴테이션 장비가 이용되고 있으며, 마이크로 또는 나노미터 크기의 다양한 시편을 제작하는 신속하고 정밀한 제작 기술로 FIB이 이용되고 있다.

미소 단위의 실험에는 FIB을 통해 제작된 마이크로 필라, 단일 마이크로 캔틸레버, 마이크로 인장 시편, 이중 마이크로 캔틸레버 등의 다양한 시편들이 적용되고 있으며, 거시적 영역의 조대한 시편에서 실현하기 쉽지 않은 시편 내부의 미세 조직 통제가 용이하다는 장점을 바탕으로 size effect 현상, 단일 미세 조직 (e.g. 결정 구조 및 방위) 및 결정립 계 영향력 등의 금속 재료의 변형 거동 및 특성 연구와 파괴 인성 평가 실험을 이용한 금속 재료의 파단 거동 연구가 진행되고 있다.

또한, 분석 장비 내 설치 가능한 이동식 나노인덴테이션을 이용하여 국부 변형 및 파단 거동과 미세 조직 변화 양상을 분석하는 in situ 실험이 폭넓게 진행되고 있다. 특히, 매우 높은 분해능을 보유한 분석 장비 및 기술로 HR-EBSD, micro-Laue diffraction 등의 정밀 분석을 추가적으로 적용하여 결정립 이하의 매우 국부적인 영역의 결정 구조 및 방위와 격자 단위의 변형 거동 및 특성 연구가 미소 단위의 실험을 통해 이루어지고 있다.

감사의 글

이 논문은 2017년도 정부(교육부)의 재원으로 한국연구재단의 지원을 받아 수행된 기초연구사업임(No. 2017R1D1A1B03033424).

REFERENCES

1. T.-S. Jun, Z. Zhang, G. Sernicola, F. P. Dunne, and T. B. Britton, *Acta Mater.* **107**, 298 (2016).
2. T.-S. Jun, D. E. Armstrong, and T. B. Britton, *J. Alloy. Compd.* **672**, 282 (2016).
3. P. J. Ashton, T.-S. Jun, Z. Zhang, T. B. Britton, A. M. Harte, S. B. Leen, and F. P. Dunne, *Int. J. Fatigue*. **100**, 377 (2017).
4. Z. Zhang, T.-S. Jun, T. B. Britton, and F. P. Dunne, *Acta Mater.* **118**, 317 (2016).
5. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Rec.* **7**, 1564 (1992).
6. M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, and W. D. Nix, *Science* **305**, 986 (2004).
7. J. R. Greer, W. C. Oliver, and W. D. Nix, *Acta Mater.* **53**, 1821 (2005).
8. K. Ng and A. Ngan, *Acta Mater.* **56**, 1712 (2008).
9. D. Norfleet, D. Dimiduk, S. Polasik, M. Uchic, and M. Mills, *Acta Mater.* **56**, 2988 (2008).
10. C. Frick, B. Clark, S. Orso, A. Schneider, and E. Arzt, *Mater. Sci. Eng. A.* **489**, 319 (2008).
11. D. Dimiduk, M. Uchic, and T. Parthasarathy, *Acta Mater.* **53**, 4065 (2005).
12. A. Schneider, B. Clark, C. Frick, P. Gruber, and E. Arzt, *Mater. Sci. Eng. A.* **508**, 241 (2009).
13. N. Malyar, J.-S. Micha, G. Dehm, and C. Kirchlechner, *Acta Mater.* **129**, 312 (2017).
14. A. Kunz, S. Pathak, and J. R. Greer, *Acta Mater.* **59**, 4416 (2011).
15. D. Jang, C. Cai, and J. R. Greer, *Nano. Lett.* **11**, 1743 (2011).
16. T.-S. Jun, G. Sernicola, F. P. Dunne, and T. B. Britton, *Mater. Sci. Eng. A.* **649**, 39 (2016).
17. C. Motz, T. Schöberl, and R. Pippan, *Acta Mater.* **53**, 4269 (2005).
18. J. Gong, T. B. Britton, M. A. Cuddihy, F. P. Dunne, and A. J. Wilkinson, *Acta Mater.* **96**, 249 (2015).
19. J. Gong and A. J. Wilkinson, *Acta Mater.* **57**, 5693 (2009).
20. J. Gong and A. J. Wilkinson, *Acta Mater.* **59**, 5970 (2011).
21. J. Gong and A. J. Wilkinson, *Philos. Mag.* **91**, 1137 (2011).
22. D. Kiener, W. Grosinger, G. Dehm, and R. Pippan, *Acta Mater.* **56**, 580 (2008).
23. J.-Y. Kim and J. R. Greer, *Acta Mater.* **57**, 5245 (2009).
24. J.-Y. Kim, D. Jang, and J. R. Greer, *Acta Mater.* **58**, 2355 (2010).
25. D. Kiener and A. Minor, *Nano. Lett.* **11**, 3816 (2011).
26. D. Armstrong, A. Wilkinson, and S. Roberts, *Philos. Mag. Lett.* **91**, 394 (2011).
27. D. Di Maio and S. Roberts, *J. Mater. Rec.* **20**, 299 (2005).
28. N. Jaya B, V. Jayaram, and S. K. Biswas, *Philos. Mag.* **92**, 3326 (2012).
29. G. Sernicola, T. Giovannini, P. Patel, J. R. Kermode, D. S. Balint, T. B. Britton, and F. Giuliani, *Nat. Commun.* **8**, 108 (2017).
30. S. Liu, J. Wheeler, P. Howie, X. Zeng, J. Michler, and W. Clegg, *Appl. Phys. Lett.* **102**, 171907 (2013).
31. M. Sebastiani, K. Johanns, E. G. Herbert, F. Carassiti, and G. M. Pharr, *Philos. Mag.* **95**, 1928 (2015).
32. M. Sebastiani, K. Johanns, E. G. Herbert, and G. M. Pharr, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* **19**, 324 (2015).

33. F. Rotundo, L. Ceschini, A. Morri, T.-S. Jun, and A. Korsunsky, *Composites Part A*, **41**, 1028 (2010).
34. A. J. Knowles, T.-S. Jun, A. Bhowmik, N. G. Jones, T. B. Britton, F. Giuliani, H. J. Stone, and D. Dye, *Scripta Mater.* **140**, 71 (2017).
35. F. Humphreys, *J. Mater. Sci.* **36**, 3833 (2001).
36. T. B. Britton, J. Jiang, P. S. Karamched, and A. J. Wilkinson, *J. Microsc.* **65**, 1245 (2013).
37. M. Alam, M. Blackman, and D. Pashley, 224, *Proc. R. Soc. Lond. A*, **221**, 224 (1954).
38. D. J. Dingley and V. Randle, *J. Mater. Sci.* **27**, 4545 (1992).
39. F. Humphreys, *Scripta Mater.* **51**, 771 (2004).
40. A. J. Wilkinson and T. B. Britton, *Mater. today*, **15**, 366 (2012).
41. M. Knezevic, A. Levinson, R. Harris, R. K. Mishra, R. D. Doherty, and S. R. Kalidindi, *Acta Mater.* **58**, 6230 (2010).
42. S. Reyntjens and R. Puers, *J. Micromech. Microeng.* **11**, 287 (2001).
43. D. Kiener, C. Motz, M. Rester, M. Jenko, and G. Dehm, *Mater. Sci. Eng. A*, **459**, 262 (2007).
44. C. A. Volkert and A. M. Minor, *MRS Bull.* **32**, 389 (2007).
45. J. Hütsch and E. T. Lilleodden, *Scripta Mater.* **77**, 49 (2014).
46. S. Shim, H. Bei, M. K. Miller, G. M. Pharr, and E. P. George, *Acta Mater.* **57**, 503 (2009).
47. H. Bei and E. George, *Acta Mater.* **53**, 69 (2005).
48. N. Stilwell and D. Tabor, *Proc. Phys. Soc.* **78**, 169 (1961).
49. D. Tabor, 247, *Proc. R. Soc. Lond. A*, **192**, 247 (1948).
50. M. F. Doerner and W. D. Nix, *J. Mater. Rec.* **1**, 601 (1986).
51. G. Pharr and W. Oliver, *MRS Bull.* **17**, 28 (1992).
52. I. N. Sneddon, *Int. J. Eng. Sci.* **3**, 47 (1965).
53. X. Li and B. Bhushan, *Mater. Charact.* **48**, 11 (2002).
54. H. J. Jeong, E. Y. Yoon, D. J. Lee, N. J. Kim, S. Lee, and H. S. Kim, *J. Mater. Sci.* **47**, 7828 (2012).
55. H. J. Jeong, N. S. Lim, B. H. Lee, C. G. Park, S. Lee, S.-H. Kang, H. W. Lee, and H. S. Kim, *Metall. Mater. Trans. A*, **45**, 6008 (2014).
56. M. D. Uchic and D. M. Dimiduk, *Mater. Sci. Eng. A*, **400**, 268 (2005).
57. N. J. Petch, *J. of the Iron and Steel Inst.* **174**, 25 (1953).
58. E. Hall, *Proc. Phys. Soc. B*, **64**, 747 (1951).
59. H. Zhang, B. E. Schuster, Q. Wei, and K. T. Ramesh, *Scripta Mater.* **54**, 181 (2006).
60. J. Ast, G. Mohanty, Y. Guo, J. Michler, and X. Maeder, *Mater. Des.* **117**, 265 (2017).
61. C. Niederberger, W. Mook, X. Maeder, and J. Michler, *Mater. Sci. Eng. A*, **527**, 4306 (2010).
62. X. Maeder, W. Mook, C. Niederberger, and J. Michler, *Philos. Mag.* **91**, 1097 (2011).
63. A. Bhowmik, J. Lee, T. B. Britton, W. Liu, T.-S. Jun, G. Sernicola, M. Karimpour, D. S. Balint, and F. Giuliani, *Acta Mater.* **145**, 516 (2018).
64. B. Lawn, and R. Wilshaw, *J. Mater. Sci.* **10**, 1049 (1975).
65. A. G. Evans, and E. A. Charles, *J. Am. Ceram. Soc.* **59**, 371 (1976).
66. D. Harding, W. Oliver, and G. Pharr, *MRS. OPL.* **356**, (1994).
67. K. I. Schiffrmann, *Philos. Mag.* **91**, 1163 (2011).
68. R. F. Cook and G. M. Pharr, *J. Am. Ceram. Soc.* **73**, 787 (1990).
69. J. Lee, Y. Gao, K. Johanns, and G. Pharr, *Acta Mater.* **60**, 5448 (2012).
70. K. Johanns, J. Lee, Y. Gao, and G. Pharr, *Modell. Simul. Mater. Sci. Eng.* **22**, 015011 (2013).
71. M. Schulze and W. Nix, *Int. J. Solids. Struct.* **37**, 1045 (2000).