

# Mikromehanička svojstva kompozitnih sistema formiranih elektrohemijским taloženjem tankih filmova Ni i Cu na različitim supstratima

Jelena Lamovec, Vesna Jović, Ivana Mladenović, Milija Sarajlić, Vesna Radojević

**Apstrakt**— Tanki filmovi Ni i Cu sitnozrne strukture su elektrohemijски istaloženi iz laboratorijski napravljenih sulfamatnih i sulfatnih elektrolita, respektivno. DC elektrohemijско taloženje filmova Ni je izvedeno na monokristalnim Si pločicama orijentacija (100) i (111), dok je elektrohemijско taloženje Cu filmova izvedeno na debelim elektrohemijским istaloženim filmovima Ni kao supstratima. U cilju ispitivanja uticaja mikrostrukture supstrata i tankih filmova Ni i Cu na mehanička svojstva ovih kompozitnih struktura, izvršeno je merenje Vickersove mikrotvrdoće sa različitim opterećenjima. Za svaki kompozitni sistem koji se sastoji od tankog filma na supstratu, postoji kritična dubina utiskivanja, kada izmerena tvrdoća ne predstavlja tvrdoću istaloženog filma, već takozvanu “kompozitnu tvrdoću”, zbog učesća supstrata koji doprinosi otporu plastičnoj deformaciji. Odabran je kompozitni model Šiko-Lezaža (C-L model), koji je primenjen na eksperimentalne rezultate u cilju određivanja apsolutne tvrdoće Ni i Cu filmova. Za pomenute kompozitne sisteme je izvršena analiza parametra deformacionog ojačavanja  $(t/d)^m$ , kojim se može izraziti razlika u odgovoru kompozitnih sistema na opterećenja.

**Cljučne reči** - kompozitna tvrdoća; Vickersova mikrotvrdoća; elektrohemijско taloženje; tanki filmovi; parametar deformacionog ojačavanja.

## I. UVOD

Tehnologija elektrohemijskog taloženja tankih filmova na različitim supstratima je jedna od važnih tehnologija u izradi komponenti u mikroelektromehaničkim sistemima (MEMS).

Pažljivo odabrani materijali i procesne tehnologije sa akcentom na dobra mehanička svojstva materijala, su od izuzetnog značaja za mehanički integritet mikrosistema. Elektrohemijско taloženje je jednostavna, ekonomski povoljna i funkcionalna metoda za dobijanje neporoznih, sitnozrnih filmova različitih metala i legura. Elektrohemijско taloženje je tehnologija kompatibilna sa MEMS i tehnologijama integrisanih kola jer je karakterišu niska temperatura procesa, velika brzina procesa i mogućnost formiranja različitih struktura. Izbor i optimizacija procesnih parametara pri elektrohemijskom taloženju daju mogućnost da se predvidi mikrostruktura tj.

Jelena Lamovec – IHTM-Centar za mikroelektronske tehnologije, Univerzitet u Beogradu, Njegoševa 12, 11000 Beograd, Srbija (e-mail: jejal@nanosys.ihtm.bg.ac.rs).

Vesna Jović – (isto), (e-mail: vjovic@nanosys.ihtm.bg.ac.rs).

Ivana Mladenović – (isto), (e-mail: ivana@nanosys.ihtm.bg.ac.rs)

Milija Sarajlić - (isto), (e-mail: milijas@nanosys.ihtm.bg.ac.rs).

Vesna Radojević – Tehnološko-metalurški fakultet Univerziteta u Beogradu, Karnegejeva 4, 11000 Beograd, Srbija (vesnar@tmf.bg.ac.rs).

veličina zrna u filmu, i da se time utiče na ojačavanje materijala sa malim gubitkom ili bez gubitka duktilnosti [1].

Zbog toga što tanki filmovi nemaju ista svojstva kao masivni (balk) materijali, postoji potreba za detaljnom analizom i izračunavanjem njihovih mehaničkih svojstava, zbog mehaničkog integriteta mikroelektromehaničkih sistema.

Elektrohemijско taloženje tankih filmova Ni i Cu je našlo široku primenu u izradi MEMS struktura. Ovi filmovi imaju dobra mehanička svojstva, kao što su visoka tvrdoća i zatezna čvrstoća, i što je posebno značajno u izradi MEMS struktura, imaju odlična električna i termička svojstva [2,3,4].

Za određivanje mehaničkih svojstava tankih filmova najčešće se koristi test merenja tvrdoće utiskivanjem utiskivača poznate geometrije pod zadatim opterećenjem. Izračunavanje apsolutne tvrdoće tankih filmova je otežano prisustvom supstrata, što se mora uzeti u obzir. Izmerena vrednost tvrdoće se kontinualno menja sa dubinom utiskivanja, debljinom filma i relativnim odnosom tvrdoća filma i supstrata. U zavisnosti od relativnog odnosa tvrdoća filma i supstrata, supstrat utiče na izmerenu tvrdoću sistema kada se utiskivanjem dodje od 7-20% ukupne debljine filma. Tada govorimo o kritičnoj dubini utiskivanja, i izmerenu tvrdoću nazivamo “kompozitnom tvrdoćom”, koja uključuje, sem tvrdoće filma i komponentu tvrdoće supstrata [5,6].

Model Šiko-Lezaža [7] je odabran i primenjen za analizu eksperimentalnih rezultata merenja tvrdoće kompozitnog sistema “tvrđ film na mekom supstratu”, u cilju određivanja apsolutne tvrdoće filma.

## II. MODEL KOMPOZITNE TVRDOĆE

Model Šiko-Lezaža (C-L) [7,8] je baziran na analogiji između promene Jungovog modula elastičnosti ojačanih kompozita sa zapreminskim udelom čestica i promene kompozitne tvrdoće između tvrdoće supstrata i tvrdoće filma. Model pretpostavlja poznavanje samo onih podataka koji se mogu dobiti iz testova utiskivanjem i baziran je na “paralelnoj vezi” tvrdoća supstrata ( $H_S$ ) i tvrdoća filma ( $H_F$ ):

$$\frac{1}{H_C} = \frac{1}{H_S} + \left( \frac{1}{H_F} - \frac{1}{H_S} \right) \quad (1)$$

Vrednost tvrdoće izračunate iz testova utiskivanjem, nije

konstantna, već zavisi od opterećenja. Mejerovim zakonom je izražena promena veličine otiska  $d$ , u funkciji od primenjenog opterećenja,  $P$ . Za svaki pojedinačni system film-supstrat, izmerena dijagonala i primenjeno opterećenje se mogu izraziti sličnom relacijom:

$$P = a^* \cdot d^{n^*} \quad (2)$$

Promenljivi deo brojne vrednosti tvrdoće je predstavljen faktorom  $n^*$ . Usvojena je sledeća relacija:

$$f\left(\frac{t}{d}\right) = \left(\frac{t}{d}\right)^m = f \quad \text{where } m = \frac{1}{n^*} \quad (3)$$

Kompozitna tvrdoća se može izraziti sledećom jednačinom:

$$H_C = (1-f) \left( \frac{1}{H_S} + f \cdot \left( \frac{1}{H_F} - \frac{1}{H_S} \right) \right) + f \cdot (H_S + f \cdot (H_F - H_S)) \quad (4)$$

Preuređenje ove relacije kao polinoma po članu  $H_F$ , dozvoljava izračunavanje tvrdoće filma, koja je prema tome jednaka vrednosti pozitivnog korena jednačine:

$$\begin{aligned} A \cdot H_F^2 + B \cdot H_F + C &= 0, \\ A &= f^2 \cdot (f-1) \\ B &= (-2 \cdot f^3 + 2 \cdot f^2 - 1) \cdot H_S + (1-f) \cdot H_C \\ C &= f \cdot H_C \cdot H_S + f^2 \cdot (f-1) \cdot H_S^2 \end{aligned} \quad (5)$$

Vrednost  $m$  se dobija direktno, linearnom regresijom izvedenom nad eksperimentalnim tačkama za dati sistem film-supstrat:

$$\ln d = m \cdot \ln P + b \quad (6)$$

### III. EKSPERIMENTALNA ISPITIVANJA

Kao supstrati za elektrohemijsko taloženje filmova Ni i Cu odabrane su pločice monokristalnog Si sa orijentacijama (100) i (111) i debeli film (50  $\mu\text{m}$ ) elektrohemijski istaloženog Ni, respektivno. Tehnologijom spaterovanja na supstrate Si su naneti adhezioni slojevi Cr debljine 100Å i nukleacionih slojeva Ni debljine 1000Å. Elektrohemijsko taloženje je izvršeno u DC-galvanostatskom modu. Tanki filmovi Ni taloženi su iz laboratorijski napravljenog sulfamatnog kupatila sastava: 300g/l  $\text{Ni}(\text{NH}_2\text{SO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , 30g/l  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , 30g/l  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , 1g/l saharina, dok su filmovi Cu taloženi iz laboratorijski napravljenog sulfatnog kupatila sastava: 240g/l  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , 60g/l  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Temperature procesa elektrohemijskog taloženja su održavane na 50°C i 20°C, respektivno. Prema površini za taloženje, projektovanoj debljini depozita i koeficijentu katodne efikasnosti, određeno je vreme taloženja.

Mehanička svojstva kompozitnih sistema su okarakterisana korišćenjem mikrotiskivača po Vikersu "Leitz, Kleinharteprufer DURIMET I", sa opsegom opterećenja od 0.049N do 4.9N. Za svako opterećenje izvršena su tri utiskivanja, izmereno šest dijagonala i određena srednja vrednost dijagonale otiska i kompozitne tvrdoće. Utiskivanje je vršeno na sobnoj temperature. Eksperimentalni rezultati su obrađeni primenom kompozitnih modela i fitovani programom GnuPlot, v.4.0 (<http://www.gnuplot.info/>).

Ispitivanje mikrostrukture uzoraka je izvršeno na metalografskom mikroskopu (Carl Zeiss microscope "Epival Interphako"). Topografski detalji su ispitivani AFM mikroskopijom ("TMMicroscopes-Veeco"), u beskontaktnom modu.

## IV. REZULTATI I DISKUSIJA

### A. Tanki elektrohemijski istaloženi filmovi Ni na monokristalnim supstratima Si

Testovi su izvršeni Vikersovim utiskivačem na supstratima Si i različitim kompozitnim sistemima film-supstrat. Mehanička svojstva monokristala zavise od kristalografske orijentacije, i orijentacija utiskivača je odabrana tako da dijagonala otiska bude paralelna sa primarnim zaravnjenjem (flat) za obe orijentacije Si (tj. dijagonale su paralelne sa  $\langle 110 \rangle$  pravcem [9,10]).

Srednje vrednosti dijagonale otiska  $d$ , su izračunate iz nekoliko nezavisnih merenja na svakom uzorku, za različita opterećenja. Za izračunavanje kompozitne tvrdoće  $H_C$ , korišćena je formula:

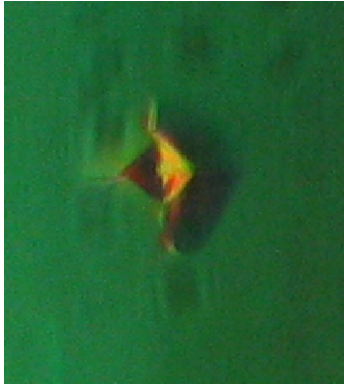
$$H_C = 1.8544 \cdot P \cdot d^{-2} \quad (7)$$

gde je 1.8544 konstanta tj. geometrijski faktor za Vikersov piramidalni utiskivač.

Prvo je određena vrednost apsolutne tvrdoće supstrata. Prema literaturi, model proporcionalnog otpora uzorka (PSR), autora Li-Brada je pogodan za opisivanje promene mikrotvrdoće sa opterećenjem [11]. Prema PSR modelu, opterećenje  $P$  je povezano sa veličinom otiska  $d$  na sledeći način:

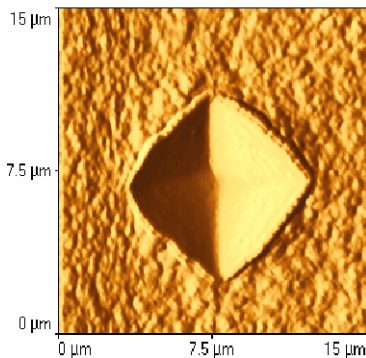
$$P = a_1 \cdot d + (P_C / d_0^2) \cdot d^2 \quad (8)$$

U ovoj jednačini  $P_C$  predstavlja kritično primenjeno opterećenje iznad kojeg mikrotvrdoća postaje nezavisna od opterećenja, i  $d$  je odgovarajuća dužina dijagonale otiska. Grafik zavisnosti  $P/d$  od  $d$  predstavlja pravu liniju čiji nagib daje vrednost  $P_C \cdot d_0^{-2}$ , koja kada se pomnoži sa Vikersovim konverzionim faktorom 1.8544, daje vrednost mikrotvrdoće nezavisne od opterećenja,  $H_S$ . Ove izračunate vrednosti mikrotvrdoće Si supstrata iznose 6.49GPa za (100)-orijentisan Si supstrat i 8.71GPa za (111)-orijentisan Si supstrat [12].



Sl. 1. Nepokriveni (100)-Si supstrat: evidentan je krt odgovor supstrata pri plastičnoj deformaciji utiskivanjem, pri opterećenju od 0.392N. Dijagonale su paralelne sa <110>-orijentacijom supstrata.

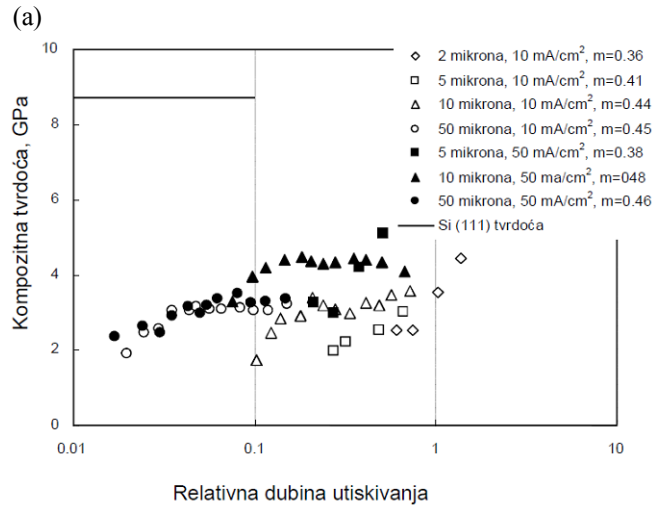
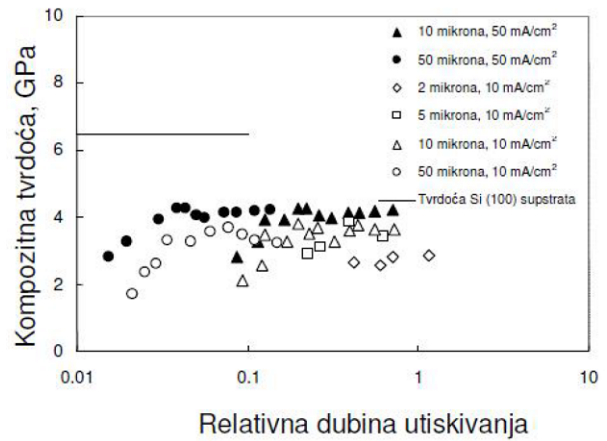
Na Sl.2. prikazan je otisak nakon utiskivanja pri opterećenju od 0.25 N na kompozitnom sistemu ET Ni - Si supstrat (100) orijentacije. Debljina filma Ni, istaloženog pri gustini struje od 10 mA/cm<sup>2</sup> iznosi 5 μm. Može se primetiti izdizanje filma Ni oko otiska zbog relativne mekoće istaloženog filma u odnosu na tvrdi supstrat Si.



Sl. 2. AFM topografija Vickersovog otiska pri opterećenju od 25N na elektrohemijski istaloženom filmu Ni na Si supstratu.

Promena kompozitne tvrdoće  $H_C$ , sa relativnom dubinom utiskivanja  $h/t$ , za ET Ni filmove različitih debljina od 2 do 5 μm na Si(100) i Si(111)-orijentisanim supstratima prikazana je na Sl.3.

Za male dubine utiskivanja (male vrednosti opterećenja), kada je  $h/t \leq 0.1$ , pretpostavlja se dominantan uticaj filma u odgovoru na deformaciju. Tvrdoća filma se povećava do određene relativne dubine utiskivanja ( $< 0.1$ ), što se objašnjava deformacionim ojačavanjem filma. Filmovi taloženi sa većom gustinom struje (50mA/cm<sup>2</sup>), pokazuju veće vrednosti tvrdoće u odnosu na filmove istaložene gustinom struje od 10 mA/cm<sup>2</sup>.

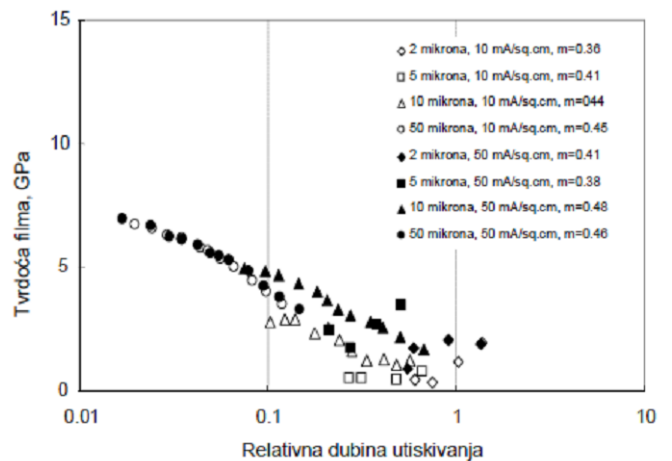


(a)

(b)

Sl. 3. Promena kompozitne tvrdoće sa relativnom dubinom utiskivanja, za sisteme mekog filma Ni na tvrdom supstratu Si(100) (a) i Si(111) (b).

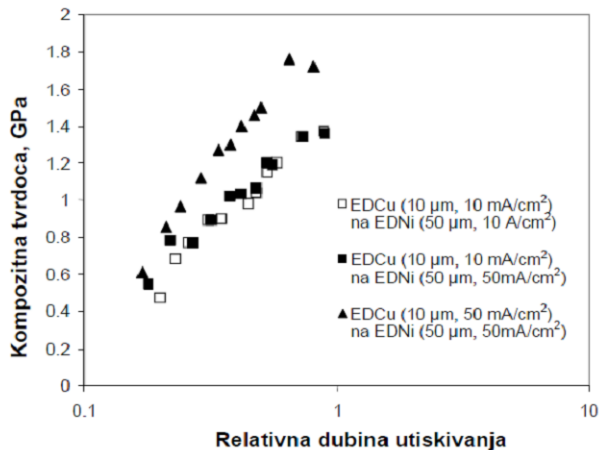
Model Šiko-Lezaža (C-L model) [7,8], baziran na modelu za ojačane kompozite je primenjen na eksperimentalne podatke, na sisteme sa debljinom filмова do 50 μm, i rezultati su prikazani na Sl.4. Izračunate vrednosti za tvrdoću filma  $H_F$ , nisu konstantne, već zavise od primenjenog opterećenja. Kompozitni sistem Ni film-Si supstrat pokazuje smanjenje tvrdoće filma sa relativnom dubinom utiskivanja.



Sl. 4. Promena tvrdoće filma sa relativnom dubinom utiskivanja za sistem koji se sastoji od ET Ni filma na Si(111) supstratu prema modelu Šiko-Lezaža.

*B. Tanki elektrohemijski istaloženi filmovi (ET) Cu na debelom ET filmu Ni kao supstratu*

Kompozitni sistemi elektrohemijski istaloženog tankog filma Cu na debelom elektrohemijski istaloženom filmu Ni kao supstratu, takođe pripadaju kompozitnim sistemima tipa “mek film na tvrdom supstratu”. Promena kompozitne tvrdoće  $H_C$  sa relativnom dubinom utiskivanja  $h/t$ , je data na Sl. 5. za različite parametre taloženja filma i supstrata. Apsolutna tvrdoća debelih (50 $\mu$ m) elektrohemijski istaloženih filmova Ni kao supstrata, je određena kao 4.08GPa i 4.63GPa za gustine struje 10mA/cm<sup>2</sup> i 50mA/cm<sup>2</sup>, respektivno [12].



Sl. 5. Promena kompozitne tvrdoće  $H_C$ , sa relativnom dubinom utiskivanja  $h/t$ , za elektrohemijski istaložene filmove Cu na debelim ET filmovima Ni kao supstratima. Debljina filmova i gustine struje taloženja su prikazane na dijagramu.

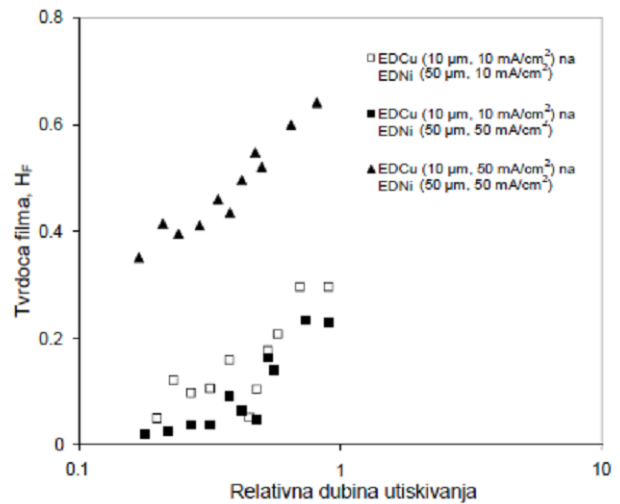
Vrednosti kompozitne mikrotvrdoće rastu sa relativnom dubinom utiskivanja i sa rastućim uticajem tj. udelom supstrata u plastičnoj deformaciji.

Najveći uticaj na vrednosti kompozitne mikrotvrdoće ima parametar gustina struje kojom se talože filmovi Ni i Cu. Povećanje vrednosti gustine struje vodi smanjenju veličine zrna što rezultuje većim vrednostima kompozitne mikrotvrdoće.

Na Sl.6. prikazani su rezultati izračunatih vrednosti tvrdoće filmova iz eksperimentalnih podataka, po modelu Šiko-Lezaža (C-L). Vrednosti tvrdoće Cu filmova  $H_F$ , nisu konstantne, već zavise od primenjenog opterećenja.

Različiti fizički fenomeni kao što su efekat veličine otiska (ISE efekat), pucanje filma oko otiska ili elastični doprinos supstrata pri malim opterećenjima, mogu biti razlog varijacije vrednosti tvrdoće filma sa opterećenjem. Kompozitni sistem ET Cu film - ET Ni supstrat, pokazuje rastuću zavisnost tvrdoće filma od relativne dubine utiskivanja.

Razlike u odgovoru dva različita kompozitna sistema istog tipa na plastičnu deformaciju (Sl.4 i Sl.6.), potiču od različite mikrostrukture tj. različitih mikromehaničkih svojstava filmova i supstrata. Tvrdoća ET Ni filmova na Si supstratima se smanjuje sa primenjenim opterećenjem, ali se tvrdoća ET Cu filmova na debelim ET Ni filmovima kao supstratima povećava sa relativnom dubinom utiskivanja, zbog ovih razlika.



Sl. 6. Promena tvrdoće filma  $H_F$  sa relativnom dubinom utiskivanja  $h/t$ , za sistem koji se sastoji od ET Cu filma na 50- $\mu$ m debelom ET Ni filmu kao supstratu, prema C-L modelu.

*C. Poređenje i analiza kompozitnog Mejerovog indeksa  $(t/d)^m$*

Prema Mejerovom zakonu (2), koji opisuje promenu tvrdoće sa primenjenim opterećenjem (usled deformacionog ojačavanja),  $n^*$  je nazvan Mejerovim indeksom. Analogno tome, model Šiko-Lezaža (C-L), uvodi parameter  $m$ , koji je nazvan kompozitnim Mejerovim indeksom.

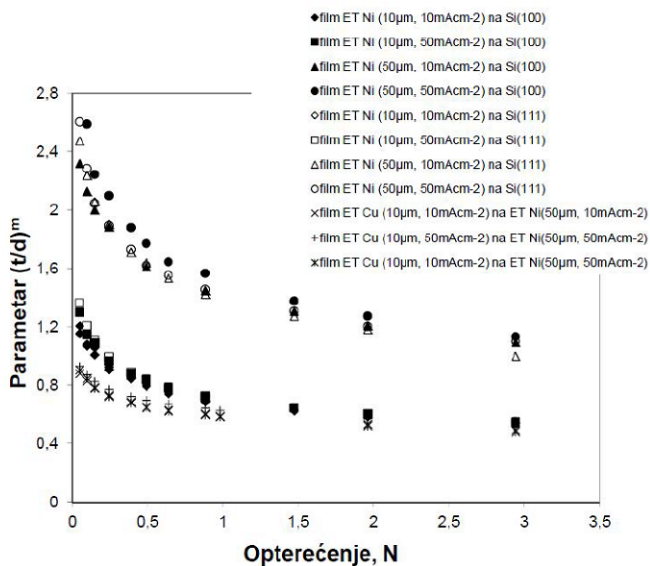
Tabela I sadrži vrednosti kompozitnih Mejerovih indeksa za različite kompozitne sisteme: filmove ET Ni na (100) i (111)-orijentisanim Si supstratima i filmovima ET Cu na debelim filmovima ET Ni kao supstratima.

TABELA I  
VREDNOSTI KOMPOZITNOG MEJEROVOG INDEKSA, IZRAČUNATE PREMA C-L MODELU ZA RAZLIČITE SUPSTRATE I DEBLJINE ET Ni I ET Cu FILMOVA TALOŽENIH SA RAZLIČITIM VREDNOSTIMA GUSTINE STRUJE

Film/Supstrat	$j_f$ , mA/cm <sup>2</sup>	$t_f$ , $\mu$ m	$m$
ED Ni / (100)Si	10	10	0.45
ED Ni / (100)Si	10	50	0.44
ED Ni / (100)Si	50	10	0.46
ED Ni / (100)Si	50	50	0.48
ED Ni / (111)Si	10	10	0.44
ED Ni / (111)Si	10	50	0.45
ED Ni / (111)Si	50	10	0.48
ED Ni / (111)Si	50	50	0.46
ED Cu / ED Ni (50 $\mu$ m, 10mA/cm <sup>2</sup> )	10	10	0.38
ED Cu / ED Ni (50 $\mu$ m, 50mA/cm <sup>2</sup> )	10	10	0.39
ED Cu / ED Ni (50 $\mu$ m, 50mA/cm <sup>2</sup> )	10	50	0.37

Kompozitni Mejerov indeks karakteriše tendenciju promene kompozitne tvrdoće sa opterećenjem. Na Sl.7. je pokazano da parameter  $(t/d)^m$  izražava razliku u karakteru promene kompozitne tvrdoće sa opterećenjem, za različite kompozitne sisteme.



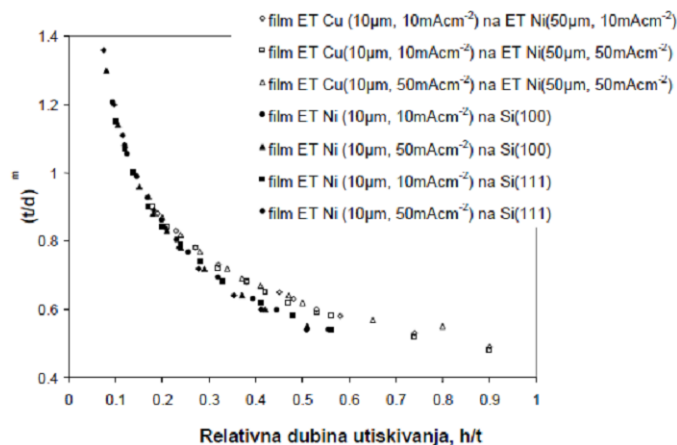


Sl. 7. Poređenje promene parametra  $(t/d)^m$  sa opterećenjem  $P$ , za ET Ni filmove na monokristalnim supstratima Si, i ET Cu filmove na debelim ET Ni filmovima kao supstratima, za različite debljine filmova (10 i 50  $\mu\text{m}$ ) i gustine struje taloženja (10 i 50  $\text{mA}/\text{cm}^2$ ).

U oblasti primene malih opterećenja, vrednost kompozitne tvrdoće teži ka vrednosti tvrdoće filma, i parametar  $(t/d)^m$  je nezavisan od tipa supstrata. U ovoj oblasti, parametar  $(t/d)^m$  raste sa povećanjem primenjene gustine struje.

Parametar  $(t/d)^m$  za različite sisteme istog tipa ("mek film na tvrdom supstratu"), pokazuje veliku osetljivost u oblasti malih opterećenja (do 50% debljine filma) i zavisi od mikrostrukture i mikromehaničkih svojstava filma i supstrata. Povećanje debljine filma iznad određene kritične vrednosti (za sisteme ET Ni na Si supstratima, to je 50  $\mu\text{m}$ ), vodi neosetljivosti ovog parametra na tip supstrata.

Sa povećanjem relativne dubine utiskivanja (posebno za vrednosti  $h/t \geq 0.1$ ), uticaj supstrata postaje dominantan i promena parametra  $(t/d)^m$  zavisi najviše od tipa supstrata (Sl.8.).



Sl. 8. Poređenje promene parametra  $(t/d)^m$  sa relativnom dubinom utiskivanja  $h/t$ , za ET Ni filmove na monokristalnom Si kao supstratu i ET Cu filmove na debelim ET Ni filmovima kao supstratima, za debljinu filma od 10  $\mu\text{m}$  i vrednosti gustine struje 10 i 50  $\text{mA}/\text{cm}^2$ .

Izvršena je analiza mikrotvrdoće različitih kompozitnih sistema istog tipa ("mek film na tvrdom supstratu"), formiranih elektrohemijским taloženjem tankih filmova Ni i Cu na monokristalnim (100) i (111) Si supstratima i debelim ET filmovima Ni kao supstratima, respektivno.

Pokazano je da karakter promene kompozitne tvrdoće zavisi od tipa kompozitnog sistema tj. od razlika u mehaničkim svojstvima filma i supstrata: tvrdoće supstrata, tvrdoće filma, njihovog relativnog odnosa tvrdoća i debljine filma.

Svi analizirani kompozitni sistemi pripadaju tipu "mek film na tvrdom supstratu" kompozitnog sistema. Model Šiko-Lezaža (C-L model), baziran na modelu za ojačane kompozite, je primenjen na eksperimentalne rezultate i za deblje filmove do 50  $\mu\text{m}$ .

Izračunate vrednosti za tvrdoću filma,  $H_F$ , zavise od primenjenog opterećenja. U slučaju sistema elektrohemijски istaloženog filma Cu na masivnom filmu ET Ni kao supstratu, tvrdoća filma raste sa porastom opterećenja, dok u slučaju istaloženog filma Ni na monokristalnom Si kao supstratu, tvrdoća filma opada sa opterećenjem. Prema modelu Šiko-Lezaža, objašnjenje je da su varijacije tvrdoće povezane sa različitim fizičkim fenomenima kao što su efekat veličine otiska, elastični doprinos supstrata pri nižim opterećenjima ili pucanje filma ili supstrata pri velikim opterećenjima.

Kompozitni Mejerov indeks,  $m$ , i parametar  $(t/d)^m$ , koji karakterišu način na koji se kompozitna tvrdoća menja sa opterećenjem, za mala opterećenja ne zavise od tipa supstrata već od apsolutne vrednosti tvrdoće analiziranog filma. Sa povećanjem opterećenja, uticaj supstrata postaje dominantan i parametar  $(t/d)^m$  zavisi najvećim delom od tipa supstrata.

#### ZAHVALNICA

Ovaj rad je delom finansiralo Ministarstvo prosvete, nauke i tehnološkog razvoja Republike Srbije u okviru projekata TR 32008, TR 34011 i III 45019.

#### LITERATURA

- [1] M. Datta, D. Landolt, "Fundamental aspects and applications of electrochemical microfabrication," *Electrochimica Acta*, vol. 45, no.15, pp.2535-2558, 2000.
- [2] W. Ruythooren, K. Attenborough, S. Beerten, P. Merken, J. Fransaeer, E. Beyne, C. V. Hoof, J. D. Boeck, J. P. Celis, "Electrodeposition for the synthesis of microsystems", *J. Micromech. Microeng.*, vol. 10, no.2, pp. 101-107, 2000.
- [3] F. Ebrahimi, G. R. Bourne, M. S. Kelly, T. E. Matthews, "Mechanical properties of nanocrystalline nickel produced by electrodeposition", *Nanostructured materials*, vol.11, no.3, pp.343-350, 1999.
- [4] A. Ibanez, E. Fatas, "Mechanical and structural properties of electrodeposited copper and their relation with the electrodeposition parameters", *Surf.&Coat.Technol.*, vol.191, no.1, pp.7-16, 2005.
- [5] A. M. Korsunsky, M. R. McGurk, S. J. Bull, T.F. Page, "On the hardness of coated systems", *Surf.&Coat.Technol.*, vol.99, no.1, pp.171-183, 1998.
- [6] D. Chicot, J. Lesage, "Absolute hardness of films and coatings", *Thin Solid Films*, vol.254, no.1, pp.123-130, 1995.
- [7] J. Lesage, A. Pertuz, D. Chicot, "A new method for the hardness determination of thin films", *Revista Materia*, vol.9, no.1, pp.12-19, 2004.

- [8] J. Lesage, D. Chicot, "A model for hardness determination of thin coatings from standard microindentation tests", *Surf.&Coat.Technol.*, vol.200, no. , pp.886-889, 2005.
- [9] K. E. Petersen, "Silicon as a Mechanical Material", *Proceedings of the IEEE* (1982), publisher IEEE, vol.70, no.5, pp.420-457.
- [10] S. Wolf, R.N. Tauber, *Silicon processing for the VLSI era-Vol.1*", 2<sup>nd</sup> Ed., Sunset Beach CA, USA, Lattice Press, 2000.
- [11] H. Li, R.C. Bradt, "The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals", *J.Mater.Sci*, vol.28, pp.917-926, 1993.
- [12] J. Lamovec, V. Jović, D. Randelović, R. Aleksić, V. Radojević, "Analysis of the composite and film hardness of electrodeposited nickel coatings on different substrates", *Thin Solid Films*, vol.516, no.23, pp.8646-8654, 2008.

#### ABSTRACT

Thin Ni and Cu films with fine-grained structures have been electrodeposited from self-made sulphamate-based and sulphate-based electrolytes, respectively. DC electrodeposition of Ni films was performed on single crystal Si wafers with different orientations named (100) and (111), and electrodeposition of Cu films was performed on thick electrodeposited Ni films as the substrates. In order to investigate the influence of the

microstructure of the substrates and of the Ni and Cu thin films on mechanical properties of these composite structures, Vickers microhardness testings for different loads was done. For any composite system of thin film on a substrate, there is a critical indentation depth, when a measured hardness value is not the hardness of the electrodeposited film, but the so-called "composite hardness", because the substrate also participates in the plastic deformations. Composite hardness model of Chicot-Lesage was chosen and applied to the experimental data in order to determine the absolute film hardness. Analysis of work hardening parameter  $(t/d)^m$ , that can express the difference in tendency of the composite hardness with the indentation load, was performed for the above-mentioned composite systems.

#### **Micromechanical properties of composite systems obtained with electrodeposition of thin Ni and Cu films on different substrates**

Jelena Lamovec, Vesna Jović, Ivana Mladenović, Milija Sarajlić, Vesna Radojević