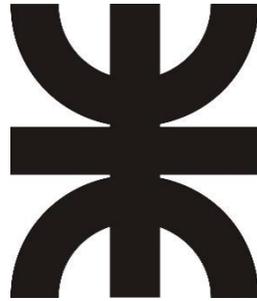


Proyecto N°: PFC-1908A

# Universidad Tecnológica Nacional

Facultad Regional Concepción del Uruguay



## Proyecto Final de Carrera

Ingeniería Electromecánica

---

Análisis multi-físico mediante el método de elementos finitos de experimentos de compresión in-situ y caracterización eléctrica de micropilares

---

Autor

Kevin Daniel Silva

Tutor

M. Sc. Hauke-Lars Honig

Director del Proyecto

Ing. Gustavo Puente

marzo 2020

# *Agradecimientos*

*A la Universidad Tecnológica Nacional, al Departamento Electromecánica y a sus docentes.*

*Al Grupo de Ingeniería de Superficies, a los investigadores y becarios. En especial a la Prof. Dra. Sonia Brühl, quien me introdujo en el mundo de la investigación, por su guía y apoyo.*

*Al Servicio Alemán de Intercambio Académico (DAAD) que me otorgó el financiamiento para la estadía en Alemania.*

*A la Universidad Técnica de Ilmenau, al Prof. Dr. Peter Schaaf por recibirme en su grupo de investigación y permitirme llevar a cabo este proyecto, y a mi tutor M. Sc. Hauke-Lars Honig por su tiempo y dedicación.*

*A mis amigos y compañeros que hicieron el tiempo de estudio más ameno.*

*A mi familia, por el apoyo incondicional durante toda la carrera.*

# Resumen

La compresión de micropilares es una técnica relativamente joven que permite estudiar las propiedades mecánicas en recubrimientos finos y materiales masivos, en la microescala. El experimento realiza la compresión del espécimen con un indentador de cara plana en un estado homogéneo de tensiones y determina de forma directa la respuesta mecánica del material estudiado. Los micropilares son fabricados por la técnica "FIB Milling", donde se maquina el recubrimiento o material masivo en un microscopio con un haz de iones, es decir, removiendo material hasta obtener la forma deseada. Además, es posible realizar una caracterización eléctrica en simultaneo a la deformación del espécimen para determinar si se producen cambios en las propiedades eléctricas del material. Se han llevado a cabo numerosos estudios empleando el método de los elementos finitos para comprender el comportamiento mecánico de los micropilares y obtener información sobre las propiedades mecánicas y el estado de tensiones. Sin embargo, aún existe una brecha en el estudio de las propiedades eléctricas de los micropilares y la interacción entre los fenómenos físicos que se manifiestan durante el experimento.

En este trabajo, se llevó a cabo el modelado multifísico mediante el método de elementos finitos de un experimento de compresión en un sistema multicapas metal/metal. Se realizó un estudio paramétrico considerando diferentes valores de espesores de capa, diámetros de los micropilares y corrientes eléctricas para analizar el comportamiento mecánico y termoeléctrico durante la compresión y la caracterización eléctrica.

Los resultados del modelo permitieron establecer una serie de parámetros sugeridos para la configuración experimental con el objetivo de minimizar la influencia de los fenómenos físicos involucrados y obtener una caracterización satisfactoria.

# Abstract

Micropillar compression is a novel technique that allows studying the mechanical properties of thin films and bulk materials in the microscale. This methodology implements the compression of the specimen by a flat-ended indenter in a homogeneous stress state and determines the mechanical response of the material in a direct way. Micropillars are fabricated by “FIB Milling”, in a microscope where the thin film or bulk material is machined by an ion beam, which removes the material until the desired shape is obtained. In addition, it is possible to implement an electrical characterization during to the strain of the specimen to determine if there are changes in the electrical properties of the studied material. Several studies had been carried out using the Finite Element Method to understand the deformation behavior of micropillars and to obtain information about the mechanical properties and the stress state. However, there is still a knowledge gap in the electrical characterization and the interplay between the involved effects.

In this work, a multiphysical model using the finite element method of compression experiments in a multilayered metal/metal system was carried out. A parametric study was carried out considering different values of layer thickness, diameter of the micropillars and electrical currents to analyze the mechanical and thermoelectric behavior during compression and electrical characterization.

The results of the model allowed to establish suggested parameters for the experimental setup with the aim of minimize the disturbing influences of the involved physical phenomena and obtaining an interpretable characterization.

# Contenido

<b>Contenido .....</b>	<b>1</b>
<b>Índice de figuras .....</b>	<b>3</b>
<b>Índice de tablas .....</b>	<b>5</b>
<b>Nomenclatura .....</b>	<b>6</b>
<b>1. Introducción .....</b>	<b>8</b>
1.1. Planteo del problema .....	8
1.2. Objetivos .....	9
1.3. Alcance .....	9
1.4. Metodología general.....	9
<b>2. Marco teórico y estado del arte .....</b>	<b>11</b>
2.1. Modelado computacional multifísico .....	11
2.1.1. Método de los elementos finitos .....	12
2.1.2. COMSOL Multiphysics .....	13
2.1.3. Fenómenos físicos .....	14
2.1.3.1. Relación de Hall-Petch y Ecuación de Ramberg-Osgood .....	14
2.1.3.2. Calentamiento por efecto Joule .....	16
2.1.3.3. Resistencia eléctrica de contacto.....	17
2.1.3.4. Efecto Seebeck .....	19
2.1.4. Modelos matemáticos .....	20
2.1.4.1. Mecánica de sólidos .....	21
2.1.4.2. Corrientes eléctricas.....	21
2.1.4.3. Transferencia de calor .....	22
2.1.4.4. Efecto termoeléctrico.....	22
2.1.4.5. Fuente de calor electromagnético .....	23
2.2. Recubrimientos finos y sistemas multicapas .....	24
2.2.1. Métodos de fabricación.....	24
2.2.2. Aplicaciones .....	26
2.3. Micromecánica.....	26
2.3.1. Micro y nanofabricación .....	27

2.3.2.	Técnicas de caracterización .....	29
2.3.2.1.	Nanoindentación .....	29
2.3.2.2.	Compresión de micropilares .....	30
2.4.	Caracterización eléctrica .....	32
2.4.1.	Método de las cuatro puntas .....	32
2.5.	Revisión de antecedentes .....	33
<b>3.</b>	<b>Metodología.....</b>	<b>38</b>
3.1.	Procedimiento.....	38
3.2.	Esquema del modelo .....	38
3.3.	Propiedades de los materiales.....	41
3.3.1.	Comportamiento elastoplástico .....	41
3.3.2.	Resistencia eléctrica de contacto .....	42
3.3.3.	Otras propiedades .....	43
3.4.	Condiciones de frontera .....	44
3.5.	Mallado .....	48
<b>4.</b>	<b>Resultados y discusión.....</b>	<b>50</b>
4.1.	Comportamiento mecánico .....	50
4.2.	Comportamiento termoeléctrico.....	52
4.2.1.	Calentamiento por efecto Joule .....	52
4.2.2.	Resistencia eléctrica de contacto .....	55
4.2.3.	Efecto Seebeck.....	56
<b>5.</b>	<b>Conclusiones .....</b>	<b>61</b>
5.1.	Resultados.....	61
5.2.	Valoración del trabajo.....	62
<b>6.</b>	<b>Referencias.....</b>	<b>63</b>
<b>7.</b>	<b>Anexos .....</b>	<b>70</b>
7.1.	Códigos de Python para el cálculo de las propiedades .....	70
7.1.1.	Relación de Hall-Petch.....	70
7.1.2.	Ecuación de Ramberg-Osgood .....	71
7.1.3.	Resistencia de contacto .....	72

# Índice de figuras

Fig. 1: Modelado multifísico .....	11
Fig. 2: Representación de un dominio en 2D discretizado en triángulos y cuadriláteros [6].....	12
Fig. 3: Interfaz gráfica de COMSOL .....	13
Fig. 4: Workflow en COMSOL .....	13
Fig. 5: Módulos e interfases de COMSOL .....	14
Fig. 6: Mecanismos de deformación en sistemas multicapas para diferentes escalas. Gráfico tomado de la Ref. [10] .....	15
Fig. 7: Curva tensión-deformación ( $\sigma$ - $\epsilon$ ) mediante ecuación de Ramberg-Osgood.....	16
Fig. 8: Esquema de una interfaz de contacto eléctrico. Gráfico tomado de la Ref. [14]	17
Fig. 9: Clúster de puntos de contacto con área aparente y con área real de contacto. Gráfico tomado de la Ref. [15] .....	18
Fig. 10: Esquema de circuito termoeléctrico.....	19
Fig. 11: Esquema del efecto Peltier .....	20
Fig. 12: Imagen TEM de la sección transversal de un sistema multicapas de Ni/Al con período bicapa de 30 nm. Gráfico tomado de la Ref. [22] .....	24
Fig. 13: Esquema de un sistema de DC Sputtering. Gráfico tomado de la Ref. [24] .....	25
Fig. 14: Micromanipulador Kleindiek.....	27
Fig. 15: FIB-SEM Zeiss en Institut für Mikro- und Nanotechnologien de la TU Ilmenau	28
Fig. 16: Imagen SEM de una impureza residual en silicio. Gráfico tomado de la Ref. [28] .....	29
Fig. 17: Imágenes SEM de un experimento de compresión en micropilares (Imágenes: Hauke-Lars Honig) .....	30
Fig. 18: Esquema de un experimento de microcompresión. Gráfico tomado de la Ref. [29].....	31
Fig. 19: Imágenes SEM de un proceso de maquinado de un micropilar con FIB Milling. Gráfico tomado de la Ref. [32] .....	31
Fig. 20: Diagrama del método de las cuatro puntas.....	33
Fig. 21: Análisis de publicaciones sobre “micropillars” en Sciencedirect. ....	34
Fig. 22: Tensión al 5% de deformación vs. Diámetro del pilar para diferentes metales BCC monocristalinos. Gráfico tomado de la Ref. [55] .....	35
Fig. 23: Nanopilar monocristalino de Nb con un diámetro de 800nm. a) antes de la deformación b) curvas de tensión-deformación c) después de la deformación. Gráfico tomado de la Ref. [59] .....	36
Fig. 24: Mecanismos de deformación en función de la relación de aspectos. Gráfico tomado de la Ref. [63] .....	37
Fig. 25: Proceso de estudio de los efectos .....	38
Fig. 26: Esquema 3D del modelo .....	39
Fig. 27: Esquema axisimétrico: a) parámetros geométricos b) circuito eléctrico .....	39

Fig. 28: Relación de Hall-Petch – Tensión de fluencia vs. Espesor .....	41
Fig. 29: Comportamiento elastoplástico para diferentes espesores de capa. a) Aluminio b) Níquel .....	42
Fig. 30: Resistencia Eléctrica de Contacto vs. Fuerza para indentadores de a) Diamante b) Tungsteno .....	43
Fig. 31: Función triángulo .....	45
Fig. 32: Condiciones de frontera en la interfaz de Solid Mechanics. a) Restricción fija b) Desplazamiento .....	45
Fig. 33: Condiciones de borde en la interfaz de Heat Transfer. a) Temperatura fija b) Superficie difusa .....	46
Fig. 34: Condiciones de borde en la interfaz de Electric Currents. a) Fuente de corriente b) Tierra c) Aislación eléctrica d) Impedancia de contacto .....	48
Fig. 35: Mallado del micropilar .....	48
Fig. 36: Comparación de curvas $\sigma$ - $\epsilon$ para a) período bicapa = 10 b) período bicapa = 20 .....	50
Fig. 37: a) Análisis de la curva $\sigma$ - $\epsilon$ b) Comparación en cantidad de elementos .....	51
Fig. 38: Deformación plástica efectiva a) $\epsilon = 0$ b) $\epsilon = 0,005$ c) $\epsilon = 0,015$ d) $\epsilon = 0,1$ .....	51
Fig. 39: Deformación plástica efectiva para $\epsilon = 0.1$ .....	52
Fig. 40: Potencial eléctrico para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno .....	53
Fig. 41: Potencial eléctrico para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno para $I = 1000 \mu\text{A}$ .....	53
Fig. 42: Distribución de temperatura para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno para $I = 1000 \mu\text{A}$ .....	54
Fig. 43: Distribución de temperatura para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno .....	54
Fig. 44: Potencial eléctrico para a) $\epsilon = 0$ b) $\epsilon = 0,1$ para $I = 10000 \mu\text{A}$ .....	55
Fig. 45: Distribución de temperatura para a) $\epsilon = 0$ b) $\epsilon = 0,1$ para $I = 10000 \mu\text{A}$ .....	56
Fig. 46: a) Potencial eléctrico b) Distribución de temperatura para $I = 10000 \mu\text{A}$ .....	56
Fig. 47: Potencial eléctrico para a) $\epsilon = 0$ b) $\epsilon = 0,1$ para $I = 10000 \mu\text{A}$ .....	57
Fig. 48: Distribución de temperatura para a) $\epsilon = 0$ b) $\epsilon = 0,1$ .....	57
Fig. 49: a) Potencial eléctrico b) Distribución de temperatura para $I = 10000 \mu\text{A}$ .....	58
Fig. 50: Densidad de corriente para $I = 10000 \mu\text{A}$ .....	58
Fig. 51: a) Potencial en micropilar & b) Temperatura en interfaz de contacto vs. Corriente .....	59
Fig. 52: Relación de potenciales eléctricos vs. Deformación unitaria .....	59
Fig. 53: Relación de potenciales eléctricos vs. Diámetro de micropilar .....	60

# Índice de tablas

Tabla 1: Aplicaciones de sistemas multicapas [26], [27] .....	26
Tabla 2: Materiales estudiados mediante compresión de micropilares .....	34
Tabla 3: Coeficientes $n_s$ para las diferentes estructuras cristalográficas.....	35
Tabla 4: Parámetros geométricos .....	40
Tabla 5: Tensión de fricción y coeficientes de Hall-Petch [71]–[73] .....	41
Tabla 6: Tensión de fluencia, tensión máxima y módulos de elasticidad .....	42
Tabla 7: Dureza y resistividad eléctrica [14].....	42
Tabla 8: Propiedades de los materiales de la librería de COMSOL .....	43

# Nomenclatura

<i>Significado</i>	<i>Símbolo</i>	<i>Unidad</i>
<i>Conductividad eléctrica*</i>	$\sigma$	$\frac{S}{m}$
<i>Resistividad eléctrica</i>	$\rho$	$\Omega m$
<i>Capacidad térmica a presión constante</i>	$C_P$	$\frac{J}{kg \cdot K}$
<i>Densidad</i>	$\delta$	$\frac{kg}{m^3}$
<i>Conductividad térmica</i>	$k$	$\frac{W}{m \cdot K}$
<i>Permitividad relativa</i>	$\epsilon_r$	–
<i>Emisividad</i>	$\epsilon$	–
<i>Constante de Stefan-Boltzmann</i>	$\sigma_{ST}$	$\frac{W}{m^2 \cdot K^4}$
<i>Coefficiente de Seebeck</i>	$S$	$\frac{V}{K}$
<i>Coefficiente de Peltier</i>	$P$	$V$
<i>Calor producido por efecto Peltier</i>	$Q_{Pe}$	$W$
<i>Módulo de Young**</i>	$E$	$GPa$
<i>Coefficiente de Poisson</i>	$\nu$	–
<i>Tensión de fluencia</i>	$\sigma_y$	$MPa$
<i>Tensión de fricción entre granos</i>	$\sigma_o$	$MPa$
<i>Tamaño de grano</i>	$d$	$\mu m$
<i>Coefficiente de Hall-Petch</i>	$k_{HP}$	$MPa \cdot \sqrt{m}$
<i>Tensión máxima</i>	$\sigma_{us}$	$MPa$
<i>Radio del pilar</i>	$r$	$\mu m$
<i>Diámetro de pilar</i>	$\phi$	$\mu m$
<i>Área inicial en la parte superior del pilar</i>	$A_0$	$\mu m^2$
<i>Desplazamiento</i>	$u_z$	$\mu m$
<i>Desplazamiento</i>	$u$	$\mu m$
<i>Parámetro adimensional</i>	$p$	–
<i>Altura inicial del pilar</i>	$L_0$	$\mu m$
<i>Relación de aspecto</i>	$\beta$	–
<i>Espesor de capa</i>	$h$	$nm$
<i>Ángulo de cono</i>	$\alpha$	°
<i>Radio de empalme</i>	$r_e$	$\mu m$
<i>Espesor del contraelectrodo de Níquel</i>	$e_1$	$nm$
<i>Espesor de la intercapa de <math>Si_3N_4</math></i>	$e_2$	$nm$

Corriente eléctrica	$I$	$\mu A$
Reacción o fuerza aplicada	$F$	$\mu N$
Caída de potencia a través del pilar	$U_P$	$mV$
Caída de potencial total	$U_T$	$mV$
Tensión*	$\sigma$	$MPa$
Constante de Ramberg-Osgood	$n$	–
Densidad de corriente	$J$	$\frac{A}{m^2}$
Campo eléctrico**	$E$	$V$
Potencial eléctrico	$U$	$V$
Potencia	$P$	$W$
Volumen	$V$	$m^3$
Resistencia eléctrica de contacto	$R_C$	$\Omega$
Resistencia superficial	$\rho_s$	$\Omega \cdot m^2$
Resistencia eléctrica del micropilar	$R_P$	$\Omega$
Dureza	$H$	$\frac{N}{mm^2}$
Área de contacto	$A_C$	$m^2$
Temperatura	$T$	$K$
Fuente de corriente	$Q_j$	$\frac{A}{m^2}$
Fuente de calor	$Q$	$\frac{W}{m^3}$
Fuente de calor por efecto Joule	$Q_e$	$\frac{W}{m^3}$
Dominio	$\Omega$	–
Frontera	$\partial\Omega$	–
Coefficiente de fricción	$\mu$	–

\* & \*\* Dado que el módulo de Young y el campo eléctrico utilizan el mismo símbolo (“E”), al igual que la conductividad eléctrica y la tensión (“ $\sigma$ ”), se realizará la aclaración cuando sea necesario.

# 1. Introducción

## 1.1. Planteo del problema

Desde hace algunas décadas, las propiedades mecánicas de los materiales masivos y los recubrimientos finos han sido determinadas por la nanoindentación debido a su capacidad de proveer una estimación razonable del módulo de elasticidad y la dureza en una escala micro y nanométrica [1]. Sin embargo, introducir un nanoindentador en la superficie del material estudiado produce un complejo estado de tensiones, especialmente en materiales anisótropos, lo cual vuelve desafiante la determinación de parámetros del material, tal como la tensión de fluencia. Una buena opción para estudiar el comportamiento mecánico son los experimentos de compresión de micropilares.

Los experimentos de compresión de micropilares permiten estudiar el comportamiento mecánico de los materiales en un estado nominalmente homogéneo de tensiones [2]. El interés por comprender las propiedades mecánicas en una pequeña escala ha crecido a raíz de que se han observado y reportado en numerosos trabajos, que el comportamiento plástico puede diferir significativamente en especímenes micro y nanométricos debido al efecto intrínseco de la microestructura y al efecto extrínseco de tamaño, denominado *size effect* [3], [4].

Otra posibilidad que brindan estos experimentos es llevar a cabo una caracterización eléctrica del pilar, en otras palabras, analizar el cambio de las propiedades eléctricas del pilar durante la deformación plástica. Sin embargo, altos valores de corriente durante la caracterización pueden elevar la temperatura a través del pilar y cambiar las condiciones del experimento. Debido a esto, es apropiado realizar consideraciones teóricas respecto a los fenómenos implicados y efectos adicionales durante la caracterización eléctrica, con motivo de minimizar sus influencias y obtener una caracterización satisfactoria. El modelado numérico por el método de elementos finitos es una buena opción para comprender características físicas sobre la deformación y el comportamiento termoeléctrico de los micropilares en sistemas multicapas.

Actualmente se ha publicado un gran número de trabajos en donde se analiza el comportamiento mecánico de los micropilares, tanto en materiales masivos como en recubrimientos y sistemas multicapas. Por otro lado, aún existe una brecha en el estudio de las propiedades eléctricas de estos, por lo que resulta interesante profundizar el conocimiento científico en este tema.

## 1.2. Objetivos

En este proyecto se plantean los siguientes objetivos:

- Desarrollar un modelo empleando el método de elementos finitos con objeto de sugerir parámetros óptimos para obtener una correcta caracterización sobre los cambios de las propiedades eléctricas durante los experimentos de compresión in-situ.
- Proveer un procedimiento para la interpretación de los datos medidos usando el conocimiento obtenido de las simulaciones con un software.

## 1.3. Alcance

Se estudiaron los diferentes fenómenos físicos involucrados durante la deformación plástica de micropilares en un sistema multicapas empleando el método de elementos finitos. Específicamente se analizó el calentamiento por efecto Joule, Efecto Seebeck y resistencia eléctrica de contacto.

Se analizó la influencia de estos fenómenos en los experimentos para sugerir un material apropiado para el indentador, dimensiones de los micropilares, y condiciones experimentales del ensayo.

Con respecto al sistema estudiado, solo se utilizó un sistema multicapas binario de Ni/Al. Se llevó a cabo un análisis paramétrico donde se consideraron diferentes diámetros, alturas y espesores de capas, con un solo ángulo de cono. La influencia de desalineaciones entre el indentador y el micropilar no fueron contempladas.

## 1.4. Metodología general

En la primera instancia, se llevó a cabo una revisión bibliográfica en revistas científicas para conocer el estado del arte del tema y profundizar el conocimiento para transferirlos al modelo del experimento.

Luego, se realizaron simulaciones numéricas empleando un modelo axisimétrico en 2D. Las simulaciones se llevaron a cabo empleando el software comercial COMSOL Multiphysics®.

El estudio se desarrolló en un sistema de multicapas de Ni/Al, variando el espesor y cantidad de capas, sobre un contraelectrodo de níquel, una intercapa de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  y depositados en un sustrato de Silicio. Para el indentador, se utilizó diamante y tungsteno para analizar el comportamiento mecánico y eléctrico. Además, se consideraron

diferentes diámetros y espesores de capa conservando solo una relación de aspecto ( $\beta$ ). Con respecto a la caracterización eléctrica, se emplearon diferentes valores de corriente en el orden de los  $\mu\text{A}$ .

Específicamente, se estudió la influencia del calentamiento por efecto Joule, el efecto Seebeck, la resistencia eléctrica de contacto y la deformación plástica. Los efectos se estudiaron separadamente, uno por uno. Luego, una vez comprendida la influencia de cada uno de ellos en los especímenes, se realizó una combinación de todos los efectos en el modelo final a fin de realizar las sugerencias adecuadas en la configuración experimental.

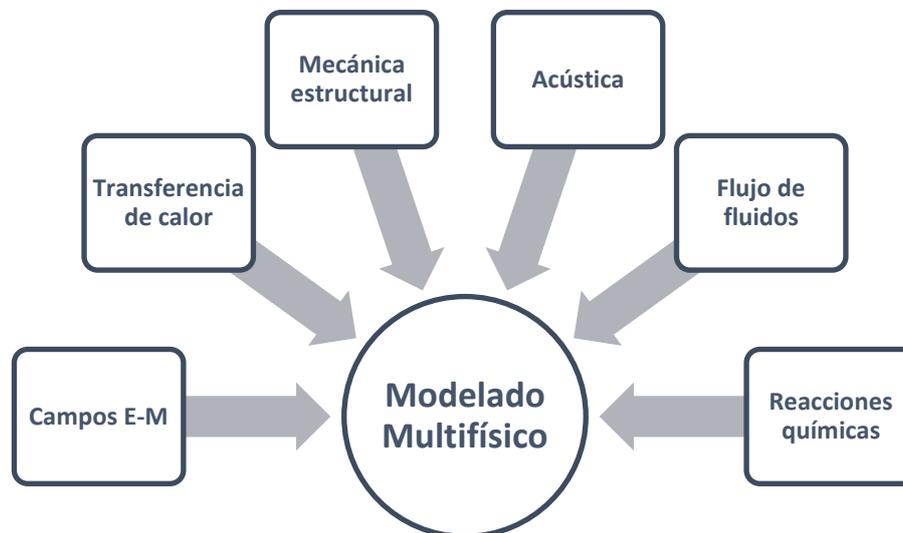
## 2. Marco teórico y estado del arte

En este capítulo, se presenta un breve panorama sobre las bases de este proyecto, desde el análisis por el método de elementos finitos y los fenómenos físicos estudiados, hasta los métodos de deposición de recubrimientos y las técnicas para el estudio de las propiedades mecánicas y eléctricas de estos. Por último, se presenta una revisión de los antecedentes en la investigación acerca de la compresión de micropilares en artículos publicados en revistas científicas.

### 2.1. Modelado computacional multifísico

Las simulaciones computacionales se han convertido en una parte esencial en la micro y nanotecnología como una herramienta adicional para científicos e ingenieros, con el objetivo de realizar estimaciones y diseños previos a los experimentos y luego contrastarlos con los resultados.

Los problemas multifísicos se encuentran usualmente cuando el comportamiento de un sistema es afectado por diversos fenómenos físicos. La interacción entre estos fenómenos genera un comportamiento completamente diferente que el que se obtendría si cada fenómeno físico se tratara separado de los demás. El estudio de los sistemas multifísicos se ha convertido en un campo ampliamente estudiado y se atraído la atención de investigadores de diferentes áreas.



*Fig. 1: Modelado multifísico*

Esta clase de problemas están regidos por sistemas de ecuaciones en derivadas parciales, por lo que usualmente se implementan métodos numéricos para resolverlos, tal como el método de los elementos finitos [5].

### 2.1.1. Método de los elementos finitos

El método de los elementos finitos (comúnmente llamado *FEM* o *FEA* – *Finite Element Method/Analysis*) se ha establecido como una herramienta de gran importancia en la ingeniería, ya que permite abordar problemas que hace algunas décadas eran prácticamente imposibles de resolver con los métodos matemáticos tradicionales. Este es un método numérico que permite desarrollar un modelo matemático aproximado de un sistema concreto, como paso previo al prototipo de un producto y el consecuente ensayo en la ingeniería, o para validar, comprender o predecir resultados experimentales en el campo de la investigación.

En principio, el análisis por FEM permite resolver problemas de frontera gobernados por ecuaciones diferenciales ordinarias o parciales, reemplazando el problema diferencial por uno algebraico aproximado, representando dominios con geometrías complejas en una colección de subdominios con geometría más simple (Fig. 2), denominadas elementos finitos [6]. Cada elemento finito  $\Omega_e$  es tratado como un dominio independiente (*dominio* hace referencia a la región geométrica sobre la cual se resuelve la ecuación).

Las propiedades de los materiales y las ecuaciones constitutivas, es decir, las leyes que rigen el fenómeno físico (por ejemplo: Ley de Hooke para mecánica del sólido), son consideradas sobre estos elementos y expresadas en término de los valores desconocidos en las fronteras de estos.

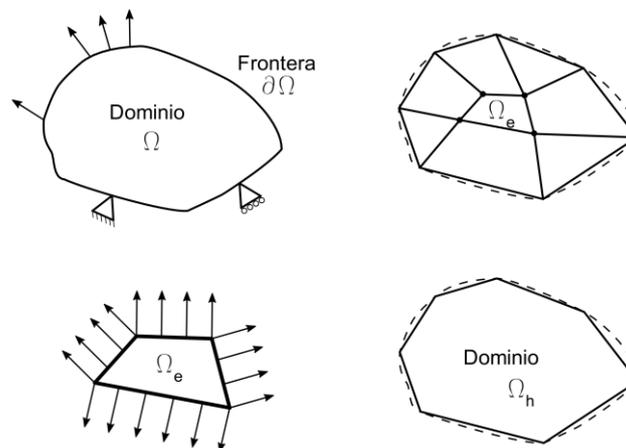


Fig. 2: Representación de un dominio en 2D discretizado en triángulos y cuadriláteros [6]

La discretización del dominio completo en elementos finitos es claramente una aproximación, es decir que el dominio de los elementos ensamblados  $\Omega_h$  no coincide completamente con el dominio original  $\Omega$ , lo cual introduce un error en el modelado, por lo que, en principio, cuanto más pequeños sean los elementos y el dominio ensamblado de los elementos se asemeje más al dominio original, la solución tendrá un mayor nivel de exactitud.

## 2.1.2. COMSOL Multiphysics

En este proyecto se empleó el software comercial COMSOL Multiphysics®. Esta plataforma emplea el método de los elementos finitos para la resolución de problemas físicos donde existe el acoplamiento de diferentes fenómenos.

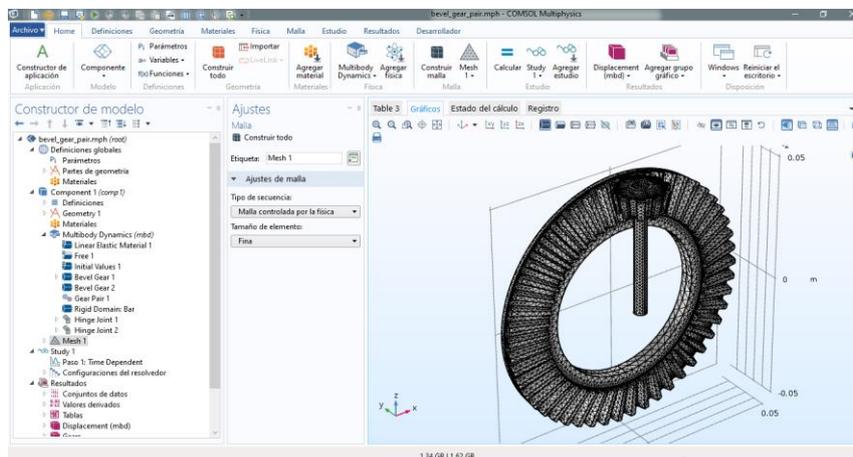


Fig. 3: Interfaz gráfica de COMSOL

COMSOL es utilizado ampliamente en el ámbito académico debido a su capacidad de realizar estudios complejos donde interaccionan diferentes fenómenos físicos (electromagnetismo, transferencia de calor, acústica, electroquímica, óptica, mecánica de sólidos, dinámica de fluidos, plasma, radiofrecuencia, etc.). También permite una extensa gama de estudios posibles, tal como estudios en estado estable, en el dominio del tiempo, en el dominio de la frecuencia, frecuencias naturales, etc.

La interfaz gráfica de usuario (*GUI – Graphical User Interface*) permite disminuir considerablemente el tiempo de aprendizaje requerido para utilizar eficientemente el software. Este punto resulta beneficioso en comparación a otros programas comerciales, donde la interfaz puede llegar a resultar confusa, tendiendo a aumentar considerablemente el tiempo de aprendizaje. El Workflow y la secuencia de operaciones en COMSOL son altamente intuitivos y fáciles de recordar.



Fig. 4: Workflow en COMSOL

El software posee una variedad de *módulos* e *interfases* que permiten modelar un amplio espectro de fenómenos físicos.

Electromagnetismo	Mecánica estructural & acústica	Fluid Flow & Heat Transfer	Chemical Engineering	Interfacing
<ul style="list-style-type: none"> <li>• AC/DC</li> <li>• RF</li> <li>• Plasma</li> <li>• Semiconductores</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Mecánica de sólidos</li> <li>• MEMS</li> <li>• Acústica</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• CFD</li> <li>• Microfluídica</li> <li>• Flujo molecular</li> <li>• Transferencia de calor</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Reacciones químicas</li> <li>• Baterías &amp; celdas de combustible</li> <li>• Electrodeposición</li> <li>• Corrosión</li> <li>• Electroquímica</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• LiveLink(TM)</li> <li>• File Import for CATIA V5</li> <li>• CAD Import module</li> <li>• ECAD Import module</li> <li>• Design module</li> </ul>

Fig. 5: Módulos e interfases de COMSOL

Estas características arrojan ciertas ventajas respecto a otras plataformas de simulación:

- Análisis multifísico en un entorno común y en simultáneo
- Posibilidad de acoplar simultáneamente otros softwares como MATLAB, SolidWorks, Inventor o Excel con la interfaz de LiveLink™
- Se emplea extensivamente en el ambiente académico (existen congresos organizados por la empresa en varias ciudades donde se presentan trabajos donde se utilizó exclusivamente COMSOL Multiphysics)

Las interfases de LiveLink™ permiten acoplar en simultáneo diversos programas que completar las funciones que brinda COMSOL. Por ejemplo, la opción de acoplar Inventor® o SolidWorks® resulta especialmente atractiva en caso de trabajar con geometrías complejas o ensambles de piezas. Si bien COMSOL tiene una interfaz propia para realizar el proceso de modelado geométrico, no resulta eficiente al momento de dibujar o definir la geometría de un modelo. Además de acoplar ambos programas en simultáneo, es posible importar la geometría desde otros programas de CAD mediante la interfaz de *CAD Import*.

COMSOL también ofrece una gran cantidad de funciones para analizar los resultados de las simulaciones, tal como la visualización de gráficos en 1D, sin embargo, resulta conveniente exportar estos resultados para luego ser procesados por otro software de análisis de datos más potente y sacar mayor provecho a estos.

En este proyecto, se utilizó COMSOL Multiphysics 5.3 y las simulaciones se llevaron a cabo en una PC con Windows 7 Professional, procesador Intel® Core™ i7-3930K 3.2 GHz y 32 GB de memoria RAM.

### 2.1.3. Fenómenos físicos

A continuación, se describen los diferentes efectos y fenómenos físicos estudiados en el presente proyecto.

#### 2.1.3.1. Relación de Hall-Petch y Ecuación de Ramberg-Osgood

La Relación de Hall-Petch es ecuación empírica que relaciona el tamaño de grano de un material policristalino con su resistencia mecánica [7], [8]. Básicamente, La ecuación expresa que cuando el tamaño de grano del material disminuye, su resistencia aumenta.

$$\sigma_y = \sigma_o + k \cdot d^{-0.5} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde  $\sigma_o$  es la tensión de fricción entre los granos del material,  $k$  es la pendiente de Hall-Petch y  $d$  es el tamaño del grano.

Para el caso de sistemas multicapas donde el espesor individual de las capas se encuentra en un determinado rango, se puede considerar  $d \cong h$  [9]–[11] donde  $h$  es el espesor del recubrimiento o capa considerada. Reescribiendo la relación de H-P en la Ec. 2 es posible obtener una aproximación de la tensión de fluencia  $\sigma_y$  de la capa en función de su espesor.

$$\sigma_y = \sigma_o + k \cdot h^{-0.5} \quad \text{Ec. 2}$$

La aproximación considerada es válida en un rango de espesores, donde la deformación se caracteriza por la acumulación de dislocaciones (Fig. 6).

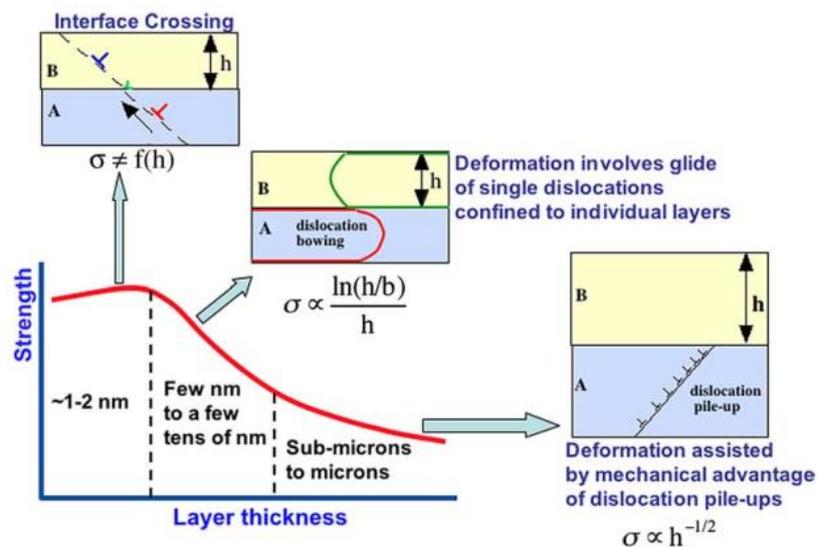


Fig. 6: Mecanismos de deformación en sistemas multicapas para diferentes escalas. Gráfico tomado de la Ref. [10]

A partir de los valores obtenidos de la ecuación de H-P, mediante la ecuación de Ramberg-Osgood es posible aproximar la relación entre la tensión y deformación de un material mediante determinados parámetros [12]. Esta relación resulta especialmente útil para describir el comportamiento elastoplástico en metales. La ecuación (3) se compone de dos términos, el primero que describe la parte elástica de la deformación, mientras que el segundo término describe la parte plástica.

$$\varepsilon = \varepsilon_{el} + \varepsilon_{pl} = \frac{\sigma}{E} + \varepsilon_{ref} \cdot \left( \frac{\sigma}{\sigma_{ref}} \right)^n \quad \text{Ec. 3}$$

donde  $E$  es el módulo elástico y  $n$  es la constante de Ramberg-Osgood. El valor de  $\varepsilon_{ref}$  corresponde a un offset del 0,2% para la tensión de fluencia [13], por lo que la ecuación se puede reescribir como:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E} + 0,002 \cdot \left( \frac{\sigma}{\sigma_y} \right)^n \quad \text{Ec. 4}$$

Donde  $\sigma_y$  corresponde a la tensión de fluencia para una deformación  $\varepsilon$  del 0.2%. La constante de R-O ( $n$ ), se determina por la Ec. 5 y es característica de cada material.

$$n = \frac{\ln\left(\frac{\varepsilon_{us}}{0,2}\right)}{\ln\left(\frac{\sigma_{us}}{\sigma_y}\right)} \quad \text{Ec. 5}$$

donde  $\sigma_{us}$  y  $\sigma_y$  son la tensión máxima y de fluencia, respectivamente, y  $\varepsilon_{us}$  es el valor de deformación para la tensión máxima. Los valores de  $\varepsilon_{us}$  se calculan como:

$$\varepsilon_{us} = 100 \cdot \left( \varepsilon_{max} - \frac{\sigma_{us}}{E} \right) \quad \text{Ec. 6}$$

La Fig. 7 muestra un esquema de la curva de tensión-deformación que se obtendría mediante la Ec. 4.

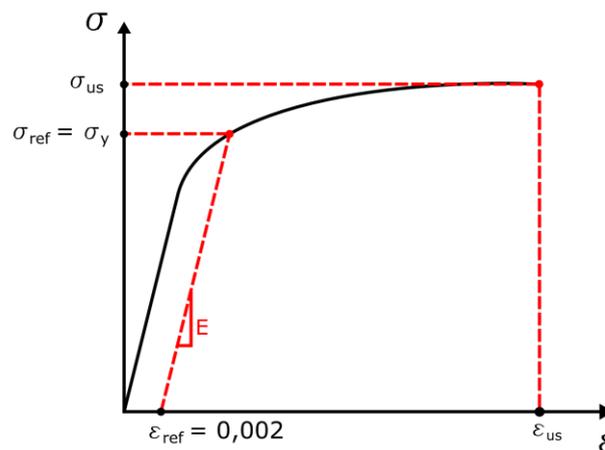


Fig. 7: Curva tensión-deformación ( $\sigma$ - $\varepsilon$ ) mediante ecuación de Ramberg-Osgood

### 2.1.3.2. Calentamiento por efecto Joule

También llamado calentamiento resistivo u óhmico, el calentamiento por efecto Joule describe el proceso en donde la energía contenida en la corriente eléctrica se transforma en calor cuando circula a través de un conductor. La siguiente ecuación describe este fenómeno en su forma diferencial.

$$\frac{dP}{dV} = J \cdot E \quad \text{Ec. 7}$$

Donde  $J$  es la densidad de corriente eléctrica que atraviesa el conductor,  $E$  es el campo eléctrico y  $\frac{dP}{dV}$  es el valor de potencia por unidad de volumen.

Si el conductor eléctrico posee una conductividad  $\sigma = \frac{1}{\rho}$ , donde  $\rho$  es la resistividad eléctrica, y teniendo en cuenta la ley de Ohm ( $J = \sigma E$ ), la ecuación Ec. 7 se puede reescribir como:

$$\frac{dP}{dV} = \frac{J^2}{\sigma} \quad \text{Ec. 8}$$

Si bien este efecto no es deseado en determinadas situaciones, pues disipa energía, históricamente se ha sabido aprovechar este comportamiento para diferentes aplicaciones.

### 2.1.3.3. Resistencia eléctrica de contacto

En la microescala, todas las superficies sólidas poseen determinada rugosidad superficial compuesta por picos y valles, las cuales poseen diferentes alturas, separaciones y demás características geométricas que dependen del material y el proceso de generación de la superficie.

El contacto entre la superficie de dos cuerpos se produce en puntos discretos debido a las asperezas de ambas partes (Fig. 8). En consecuencia, la verdadera área de contacto es sólo una pequeña fracción del área nominal de contacto. Además, si las superficies en cuestión están sometidas a un contacto eléctrico, las líneas del flujo de corriente eléctrica se distorsionan en la región de la interfaz de contacto cuando atraviesan estos puntos de contacto debidos a la rugosidad. El comportamiento descrito se traduce en una elevación de la resistencia eléctrica.

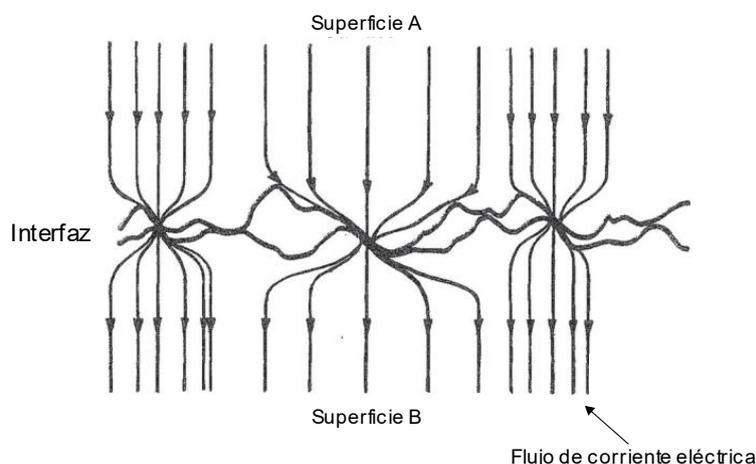


Fig. 8: Esquema de una interfaz de contacto eléctrico. Gráfico tomado de la Ref. [14]

Si los puntos de contacto se asumen circulares, la resistencia de contacto para un punto individual viene dado por la Ec. 9 [14].

$$R_C = \frac{\rho}{2 \cdot a} \quad \text{Ec. 9}$$

Donde  $a$  es el radio del punto de contacto y  $\rho$  es valor de resistividad promedio entre las resistividades de los materiales que entran en contacto.

$$\rho = \frac{\rho_A + \rho_B}{2} \quad \text{Ec. 10}$$

Para el caso de un gran número de puntos de contacto, una buena aproximación es la ecuación propuesta por Greenwood [15], en donde la resistencia de contacto está dada por:

$$R_C = \rho \cdot \left( \frac{1}{2 \cdot N \cdot a} + \frac{1}{2 \cdot \alpha_H} \right) \quad \text{Ec. 11}$$

Donde  $N$  es la cantidad de puntos de contacto,  $\alpha_H$  el radio de Holm (radio del clúster de puntos de contacto) y  $a$  es el radio promedio definido como:

$$a = \sum \frac{a_i}{N} \quad \text{Ec. 12}$$

donde  $a_i$  es el radio de  $i$  –ésimo punto de contacto.

La Fig. 9 muestra un conjunto o clúster de puntos de contacto, en donde el círculo exterior representa la superficie aparente de contacto, mientras que el círculo sombreado interior representa el área real de contacto que conformarían los puntos.

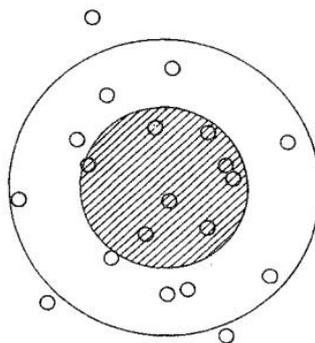


Fig. 9: Clúster de puntos de contacto con área aparente y con área real de contacto. Gráfico tomado de la Ref. [15]

Como el área real de contacto es considerablemente menor que el área aparente de contacto, las regiones o puntos de contactos están sometidos a presiones similares a las resistencias de los materiales en contacto. En otras palabras, el área real de contacto está controlada por la deformación plástica de los picos de la rugosidad superficial [16].

Bajo esta suposición, el área de contacto  $A_C$  está relacionada con la fuerza aplicada  $F$  [N] y con la dureza  $H$  [N/m<sup>2</sup>] del material más blando de los considerados en el sistema.

$$F = A_C \cdot H \quad \text{Ec. 13}$$

Esta expresión permite independizar el área real de contacto del área aparente, ya que  $A_C$  depende exclusivamente de  $F$  y de las durezas de los materiales involucrados en el contacto eléctrico.

Si las superficies poseen un gran número de puntos distribuidos de un radio de Holm  $\alpha$ , la resistencia de contacto puede aproximarse como:

$$R_C = \frac{\rho}{2 \cdot \alpha_H} \quad \text{Ec. 14}$$

Si  $A_C = \pi \cdot \alpha_H^2$  y teniendo en consideración la Ec. 13, la resistencia eléctrica de contacto puede ser expresada como:

$$R_C = \sqrt{\frac{\rho^2 \cdot \pi \cdot H}{4 \cdot F}} \quad \text{Ec. 15}$$

Según esta expresión, el valor de la resistencia, además de la inversa de la raíz cuadrada de la fuerza, depende de las propiedades mecánicas y eléctricas del sistema.

#### 2.1.3.4. Efecto Seebeck

El efecto Seebeck describe la transformación de la energía térmica en energía eléctrica en una unión bimetálica. Teniendo en cuenta el circuito que se observa en la Fig. 10, si se aplica calor en la unión formada por dos conductores de metales diferentes produciendo una temperatura  $T_2 > T_1$ , en los otros dos extremos que se encuentran a una temperatura inferior, se generará una diferencia de potencial  $\Delta U$ .

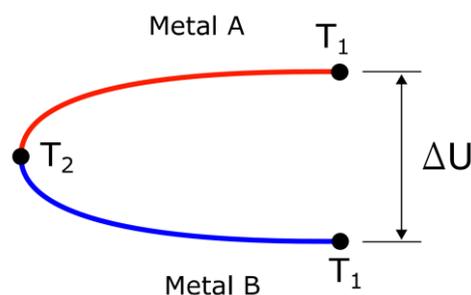


Fig. 10: Esquema de circuito termoeléctrico

Los valores de voltaje producidos por efecto Seebeck suelen ser algunos  $\mu\text{V}$  por cada grado Kelvin de diferencia de temperatura en la unión bimetálica. Esta variación está

definida por el coeficiente de Seebeck  $S \left[ \frac{\mu V}{K} \right]$ . Este coeficiente es muy bajo para metales y mucho mayor en semiconductores.

$$S = -\frac{\Delta U}{\Delta T} \quad \text{Ec. 16}$$

El efecto inverso a Seebeck, denominado Efecto Peltier, consiste en que, si una corriente eléctrica circula a través de un circuito bimetálico, en una de las uniones se producirá una temperatura mayor a la de la otra unión. Si se invierte el sentido de la corriente, la temperatura de las uniones se invertirá también.

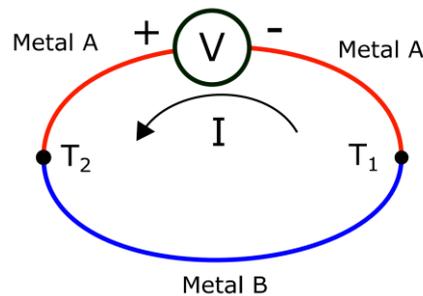


Fig. 11: Esquema del efecto Peltier

El calor liberado por efecto Peltier en la unión bimetálica, es proporcional a la corriente eléctrica que circula y de una constante, la cual es una propiedad intrínseca del material:

$$Q_{Pe} = PI \quad \text{Ec. 17}$$

Donde  $I$  es la corriente que circula a través de la unión bimetálica y  $P [V]$  es el coeficiente de Peltier, cuya expresión viene dada por la Ec. 18.

$$P = ST \quad \text{Ec. 18}$$

Esta ecuación explica la relación entre ambos efectos, donde el coeficiente de Peltier se expresa en términos del coeficiente de Seebeck  $S \left[ \frac{V}{K} \right]$  y la temperatura  $T [K]$ . Ambos efectos descritos son mecanismos opuestos y termodinámicamente reversibles.

#### 2.1.4. Modelos matemáticos

En este apartado, se presentan los modelos matemáticos que resuelven los módulos de COMSOL Multiphysics®. Un modelo matemático de un sistema consiste en una o varias ecuaciones diferenciales junto con las condiciones iniciales y de frontera, que describen el comportamiento de este. Las condiciones de frontera imponen una condición en la solución y sobre una parte del dominio, tal como las superficies, bordes o puntos. Es posible utilizar diferentes condiciones de fronteras para un mismo modelo. Con respecto a las condiciones iniciales, éstas definen el estado del sistema al comienzo de

un evento temporal. A continuación, se explican las ecuaciones empleadas para resolver el problema presentado en este proyecto.

#### 2.1.4.1. Mecánica de sólidos

Para describir el comportamiento mecánico en la interfaz de *Solid Mechanics* [17], se hace uso de tres ecuaciones: una ecuación de equilibrio, una ecuación constitutiva que relacione las tensiones y deformaciones, y una ecuación compatibilidad que relacione los desplazamientos con las deformaciones [18].

La primera ecuación es la segunda ley de Newton, escrita en términos del tensor de tensiones de Cauchy:

$$\delta \frac{\partial^2 \mathbf{u}}{\partial t^2} = \nabla \cdot \boldsymbol{\sigma} + \mathbf{F}_V \quad \text{Ec. 19}$$

Donde  $\delta$  es la densidad,  $\mathbf{u}$  es el desplazamiento,  $\boldsymbol{\sigma}$  es el tensor de tensiones de Cauchy y  $\mathbf{F}_V$  es la fuerza por unidad de volumen. En el caso de un análisis en estado estacionario, el miembro de la izquierda es igual a cero.

$$0 = \nabla \cdot \boldsymbol{\sigma} + \mathbf{F}_V \quad \text{Ec. 20}$$

Luego, la ecuación constitutiva que relaciona el tensor de tensiones  $\boldsymbol{\sigma}$  con las deformaciones  $\boldsymbol{\varepsilon}$  es la Ley de Hooke general:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C} : \boldsymbol{\varepsilon} \quad \text{Ec. 21}$$

Donde  $\mathbf{C}$  es el tensor de elasticidad. Los modelos de material del software calculan las tensiones en base a la *deformación elástica* ( $\boldsymbol{\varepsilon}_{el}$ ). El tensor de deformaciones elásticas se obtiene de extraer las deformaciones inelásticas de la deformación total de los desplazamientos, tal como las deformaciones plásticas.

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{el} = \boldsymbol{\varepsilon} - \boldsymbol{\varepsilon}_{inel} \quad \text{Ec. 22}$$

Por último, la siguiente ecuación es la que permite relacionar los desplazamientos con las deformaciones.

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} [(\nabla \mathbf{u})^T + \nabla \mathbf{u} + (\nabla \mathbf{u})^T \nabla \mathbf{u}] \quad \text{Ec. 23}$$

#### 2.1.4.2. Corrientes eléctricas

La ecuación que describe el fenómeno eléctrico en la interfaz de *Electric Currents* [19] es la Ley de Ohm, en este caso, la Ec. 24 presenta su forma general.

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} + \mathbf{J}_e \quad \text{Ec. 24}$$

Donde  $J \left[ \frac{A}{m^2} \right]$  es la densidad de corriente,  $E [V]$  es el campo eléctrico,  $\sigma \left[ \frac{S}{m} \right]$  es la conductividad eléctrica y  $J_e \left[ \frac{A}{m^2} \right]$  es una densidad de corriente externa. Este último término no contribuye a las pérdidas por calentamiento por efecto Joule debido a que no posee un campo eléctrico asociado. Luego, como el campo eléctrico  $E$  y la fuente de corriente  $Q_j$  son igual a:

$$\mathbf{E} = -\nabla U \quad \text{Ec. 25}$$

$$\nabla \cdot \mathbf{J} = Q_j \quad \text{Ec. 26}$$

La ecuación en estado estable de la conservación de la corriente eléctrica se puede escribir de la siguiente forma:

$$-\nabla \cdot (\sigma U + \mathbf{J}_e) = Q_j \quad \text{Ec. 27}$$

#### 2.1.4.3. Transferencia de calor

La interfaz de *Heat Transfer in Solids* [20] resuelve la siguiente ecuación basada en el primer principio de la termodinámica:

$$\rho C_p \mathbf{u} \cdot \nabla T + \nabla \cdot \mathbf{q} = Q \quad \text{Ec. 28}$$

Donde  $\rho \left[ \frac{kg}{m^3} \right]$  es la densidad,  $C_p \left[ \frac{J}{kg \cdot K} \right]$  es el calor específico a presión constante,  $u \left[ \frac{m}{s} \right]$  el campo de velocidades,  $T [K]$  es la temperatura absoluta,  $q \left[ \frac{W}{m^2} \right]$  es el flujo de calor por conducción y  $Q \left[ \frac{W}{m^3} \right]$  es un término que considera fuentes adicionales de calor. Luego, el calor por conducción viene dado por la ley de Fourier (Ec. 29) donde el coeficiente de proporcionalidad,  $k \left[ \frac{W}{m \cdot K} \right]$  es la conductividad térmica.

$$\mathbf{q} = -k \nabla T \quad \text{Ec. 29}$$

#### 2.1.4.4. Efecto termoeléctrico

La interfaz de *Thermoelectric Effect* [20] implementa el fenómeno termoeléctrico, el cual convierte directamente la diferencia de temperatura en una diferencia de potencial eléctrico o viceversa y los asocia con los interfaces de *Electric Currents y Heat Transfer in Solids*.

Como se explicó anteriormente, el efecto termoeléctrico viene dado por los efectos de Seebeck, Peltier y Thomson. En el caso del efecto Seebeck, éste describe la conversión del gradiente de temperatura en una corriente eléctrica, por lo que la contribución del efecto Seebeck se define como una contribución de corriente. Entonces, por ley de Ohm (Ec. 24) y efecto Seebeck (Ec. 16), resulta:

$$J_{se} = -\sigma S \nabla T \quad \text{Ec. 30}$$

Esta relación se introduce en la transferencia de calor por conducción (Ec. 29) que, cuando se modela el efecto termoeléctrico, resulta siguiente expresión:

$$q = -k \nabla T + P \mathbf{J} \quad \text{Ec. 31}$$

Donde el segundo término del miembro izquierdo de la ecuación anterior representa el calor producido por efecto Peltier.

Luego, la densidad de corriente resulta igual a:

$$\mathbf{J} = -\sigma (\nabla V + S \nabla T) \quad \text{Ec. 32}$$

Finalmente, estas expresiones entran en juego en las ecuaciones de la conservación de la corriente y de la energía (Ec. 26 y Ec. 28).

#### 2.1.4.5. Fuente de calor electromagnético

Partiendo de la Ec. 28 y Ec. 31, se obtiene la siguiente expresión que rige el fenómeno de transferencia de calor para el acoplamiento de los fenómenos térmicos y eléctricos:

$$\rho C_p \mathbf{u} \cdot \nabla T = \nabla \cdot (k \nabla T + P \mathbf{J}) + Q_e \quad \text{Ec. 33}$$

Donde el segundo término del miembro de la izquierda representa el calor producido por efecto Joule, según la siguiente expresión:

$$Q_e = \mathbf{J} \cdot \mathbf{E} \quad \text{Ec. 34}$$

La interfaz de *Joule Heating* [21] modela el calentamiento resistivo combinando los módulos de *Electric Currents* y *Heat Transfer in Solids*. El módulo de *Electric Currents* modela campos eléctricos, corrientes y distribuciones de potencial en medios conductores y resuelve una ecuación de conservación de la corriente basada en la ley de Ohm usando un potencial eléctrico escalar como variable dependiente. Luego la interfaz de *Heat transfer in Solids* provee el modelado de transferencia de calor por conducción, convección y radiación. La ecuación de temperatura definida en dominios sólidos corresponde a la forma diferencial de la ley de Fourier que, además, puede contener contribuciones adicionales, como es el caso del calentamiento por efecto Joule.

## 2.2. Recubrimientos finos y sistemas multicapas

La tecnología de los recubrimientos finos ha logrado un impacto inigualable en casi todos los campos de la industria, desde la industria aeroespacial, mecánica, óptica, alimenticia hasta biomédica, e incluso el uso de recubrimientos finos con fines decorativos. En una de las áreas donde ha tenido mayores avances es en la microelectrónica. La posibilidad de depositar capas finas de metales o materiales semiconductores permitió el desarrollo de los circuitos integrados, microprocesadores y diversos dispositivos electrónicos.

Los recubrimientos se utilizan para mejorar las propiedades superficiales de los sólidos pues, con tan solo algunos nanómetros o micrómetros de un nuevo material en la superficie del sustrato, es posible lograr propiedades o funciones que de otra manera serían inalcanzables. Especialmente, los sistemas multicapas han recibido gran atención en los últimos años. Estos están formados por el apilamiento periódico de dos o más capas de materiales diferentes con espesores generalmente, por debajo de los 100 nm y un espesor total de unos cuantos  $\mu\text{m}$ .

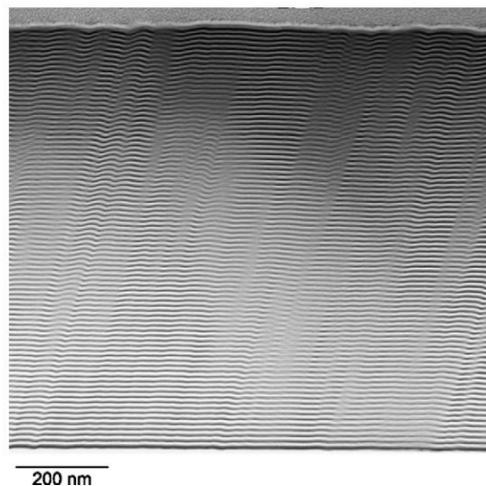


Fig. 12: Imagen TEM de la sección transversal de un sistema multicapas de Ni/Al con período bicapa de 30 nm.  
Gráfico tomado de la Ref. [22]

Si bien los recubrimientos finos y las tecnologías que permiten su fabricación llevan en el mercado y en el ámbito académico más de 70 años, aún se siguen investigando y desarrollando diferentes aspectos y aplicaciones de esta tecnología.

### 2.2.1. Métodos de fabricación

La deposición de recubrimientos finos puede ser llevada a cabo por varias técnicas y métodos, sin embargo, los sistemas que se estudian en este proyecto se basan en films depositados por el principio de deposición física en fase de vapor (PVD - Physical Vapor Deposition).

La deposición física en fase de vapor emplea efectos físicos, tal como la evaporación o el bombardeo iónico (sputtering) para fabricar capas delgadas de un metal puro o un compuesto en la superficie de un sustrato [23]. En la evaporación, los átomos son extraídos del material a depositar de forma térmica o utilizando un arco eléctrico y luego estos se condensan en la superficie del sustrato formando así el recubrimiento. En cambio, en el sputtering las especies activas son extraídas del target o blanco (material a depositar) como consecuencia del impacto de iones energéticos.

Los procesos de deposición por sputtering pueden clasificarse en cuatro categorías: DC (Corriente Directa), RF (Radiofrecuencia), Magnetron y Reactivo. Sin embargo, existen variantes de cada categoría y combinaciones de los métodos, tal como el *DC Magnetron Sputtering*.

La Fig. 13 presenta un esquema de un sistema de DC Sputtering. Dentro de la cámara de vacío se encuentra el target conectado al cátodo. El cátodo, a su vez, es conectado a la terminal negativa de la fuente de DC. El sustrato por recubrir se ubica en el ánodo a un potencial positivo.

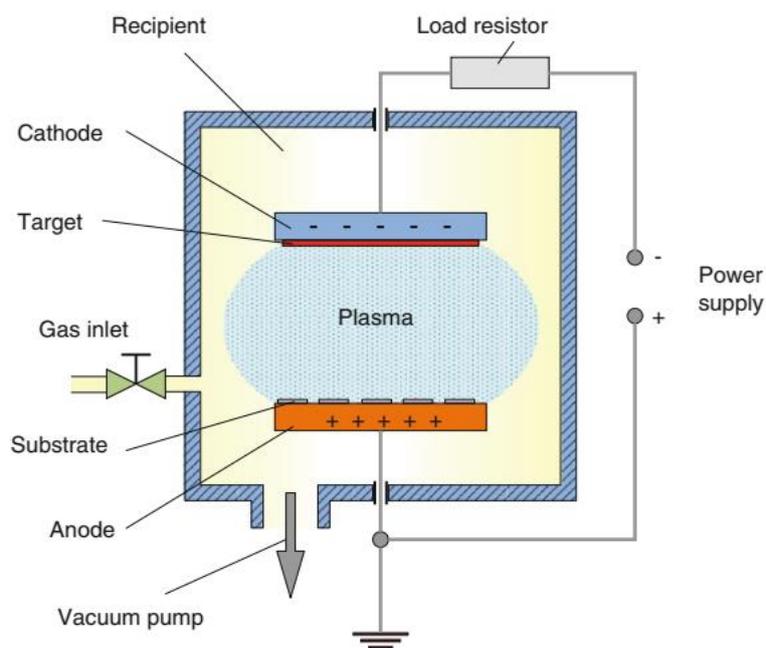


Fig. 13: Esquema de un sistema de DC Sputtering. Gráfico tomado de la Ref. [24]

Para comenzar el proceso de sputtering, la bomba genera una condición de alto vacío en la cámara del equipo con el objetivo de extraer los gases e impurezas que puedan estar presente dentro de la misma. Si se desea depositar un recubrimiento de un metal puro, se ingresa un gas inerte (generalmente argón) por la entrada de gases. En caso de buscar la deposición de un material compuesto, se ingresan otro tipo de gases reactivos. Por ejemplo, si se desea depositar una película de TiN, se debe emplear un target de titanio e ingresar gas nitrógeno. La presencia del gas permite iniciar y mantener la

descarga eléctrica, es decir, una descarga de plasma tipo “glow”. Cuando se establece la descarga eléctrica, comienza la deposición del recubrimiento sobre el sustrato.

## 2.2.2. Aplicaciones

Los sistemas multicapas se caracterizan usualmente por tres características:

- Material de cada capa
- Espesor
- Interfaz (coherente, semi-coherente, incoherente)

Dependiendo de estos factores, los sistemas pueden poseer diferentes propiedades. Usualmente, presentan mejores propiedades mecánicas con respecto a sus contrapartes masivas, principalmente debido a la gran densidad de interfaces y el espesor nanométrico de las capas [25].

Las características nombradas permiten a estos sistemas ser empleados en diferentes aplicaciones en la ingeniería. La siguiente tabla resume algunas aplicaciones para diferentes tipos de sistemas dependiendo de su tipo y material.

Tipo	Sistema	Aplicaciones
Metal/metal	Cu/Nb, Cu/W Co/Cu Mo/Si Nb/Ge Au/Cu Ni/Al	Resistencia a la radiación Transductores y sensores magnéticos Sistemas de EUVL (litografía ultravioleta extrema) Superconductores Interconectores en circuitos integrados Resistencia al desgaste
Metal/metal amorfo	Cu/CuNb, Cu/CuTa Cu/PdSi Cu/Cu-Zr	Materiales estructurales
Metal/cerámico	Ti/Tin Cr/Cr <sub>x</sub> Cr/Cr <sub>x</sub> O <sub>y</sub> Cu/SiO <sub>2</sub> W/TiN	Recubrimientos protectores Recubrimientos resistentes al desgaste Multicapas absorbedor solar Interconectores Recubrimientos super duros
Cerámico/cerámico	TiN/CrN TiN/ZrAlN TiN/AlN TiN/VN	Barreras térmicas Recubrimientos resistentes a la corrosión Recubrimientos super duros

Tabla 1: Aplicaciones de sistemas multicapas [26], [27]

## 2.3. Micromecánica

La micromecánica se ha convertido en una parte indispensable en las bases teóricas de diferentes campos, como la nanotecnología o la biotecnología. Particularmente, en el área de la mecánica ha sido utilizado para comprender diferentes aspectos de las propiedades de los materiales en la micro y nanoescala.

La caracterización mecánica en esta escala permite obtener información del material, tal como la dureza, el módulo elástico, tensión de fluencia y demás características deformando el material en esta escala. La muestra puede ser macroscópica e imprimir la deformación en una región confinada con dimensiones del orden de los micrómetros o incluso menor, o que el espécimen sea en sí micrométrico.

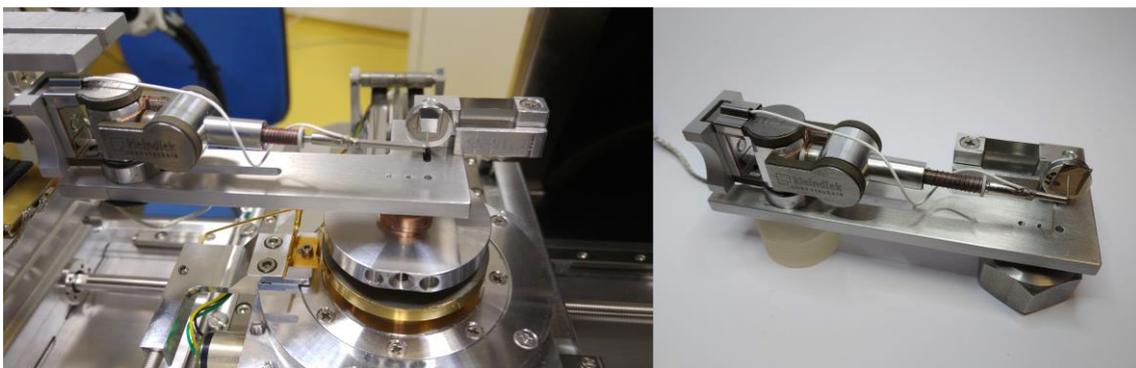
En cualquiera de estos dos casos, la respuesta observada será diferente de la conocida en escalas mayores, y el mecanismo de deformación observado estará relacionado a las propiedades del material en la micro- y nanoescala.

### 2.3.1. Micro y nanofabricación

La micro- y nano fabricación es uno de los más importantes desarrollos en el procesamiento de materiales de los últimos años. Su invención e implementación, significó el comienzo de nuevos campos de investigación en la ciencia de materiales.

Diferentes Tecnologías como las MEMS/NEMS (Micro- and Nanoelectromechanical Sistema) han surgido en base al desarrollo de avanzadas técnicas de deposición, etching y litografía. Además, estas técnicas o procesos han permitido a los investigadores estudiar nuevos aspectos en las propiedades de los materiales en escalas más pequeñas.

Una de las tecnologías más utilizadas para utilizadas para la fabricación de muestras micrométricas para el estudio de las propiedades de los materiales, es el FIB (Focused Ion Beam) Milling, que es como un maquinado y pulido usando un haz de iones focalizado dentro de un microscopio electrónico. Si bien el FIB es ampliamente utilizado en la investigación de materiales, recientemente se han desarrollado métodos que permiten fabricar pequeñas y complejas estructuras en este equipo de manera relativamente sencilla y muy precisa.



*Fig. 14: Micromanipulador Kleindiek*

Además, la integración de poderosas y modernas técnicas de caracterización, tal como micro/nanomanipuladores y posicionadores piezoeléctricos de alta precisión, han permitido que las muestras puedan ser manipuladas, mecanizadas, excitadas mecánica

o eléctricamente y también se puede variar la temperatura dentro de la cámara del microscopio en un ambiente de alto vacío.

El concepto básico del FIB es similar al del SEM (Scanning Electron Microscope). En lugar de utilizar un haz de electrones para generar imágenes, el FIB utiliza iones de Galio, Helio, Xeon, etc. para remover material y pulir. Los iones  $\text{Ga}^+$  son acelerados en un rango de 0,5-50 KeV y enfocados mediante lentes electrostáticas. De esta forma se controla la densidad de corriente, la cual puede variar desde algunos pA hasta nA, y, por lo tanto, el diámetro del haz de iones. Otra ventaja que poseen los sistemas FIB-SEM, es realizar una deposición de recubrimientos de metales (como Pt o Au) asistida por iones. Esto resulta de utilidad cuando se quiere proteger regiones de la muestra de interacciones con los iones o en el caso de querer observar una muestra no conductora con el SEM, se puede depositar una capa de algunos nm en la superficie para volverla conductora y observarla sin mayores problemas.



*Fig. 15: FIB-SEM Zeiss en Institut für Mikro- und Nanotechnologien de la TU Ilmenau*

El creciente desarrollo e interés de estas técnicas permitieron estudiar nuevos aspectos en el comportamiento mecánico de los materiales. La caracterización de las propiedades mecánicas de un material en la microescala resulta de gran interés, debido a que los mecanismos de deformación son fuertemente afectados por las dimensiones de las muestras.

Por ejemplo, algunas de las aplicaciones más interesantes del FIB-SEM son la preparación de muestras micro y submicrométricas para realizar experimentos de microcompresión o realizar cortes transversales a la superficie en una región localizada para observar la sección transversal de un espécimen sin tener que seccionarlo. El control preciso que provee el equipo sobre el haz de iones y la manipulación de la

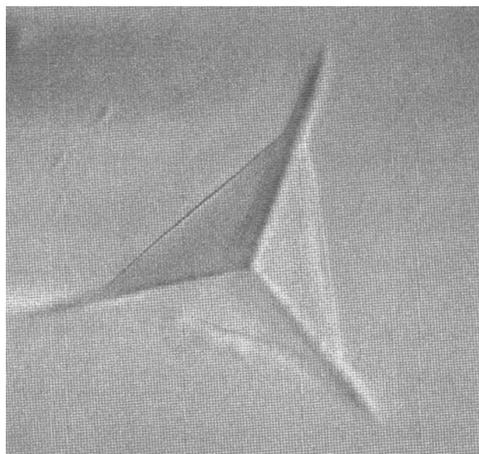
muestra permite desarrollar estrategias complejas de maquinado o remoción de material de forma tal, que provee un control preciso sobre la geometría de la muestra.

## 2.3.2. Técnicas de caracterización

A continuación, se presenta una breve descripción de las técnicas utilizadas para caracterizar materiales en estas dimensiones.

### 2.3.2.1. Nanoindentación

La nanoindentación es uno de los métodos más comunes para estudiar la respuesta mecánica de los recubrimientos finos y materiales masivos en general. El principal objetivo de esta técnica es obtener el módulo elástico y la dureza del material estudiado [28]. Para ello, el equipo aplica una carga (instrumentada y más pequeña que un microdurómetro) durante un determinado intervalo de tiempo en un indentador de diamante en la superficie del material de estudio, mientras registra carga y penetración, generando una impronta producto de la deformación plástica residual. Los valores de los parámetros de dureza y módulo elástico son resultado de relacionar la medición del tamaño de la impronta con la curva de carga-desplazamiento. Esto provee una medida del área de contacto para una carga de indentador dada. En los experimentos de nanoindentación, el tamaño de la impronta suele ser de algunos pocos micrones, lo cual vuelve complejo medirla directamente mediante técnicas ópticas. La profundidad de penetración en la superficie se mide en simultáneo a la aplicación de la carga y luego, como es conocida la geometría del indentador, es posible determinar el área de contacto. La impronta puede observarse mediante el microscopio. Existen diferentes formas de indentadores, siendo el indentador Berkovich el más utilizado en el estudio de recubrimientos por nanoindentación.



*Fig. 16: Imagen SEM de una impronta residual en silicio. Gráfico tomado de la Ref. [28]*

### 2.3.2.2. Compresión de micropilares

Una de las principales desventajas de los ensayos de nanoindentación es que el material se encuentra sujeto a un complejo estado de tensiones multiaxial, lo cual puede limitar su aplicación. Los experimentos de microcompresión fueron desarrollados para superar esta limitación.

El método permite obtener de forma directa las curvas de tensión-deformación en materiales masivos y recubrimientos en la microescala en un estado de tensiones uniaxial. Los experimentos se pueden realizar en equipos donde se fija la fuerza o el desplazamiento y se obtiene la curva carga-desplazamiento. La fuerza se aplica en el micropilar con un indentador con cara plana de diamante o tungsteno.

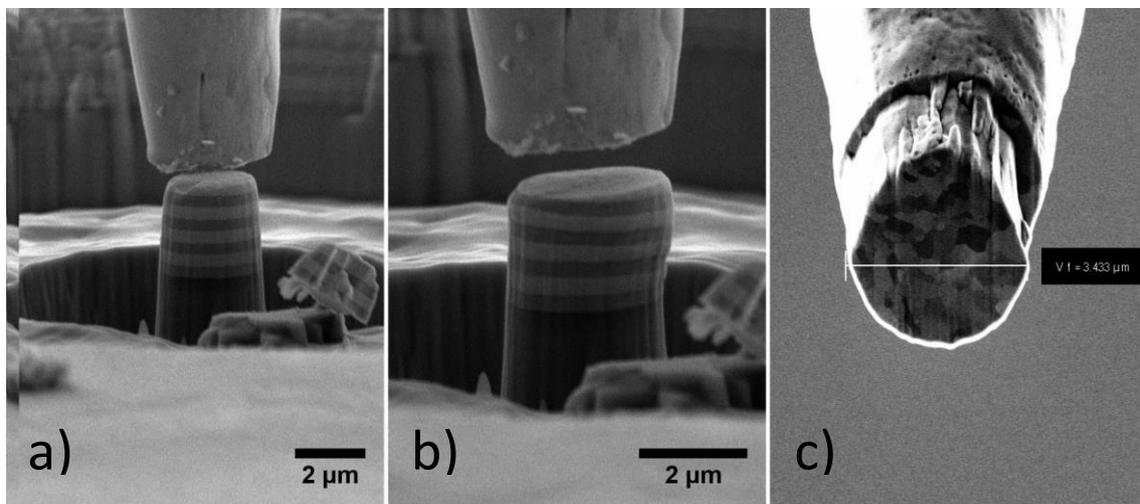


Fig. 17: Imágenes SEM de un experimento de compresión en micropilares (Imágenes: Hauke-Lars Honig)

La Fig. 17 muestra un experimento de compresión de un micropilar fabricado en un sistema multicapas de Au/Cu, depositados sobre un sustrato de Si monocristalino. En estas imágenes se observa el antes (a) y después (b) del experimento. En la Fig. 17(c) se muestra el indentador de tungsteno policristalino, en donde se aprecian los granos del material.

La muestra se sujeta en el portamuestra y, cuando se inicia el proceso de deformación, se comienzan a registrar los valores de desplazamiento del indentador y en función de la constante elástica del portamuestra, se calcula la fuerza aplicada. Esta clase de experimentos se llevan a cabo in-situ, es decir, dentro del FIB-SEM donde fueron mecanizados. Una vez obtenidos los datos de fuerza-desplazamiento, se calculan fácilmente las curvas de tensión-deformación de la muestra estudiada según las Ec. 35 y Ec. 36.

$$\varepsilon = \frac{u_z}{L_0} \quad \text{Ec. 35}$$

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad \text{Ec. 36}$$

Donde  $L_0$  y  $A_0$  son la altura y área inicial del pilar,  $u_z$  es el desplazamiento o variación de la altura del pilar y  $F$  la reacción o fuerza aplicada. Con este método, fácilmente se pueden obtener información característica de los materiales, tal como el módulo de elasticidad o la tensión de fluencia, basados en un estado de tensiones simple.

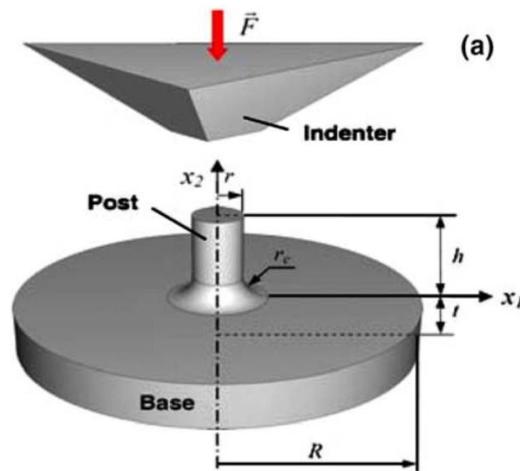


Fig. 18: Esquema de un experimento de microcompresión. Gráfico tomado de la Ref. [29]

La parte más problemática en los experimentos de microcompresión es su fabricación. En la actualidad, el FIB Milling [30], como se dijo anteriormente, es el método de fabricación más usual para los micropilares. Con esta técnica se pueden lograr diámetros desde 100 nm hasta 20  $\mu\text{m}$  [31]. Otra posible opción para la fabricación de estos especímenes es la fotolitografía. Sin embargo, la resolución de esta técnica puede representar una limitación para la fabricación de muestras submicrométricas.

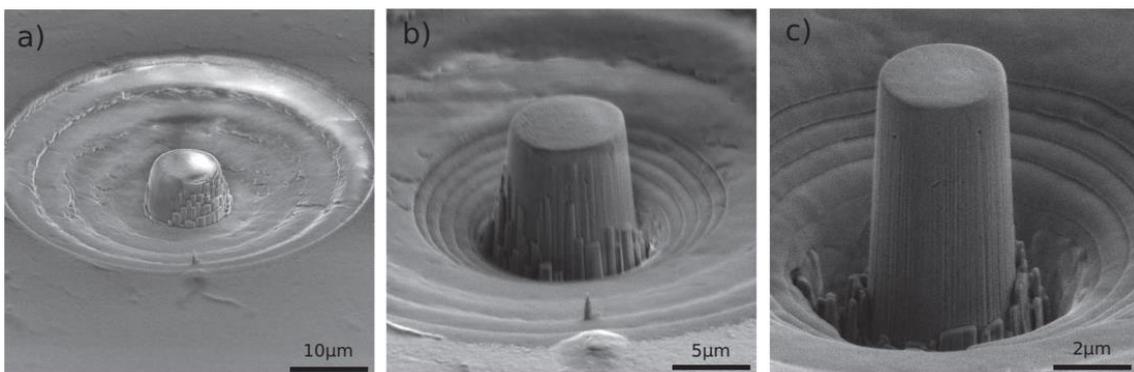


Fig. 19: Imágenes SEM de un proceso de maquinado de un micropilar con FIB Milling. Gráfico tomado de la Ref. [32]

Para llevar a cabo un análisis satisfactorio mediante esta técnica, los micropilares se deben adaptar a determinadas características geométricas [29]. El radio de empalme (unión entre el pilar y el sustrato), las relaciones de aspecto (altura/diámetro del micropilar), el ángulo de cono (ángulo entre el eje de simetría del pilar y la generatriz) y

las posibles desalineaciones entre el indentador y el pilar pueden afectar dramáticamente el comportamiento mecánico.

- La relación radio de empalme/radio de pilar debe encontrarse entre 0,2-0,5 para reducir la concentración de tensiones.
- Si el radio de empalme es demasiado grande (cercano al radio del pilar), el endurecimiento por deformación afecta significativamente a la exactitud del experimento.
- La relación de aspecto recomendada varía entre 2 y 3.
- El ángulo de cono suele variar entre 2 y 5°. Valores mayores puede generar un campo de deformaciones no uniforme, produciendo inexactitudes en la determinación de las características mecánicas.
- Los desalineamientos pueden subestimar los valores del punto de fluencia o el módulo elástico, cambiando la respuesta elástica y plástica del material.

Además de la geometría, la deformación no uniforme de los pilares puede ocurrir por el efecto de la orientación cristalográfica o por una estructura en capas [33], [34], además del daño producido por el haz de iones en la superficie del espécimen [35].

Para finalizar, vale la pena resaltar que experimentar en esta escala ofrece algunas ventajas respecto a los experimentos en la macroescala o a la nanoindentación, tal como probar el efecto intrínseco de la microestructura o explorar el efecto extrínseco las dimensiones de las muestras. Esta técnica ha demostrado un gran potencial, extendiendo su estudio a una amplia gama de materiales, desde metales puros y aleaciones metálicas, hasta semiconductores, biomateriales y materiales nanoestructurados.

## 2.4. Caracterización eléctrica

### 2.4.1. Método de las cuatro puntas

El método de las cuatro puntas, también conocido como método de Kelvin, permite caracterizar eléctricamente recubrimientos finos de materiales conductores o semiconductores [36]. La técnica emplea cuatro electrodos ubicados a una distancia equidistante entre sí. En la Fig. 20 se puede observar un esquema del método, en donde los electrodos están en contacto con la superficie y separados entre sí por una distancia  $S$ . El equipo inyecta una corriente  $I$  a través del electrodo 1 y 4, produciendo una diferencia de potencial  $V$  medido por los electrodos 2 y 3.

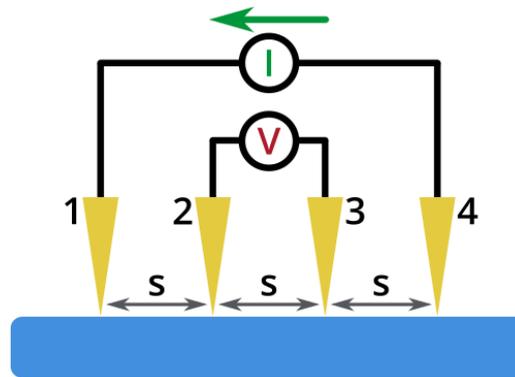


Fig. 20: Diagrama del método de las cuatro puntas.

El resultado de la medición es un valor de resistencia eléctrica que, multiplicado por el espesor, permite conocer el valor de resistividad eléctrica del recubrimiento.

$$R_S = \frac{\rho}{h} \quad \text{Ec. 37}$$

Donde  $R_S$  es el valor de resistencia medido,  $h$  es el espesor del recubrimiento y  $\rho$  la resistividad eléctrica.

Si bien las unidades que utiliza el método se corresponden con las utilizadas normalmente en la medición de resistividad eléctrica en materiales masivos, la realidad es que el valor de resistividad obtenido representa la resistencia eléctrica en el sentido transversal del material en lugar de la de un material masivo.

## 2.5. Revisión de antecedentes

En el año 2004, Uchic [2] propone el método de compresión de micropilares para estudiar el comportamiento mecánico en una pequeña escala, donde reportó altos valores de resistencia en micropilares de níquel maquinados por FIB Milling.

Esta técnica fue adoptada por numerosos grupos de investigación de diferentes países, y han explorado diferentes aspectos de la plasticidad de una amplia gama de materiales y estructuras. El interés por esta técnica se ve reflejada por el crecimiento en el número de publicaciones, a pesar de ser una técnica relativamente joven. La Fig. 21 muestra un análisis sobre el aumento de publicaciones sobre micropilares en *Scencedirect*. El mismo se realizó el 13/1/2020.

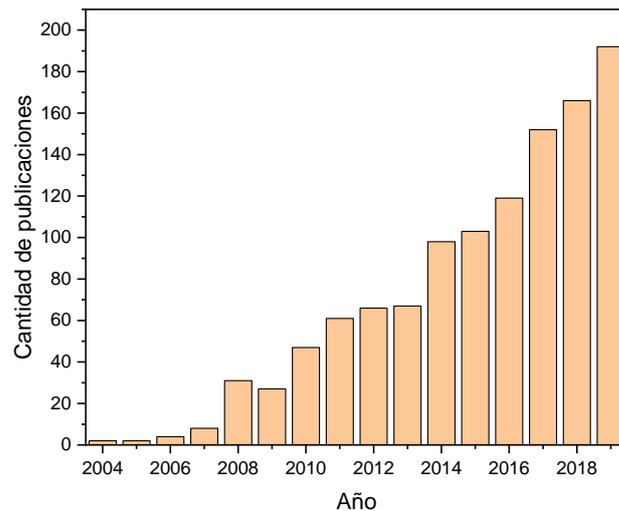


Fig. 21: Análisis de publicaciones sobre "micropillars" en ScienDirect.

En la Tabla 2 se recopilan algunos de los materiales estudiados y sus estructuras cristalinas o arquitecturas. En los primeros años de crecimiento de esta técnica, el estudio se concentró en materiales monocristalinos, explorando los efectos en diferentes estructuras (FCC, BCC y HCP). En la última década, el interés se ha enfocado en estudiar los efectos en sistemas nanoestructurados, tal como sistemas multicapas (metal-metal y metal-cerámico) o en aleaciones con memoria de forma.

La siguiente tabla presenta algunos de los principales materiales y sistemas estudiados empleando esta técnica.

Material	Características	Referencia
Ni	FCC monocristalino	[2], [37]
Au	FCC monocristalino	[38]
Cu	FCC monocristalino	[39]
Al	FCC monocristalino	[40]
Al	FCC bicristalino	[41]
W, Nb, Ta y Mo	BCC monocristalino	[42]
Mg	HCP monocristalino	[43]
Ti	HCP monocristalino	[44]
Ni	Nanocristalino	[45], [46]
Cu	Nanocristalino	[47]
NiFeGa	Aleación con memoria de forma (SMAs)	[48]
Cu/W	Multicapa metal/metal	[49]
Cu/Zr	Multicapa metal/metal	[50]
Cu/Fe	Multicapa metal/metal	[51], [52]
Al/Nb	Multicapa metal/metal	[53]
Al/SiC	Multicapa metal/cerámico	[34], [54]

Tabla 2: Materiales estudiados mediante compresión de micropilares

Se ha demostrado ampliamente que, en una escala micro y submicrométrica, el tamaño de las muestras (más conocido como “size effect” [4]) afecta dramáticamente la resistencia de los materiales, donde se ha observado aumentos considerables de las tensiones de fluencia para un valor fijo de deformación, variando los diámetros de los pilares [38]. Usualmente, el diámetro de estos puede variar de algunos cientos de nanómetros hasta 10  $\mu\text{m}$ .

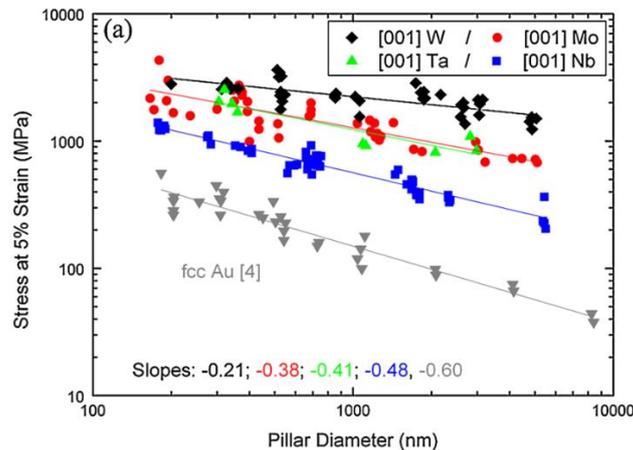


Fig. 22: Tensión al 5% de deformación vs. Diámetro del pilar para diferentes metales BCC monocristalinos. Gráfico tomado de la Ref. [55]

El efecto extrínseco del diámetro de los pilares ha sido explorado en diferentes microestructuras y materiales, definiendo la relación  $\sigma_y \propto \phi^{-n_s}$  que relaciona el punto de fluencia  $\sigma_y$  en materiales monocristalinos y el diámetro del micropilar  $\phi$  [56]. El coeficiente  $n_s$  varía en función del material y su microestructura.

Estructura	Coficiente $n_s$	Referencias
FCC	0,61 – 0,97	[3], [57], [58]
HCP	0,44 – 0,64	[3], [43], [44]
BCC	0,21 – 0,48	[3], [42], [55], [59]

Tabla 3: Coeficientes  $n_s$  para las diferentes estructuras cristalográficas

Estos coeficientes revelan que los micropilares en estructuras FCC presentan un mayor incremento en la resistencia cuando disminuye el diámetro con respecto a las estructuras HCP y BCC. Además, los micropilares cristalinos exhiben una respuesta imprevisible en las curvas de tensión-deformación. A lo largo del experimento, se producen numerosas discontinuidades en la curva en la región plástica, indicando mecanismos de deformación esencialmente diferentes a los observados en el material masivo [59]. En el rango submicrométrico, el modelo de Hall-Petch describe la deformación como consecuencia de los apilamientos de dislocación que se forman en la interfaz (“Dislocation pile-up-based Hall-Petch model”). Luego, en la escala de longitud de unas pocas decenas de nanómetros, el mecanismo preponderante es el deslizamiento de capas confinadas de dislocaciones simples (“CLS model” – Confined layer slip model). Por último, para espesores de capa de tan solo algunos nanómetros o

menos, la resistencia mecánica alcanza un pico, el cual se establece por la resistencia de la interfaz a la transmisión de una sola dislocación (*"Interface crossing"*) [10], [60], [61].

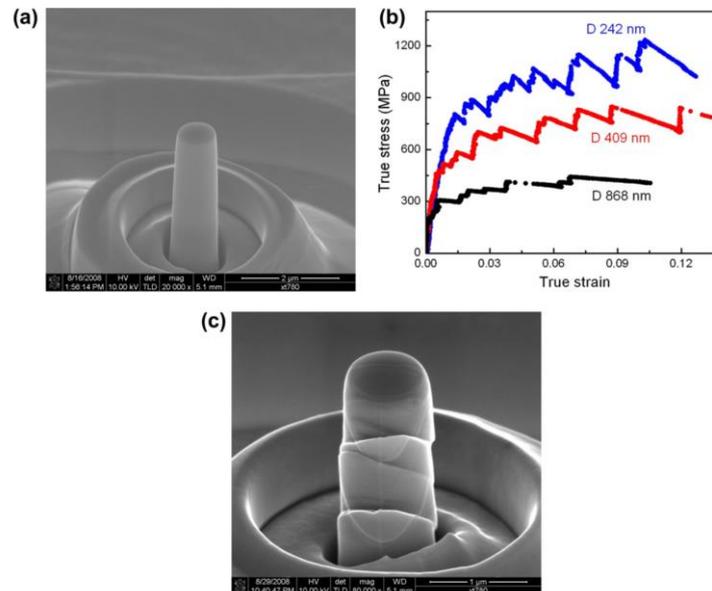


Fig. 23: Nanopilar monocristalino de Nb con un diámetro de 800nm. a) antes de la deformación b) curvas de tensión-deformación c) después de la deformación. Gráfico tomado de la Ref. [59]

Si bien gran parte de la literatura está enfocada en comprender el efecto de las dimensiones en materiales monocristalinos, también se han observado cambios en la resistencia debido al espesor en sistemas multicapas [50], donde la disminución del espesor está relacionado con un aumento notorio en el punto de fluencia del micropilar. Este comportamiento ha sido observado en diferentes sistemas nanoestructurados sintetizados por PVD, definiendo dos límites de resistencia, cuando el periodo bicapa se encuentra en el orden de los nanómetros [62].

Otro aspecto crítico estudiado en la determinación de las características mecánicas ha sido la configuración geométrica del espécimen. Zhang [29] analizó mediante modelado numérico diferentes condiciones donde estableció parámetros recomendados para llevar a cabo los experimentos y obtener resultados satisfactorios. Los parámetros definidos por Zhang fueron validados experimentalmente en diferentes materiales. Milne [63] observó en pilares de Al los diferentes mecanismos de deformación en función de la relación de aspectos.

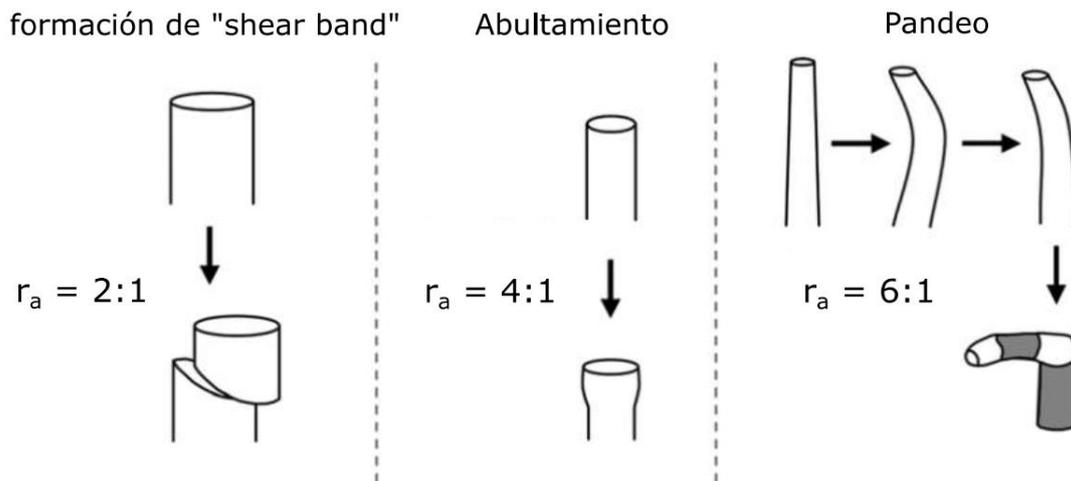


Fig. 24: Mecanismos de deformación en función de la relación de aspectos. Gráfico tomado de la Ref. [63]

Si bien existe una gran cantidad de investigaciones en las propiedades de los micropilares, estas han hecho foco en sus propiedades mecánicas, tal como la plasticidad y su efecto en las dislocaciones en la estructura cristalina. Sin embargo, es posible que las deformaciones y los altos valores de tensión introducidos al espécimen, induzcan la formación de fases intermetálicas en sistemas multicapas metal-metal. La transformación de fases inducida por stress, se ha observado en diferentes compuestos intermetálicos NiAl [64], [65], NiTi [66], Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> [67]. La formación de estos compuestos en los micropilares puede significar un cambio en las propiedades eléctricas del sistema, más precisamente, la resistividad eléctrica. Esto abre una puerta para ampliar el estudio de esta técnica, realizando una caracterización eléctrica durante la deformación plástica del micropilar. Los resultados de estos experimentos podrían ser aprovechados extensamente en otros campos de la ciencia e ingeniería de materiales.

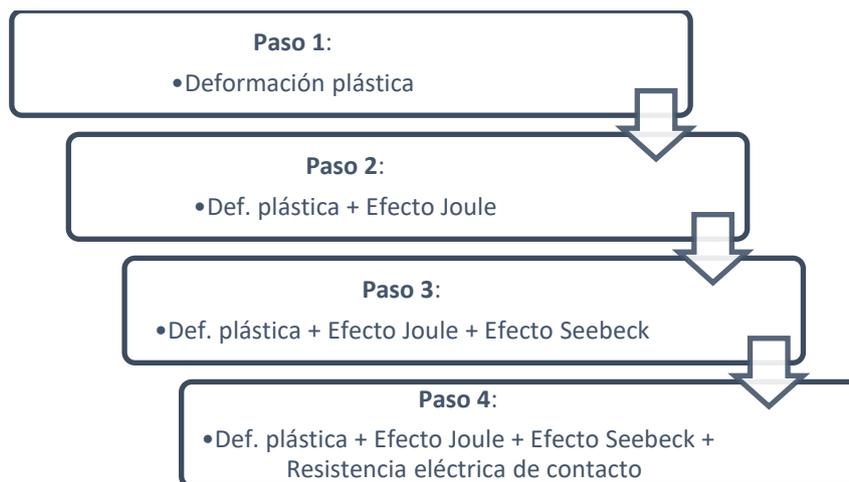
## 3. Metodología

Este capítulo se desarrolla el procedimiento, las diferentes consideraciones geométricas, los materiales y sus propiedades, y las condiciones de frontera de simulación.

### 3.1. Procedimiento

Debido a que en este tipo de experimentos la muestra se encuentra sujeta a diferentes fenómenos físicos, se planificó un orden de aplicación de los efectos al modelo. El objetivo de este procedimiento fue comprender cómo afectan individualmente cada fenómeno al comportamiento del sistema.

Cada uno de los efectos implicados en el modelo se añadió al anterior sucesivamente en un proceso de cuatro pasos con el motivo de agrupar los resultados y analizar la interacción entre ellos.



*Fig. 25: Proceso de estudio de los efectos*

En el Paso 4 se trata el modelo final sobre el cual se realizan las conclusiones del modelo.

### 3.2. Esquema del modelo

El espécimen estudiado fue un sistema de multicapas de Ni/Al, sobre un contraelectrodo de Ni, una intercapa de Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, depositados en un sustrato de Si. En cuanto al indentador, se utilizó diamante y tungsteno (W).

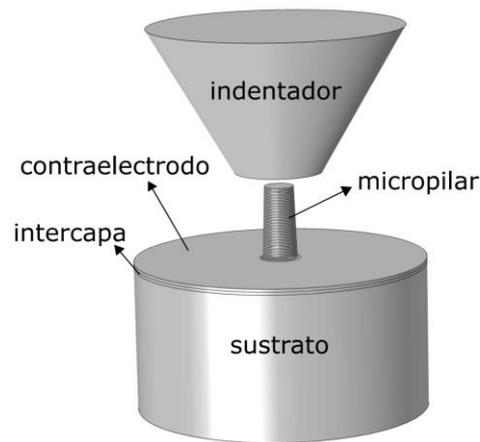


Fig. 26: Esquema 3D del modelo

Con motivo de analizar el cambio de las propiedades eléctricas de los micropilares durante la deformación plástica se definió un circuito eléctrico (Fig. 27), el cual inyecta una corriente continua y genera un potencial eléctrico entre el indentador y un contraelectrodo de Ni. En las simulaciones se realizó un barrido de valores de corriente (de 1 a 100000  $\mu\text{A}$ ) y se evaluó la relación entre el potencial eléctrico a través del pilar y el potencial eléctrico total del sistema ( $U_P/U_T$ )

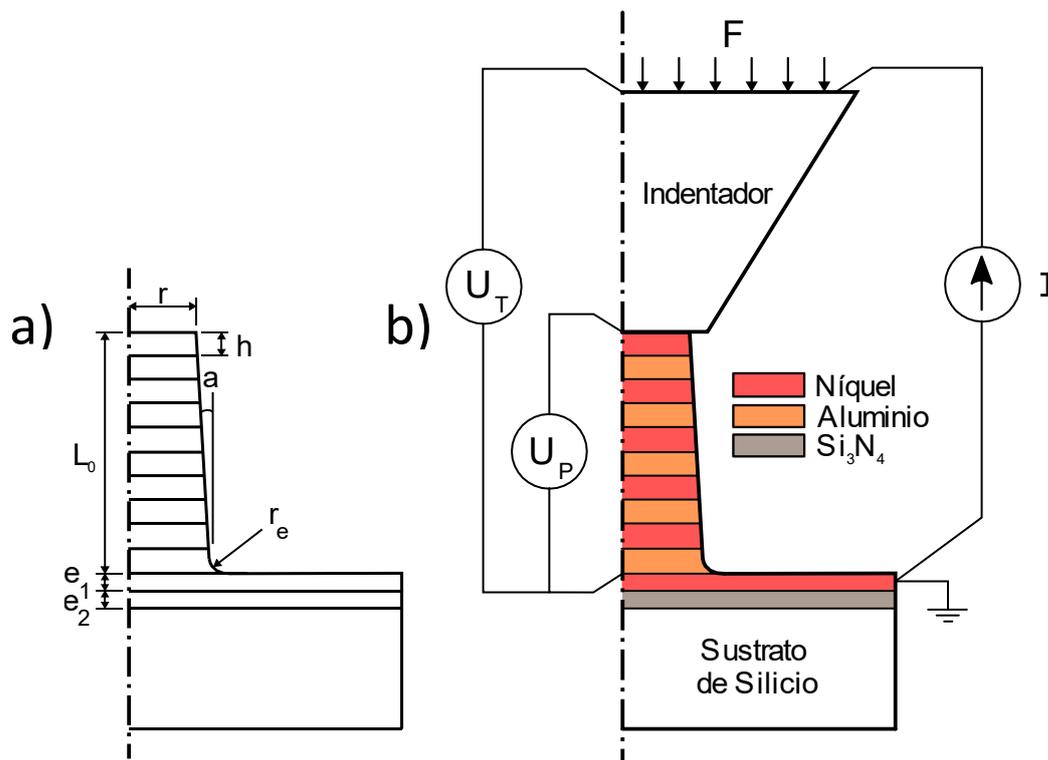


Fig. 27: Esquema axisimétrico: a) parámetros geométricos b) circuito eléctrico

Con respecto a la geometría del sistema, en las simulaciones se empleó un modelo axisimétrico en 2D. Se consideraron diferentes espesores de capa (25, 50, 62.5, 125 y 250 nm) para diferentes períodos bicapa. Los espesores de la intercapa de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  y el contraelectrodo de Ni se fijaron en 100 nm cada uno. Luego, se utilizaron diferentes

diámetros en los pilares (0,4, 1 y 2  $\mu\text{m}$ ) conservando una relación de aspecto ( $\beta = \text{altura/diámetro}$ ) de 2,5:1. También se empleó una relación  $r_e/r$  (radio de empalme/radio del micropilar) igual a 0,3 y un ángulo de cono ( $\alpha$ ) de 3,5°. La Tabla 4 resume las condiciones geométricas recién nombradas.

Grupo	$h$	Período bicapa	$L_0$	$\phi$	$\beta$	Set
	[nm]		[ $\mu\text{m}$ ]	[ $\mu\text{m}$ ]	[ $\mu\text{m}/\mu\text{m}$ ]	
1	250	10	5	2	2,5	a
	125	20				b
	50	50				
	25	100				
2	250	5	2,5	1	2,5	
	125	10				a
	62,5	20				b
	50	25				
	25	50				
3	250	2	1	0,4	2,5	
	125	4				
	50	10				a
	25	20				b

Tabla 4: Parámetros geométricos

Los especímenes se dividieron en 3 grupos, donde cada uno de estos comparte sus alturas y diámetros y se varían sus espesores de capa. En el caso del grupo 2, se consideró apropiado añadir una capa de 62,5 nm para lograr un periodo bicapa igual a 20 y poder comparar los resultados de este, con los pilares de 1 y 5  $\mu\text{m}$  de altura. En otras palabras, los resultados entre los pilares del set *a* son comparables entre sí, y los pilares del set *b* también son comparables entre sí.

Para analizar el comportamiento mecánico de los pilares, se fijó un desplazamiento  $u_z$  igual al 10% de la altura de los pilares y se evaluó la fuerza resultante  $F$  en la dirección de desplazamiento. De esta forma, se obtuvieron las curvas de fuerza-desplazamiento y, consecuentemente, se calcularon las curvas de tensión-deformación. Para ello, se consideró un comportamiento elástico isotrópico en el indentador, la intercapa de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  y el sustrato de silicio, mientras que, para el pilar y el contraelectrodo de níquel, se consideró un régimen elastoplástico isotrópico no cristalino.

Con respecto a la respuesta termoeléctrica del sistema, se evaluó la caída de potencial total del sistema y la caída de potencial en la interfaz de contacto, es decir, el potencial a través del pilar, como se diagrama en el esquema eléctrico de la Fig. 27. De estos valores se evaluó la relación  $U_P/U_T$ . Esta relación permite obtener información sobre el comportamiento eléctrico y la interacción de los efectos, y también da una indicación de la importancia del voltaje medido. El valor de esta relación debe ser lo más cercano

posible a 1. Además, se evaluó la temperatura máxima y la distribución de temperaturas a través del micropilar que se produce durante el experimento.

### 3.3. Propiedades de los materiales

Para calcular y graficar las propiedades requeridas para modelar el problema en COMSOL®, se empleó Python 3.7.3 y las librerías científicas Matplotlib y NumPy [68]–[70]. Los códigos utilizados se encuentran anexados en el punto 7.1 del presente trabajo, y los valores utilizados se presentan a continuación.

#### 3.3.1. Comportamiento elastoplástico

Para determinar los valores de tensión de fluencia  $\sigma_y$  a partir de la relación de H-P, se emplearon los siguientes valores extraídos de la literatura:

Material	$\sigma_o$	$k_{HP}$
	[MPa]	[MPa · $\sqrt{m}$ ]
Aluminio	20	0,07
Níquel	20	0,16

Tabla 5: Tensión de fricción y coeficientes de Hall-Petch [71]–[73]

En la Fig. 28, se observan las curvas resultantes obtenidas de la Ec. 2. El rango graficado corresponde a los espesores de las capas considerados en el estudio.

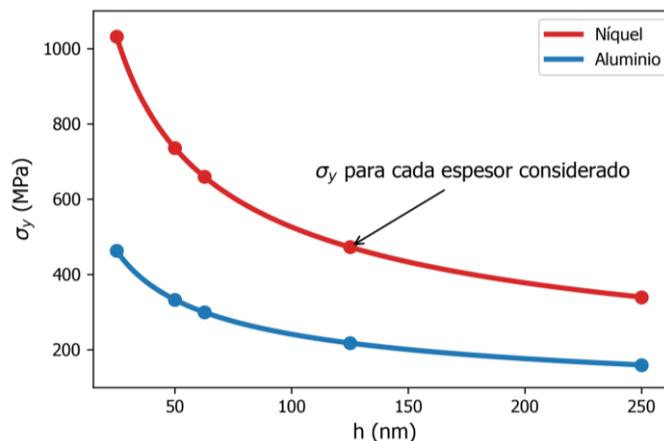


Fig. 28: Relación de Hall-Petch – Tensión de fluencia vs. Espesor

Los resultados expresados en las curvas de la Fig. 28 son consistentes con los valores reportados en la literatura [74], [75].

En función de los valores de  $\sigma_y$  obtenidos por la ecuación de H-P, es posible emplear la Ec. 4 para aproximar el régimen elastoplástico del aluminio y el níquel para sus diferentes espesores de capa. Las propiedades mecánicas empleadas para modelar el problema se presentan en la Tabla 6.

$h$	Aluminio			Níquel		
	$\sigma_y$	$\sigma_{us}$	$E$	$\sigma_y$	$\sigma_{us}$	$E$
[nm]	[MPa]	[MPa]	[GPa]	[MPa]	[MPa]	[GPa]
25	462,72	600	70	1031,9	1300	200
50	333,05	450	70	735,54	930	200
62,5	300	410	70	660	850	200
125	217,99	290	70	472,55	740	200
250	160	250	70	340	610	200
Referencias	Ec. 2	[76]	[77]	Ec. 2	[78]	[77]

Tabla 6: Tensión de fluencia, tensión máxima y módulos de elasticidad

Las curvas de la Fig. 29 muestran el comportamiento mecánico para cada valor de  $h$  obtenidos con la Ec. 3.

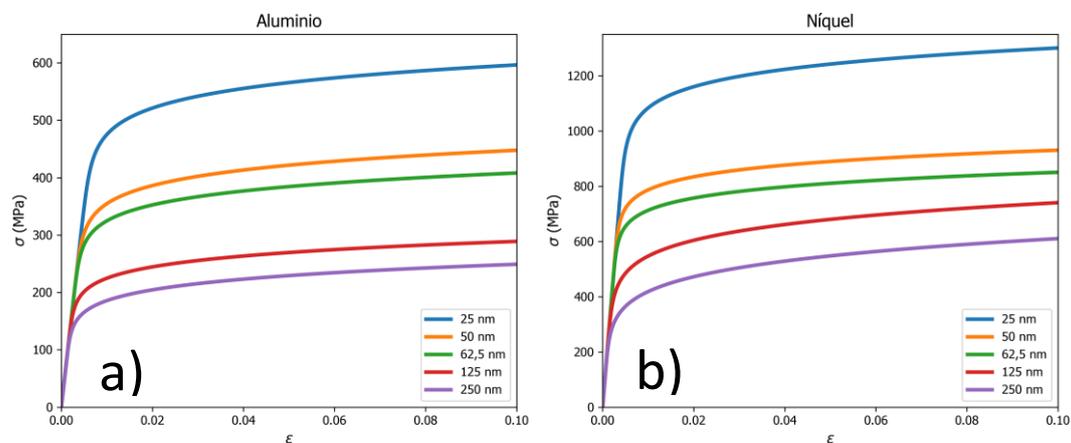


Fig. 29: Comportamiento elastoplástico para diferentes espesores de capa. a) Aluminio b) Níquel

En las curvas de la anterior, se puede observar claramente el efecto descrito por la relación de H-P (Ec. 2) donde las capas más delgadas ofrecen una mayor resistencia mecánica que las capas más gruesas.

Los valores de las curvas de la Fig. 29 se exportaron como un archivo separado por comas (.csv) y fueron cargados directamente en COMSOL.

### 3.3.2. Resistencia eléctrica de contacto

La Tabla 7 resume las propiedades utilizadas para calcular las curvas  $R_c$  según la Ec. 15:

Material	$H \cdot 10^2$	$\rho$ a 20°C
	[N/mm <sup>2</sup> ]	[μΩ · cm]
Aluminio	2	2,9
Níquel	10	6,8
Tungsteno	12 – 40	5,6
Diamante	–	$5 \cdot 10^6$

Tabla 7: Dureza y resistividad eléctrica [14]

La Fig. 30 muestra la variación teórica de  $R_C$  para cuando existe el contacto entre una película de Níquel o Aluminio con un indentador de diamante o tungsteno.

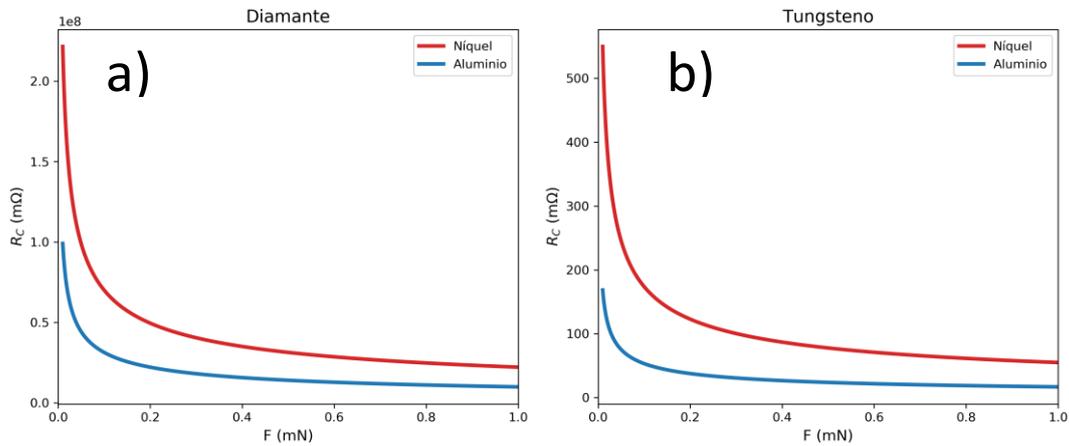


Fig. 30: Resistencia Eléctrica de Contacto vs. Fuerza para indentadores de a) Diamante b) Tungsteno

A pesar de que los valores de  $R_C$  son menores para el Al, se consideró apropiado que en la disposición del sistema multicapas la capa que entre en contacto con el indentador sea de Ni. Esta consideración se basa en la posibilidad de la formación de óxido de aluminio, pues es un material aislante, mientras que el óxido de níquel posee buenas características eléctricas [14]. Si bien la formación de óxido en la cámara de microscopio electrónico es altamente improbable, es posible que ocurra durante el almacenamiento y preparación de las muestras, previo a ingresar a la cámara del microscopio.

Las curvas de  $R_C$  se cargaron en COMSOL para automatizar la variación de resistencia en función de la fuerza aplicada durante la compresión.

### 3.3.3. Otras propiedades

Las demás propiedades requeridas para la simulación fueron extraídas de las librerías de materiales de COMSOL® y de la información técnica del proveedor de los indentadores de diamante. Estos datos se resumen en la siguiente tabla.

Propiedad	Unidad	Al	Ni	$Si_3N_4$	Si (100)	W	Diamante
$\sigma$	S/m	35,6E6	13,8E6	10E-16	1E-12	1,79E7	20
$C_p$	J/kg · K	904	445	700	700	132	520
$\delta$	kg/m <sup>3</sup>	2700	8900	3100	2329	19350	3515
$k$	W/m · K	237	90,7	20	130	174	990
$\epsilon_r$	—	10	6	9,7	11,7	10	5,1
$S$	$\mu V/K$	3,5	-15	0,5	440	7,5	0,5
$E$	GPa	70	200	250	170	411	1050
$\nu$	—	0,35	0,31	0,23	0,28	0,28	0,1

Tabla 8: Propiedades de los materiales de la librería de COMSOL

### 3.4. Condiciones de frontera

Para resolver el problema presentado, se requirió el uso de los módulos de *Structural Mechanics* y *AC/DC*. Las interfaces utilizadas de estos módulos fueron: *Heat Transfer in Solids*, *Electric Currents* y *Solid Mechanics*, mientras que para el acoplamiento de los fenómenos multifísicos se utilizaron las Interfaces de *Thermoelectric Effect* y *Joule Heating*. Como se trata de un modelo axisimétrico, se utilizó un sistema de coordenadas cilíndricas, asignado automáticamente por el software.

El análisis del experimento se realizó en estado estacionario debido a que las cargas varían de forma muy lenta y el modelo de los materiales no tiene una dependencia explícita del tiempo.

- **Solid Mechanics Interface**

Se añadió un nodo *Fixed Constraint* en el sustrato para restringir el movimiento en la dirección de desplazamiento del indentador. Esta condición fija completamente la entidad geométrica en todas las direcciones

$$u = 0 \text{ en } \partial\Omega_{\text{sustrato}_1} \quad \text{Ec. 38}$$

Luego, se empleó el nodo de *Prescribed Displacement* para modelar el desplazamiento del indentador, el cual añade la condición donde el desplazamiento de la entidad geométrica (en este caso el indentador) se define en una o más direcciones.

$$u = u_z \text{ en } \partial\Omega_{\text{indentador}_1} \quad \text{Ec. 39}$$

Para que el desplazamiento del indentador incremente en pequeños pasos, se utilizó una función triangular, la cual depende de la variación de un parámetro adimensional para simular el experimento de compresión. Como se fijó obtener una deformación del 10% de la altura inicial del pilar, el desplazamiento del indentador se puede describir como:

$$u_{\text{indentador}_z} = (0.1L_0) \cdot f(p) \quad \text{Ec. 40}$$

Donde la función auxiliar  $f(p)$  es igual a:

$$f(p) = \begin{cases} \frac{1}{3} \cdot p, & 0 \leq p < 3 \\ 2 - \frac{1}{3} \cdot p, & 3 \leq p < 6 \end{cases} \quad \text{Ec. 41}$$

La siguiente imagen muestra la gráfica de la función  $f(p)$ .

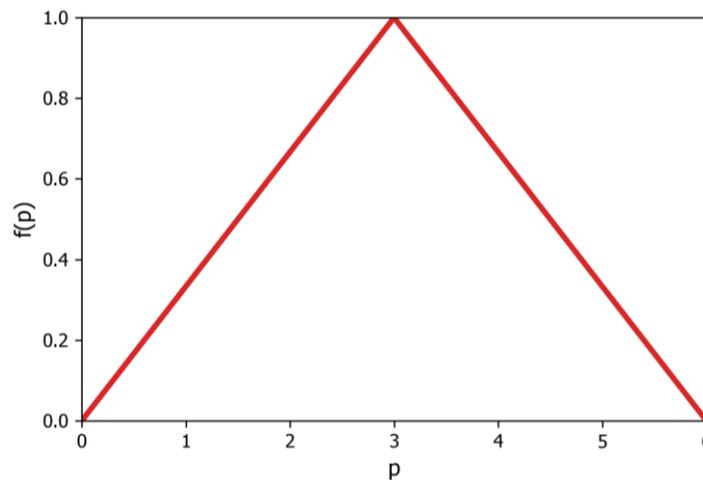


Fig. 31: Función triángulo

Con respecto a la interfaz indentador-micropilar, se incluyó un nodo de *Friction* para tener en consideración el rozamiento entre ambas partes del sistema.

$$\mu = \mu_{stat} \text{ en } \partial\Omega_{Interfaz}$$

La Fig. 32 muestra las fronteras donde se aplicaron las condiciones del módulo considerado.

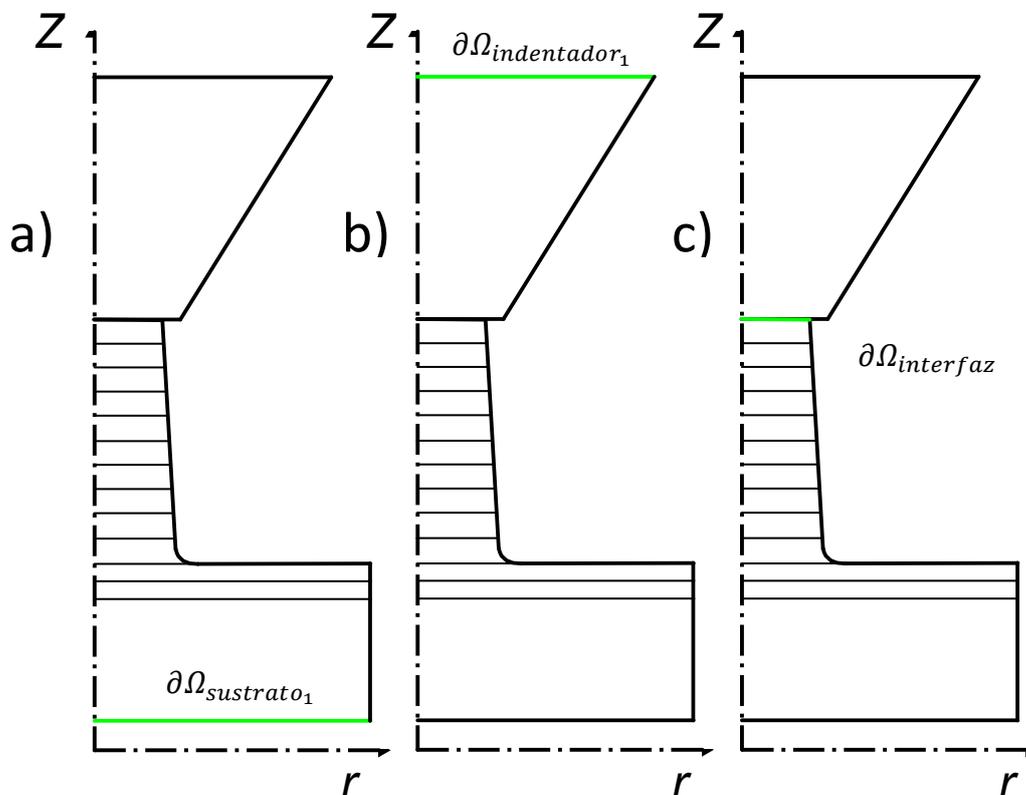


Fig. 32: Condiciones de frontera en la interfaz de Solid Mechanics. a) Restricción fija b) Desplazamiento

- **Heat Transfer Interface**

Con respecto a las condiciones para el estudio térmico, se fijó la temperatura en las fronteras del sustrato y la parte superior del indentador.

$$T = T_0 \text{ en } \partial\Omega_{\text{sustrato}_1} \text{ \& } \partial\Omega_{\text{indentador}_1} \quad \text{Ec. 42}$$

Con  $T_0 = 293.15 \text{ K}$ .

También se utilizó el nodo de *Diffuse Surface* para tener en cuenta la radiación térmica emitida por el micropilar pues, de lo contrario, el módulo de transferencia de calor establece por defecto la aislación térmica de la superficie. Esta condición se define en las fronteras externas del modelo.

$$-n \cdot q = \epsilon \sigma_{ST} (T_{amb}^4 - T^4) \text{ en } \partial\Omega_{\text{micropilar}} \text{ \& } \partial\Omega_{\text{indentador}_2} \quad \text{Ec. 43}$$

Donde  $n$  el vector unitario normal a la frontera,  $\epsilon$  es la emisividad superficial,  $\sigma_{ST}$  es la constante de Stefan-Boltzmann, y  $T_{amb} [K]$  es la temperatura ambiente.

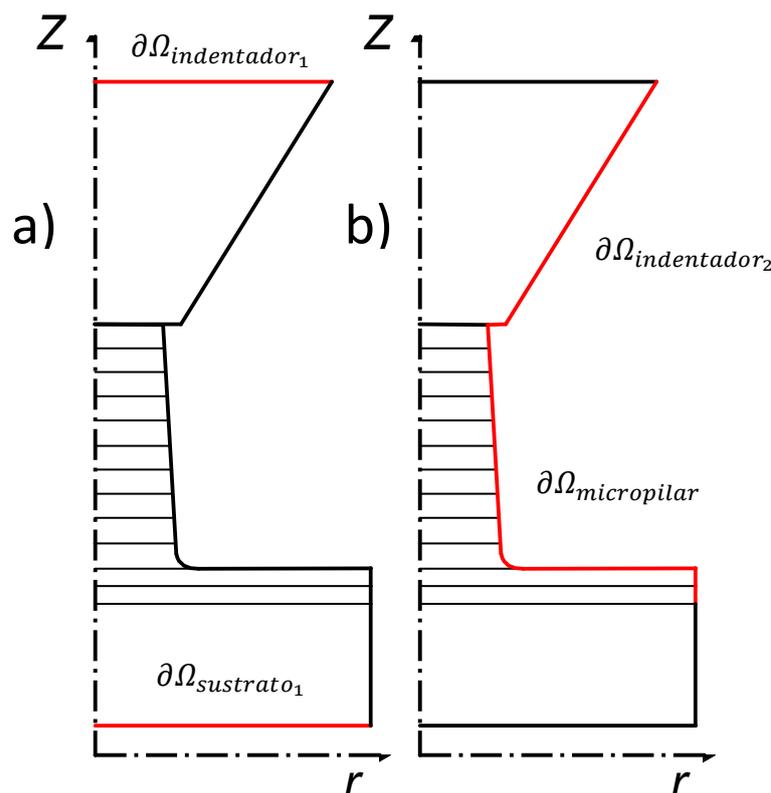


Fig. 33: Condiciones de borde en la interfaz de Heat Transfer. a) Temperatura fija b) Superficie difusa

- **Electric Current Interface**

Para el estudio eléctrico, se aplicó el nodo de *Normal Current Density*, el cual representa una fuente de corriente. Provee la condición de especificar un flujo de corriente entrante al modelo.

$$-n \cdot J = J_n \text{ en } \partial\Omega_{indentador_1} \quad \text{Ec. 44}$$

Donde  $J_n = \frac{I [A]}{A_{indentador} [m^2]}$  es la densidad de corriente y la corriente varía de 1 a 100000  $\mu\text{A}$ .

Luego, se aplicó un nodo *Ground* para fijar el contraelectrodo de Níquel a potencial cero.

$$V = 0 \text{ en } \partial\Omega_{contraelectrodo} \quad \text{Ec. 45}$$

Por defecto, se encuentra aplicado el nodo de *Electric Insulation* que añade una aislación eléctrica a las condiciones de borde, excepto a las dos condiciones definidas anteriormente.

$$n \cdot J = 0 \text{ en } \partial\Omega_{micropilar} \ \& \ \partial\Omega_{indentador_2} \quad \text{Ec. 46}$$

Esta condición significa que no puede circular corriente a través de la frontera definida.

Por último, para tener en cuenta al comportamiento de la resistencia de contacto, se añadió el nodo de *Contact Impedance*.

$$n \cdot J_1 = \frac{1}{\rho_s} (U_1 - U_2) \text{ en } \partial\Omega_{interfaz} \quad \text{Ec. 47}$$

$$n \cdot J_2 = \frac{1}{\rho_s} (U_2 - U_1) \text{ en } \partial\Omega_{interfaz}$$

Donde  $\rho_s [\Omega \cdot m^2]$  es la resistencia superficial, y los subíndices 1 y 2 hacen referencia los lados de la frontera. En esta magnitud  $\rho_s$  se encuentra implícita la dependencia de la fuerza en la resistencia de contacto, donde se afecta la Ec. 15 por la superficie aparente que actúa en el contacto eléctrico.

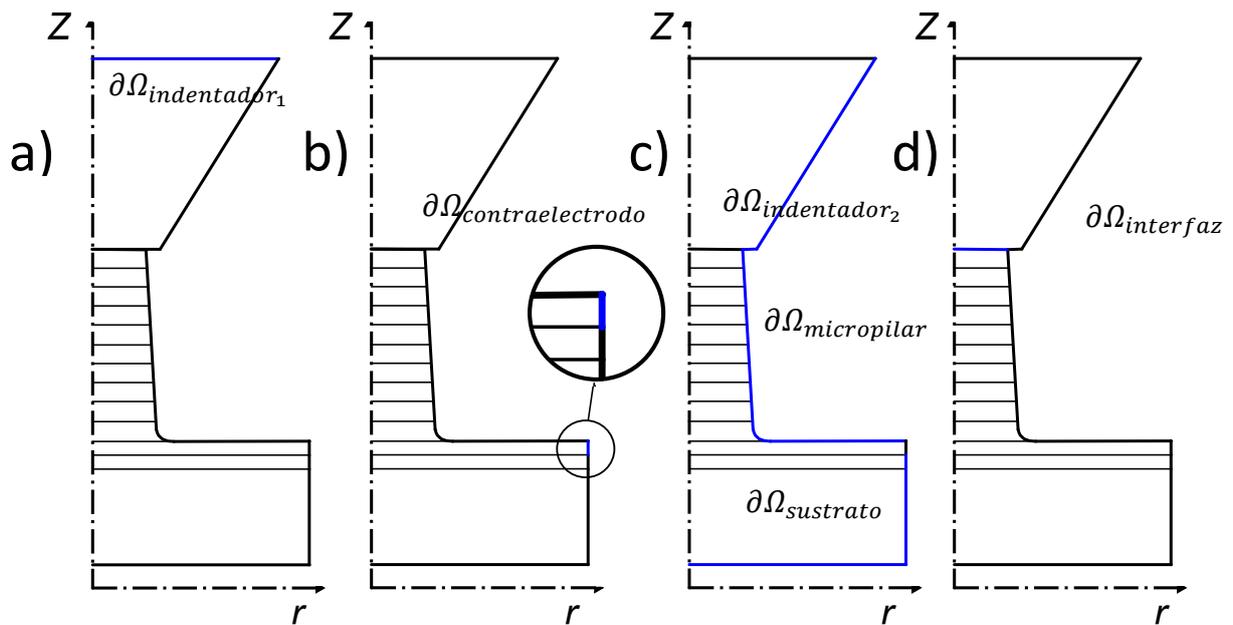


Fig. 34: Condiciones de borde en la interfaz de Electric Currents. a) Fuente de corriente b) Tierra c) Aislación eléctrica d) Impedancia de contacto

### 3.5. Mallado

Se empleó un mallado triangular automático que permita la convergencia del problema. Como el interés del análisis se centra en caracterizar el comportamiento del micropilar, se efectuó un refinamiento en la región de este. También se refinó el mallado en la región donde se produce el contacto entre el pilar y el indentador.

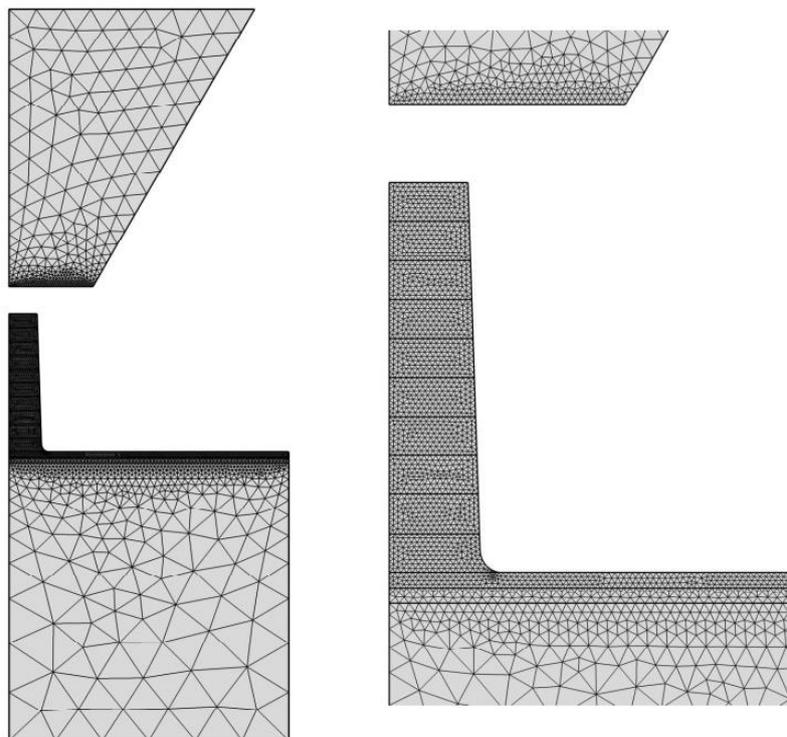


Fig. 35: Mallado del micropilar

También se puede observar en la imagen anterior, que el mallado se fijó más grueso en la región del sustrato y la parte restante del indentador ya que su estudio no fue pertinente en este proyecto.

Por último, se verificó que el mallado utilizado en las simulaciones fuera lo suficientemente fino para proveer resultados independientes al tamaño de los elementos.

## 4. Resultados y discusión

En este apartado se presentan los resultados y análisis obtenidos en la simulación de los efectos estudiados. Primeramente, se analizará la respuesta mecánica del sistema y principales características y luego se presentará el estudio del comportamiento termoeléctrico en conjunto con la deformación plástica, añadiendo cada efecto como se describió en el apartado 3.1.

### 4.1. Comportamiento mecánico

En la Fig. 36 se presentan las curvas de  $\sigma$ - $\epsilon$  resultantes de la simulación numérica de la compresión de los micropilares para los sets considerados. Se puede observar que, para iguales períodos y menor espesor de capas, la tensión a la que se encuentra sometido el material aumenta considerablemente. Esto se debe al aumento del número de interfaces presente en los micropilares.

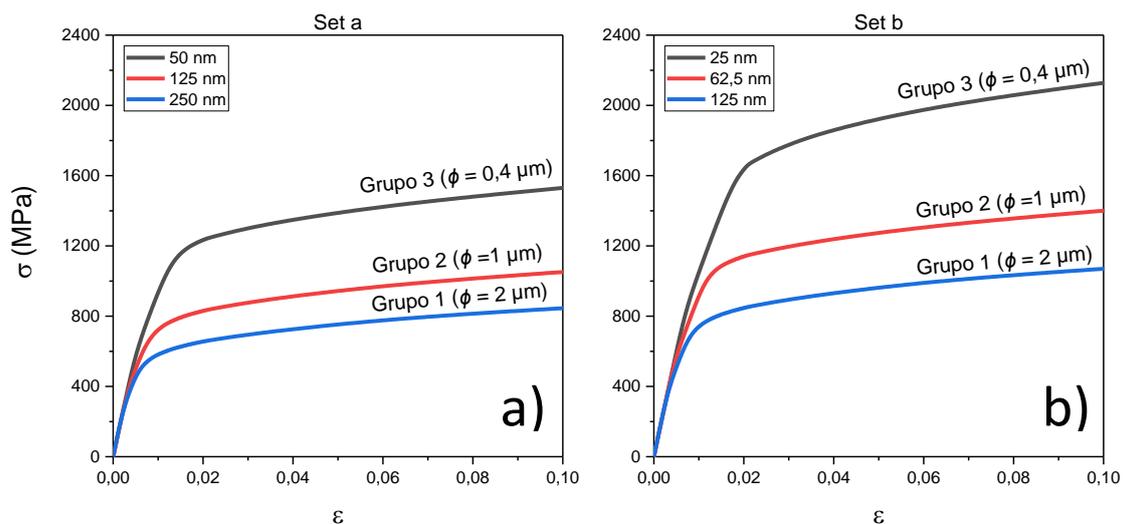


Fig. 36: Comparación de curvas  $\sigma$ - $\epsilon$  para a) período bicapa = 10 b) período bicapa = 20

Las curvas presentan tres diferentes zonas o etapas y se observaron en los tres grupos considerados. La etapa inicial corresponde a la región elástica (Etapa 0), caracterizada por la deformación elástica de las capas de Ni y Al. La siguiente zona o región (Etapa 1) comienza con el inicio de la etapa de fluencia del Al y depende del punto de fluencia de las capas de aluminio. En esta región, continúa la deformación elástica de las capas de Ni con la contribución de la deformación plástica de las capas de Al, como se puede observar en la Fig. 38.b. De forma análoga, la etapa 2 está conformada por la etapa de fluencia del Ni y el ya superado límite elástico del aluminio. Luego de esto, comienza la etapa plástica (Etapa 3), donde la deformación de las capas de ambos materiales es evidente.

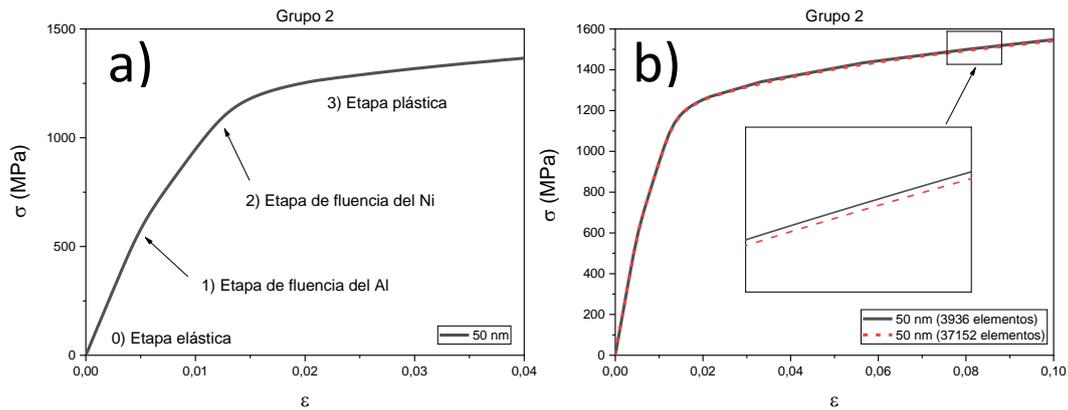


Fig. 37: a) Análisis de la curva  $\sigma$ - $\epsilon$  b) Comparación en cantidad de elementos

En la Fig. 37.b. se presenta una comparación de una curva  $\sigma$ - $\epsilon$  en donde se muestra la independencia de los resultados respecto de la cantidad de elementos empleados en la simulación. Las siguientes imágenes muestran las capturas del software correspondientes a las diferentes etapas descritas anteriormente, donde solo se observa la deformación del espécimen, descartando el comportamiento mecánico del indentador.

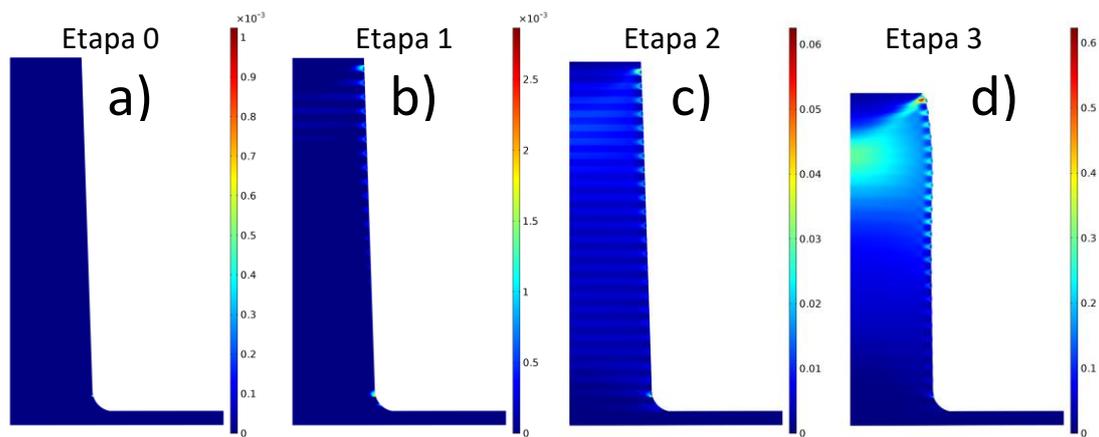


Fig. 38: Deformación plástica efectiva a)  $\epsilon = 0$  b)  $\epsilon = 0,005$  c)  $\epsilon = 0,015$  d)  $\epsilon = 0,1$

Se puede apreciar en la Fig. 39 que entre capas se produce una restricción mutua, en donde se produce una leve extrusión de las capas Al debido a que presenta una menor resistencia a la compresión respecto al Ni, como ha sido reportado experimentalmente en sistemas metal/metal. Además, es posible observar que la deformación plástica es mayor en las primeras capas del micropilar.

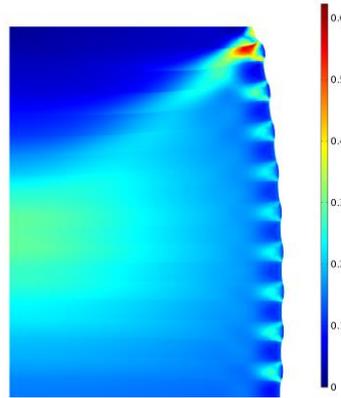
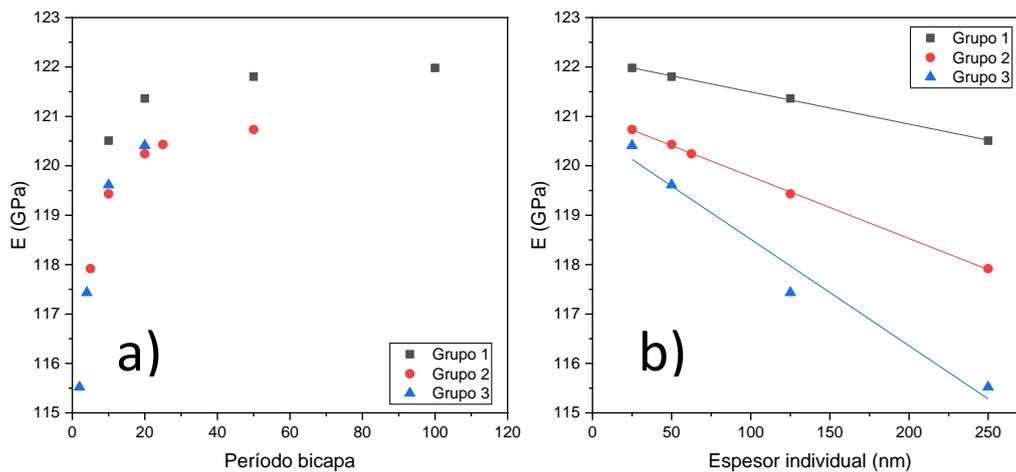


Fig. 39: Deformación plástica efectiva para  $\varepsilon = 0.1$

Si se compara el módulo elástico en función del período bicapa de los pilares, se observará la existencia de un leve aumento del módulo elástico conforme aumenta el período, o bien, desde otro punto de vista, a medida que disminuye el espesor de las capas que componen al micropilar.



## 4.2. Comportamiento termoeléctrico

### 4.2.1. Calentamiento por efecto Joule

Las siguientes imágenes extraídas del software corresponden a la simulación del modelo empleando un valor de corriente eléctrica de  $10000 \mu\text{A}$  para micropilares de  $250 \text{ nm}$  de espesor de capa y  $1 \mu\text{m}$  de diámetro. En la Fig. 40 se presenta una comparación del potencial eléctrico establecido por el circuito eléctrico descrito en el esquema del apartado 3.2. La comparación permite observar que, en caso de utilizar un indentador de diamante, la mayor parte del potencial eléctrico caerá a través de este debido a su baja conductividad eléctrica. Este comportamiento no sería deseable en un entorno experimental debido a que se requiere que la mayor parte del potencial eléctrico se

establezca entre el extremo superior del micropilar y el contraelectrodo de Ni para poder ser medido.

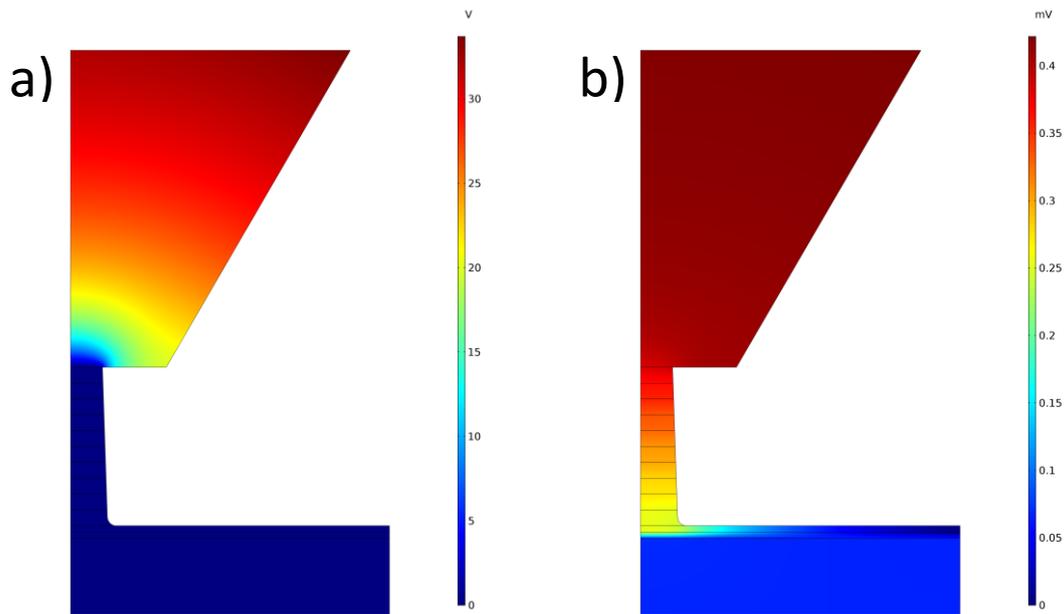


Fig. 40: Potencial eléctrico para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno

Si se evalúa el potencial sobre el eje de simetría de la geometría del modelo (Fig. 41.a.), se puede apreciar claramente que gran parte del potencial se encuentra establecido a través del micropilar de diamante, mientras que en la Fig. 41.b. se puede apreciar que, si se emplea tungsteno, el potencial se establece a través del micropilar. Las pequeñas fluctuaciones que se presentan en las gráficas se deben a los diferentes valores de conductividad eléctrica de las capas de Ni y Al. Para el caso de la Fig. 41.a. se puede observar que el gráfico posee una escala logarítmica. De esta forma es posible apreciar el potencial a través del micropilar ya que el orden de magnitud es muy pequeño.

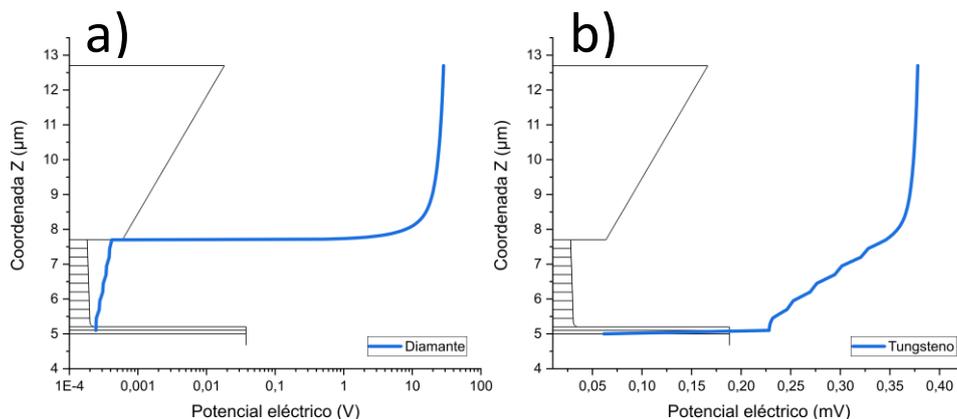


Fig. 41: Potencial eléctrico para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno para  $I = 1000 \mu\text{A}$

Otro punto desfavorable, es que se podría establecer un elevado potencial que genere una elevación de temperatura considerable y, consecuentemente, modifique las condiciones del experimento, como se explica a continuación.

En la Fig. 42 se presenta la distribución de temperaturas en los micropilares. En el caso de emplear el indentador de diamante, la mayor elevación de temperatura se produciría en la interfaz de contacto indentador-micropilar. En cambio, para el caso de un indentador de tungsteno, la elevación de temperatura es casi despreciable y se produce en el espécimen estudiado.

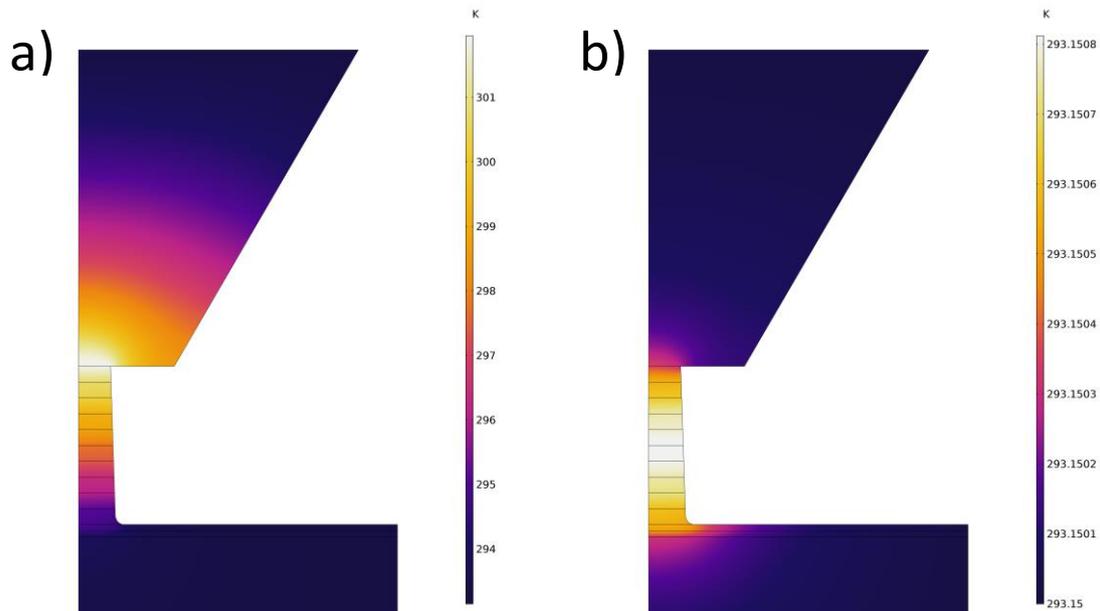


Fig. 42: Distribución de temperatura para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno para  $I = 1000 \mu A$

Las siguientes imágenes muestran un perfil de temperaturas evaluado sobre el eje de simetría del modelo geométrico, donde se puede observar la elevación de la temperatura en las regiones anteriormente descritas.

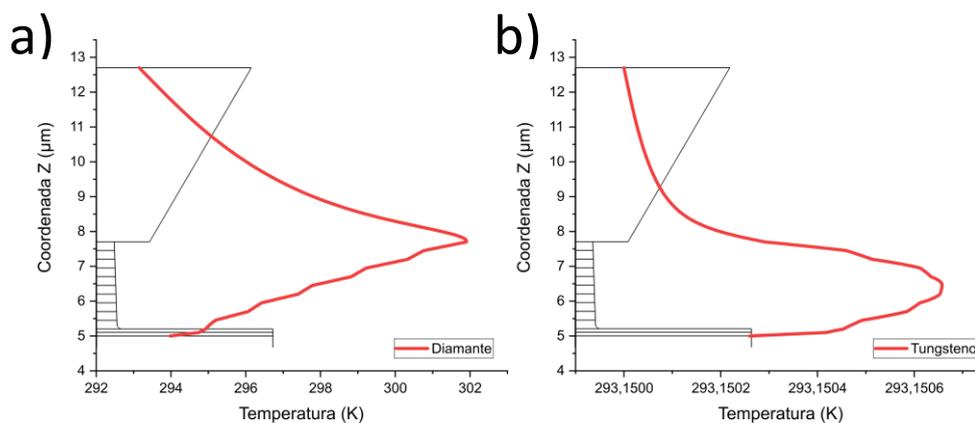


Fig. 43: Distribución de temperatura para a) indentador de diamante b) indentador de tungsteno

Con respecto al material para el indentador anteriormente analizados, los valores de  $R_c$  que se podrían establecer empleando un indentador de diamante son considerablemente altos debidas a su baja conductividad eléctrica según la Fig. 30, lo cual podría producir una caída de potencial relativamente alta con una consecuente

elevación de temperatura, además de los efectos analizados producidos por efecto Joule.

Teniendo en consideración las propiedades eléctricas de los posibles materiales para el indentador, resulta conveniente el empleo de un indentador de Tungsteno para minimizar los posibles efectos de valores altos de  $R_C$ , por lo que en los siguientes análisis se empleará este material para los estudios.

#### 4.2.2. Resistencia eléctrica de contacto

Cuando se incluye la resistencia de contacto en la interfaz indentador-micropilar, se puede observar que al principio del experimento, cuando la deformación es igual a cero (la fuerza de reacción es nula),  $R_C$  es considerablemente alta y por lo tanto el potencial eléctrico establecido será superior, como se explicó en la Fig. 30. Luego de la compresión (Fig. 44.b.), la reacción que ofrece el micropilar a la compresión aumenta, y consecuentemente disminuye  $R_C$ , traduciéndose a una disminución del potencial eléctrico.

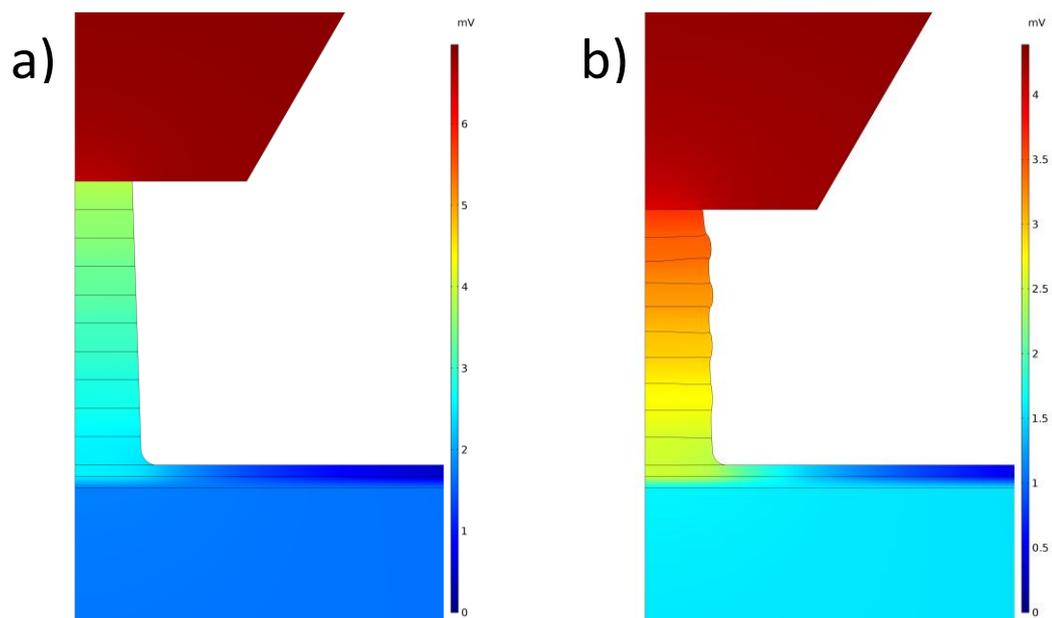


Fig. 44: Potencial eléctrico para a)  $\epsilon = 0$  b)  $\epsilon = 0,1$  para  $I = 10000 \mu A$

Esta disminución de la resistencia, también se refleja en una disminución de la temperatura en el sistema, pues al disminuir, la temperatura producida por efecto Joule decrece debido a la transferencia de calor por radiación al área circundante.

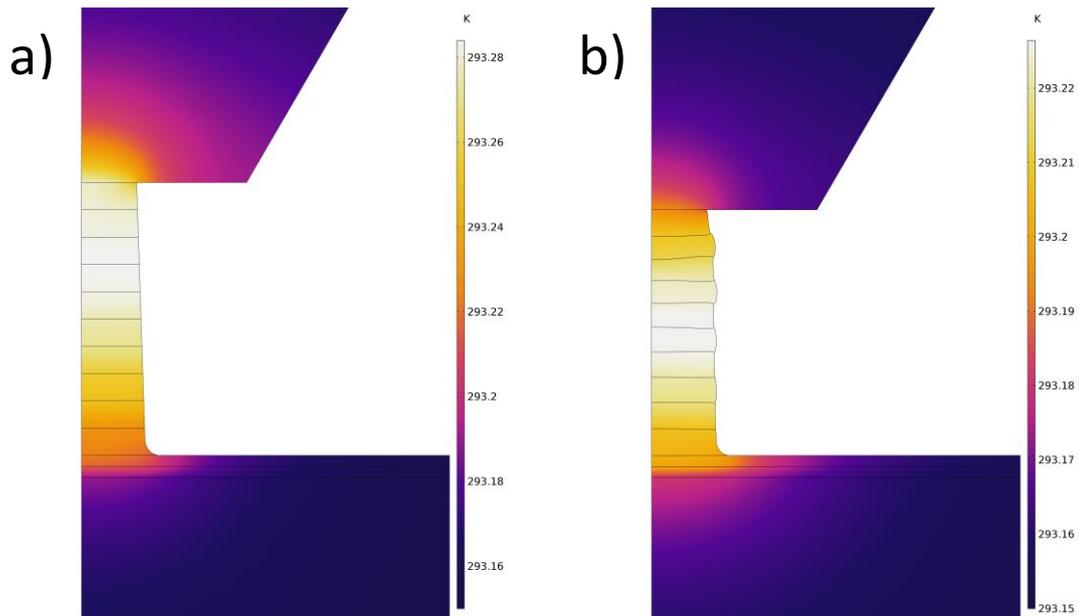


Fig. 45: Distribución de temperatura para a)  $\epsilon = 0$  b)  $\epsilon = 0,1$  para  $I = 10000 \mu A$

Si se observan los perfiles de potencial eléctrico y temperatura, antes y después de la compresión en la Fig. 46, se puede inferir acerca de la relación directa potencial-temperatura. Es decir que, al decrecer el potencial establecido por la disminución del valor de  $R_c$ , la temperatura disminuye proporcionalmente según la Ec. 7.

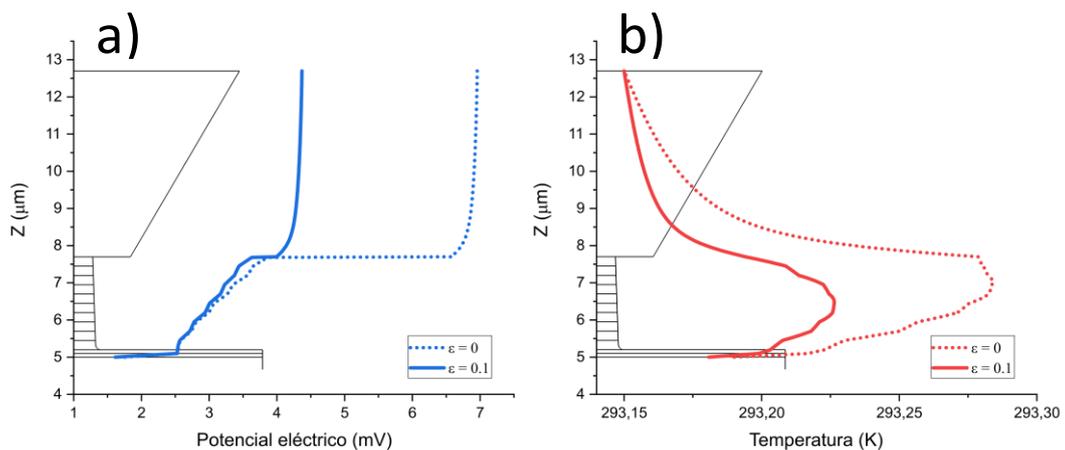


Fig. 46: a) Potencial eléctrico b) Distribución de temperatura para  $I = 10000 \mu A$

### 4.2.3. Efecto Seebeck

Al incorporar el efecto termoeléctrico al modelo, se puede observar que el comportamiento eléctrico del sistema continúa de forma similar a los casos anteriores, sin cambios notorios en cuanto a valores de potencial eléctrico.

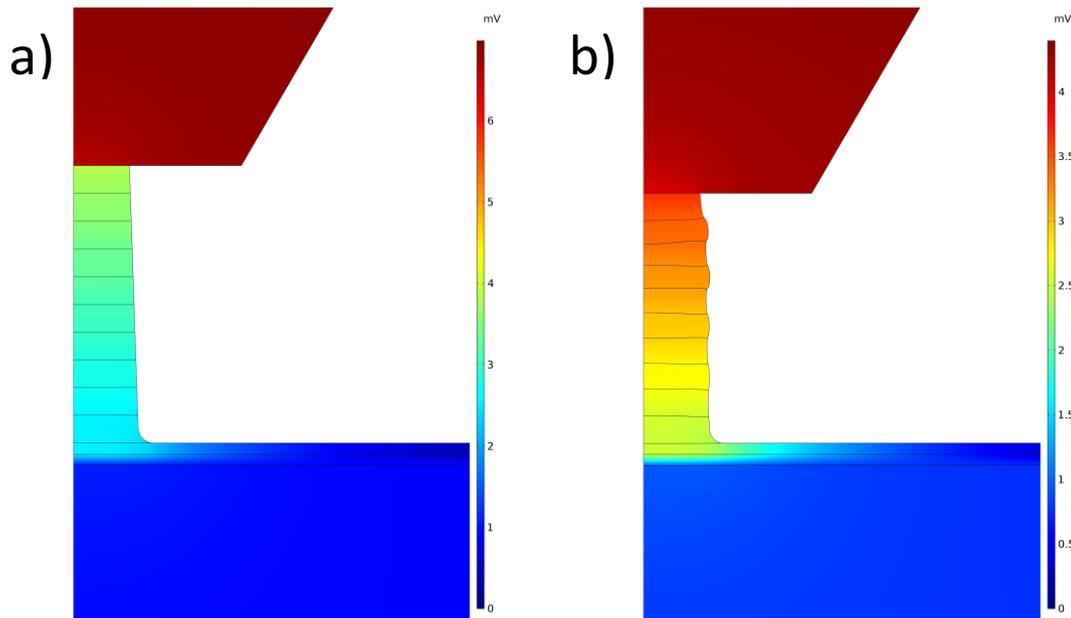


Fig. 47: Potencial eléctrico para a)  $\epsilon = 0$  b)  $\epsilon = 0,1$  para  $I = 10000 \mu A$

La diferencia se radica en la distribución de temperaturas. Se puede observar que el valor de temperatura en la interfaz Ni/Al es mayor a la producida en el orden Al/Ni. Esto se debe

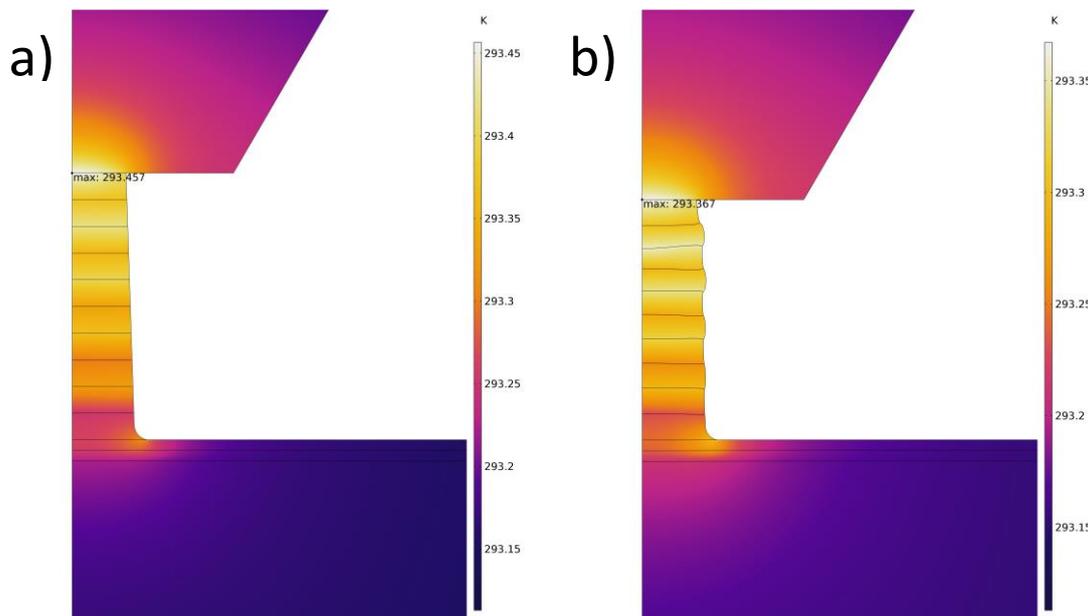


Fig. 48: Distribución de temperatura para a)  $\epsilon = 0$  b)  $\epsilon = 0,1$

Los siguientes gráficos de la Fig. 49 expresan el comportamiento anteriormente descrito.

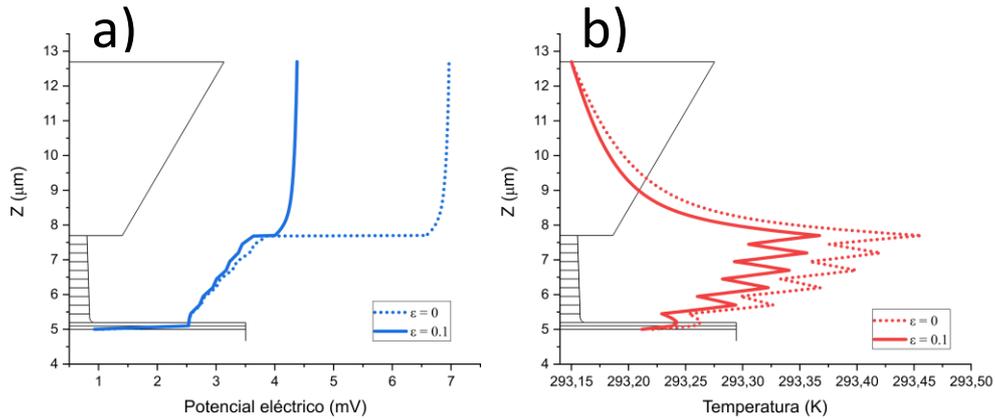


Fig. 49: a) Potencial eléctrico b) Distribución de temperatura para  $I = 10000 \mu A$

La Fig. 50 presenta la densidad de corriente a través del sistema. Se puede observar que las regiones donde se observa la mayor densidad de corriente se corresponden con los lugares donde se presentan los mayores valores en la distribución de temperaturas.

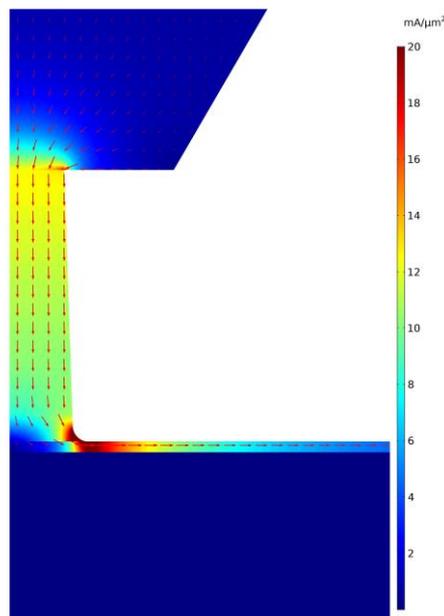


Fig. 50: Densidad de corriente para  $I = 10000 \mu A$

En los siguientes gráficos de la Fig. 51, se muestra el crecimiento del potencial eléctrico a través del micropilar y la temperatura en la interfaz de contacto Indentador-Micropilar en función de los valores de corrientes inyectados para realizar la medición. La línea continua muestra el comportamiento previo a la deformación y línea discontinua luego de la deformación. Se puede observar que para el rango considerado de corriente no se produce una elevación de temperatura considerable y con el que se establece valores de potencial eléctrico lo suficientemente elevados como para ser medidos.

Estos gráficos permiten establecer que dentro de un rango de 1 a  $10000 \mu A$  es posible realizar mediciones sin generar una elevación considerable de temperatura en el

sistema y establecer valores de potencial eléctrico, lo suficientemente elevados para realizar al medición.

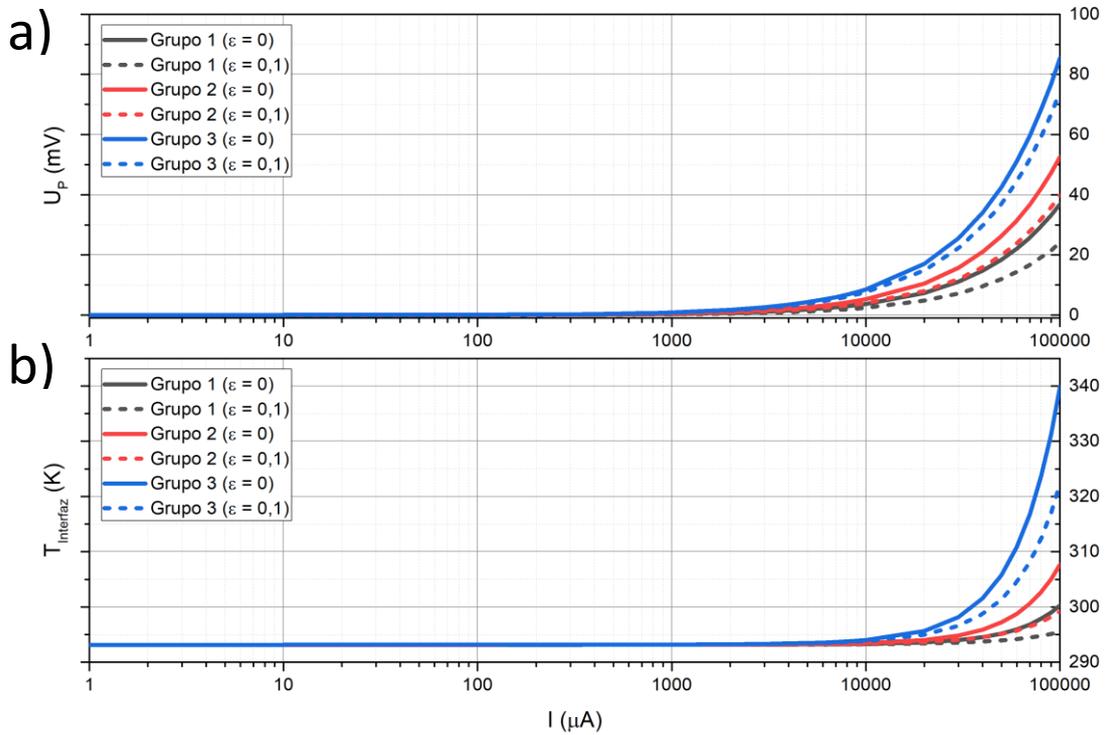


Fig. 51: a) Potencial en micropilar & b) Temperatura en interfaz de contacto vs. Corriente

Si se analiza la relación entre  $U_P/U_T$ , es decir, la relación entre el potencial eléctrico en el pilar respecto del potencial total del sistema se observa que entre el 83 y 87% del potencial cae a través de los pilares al alcanzar aproximadamente el 3% de la deformación total y se estabilizan en dicho valor.

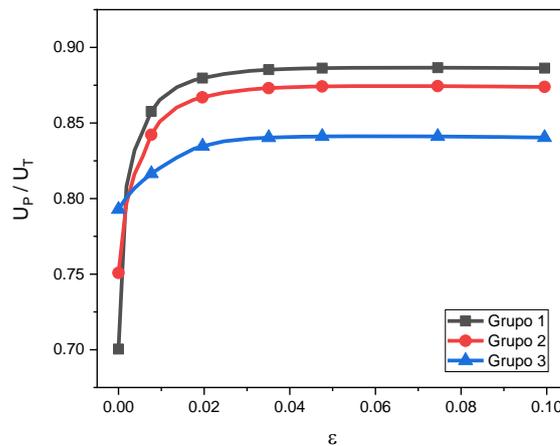


Fig. 52: Relación de potenciales eléctricos vs. Deformación unitaria

La Fig. 53 muestra que los cambios de resistencia debidos a los cambios en el material pueden ser difíciles de medir si la deformación es menor de 3%. La relación  $U_p/U_T$  posee una variación menor al 5% luego de la deformación para el grupo 3 mientras que, para el grupo 1, los micropilares de mayor diámetro, la variación luego de la deformación alcanza el valor del 17%. Esta variación expresa que la influencia de la resistencia de contacto al comienzo del experimento podría ser mayor para los micropilares de mayor tamaño. Es decir, que la influencia de la resistencia de contacto y del indentador es menor para los micropilares de menor diámetro.

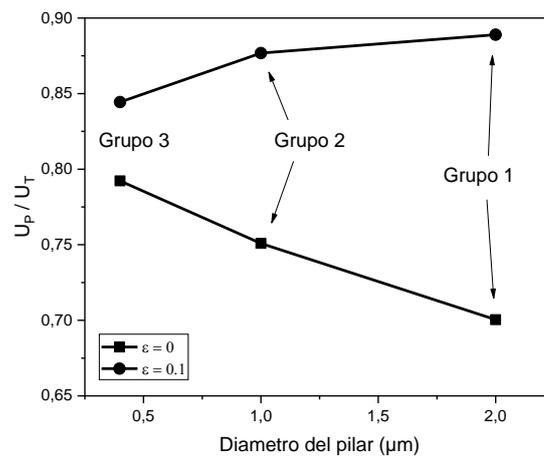


Fig. 53: Relación de potenciales eléctricos vs. Diámetro de micropilar

## 5. Conclusiones

### 5.1. Resultados

En este trabajo se llevó a cabo un análisis numérico multifísico de experimentos de compresión in-situ y la caracterización eléctrica de micropilares, con el objetivo de comprender diferentes características de los fenómenos asociados al mismo. Además, se buscó establecer parámetros sugeridos que permitan configurar el setup experimental y minimizar los efectos de los fenómenos físicos durante el experimento.

Mediante un análisis paramétrico, se lograron observar diferentes características que numerosos autores han reportado en publicaciones científicas. También, se buscó introducir un nuevo concepto en el estudio de las propiedades de los materiales como lo es la caracterización eléctrica en simultáneo con la deformación.

A continuación, se resumen las conclusiones extraídas de los resultados del modelo desarrollado:

- Los micropilares en sistemas multicapas presentan resistencias a la compresión considerablemente superiores respecto a sus contrapartes masivas, alcanzando valores del orden de cientos de MPa.
- El efecto producido por la resistencia de contacto podría influir considerablemente al comienzo del experimento. Esto implica que al realizar la caracterización eléctrica para deformaciones menores al 3%, podría resultar difíciles de medir la resistencia eléctrica del sistema del sistema.
- El análisis paramétrico sobre los espesores y cantidad de capas para analizar la relación de Hall-Petch develó la fuerte dependencia entre resistencia a la compresión y espesor de capa de los micropilares.
- En un estudio numérico termoelectromecánico, es posible despreciar la influencia del efecto Seebeck, ya que el mecanismo preponderante en los sistemas metal/metal es el efecto Joule.

Con respecto a parámetros sugeridos para llevar a cabo los experimentos, es posible definir la siguiente configuración:

- Se recomienda el uso de indentadores de tungsteno en lugar de diamante, debido a que la baja conductividad eléctrica del diamante puede producir efectos térmicos no deseables que modifiquen las condiciones del experimento y lleven a conclusiones erróneas.
- Corrientes eléctricas en el rango de 1 - 10000  $\mu\text{A}$  permitirían que la medición no se vea afectada por la corriente que utiliza el microscopio electrónico para

generar la imagen, que se encuentra en el orden de los pA y nA. Además, estos valores de corriente no se reflejan en un aumento notable de la temperatura y se establecen valores de potencial eléctricos razonables para efectuar la medición.

Con respecto al desarrollo de un procedimiento para la interpretación de los datos, es posible establecer una idea aproximada de una estrategia para el desarrollo a partir del modelado del problema. Una opción viable es emplear curvas de potencial eléctrico vs. deformación, que permitirían detectar de forma clara, variaciones en la resistencia eléctrica del sistema. Este cambio en resistencia del espécimen se puede manifestar como una variación en la curva  $U_T$  vs.  $\epsilon$ , donde se puede detectar el momento del experimento en el que se produjo la formación de un compuesto intermetálico.

## 5.2. Valoración del trabajo

La compresión de micropilares presenta un gran potencial para comprender el comportamiento mecánico tanto en películas delgadas como en materiales masivos con modificación superficial, los cuales se encuentran en las principales líneas de investigación del Grupo de Ingeniería de Superficies (GIS) en la UTN FRCU.

El desarrollo del presente proyecto demuestra la importancia del uso del método de los elementos finitos para llevar a cabo un análisis detallado de un problema concreto, tanto en la ingeniería como en investigación y, que a pesar de ser un método más de medio siglo de existencia, demuestra que puede ser aplicado con éxito en proyectos de investigación actuales y de diversas ramas del conocimiento.

Específicamente, el modelado multifísico permitió estudiar la interacción entre distintos fenómenos que, de haberse analizado por separado, el resultado sería notablemente diferente. Además, el modelo y el procedimiento desarrollado no se limita a los materiales utilizados en este trabajo, sino que también permite realizar el estudio de diferentes sistemas micro- o nanoestructurados metal/metal, con la posibilidad de extenderse a materiales estructurales o masivos.

Por último, la parte experimental del este ensayo requiere de equipamiento muy sofisticado (FIB-SEM y micromanipulador) con un tiempo de uso considerablemente elevado y la capacidad técnica del operario, por lo que realizar estimaciones previas empleado mediante simulaciones, resulta de gran utilidad e importancia para disminuir tiempos, y por lo tanto costos, del uso de microscopios electrónicos.

## 6. Referencias

- [1] A. C. Fischer-Cripps, *Nanoindentation*. New York, NY: Springer New York, 2004.
- [2] M. D. Uchic, D. M. Dimiduk, J. N. Florando, and W. D. Nix, "Sample dimensions influence strength and crystal plasticity," *Science (80-. )*, vol. 305, no. 5686, pp. 986–989, Aug. 2004, doi: 10.1126/science.1098993.
- [3] J. R. Greer and J. T. M. De Hosson, "Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect," in *Progress in Materials Science*, 2011, vol. 56, no. 6, pp. 654–724, doi: 10.1016/j.pmatsci.2011.01.005.
- [4] T. T. Zhu, A. J. Bushby, and D. J. Dunstan, "Materials mechanical size effects: a review," *Mater. Technol.*, vol. 23, no. 4, pp. 193–209, Dec. 2012, doi: 10.1179/175355508x376843.
- [5] W. B. J. Zimmerman, "Multiphysics Modeling With Finite Element Methods." London, p. 432, 2006.
- [6] J. N. Reddy, *An Introduction to the Finite Element Method*. McGraw-Hill, 2006.
- [7] E. O. Hall, "The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results," *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, vol. 64, no. 9, pp. 747–753, Sep. 1951, doi: 10.1088/0370-1301/64/9/303.
- [8] N. J. Petch., "The cleavage strength of polycrystals.," *J. Iron Steel Inst.*, vol. 174, no. 5, pp. 25–28, 1953.
- [9] P. M. Anderson and C. Li, "Hall-Petch relations for multilayered materials," *Nanostructured Mater.*, vol. 5, no. 3, pp. 349–362, Mar. 1995, doi: 10.1016/0965-9773(95)00250-I.
- [10] A. Misra, J. P. Hirth, and R. G. Hoagland, "Length-scale-dependent deformation mechanisms in incoherent metallic multilayered composites," *Acta Mater.*, vol. 53, no. 18, pp. 4817–4824, Oct. 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2005.06.025.
- [11] A. Misra, J. P. Hirth, and H. Kunc, "Single-dislocation-based strengthening mechanisms in nanoscale metallic multilayers," *Philos. Mag. A Phys. Condens. Matter, Struct. Defects Mech. Prop.*, vol. 82, no. 16, pp. 2935–2951, Nov. 2002, doi: 10.1080/01418610208239626.
- [12] W. Ramberg and W. Osgood, "Description of stress–strain curves by three parameters," *Mater. Des.*, vol. 31, no. 1, pp. 104–112, Jul. 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.07.011.
- [13] H. N. Hill, "Determination of stress-strain relations from offset yield strength values," *Natl. Advis. Comm. Aeronaut. Tech. notes*, p. 11, Feb. 1944.
- [14] P. G. Slade, *Electrical contacts : principles and applications*. CRC Press, 2014.

- 
- [15] J. A. Greenwood, "Constriction resistance and the real area of contact," *Br. J. Appl. Phys.*, vol. 17, no. 12, pp. 1621–1632, Dec. 1966, doi: 10.1088/0508-3443/17/12/310.
- [16] J. A. Greenwood and Williamson J B P, "Contact of nominally flat surfaces," *Proc. R. Soc. London. Ser. A. Math. Phys. Sci.*, vol. 295, no. 1442, pp. 300–319, Dec. 2006, doi: 10.1098/rspa.1966.0242.
- [17] COMSOL Multiphysics®, *Structural Mechanics Module User's Guide*. .
- [18] J. N. Reddy, *An Introduction to Continuum Mechanics, Second Edition*. Cambridge: Cambridge University Press, 2013.
- [19] COMSOL Multiphysics®, *AC/DC Module User's Guide*. .
- [20] COMSOL Multiphysics®, *Heat Transfer Module User's Guide*. .
- [21] COMSOL Multiphysics®, *Reference Manual*. .
- [22] A. S. Ramos, M. T. Vieira, J. Morgiel, J. Grzonka, S. Simões, and M. F. Vieira, "Production of intermetallic compounds from Ti/Al and Ni/Al multilayer thin films-A comparative study," *J. Alloys Compd.*, vol. 484, no. 1–2, pp. 335–340, Sep. 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2009.04.098.
- [23] M. Ohring, "The materials science of thin films: deposition and structure," pp. 1–3, 2002.
- [24] H. H. Gatzen, V. Saile, and J. Leuthold, *Micro and nano fabrication: Tools and processes*. 2015.
- [25] L. Hultman, "Synthesis, Structure, and Properties of Superhard Superlattice Coatings," 2006, pp. 539–554.
- [26] L. Yang, "Deformation, strengthening and fracture mechanisms of nanoscale Al/SiC multilayers," Universidad Politécnica de Madrid, 2017.
- [27] M. Nasim, Y. Li, M. Wen, and C. Wen, "High-strength Ni/Al nanolaminates fabricated by magnetron sputtering and their nanoindentation and nanowear behaviors," *Materialia*, vol. 6, p. 100263, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.mtla.2019.100263.
- [28] G. M. Pharr and W. C. Oliver, "Measurement of Thin Film Mechanical Properties Using Nanoindentation," *MRS Bull.*, vol. 17, no. 7, pp. 28–33, Jul. 1992, doi: 10.1557/S0883769400041634.
- [29] H. Zhang, B. E. Schuster, Q. Wei, and K. T. Ramesh, "The design of accurate micro-compression experiments," *Scr. Mater.*, vol. 54, no. 2, pp. 181–186, Jan. 2006, doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.06.043.
- [30] M. D. Uchic and D. M. Dimiduk, "A methodology to investigate size scale effects

- in crystalline plasticity using uniaxial compression testing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 400–401, no. 1-2 SUPPL., pp. 268–278, Jul. 2005, doi: 10.1016/j.msea.2005.03.082.
- [31] M. D. Uchic, P. A. Shade, and D. M. Dimiduk, “Plasticity of Micrometer-Scale Single Crystals in Compression,” *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 39, no. 1, pp. 361–386, Aug. 2009, doi: 10.1146/annurev-matsci-082908-145422.
- [32] J. Schwiedrzik *et al.*, “In situ micropillar compression reveals superior strength and ductility but an absence of damage in lamellar bone,” *Nat. Mater.*, vol. 13, no. 7, pp. 740–747, Jul. 2014, doi: 10.1038/nmat3959.
- [33] D. Raabe, D. Ma, and F. Roters, “Effects of initial orientation, sample geometry and friction on anisotropy and crystallographic orientation changes in single crystal microcompression deformation: A crystal plasticity finite element study,” *Acta Mater.*, vol. 55, no. 13, pp. 4567–4583, Aug. 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2007.04.023.
- [34] D. R. P. Singh, N. Chawla, G. Tang, and Y. L. Shen, “Micropillar compression of Al/SiC nanolaminates,” *Acta Mater.*, vol. 58, no. 20, pp. 6628–6636, Dec. 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2010.08.025.
- [35] Y. Xiao *et al.*, “Investigation of the deformation behavior of aluminum micropillars produced by focused ion beam machining using Ga and Xe ions,” *Scr. Mater.*, vol. 127, pp. 191–194, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.scriptamat.2016.08.028.
- [36] I. Miccoli, F. Edler, H. Pfnür, and C. Tegenkamp, “The 100th anniversary of the four-point probe technique: The role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems,” *Journal of Physics Condensed Matter*, vol. 27, no. 22. IOP Publishing, p. 223201, 10-Jun-2015, doi: 10.1088/0953-8984/27/22/223201.
- [37] D. M. Dimiduk, M. D. Uchic, and T. A. Parthasarathy, “Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals,” *Acta Mater.*, vol. 53, no. 15, pp. 4065–4077, Sep. 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2005.05.023.
- [38] J. R. Greer, W. C. Oliver, and W. D. Nix, “Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients,” *Acta Mater.*, vol. 53, no. 6, pp. 1821–1830, Apr. 2005, doi: 10.1016/j.actamat.2004.12.031.
- [39] D. Kiener, P. J. Guruprasad, S. M. Keralavarma, G. Dehm, and A. A. Benzerga, “Work hardening in micropillar compression: In situ experiments and modeling,” *Acta Mater.*, vol. 59, no. 10, pp. 3825–3840, Jun. 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2011.03.003.
- [40] K. S. Ng and A. H. W. Ngan, “Stochastic nature of plasticity of aluminum micropillars,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 8, pp. 1712–1720, May 2008, doi: 10.1016/j.actamat.2007.12.016.

- 
- [41] K. S. Ng and A. H. W. Ngan, "Deformation of micron-sized aluminium bi-crystal pillars," *Philos. Mag.*, vol. 89, no. 33, pp. 3013–3026, Nov. 2009, doi: 10.1080/14786430903164614.
- [42] J. Y. Kim, D. Jang, and J. R. Greer, "Tensile and compressive behavior of tungsten, molybdenum, tantalum and niobium at the nanoscale," *Acta Mater.*, vol. 58, no. 7, pp. 2355–2363, Apr. 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2009.12.022.
- [43] J. Ye, R. K. Mishra, A. K. Sachdev, and A. M. Minor, "In situ TEM compression testing of Mg and Mg-0.2 wt.% Ce single crystals," *Scr. Mater.*, vol. 64, no. 3, pp. 292–295, Feb. 2011, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.047.
- [44] Q. Sun, Q. Guo, X. Yao, L. Xiao, J. R. Greer, and J. Sun, "Size effects in strength and plasticity of single-crystalline titanium micropillars with prismatic slip orientation," *Scr. Mater.*, vol. 65, no. 6, pp. 473–476, Sep. 2011, doi: 10.1016/j.scriptamat.2011.05.033.
- [45] A. Rinaldi, P. Peralta, C. Friesen, and K. Sieradzki, "Sample-size effects in the yield behavior of nanocrystalline nickel," *Acta Mater.*, vol. 56, no. 3, pp. 511–517, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.actamat.2007.09.044.
- [46] D. Jang and J. R. Greer, "Size-induced weakening and grain boundary-assisted deformation in 60 nm grained Ni nanopillars," *Scr. Mater.*, vol. 64, no. 1, pp. 77–80, Jan. 2011, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.010.
- [47] D. Jang, C. Cai, and J. R. Greer, "Influence of homogeneous interfaces on the strength of 500 nm diameter Cu nanopillars," *Nano Lett.*, vol. 11, no. 4, pp. 1743–1746, Apr. 2011, doi: 10.1021/nl2003076.
- [48] E. A. P. Hernandez and D. C. Lagoudas, "Modeling size effects on the transformation behavior of shape memory alloy micropillars," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 25, no. 7, p. 075001, May 2015, doi: 10.1088/0960-1317/25/7/075001.
- [49] J. M. Wheeler, R. Raghavan, V. Chawla, J. Zechner, I. Utke, and J. Michler, "Failure mechanisms in metal-metal nanolaminates at elevated temperatures: Microcompression of Cu-W multilayers," *Scr. Mater.*, vol. 98, pp. 28–31, Mar. 2015, doi: 10.1016/j.scriptamat.2014.11.007.
- [50] J. Y. Zhang *et al.*, "Length scale-dependent deformation behavior of nanolayered Cu/Zr micropillars," *Acta Mater.*, vol. 60, no. 4, pp. 1610–1622, Feb. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2011.12.001.
- [51] J. Wang, C. Yang, and P. D. Hodgson, "Mechanical Behavior of Nano-crystalline Metallic Thin Films and Multilayers Under Microcompression," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 3, pp. 1405–1412, Mar. 2015, doi: 10.1007/s11661-014-2715-1.
- [52] J. Wang, C. Yang, and P. D. Hodgson, "Strain gradients in Cu-Fe thin films and

- multilayers during micropillar compression,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 651, pp. 146–154, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.msea.2015.10.105.
- [53] Y. Kim, A. S. Budiman, J. K. Baldwin, N. A. Mara, A. Misra, and S. M. Han, “Microcompression study of Al-Nb nanoscale multilayers,” *J. Mater. Res.*, vol. 27, no. 3, pp. 592–598, Feb. 2012, doi: 10.1557/jmr.2011.414.
- [54] L. W. Yang *et al.*, “Mechanical properties of metal-ceramic nanolaminates: Effect of constraint and temperature,” *Acta Mater.*, vol. 142, pp. 37–48, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2017.09.042.
- [55] A. S. Schneider *et al.*, “Correlation between critical temperature and strength of small-scale bcc pillars,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 103, no. 10, p. 105501, Aug. 2009, doi: 10.1103/PhysRevLett.103.105501.
- [56] K. S. Ng and A. H. W. Ngan, “Small scale plasticity - An ad hoc review,” in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2009, vol. 4, no. 1, p. 012002, doi: 10.1088/1757-899X/4/1/012002.
- [57] M. D. Uchic, P. A. Shade, and D. M. Dimiduk, “Micro-compression testing of fcc metals: A selected overview of experiments and simulations,” *Jom*, vol. 61, no. 3. Springer US, pp. 36–41, 08-Mar-2009, doi: 10.1007/s11837-009-0038-2.
- [58] O. Kraft, P. A. Gruber, R. Mönig, and D. Weygand, “Plasticity in Confined Dimensions,” *Annu. Rev. Mater. Res.*, vol. 40, no. 1, pp. 293–317, Jun. 2010, doi: 10.1146/annurev-matsci-082908-145409.
- [59] J. Y. Kim, D. Jang, and J. R. Greer, “Insight into the deformation behavior of niobium single crystals under uniaxial compression and tension at the nanoscale,” *Scr. Mater.*, vol. 61, no. 3, pp. 300–303, Aug. 2009, doi: 10.1016/j.scriptamat.2009.04.012.
- [60] G. Dehm, B. N. Jaya, R. Raghavan, and C. Kirchlechner, “Overview on micro- and nanomechanical testing: New insights in interface plasticity and fracture at small length scales,” *Acta Materialia*, vol. 142. Pergamon, pp. 248–282, 01-Jan-2018, doi: 10.1016/j.actamat.2017.06.019.
- [61] J. Wang, Q. Zhou, S. Shao, and A. Misra, “Strength and plasticity of nanolaminated materials,” *Mater. Res. Lett.*, vol. 5, no. 1, pp. 1–19, Jan. 2017, doi: 10.1080/21663831.2016.1225321.
- [62] A. Misra and R. G. Hoagland, “Plastic flow stability of metallic nanolaminate composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 5, pp. 1765–1771, Mar. 2007, doi: 10.1007/s10853-006-0895-9.
- [63] R. J. Milne, A. J. Lockwood, and B. J. Inkson, “Size-dependent deformation mechanisms of Al nanopillars,” *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 44, no. 48, p. 485301, Dec. 2011, doi: 10.1088/0022-3727/44/48/485301.

- 
- [64] A. Mashreghi and M. M. Moshksar, "Partial martensitic transformation of nanocrystalline NiAl intermetallic during mechanical alloying," *J. Alloys Compd.*, vol. 482, no. 1–2, pp. 196–198, Aug. 2009, doi: 10.1016/j.jallcom.2009.03.156.
- [65] H. S. Park, "Stress-induced martensitic phase transformation in intermetallic nickel aluminum nanowires," *Nano Lett.*, vol. 6, no. 5, pp. 958–962, May 2006, doi: 10.1021/nl060024p.
- [66] P. R. Okamoto *et al.*, "Stress-induced amorphization at moving crack tips in NiTi," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 73, no. 4, pp. 473–475, Jul. 1998, doi: 10.1063/1.121904.
- [67] Z. H. Zhang, C. W. Wei, H. J. Cao, J. J. Han, and Y. Zhang, "Structure-induced metastable phase transformation in Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> intermetallics," *Mater. Lett.*, vol. 249, pp. 124–127, Aug. 2019, doi: 10.1016/j.matlet.2019.04.083.
- [68] K. J. Millman and M. Aivazis, "Python for scientists and engineers," *Computing in Science and Engineering*, vol. 13, no. 2, pp. 9–12, Mar-2011, doi: 10.1109/MCSE.2011.36.
- [69] J. D. Hunter, "Matplotlib: A 2D graphics environment," *Comput. Sci. Eng.*, vol. 9, no. 3, pp. 99–104, 2007, doi: 10.1109/MCSE.2007.55.
- [70] S. Van Der Walt, S. C. Colbert, and G. Varoquaux, "The NumPy array: A structure for efficient numerical computation," *Comput. Sci. Eng.*, vol. 13, no. 2, pp. 22–30, Mar. 2011, doi: 10.1109/MCSE.2011.37.
- [71] N. Hansen, "Hall-petch relation and boundary strengthening," *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 8 SPEC. ISS., pp. 801–806, Oct. 2004, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.06.002.
- [72] M. A. Phillips, B. M. Clemens, and W. D. Nix, "Microstructure and nanoindentation hardness of Al/Al<sub>3</sub>Sc multilayers," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 11, pp. 3171–3184, Jun. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00128-9.
- [73] A. T. Alpas, J. D. Embury, D. A. Hardwick, and R. W. Springer, "The mechanical properties of laminated microscale composites of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>," *J. Mater. Sci.*, vol. 25, no. 3, pp. 1603–1609, Mar. 1990, doi: 10.1007/BF01045357.
- [74] S. D. Dahlgren, W. L. Nicholson, M. D. Merz, W. Bollmann, J. F. Devlin, and R. Wang, "Microstructural analysis and tensile properties of thick copper and nickel sputter deposits," *Thin Solid Films*, vol. 40, no. C, pp. 345–353, Jan. 1977, doi: 10.1016/0040-6090(77)90136-5.
- [75] A. L. Volynskii *et al.*, "The structure and properties of thin aluminum coatings," *Thin Solid Films*, vol. 536, pp. 179–186, Jun. 2013, doi: 10.1016/j.tsf.2013.03.050.
- [76] Y. S. Kang and P. S. Ho, "Thickness dependent mechanical behavior of submicron

- 
- aluminum films," *J. Electron. Mater.*, vol. 26, no. 7, pp. 805–813, Jul. 1997, doi: 10.1007/s11664-997-0255-9.
- [77] A. Reddy, H. Kahn, and A. H. Heuer, "A MEMS-based evaluation of the mechanical properties of metallic thin films," *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 16, no. 3, pp. 650–658, Jun. 2007, doi: 10.1109/JMEMS.2007.892912.
- [78] Y. F. Shen, W. Y. Xue, Y. D. Wang, Z. Y. Liu, and L. Zuo, "Mechanical properties of nanocrystalline nickel films deposited by pulse plating," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 202, no. 21, pp. 5140–5145, Jul. 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2008.05.027.

## 7. Anexos

### 7.1. Códigos de Python para el cálculo de las propiedades

#### 7.1.1. Relación de Hall-Petch

```

"""
@author: kevin silva
@year: 2019
"""

import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np

#####
## Hall-Petch Relation
#####
# Data for plotting
# Thickness array
h=np.arange(25.0,250.0,1) #[nm]
# Hall-Petch equations
y= 20 + 0.16*((h*1e-9)**-0.5) #Nickel
y2= 20 + 0.07*((h*1e-9)**-0.5) #Aluminium
#####
# Plotting Yield stress vs. Thickness
fig, ax = plt.subplots()
ax.plot(h,y,'tab:red', linewidth = 3.0, label='Níquel')
ax.plot(h,y2,'tab:blue', linewidth = 3.0, label='Aluminio')
plt.xlim(15,265) #Set x axis limits
plt.ylim(100,1100) #Set y axis limits
legend = ax.legend(fontsize=10)
ax.set_ylabel(r'\sigma_y$ (MPa)', fontsize=12)
ax.set_xlabel('h (nm)', fontsize=12)
# Plotting the Scatters for each Yield stress
t = [25, 50, 62.6, 125, 250] #Tuple with different thicknesses
for i in range(len(t)):
# Scatters
ax.scatter([t[i], ], [20 + 0.16*((t[i]*1e-9)**-0.5), ], 50, color='tab:red')
ax.scatter([t[i], ], [20 + 0.07*((t[i]*1e-9)**-0.5), ], 50, color='tab:blue')
#Annotation of Yield stress over the curve
ax.annotate(r'\sigma_y$ para cada espesor considerado',
xy=(125, 20 + 0.16*((125*1e-9)**-0.5)), xycoords='data',
xytext=(-20, +40), textcoords='offset points', fontsize=12,
arrowprops=dict(arrowstyle="->", connectionstyle="arc3,rad=.0"))
#####
# Plotting and saving
fig.savefig("hallpetch.png", dpi=300)
plt.show()

```

## 7.1.2. Ecuación de Ramberg-Osgood

```

"""
@author: kevin silva
@year: 2019
"""

import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
#####
## Ramberg-Osgood equation
#####
# Material properties
# Young Modulus (MPa)
E = np.array([[70000, 70000, 70000, 70000, 70000],
              [200000, 200000, 200000, 200000, 200000]])
# Yield Stress (MPa)
y = np.array([[460, 330, 300, 200, 160],
              [1030, 735, 660, 470, 340]])
# Ultimate Tensile Strength (MPa)
uts = np.array([[600, 450, 410, 290, 250],
                [1300, 930, 850, 740, 610]])
# Strain at rupture (percent %)
e = np.array([[10, 10, 10, 10, 10],
              [10, 10, 10, 10, 10]])
#####
# Calculus of R-O Coefficients
# Auxiliary array to store the coefficients values
a=np.zeros([2,len(y[0])])
for i in range(len(y[0])):
    e_us=100*((e[0:i]/100)-(uts[0:i]/E[0:i]))
    n = np.log(e_us/0.2)/(np.log(uts[0:i]/y[0:i]))
    a[0:i] = n
for j in range(len(y[1])):
    e_us=100*((e[1:j]/100)-(uts[1:j]/E[1:j]))
    n = np.log(e_us/0.2)/(np.log(uts[1:j]/y[1:j]))
    a[1:j] = n
# Stress variation arrays
g1 = np.arange(0.0,650.0,1) #Aluminium
g2 = np.arange(0.0,1350.0,1) #Nickel
# Matrix with the dimensions of the Yield stress values and ...
# the stress variation to generate the different curves
curves1 = np.zeros((len(g1),len(y[0]))) #Aluminium
curves2 = np.zeros((len(g2),len(y[1]))) #Nickel
# Auxiliary array with the dimensions to store the curves
exs1 = np.zeros(curves1.shape)
exs2 = np.zeros(curves2.shape)
# Strain = f(stress)
for k in range(len(y[0])):
    exs1[:,k] = (g1/E[0,k])+(0.002*(g1/y[0,k])**a[0,k]) #Aluminium
    exs2[:,k] = (g2/E[1,k])+(0.002*(g2/y[1,k])**a[1,k]) #Nickel
#####
# Plotting engineering stress vs. strain curves
fig, ax = plt.subplots(1,2,constrained_layout=True,figsize=(12,5))

```

```

plt.suptitle('Comportamiento elastoplastico: Ecuación de Ramberg-Osgood',
fontSize=16) #Title
# Aluminium graph
ax[0].plot(exs1, g1, linewidth = 3)
ax[0].set_xlim(0,0.1)
ax[0].set_ylim(0,650)
ax[0].legend(("25 nm", "50 nm", "62,5 nm", "125 nm", "250 nm"), fontsize=10)
ax[0].set_title('Aluminio', fontsize=14)
ax[0].set_ylabel(r'$\sigma$ (MPa)', fontsize=12)
ax[0].set_xlabel(r'$\epsilon$', fontsize=12)
# Nickel graph
ax[1].plot(exs2, g2, linewidth = 3)
ax[1].set_xlim(0,0.1)
ax[1].set_ylim(0, 1350)
ax[1].legend(("25 nm", "50 nm", "62,5 nm", "125 nm", "250 nm"), fontsize=10)
ax[1].set_title('Níquel', fontsize=14)
ax[1].set_ylabel(r'$\sigma$ (MPa)', fontsize=12)
ax[1].set_xlabel(r'$\epsilon$', fontsize=12)
#####
# Plotting and saving
fig.savefig("ramberg_osgood.png", dpi=300)
plt.show()

```

### 7.1.3. Resistencia de contacto

```

"""
@author: kevin silva
@year: 2019
"""
import matplotlib.pyplot as plt
import numpy as np
#####
## Contact resistance
#####
# Material properties
# Electrical resistivities (unit: miliohm*m)
r = np.array([[2.9*10**-5], # Aluminium
[6.8*10**-5], # Nickel
[50], # Diamond
[5.6*10**-5]]) # Tungsten (Wolfram)
# Average resistivities
r_comp_al = np.array([(r[0] + r[2])/2], # AL + Diam
[(r[0] + r[3])/2]) # AL + W
r_comp_ni = np.array([(r[1] + r[2])/2], # Ni + Diam
[(r[1] + r[3])/2]) # Ni + W
# Hardness (unit: mN/m^2)
H = np.array([2*10**11], # Aluminium
[10*10**11]) # Nickel
# Force array (unit: mN)
f = np.arange(0.01,1,0.001)
# if the force start value is Lower, the initial Rc will be much higher!!
#####
# Calculation of Contact Resistance

```

---

```

# Auxiliary matrix to store the aluminium curves
exs_al = np.zeros((len(f),len(r_comp_al)))
# Auxiliary matrix to store the nickel curves
exs_ni = np.zeros((len(f),len(r_comp_al)))
# Equations
for i in range(len(r_comp_al)):
exs_al[:,i] = (((r_comp_al[i]**2)*3.1415*H[0])/(4*f))**0.5 # Al+Diam & Al+W
exs_ni[:,i] = (((r_comp_ni[i]**2)*3.1415*H[1])/(4*f))**0.5 # Ni+Diam & Ni+W
#####
# Plotting Contact resistance vs. Force
fig, ax = plt.subplots(1,2,constrained_layout=True, figsize=(12,5))
#plt.suptitle('Resistencia eléctrica de contacto', fontsize=16) #Title
# Aluminium & Nickel with Diamond Flattop
ax[0].plot(f, exs_ni[:,0], 'tab:red', linewidth = 3.0, label='Níquel')
ax[0].plot(f, exs_al[:,0], 'tab:blue', linewidth = 3.0, label='Aluminio')
ax[0].set_xlim(0,1)
ax[0].legend()
ax[0].set_title('Diamante', fontsize=14)
ax[0].set_ylabel(r'$R_C$ (m$\Omega$)', fontsize=12)
ax[0].set_xlabel('F (mN)', fontsize=12)
ax[0].grid(True)
# Aluminium & Nickel with Tungsten Flattop
ax[1].plot(f, exs_ni[:,1], 'tab:red', linewidth = 3.0, label='Níquel')
ax[1].plot(f, exs_al[:,1], 'tab:blue', linewidth = 3.0, label='Aluminio')
ax[1].legend()
ax[1].set_xlim(0,1)
ax[1].set_title('Tungsteno', fontsize=14)
ax[1].set_ylabel(r'$R_C$ (m$\Omega$)', fontsize=12)
ax[1].set_xlabel('F (mN)', fontsize=12)
ax[1].grid(True)
#####
# Plotting and saving
fig.savefig("contact-resistance.png", dpi=300)
plt.show()

```