

금속 Ni 분말을 용해하여 제조된 용액에서 Ni 농도 변화가 전기도금 된 Ni 필름 특성에 미치는 영향

윤필근, 박덕용^{*}

한밭대학교 신소재공학과

Influence of Change of Ni Concentration in Baths Fabricated by Dissolving Metal Ni Powders on Properties of Electrodeposited Ni Film

Pilgeun Yoon and Deok-Yong Park

Department of Advanced Materials Engineering, Hanbat National University, Daejeon, 305-719, Republic of Korea

(Received 26 December, 2018 ; revised 11 January, 2019 ; accepted 24 January, 2019)

Abstract

Chloride baths for electrodeposited Ni thin films were fabricated by dissolving metal Ni powders with the mixed solution consisting of HCl and de-ionized water. Current efficiency, residual stress, surface morphology and microstructure of Ni films with the change of metal ion (Ni^{2+}) concentrations in the plating solution were studied. Current efficiency was measured to be more than 90% with increasing Ni²⁺ concentrations in the plating solution. Residual stress of Ni thin film was increased from about 400 to 780 MPa with increasing Ni²⁺ concentration from 0.2 to 0.5 M. It is gradually decreased to 650 MPa at 0.9 M Ni²⁺ concentration. Smooth surface morphologies were observed over 0.3 M Ni²⁺ concentration, but nodule surface morphology at 0.2 M. Ni films consist of FCC(111), FCC(200), FCC(220) and FCC(311) peaks in XRD patterns. Preferred orientation of FCC(111) was observed and its intensity was slightly decreased with increasing Ni²⁺ concentration. The average grain size was slightly increased at 0.3 M Ni²⁺ concentration and then slightly decreased with increasing Ni²⁺ concentration.

Keywords : ⁶³Ni sealed source, Electrodeposition, Current efficiency, Residual stress, Microstructure

1. 서 론

방사성동위원소인 ⁶³Ni은 베타선(β-) 붕괴를 하며, 약 100년에 이르는 반감기를 갖고 있고, 장수명 핵 종으로 알려져 있다. 이때 평균 17.43 KeV 의 베타 (β) 에너지를 방출하며, 최대 약 67 KeV의 에너지 를 방출한다.

*Corresponding Author: Deok-Yong Park Department of Advanced Materials Engineering, Hanbat National University Tel: +82-42-821-1278 ; Fax: +82-42-821-1592 E-mail: dypark@hanbat.ac.kr ⁶³Ni의 응용분야로는 전자포획검출기, 나노-핵 전지 (nano-nuclear battery), thermoluminescence dosimeter (TLD), microirradiator, 폭발물 탐지기, 유해가스 탐 지기 등의 분야가 있다[1-4].

Chemical vapor deposition(CVD), physical vapor deposition(PVD), 무전해도금, 전기도금 등과 같은 방법들이 방사성동위원소 ⁶³Ni 필름을 제조하는 방 법들로서 제안되고 있다. 그러나 hot-cell 작업, 방 사성 물질폐기처리 등과 같은 제약들 때문에 챔버 등의 오염을 방지할 수 있는 단순한 제조 방법이 추천되고 있으며, 이들 방법들 중에서 전기도금 방 법이 가장 주목 받고 있다[3]. 전기도금공정을 이용하여 ⁶³Ni 필름을 제조하고자 하는 경우, 방사성동위원소인 ⁶³Ni 염(salt)의 분말 을 상업적으로 구매하는 것은 매우 어려우며, 또한 방사능의 차폐 방법 등의 문제점 때문에 최적 도금 조건을 찾는 것도 그리 간단하지 않다.

전기도금 과정에서 ⁶³Ni 이온(⁶³Ni²⁺)의 환원에 의 해 ⁶³Ni 원자로 환원되는 과정과 금속 Ni 이온(Ni²⁺) 이 Ni 원자로 환원되는 과정은 다음과 같이 유사 한 공정이다.

$${}^{63}\mathrm{Ni}^{2+} + 2\mathrm{e}^{-} \rightarrow {}^{63}\mathrm{Ni} \tag{1}$$

$$Ni^{2+} + 2e^{-} \rightarrow Ni$$
 (2)

이에 본 연구에서는 이와 같은 특성을 참고하여 방사성 동위원소 ⁶³Ni 분말 대신 금속 Ni 분말을 HCl과 DI-water에 용해시켜 chloride 도금용액을 제 조한 후, 최적의 전기도금조건을 도출하는 방법을 제시하였다[5-7]. 따라서 ⁶³Ni 필름을 제조하고자 하 는 경우, 금속 Ni 분말을 방사성동위원소 ⁶³Ni 분말 로 대체하여 HCl과 DI-water로 만들어진 용액에 용 해시켜 전기도금 공정으로 밀봉선원용 ⁶³Ni 필름을 제조 할 수 있다.

본 연구에서는 도금용액 내 Ni²⁺ 농도를 변화시 킴에 따라, 전기도금 된 Ni 필름의 전류효율, 잔류 응력, 표면형상, 미세조직에 미치는 영향을 관찰하 였다. 다른 전기도금조건들(전류밀도, 용액의 pH, saccharin의 첨가)의 변화가 미치는 영향은 본 그룹 에 의해 이미 발표되었다[5-7].

2. 실험 방법

DI-water 와 염산(HCl)을 적절한 비율로 혼합한 용액에 금속 니켈(Ni) 분말을 용해하여, Ni chloride 도금용액을 제조하였다. 상세한 도금용액 제조 과 정은 이전에 발표된 논문에 기술되어 있다[6]. Table 1 에 본 연구에 사용된 도금용액의 화학성분 및 도 금조건을 나타내었다. 도금용액의 제조에 사용된 화 공약품은 모두 1 급 시약을 사용하였고, 소수점 3 째 자리까지 무게를 측정하였다. Ni 금속 분말(고 순도화학, 99%, 45 μm, Japan)을 Ni²⁺의 공급원으로 서 사용하였으며, HCl(JUNSEI, 35%, Japan)과 DIwater를 9:1 비율로 혼합한 용액에 용해하였다. 도 금용액의 pH buffer 로서 H₃BO₃가 사용되었으며, 도금용액의 pH 는 HCl 혹은 KOH 를 사용하여 조 절하였다. Pt 전극(mesh 형태, 25 mm × 135 mm × 1 mm)이 양극으로서 사용되었으며, Cu test strip(PN

Table 1 Bath compositions and operating conditions (unless otherwise noted) for Ni thin films electrodeposited from chloride baths.

| Chemicals/conditions | | Concentration(M)/conditions |
|----------------------|------------------|-----------------------------|
| Chemicals | Ni ²⁺ | 0.2~0.9 M |
| | HCl | 180 mL/L |
| | H_3BO_3 | 0.4 M |
| Conditions | Current density | 10 mA/cm^2 |
| | Solution pH | 4 |
| | Substrate | Cu test strip (PN 1194) |
| | Temperature | Room temp. |
| | Agitation | None |
| | Film thickness | 3 µm or less |

1194, Specialty Testing & Development Co., USA)이 음극으로서 사용되었다. 전기도금 된 Ni 박 막/후막의 잔류응력 및 전류효율을 측정하기 위하 여 사용된 Cu test strip 은 일정한 도금표면적 (7.74 cm²)을 갖고 있다. 잔류응력은 Deposit stress analyzer(Model 683, Specialty Testing Development Co., USA)를 사용하여, deflection method 로 측정하였으며, Stoney 에 의해 제시된 방 정식을 이용하여 계산되었다[8-11]. 잔류응력 측정 실험에 polycarbonate 수지 용기가 도금조로서 사용 되었다. 도금조의 양쪽 끝에 양극 Pt mesh 가 각각 설치되었으며, 각각의 Pt 양극으로부터 7.5 cm 떨 어진 가운데에 copper test strip 음극이 설치되었다 [8]. 전기도금 전에 copper test strip 음극을 3 분 동 안 에탄올에 침지하여 탈지하였다. 또한 2 분 동안 10~15 vol.% 황산에서 산세를 실시하여 활성화 처 리를 하였다. 이론적인 음극전류효율은 Faraday 의 법칙을 이용하여 계산되었다. 소수점 4 째 자리의 정밀도를 갖고 있는 저울(Model EPG 214C, OHAUS, USA)을 이용하여 Cu test strip 에 전기도 금 된 Ni 의 무게변화를 측정하였다. 전기도금 전 과 후의 무게 측정 값을 이론 값과 비교하여 전류 효율을 측정하였다[8]. Potentiostat/Galvanostat (Model 263A 혹은 273, EG&G Princeton Applied Research, USA)가 Ni 필름을 전기도금하기 위하여 사용되었다.

전기도금 된 Ni 박막의 전류효율, 잔류응력, 표면 형상, 미세조직 및 결정립 크기에 미치는 영향을 관 찰하기 위하여, 전기도금용액 내의 Ni²⁺의 농도를 0.2~0.9 M 범위로 변화시켰다. Ni²⁺ 농도 이외의 다 른 조건(HCl 농도 : 180 mL/L, H₃BO₃ 농도 : 0.4 M, 전류밀도 : 10 mA/cm², 용액 pH : 4, 상온, 무교반, 도금 두께 : 3 μm 혹은 이하)들은 일정하 게 하였다. Ni 필름의 표면 형상 및 화학성분은 SEM(scanning electron microscope)(Model JSM-6300, JEOL Ltd., Japan)을 사용하여 관찰하였다. 또한 Ni 필 름의 미세조직은 XRD(x-ray diffractometer) (Model D/ MAX 2500H, RIKAKU, USA)로 얻어진 회절 피크를 분석하여 관찰하였다. XRD 분석은 Cu K_α radiation 을 사용하였으며, 0.03°/sec, 30~100°의 20 범위에서 1 초의 dwell time 을 사용하여 측정하였다. 전기도금 된 Ni 필름의 결정입자의 크기는 XRD 회절피크를 가지고 Scherrer 공식을 이용하여 계산하였다[8].

3. 결과 및 토의

Chloride 도금용액으로부터 전기도금된 Ni 필름에 서 도금용액 내의 Ni²⁺의 농도 변화가 전류효율 및 Ni 필름의 잔류응력에 미치는 영향을 그림 1에 나타내 었다. 그림 1(a)에 나타낸 바와 같이 Ni²⁺ 농도에 따



Fig. 1. Current efficiency and residual stress of Ni thin films electrodeposited on Cu test strip as a function of Ni concentrations in the baths: (a) current efficiency and (b) residual stress. Data points of 0.2 and 0.7 M were quoted from the Ref. no. [7].

라 90~100% 사이의 높은 전류효율을 나타내고 있다. 순수한 Ni 도금(0.2 M Ni²⁺, 0.7 M NaCl, 0.4 M

H₃BO₃, pH 4, 무교반, 상온)에서 전류밀도의 변화 (1~25 mA/cm²)와 관계없이 saccharin 을 첨가 하기 전과 후의 음극전류효율이 95% 와 90%로 관찰되 었다[12]. 첨가제가 없는 Ni 도금용액으로부터 전기 도금 된 Ni 의 경우, 약 96% 이상의 음극 전류효 율이 얻어진다고 보고하였으며, 첨가제가 첨가된 광 택 Ni 도금의 경우 90% 정도를 나타낸다고 하였다 [13]. Ni-Co 합금 도금에서 도금용액에 Co²⁺를 첨가 하지 않은 도금용액으로부터 얻은 순수한 Ni 필름 의 경우(0.2 M Ni²⁺, 0.7 M NaCl, 0.4 M H₃BO₃, pH 4, 10 mA/cm², 무교반, 상온)에 saccharin 을 첨 가하기 전에 95%의 전류효율을 얻었으며, 첨가한 후에 90%의 음극전류효율을 얻었다[8]. 본 연구의 경우 0.2~0.9 M 의 Ni²⁺ 농도 범위에서 전기도금 된 Ni 필름들은 모두 약 90% 이상의 전류효율을 나타냄으로써, 기존에 보고되었던 결과들과 유사한 경향을 나타냈다. 따라서 본 연구에서 사용 된 chloride 용액에서는 전기도금이 진행됨에 따라, bulk 용액으로부터 음극 쪽으로 확산·이동되는 Ni²⁺ 이온 의 속도가 음극표면에서 소모(Ni 의 환원)되는 Ni²⁺ 이온의 양의 속도와 거의 같거나 약간 작기 때문에 90% 이상의 높은 전류효율을 나타낸다고 판단된다. 따라서 0.2~0.3 M 과 같은 낮은 Ni²⁺ 이온 농도에 서도 확산지배공정 (diffusion control process)에 의 한 음극전류효율의 감소가 관찰되지 않았음을 의미 한다고 생각된다.

한편, Yoon 등은 0.2 M Ni²⁺과 0.7 M Ni²⁺ 이온 농도에서 saccharin 의 양을 증가시킴에 따라 (0.0975 M 까지), 0.7 M Ni²⁺ 이온 농도에서 90% 이 상의 음극전류효율을 얻었으나, 0.2 M Ni²⁺ 이온 농 도에서는 약 65%의 낮은 음극전류효율을 얻었다고 보고하였다[7]. 따라서 본 연구결과와 비교하면, 전 기도금용액 내의 Ni²⁺ 이온 농도가 낮은 경우(0.2 M) 에 나타나는 전류효율의 감소는 saccharin의 첨가에 의하여 발생한 확산지배공정(diffusion control process)에 기인하며, saccharin 함량이 증가할수록 확산지배공정의 영향이 커졌다고 판단된다. 본 연구 의 경우, saccharin이 첨가되지 않았기 때문에 음극 전류효율의 감소는 관찰할 수 없으며, 또한 음극전 류 효율은 Ni²⁺ 이온 농도와 무관하다고 할 수 있다. 도금용액 내의 Ni²⁺ 농도를 0.2 M 로부터 0.9 M 까지 변화 시킴에 따라, 전기도금 된 Ni 필름의 잔 류응력 변화를 그림 1(b)에 나타냈다. 0.2M Ni²⁺ 농 도의 경우, 약 420 MPa 의 인장응력을 나타냈다. Ni²⁺ 농도가 0.5 M 까지 증가됨에 따라 잔류응력은

약 770 MPa 까지 증가하였으며, 이후 0.9 M 까지 680 MPa로 점차적으로 감소하였다. Chloride 도금 용액 (NiCl₂ 의 농도: 0.95~1.26 M, H₃BO₃의 농도: 0.49~0.57 M)으로부터 전기도금 된 경우, 275~340 MPa의 인장응력을 나타내며, sulfate 도금용액 (NiSO₄의 농도: 0.86~1.56 M, H₃BO₃의 농도: 0.49~0.57 M)으로부터 전기도금 된 경우, 120 MPa 의 안장응력을 나타낸다고 보고되었다[13]. 또한 Watts-type 도금용액(NiSO4의 농도: 0.86~1.52 M, NiCl₂의 농도: 0.13~0.25 M, H₃BO₃의 농도: 0.49 ~0.73 M)으로 부터 전기도금 된 순수한 Ni 필름의 잔류응력은 125~185 MPa 의 인장응력 값을 나타 냈다[13]. Ni sulfamate 도금용액[Ni(SO₃NH₂)₂의 농 도: 1.2~1.8 M, NiCl₂의 농도: 0~0.13 M, H₃BO₃ 의 농도: 0.49~0.73 M)의 경우, 0~55 MPa 의 인장응 력을 나타내고, semi-bright 도금용액(NiSO4의 농도: 1.14 M, NiCl₂의 농도: 0.15 M, H₃BO₃의 농도: 0.73 M)의 경우 35~150 MPa 의 인장응력을 나타 낸다고 보고되었다[13]. 한편 fluborate 도금용액 [Ni(BF4)2의 농도: 0.66~0.88 M, NiCl2의 농도: 0~0.063 M, H₃BO₃의 농도: 0.243~0.485 M)으로부 터 전기도금 된 Ni 전착물의 경우 90~200 MPa 의 인장응력을 나타낸다고 하였다[13]. 일반적으로 인 장응력을 나타내는 필름의 경우, 결정격자에서 Ni 원자들 사이의 평균거리가 평형 값보다 크고, 이로 인해 원자들을 보다 가깝게 하려는 힘 때문에 인장 응력을 나타낸다고 하였다. 또한 압축응력을 나타 내는 필름의 경우, Ni 원자들 사이의 평균거리가 평형 값보다 작고, 이로 인해 원자들을 보다 멀리 떨 어트리려 하는 힘 때문에 압축응력이 발생한다고 하 였다[13]. 본 연구에서 사용된 도금용액의 경우는 상 기에 보고된 chloride 도금용액에서 관찰된 275~340 MPa 의 인장응력 보다 상당히 높은 인장응력 값의 범위 (420~780 MPa)를 나타내고 있음을 알 수 있다. 이 는 본 연구의 도금조건에서 제조된 Ni 필름의 경 우 결정격자에서 Ni 원자들 사이의 평균거리가 상 기 제시된 경우들의 평형 값보다 더욱 크고, 이로 인해 원자들을 보다 가깝게 하려는 힘이 더욱 커져 큰 인장응력을 나타낸다고 판단된다.

Ni film 의 높은 잔류응력은 크랙을 유발할 수 있 기 때문에 실용적인 측면에서 고려해 볼 때, 방사 선원의 제조 공정에 나쁜 영향을 미칠 수 있다. 본 연구의 경우, 3 µm 두께에서 크랙은 관찰되지 않았 다. 그럼에도 불구하고 실제 방사선원으로 이용될 경우, 소지금속(substrate)의 종류(본 논문의 소지 금 속: Cu)에 따라 다른 잔류응력 값을 나타내리라고 추측된다. 따라서 크랙을 일으키지 않는 ⁶³Ni film



Fig. 2. Dependence of surface morphology of Ni thin films coated on Cu test strip as a function of Ni concentrations in the baths: (a) 0.2 M, (b) 0.3 M, (c) 0.5 M, (d) 0.7 M and (d) 0.9 M.

의 적정한 두께, 소지금속 종류에 따른 잔류응력 값 의 변화 및 상용화에 대한 연구가 향후 수행되어야 할 것으로 판단된다.

그림 2는 도금 용액 내의 Ni²⁺ 농도를 0.2 M 로 부터 0.9 M 까지 변화시킴에 따라 전기도금 된 Ni 필름의 표면형상을 나타낸다. Ni²⁺ 농도가 0.2 M 로 서 낮은 경우, Ni 필름은 매우 약한 nodule (작은 혹) 표면을 나타내고 있으나, 0.3 M 로부터 0.9 M 농도 범위에서는 smooth 한 표면형상을 나타내었 다. 본 연구에 사용된 도금용액의 경우, saccharin 과 같은 첨가제가 전혀 첨가하지 않았기 때문에 nodule 한 표면이 예상되었으나, 0.2 M Ni²⁺ 농도를 제외하고는 매우 smooth 한 표면형상이 관찰되었 다. 도금용액 내의 Ni²⁺ 농도가 전기도금 된 Ni 필 름의 표면 형상에 미치는 영향은 아직 명확하지 않 으며, 또한 이를 체계적으로 연구한 논문도 거의 발 표되지 않고 있다. 따라서 추후 이에 대한 자세한 연구가 필요하리라고 판단된다.

그림 3은 도금용액 내의 Ni²⁺의 농도 변화가 Ni 필름의 미세조직(XRD 피크들)에 미치는 영향을 나 타낸다. 0.2 M Ni²⁺ 농도에서 Ni 필름은 FCC(111) 의 강한 우선방향(preferred orientation)으로 성장하 고 있음을 관찰할 수 있다. Ni²⁺ 농도가 0.9 M 까지 증가함에 따라 이러한 경향은 다소 감소하지만, 다



Fig. 3. XRD patterns of Ni thin films coated on Cu test strip as a function of Ni concentrations in the plating baths. XRD patterns of 0.2 and 0.7 M were quoted from the Ref. no. [6] and [7], respectively.

른 피크들[FCC(200), FCC(220) 및 FCC(311)]과 비 교해볼 때 여전히 FCC(111)의 강도가 높다는 것을 관찰할 수 있다.

Park 및 Park 등은 chloride 도금용액으로부터 전 기도금 된 Ni 필름에서 saccharin 의 첨가여부와 상 관없이 FCC(111) 피크의 강도가 다른 피크들 [FCC(200), FCC(220), FCC(311)]의 강도보다 상당 히 높게 측정된 결과를 얻었으며, Ni 필름 성장의 우선방향(preferred orientation)은 FCC(111) 피크라 고 보고하였다[12,14]. 본 연구에서도 같은 결과가 얻어졌으며, FCC(111) 피크가 Ni 필름 성장의 우선 방향(preferred orientation)이라고 판단된다.

그림 4는 도금용액 내의 Ni²⁺ 의 농도 변화가 Ni 필름의 결정립 크기에 미치는 영향을 나타낸다. Ni²⁺ 의 농도가 0.2 M 로부터 0.3 M 까지 증가할 때는 결정립 크기가 다소 증가하지만, 0.5 M 이상의 농 도에서는 다시 지속적으로 감소하여 약 30 nm 정 도의 크기를 갖고 있음을 관찰 수 있다.

Saccharin을 첨가하지 않은 Ni 도금용액으로부터 전기도금 된 Ni 필름의 결정립은 약 30 nm 정도의 크기를 갖는다는 것은 여러 논문에서 발표되었으며, 본 연구의 결과와도 잘 일치하고 있다[12-14]. 또한 본 그룹에 의하여 이전에 수행된 TEM 관찰 결과 를 통하여, 전기도금에 의해 제조 된 pure Ni film 이 나노결정립 크기를 갖고 있음을 발표하였다[8].

4. 결 론

염산(HCl)과 DI-water 를 9:1 비율로 혼합한 용액 을 사용하여 금속 니켈(Ni) 분말을 용해하였다. 이



Fig. 4. Average crystalline size calculated from the peaks in XRD pattern for Ni thin films coated on Cu test strip as a function of Ni concentrations in the baths. Data points of 0.2 and 0.7 M were quoted from the Ref. no. [6] and [7], respectively.

chloride 용액으로부터 전기도금공정으로 Ni 필름을 제조하였다. 도금용액 내의 Ni²⁺ 이온 농도가 Ni 필 름의 특성에 미치는 영향에 대한 연구가 수행되었 다. Ni²⁺ 농도 변화는 전류효율에 다소 영향을 미치 지만, 10% 이내의 범위에서 변하는 것으로 관찰되 었다. 이는 본 연구에서 사용 된 chloride 용액에서 는 전기도금이 진행됨에 따라 음극 쪽으로 확산·이 동되는 Ni²⁺ 이온의 속도가 음극표면에서 소모((Ni 의 환원)되는 Ni²⁺ 이온의 양을 충분히 공급하기 때 문이라고 판단된다. 따라서 0.2~0.3 M 과 같은 낮 은 Ni²⁺ 이온 농도에서도 확산지배공정(diffusion control process)이 관찰되지 않았음을 의미한다고 판단된다. 0.2 M Ni²⁺ 농도의 경우 약 420 MPa 의 잔류응력을 나타냈고, Ni²⁺ 농도가 증가됨에 따라 잔류응력은 증가하여, 0.5 M 에서 최대 응력값을 나타낸 후 다소 감소하였다. 표면 형상의 경우, 0.2 M Ni²⁺ 농도로부터 0.9 M 로 증가시킴에 따라 nodule 한 표면형상으로부터 smooth한 표면형상으 로 변화하였다. 본 연구에서 제조된 Ni 필름은 Ni²⁺ 농도와 관계없이 강한 우선방향[FCC(111)]을 나타 냈으며, Ni²⁺ 농도에 따라 결정립 미세화가 약간 관 찰되었다.

References

- M. Petec, J.S. Wike, B.P. Phillips, C.A. Sampson, Plating Nickel-63 on Copper Coupons, Chemical Technology Division (1989).
- [2] S.D. Cooper, M.A. Moseley, E.D. Pellizzari,

Surrogate standards for the determination of individual polychlorinated biphenyls using high-resolution gas chromatography with electron capture detection, Anal. Chem. 57(13) (1985) 2469-2473.

- [3] M. Kumar, J. Udhayakumar, S.S. Gandhi, A.K. Satpati, A. Dash, M. Venkatesh, An electrochemical method for the preparation of ⁶³Ni source for the calibration of thermoluminescence dosimeter (TLD), Appl. Rad. Isot. 67 (2009) 1042-1049.
- [4] J.L. Steeb, Nickel-63 Microirradiators and Applications, Ph.D. Thesis, Georgia Institute of Technology (2010).
- [5] K.-Y. Park, Y.R. Uhm, S.J. Choi, D.-Y. Park, The effects of current density on the grain size of electroplated thick film nickel(Ni) by using Ni metal powder dissolved chloride bath, J. Kor. Magn. Soc. 23(1) (2013) 12-17.
- [6] P.G. Yoon, K.-Y Park, Y.R. Uhm, S.J. Choi, D.-Y. Park, Effects of electrodeposition conditions on properties of Ni thin films electrodeposited from baths fabricated by dissolving metal Ni powders, J. Kor. Inst. Surf. Eng. Vol. 48, No. 3, (2015) 73-81.
- [7] P.G. Yoon, D.-Y. Park, Effects of Ni Concentration on Residual Stress in Electrodeposited Ni thin film for ⁶³Ni Sealed Source, J. Kor. Inst. Surf. Eng. Vol. 50, No. 1 (2017) 29-34.
- [8] D.-Y. Park, K.S. Park, J.M. Ko, D.-H. Cho, S.H.

Lim, W.Y. Kim, B.Y. Yoo, N.V. Myung, Electrodeposited $Ni_{1-x}Co_x$ nanocrystalline thin films: structure-property relationships, J. Electrochem. Soc. 153(12) (2006) C814-C821.

- [9] J.W. Dini, Electrodeposition-The Materials Science of Coatings and Substrates, Noyes Publ. Park Ridge, NJ (1993) ch.9, p. 279;ch. 11, p.331.
- [10] B.-Z. Lee, D.N. Lee, Spontaneous growth mechanism of tin whiskers, Acta Mater. 46 (1998) 3701-3714.
- [11] K.-N. Tu, J.W. Mayer, L.C. Feldman, Electronic Thin Film Science for Electrical Engineers and Materials Scientists, Macmillan Publishing Company, New York, New York, 1992, Chap. 4.
- [12] D.-Y. Park, Study of stress changes in nanocrystalline Ni thin films eletrodeposited from chloride baths, J. Korean Electo-chem. Soc. 14 (2011) 163-170.
- [13] G. A. Di Bari, M. Schlesinger, M. Paunovic, Modern Electroplating, 4th ed. Wiley-Interscience, New York (2000) 139-199.
- [14] D.-Y. Park, R.Y. Song, J.M. Ko, B.Y. Yoo, N.V. Myung, Stress changes of nanocrystalline CoNi thin films electrodeposited from chloride baths, Electrochem. Solid-State Lett. 8(2) (2005) C23-C25.