

# Ti 和 TiN 薄膜的制备以及残余应力的测试方法研究

石 磊 蒋春磊 唐永炳

(中国科学院深圳先进技术研究院 深圳 518055)

**摘 要** 基底曲率半径法是一种测量薄膜残余应力的常用方法, 其中的光杠杆法应用最为广泛。文章在 SUS304 基底上使用电弧离子镀膜法制备了不同厚度的钛(Ti)和氮化钛(TiN)薄膜, 研究了薄膜的形貌、密度以及物相, 基于光杠杆原理分别从正面(正测法)和反面(背测法)对两种薄膜样品镀膜前后基底的曲率半径进行了测量, 采用 Stoney 公式计算薄膜残余应力。通过对比正测法和反测法的测试结果, 结合薄膜形貌、密度以及晶体结构表征分析, 对背测法的测试误差和适用范围进行了分析。研究结果表明, 背测法测得的应力值低于正测法的测量结果, 薄膜残余应力水平越高, 背测法的测量结果与正测法越接近; 当薄膜残余应力水平较高(>1 GPa)时, 背测法结果可以如实反映薄膜的应力水平; 但当薄膜应力水平较低(<1 GPa)时, 背测法结果存在较大误差。

**关键词** 薄膜; 残余应力; 光杠杆法; 正测法; 背测法

**中图分类号** TG 156 **文献标志码** A

## Preparation of Ti and TiN Films and Investigation of the Residual Stress Measuring Method

SHI Lei JIANG Chunlei TANG Yongbing

(Shenzhen Institutes of Advanced Technology, Chinese Academy of Sciences, Shenzhen 518055, China)

**Abstract** The optical lever method is one of the substrate curvature-based instrumentations, which has been widely used to measure the residual stress of thin films. In this work, the Ti and TiN films were prepared based on SUS304 substrate by arc with different thicknesses, and the morphology, density and phase of two films were studied. Curvature radius of the substrate before and after coating was measured by the optical lever method from the front side (positive test method) and the opposite side (negative test method). The residual stresses of films were calculated via Stoney method. The test error and the applicable scope of the negative test method were studied by comparing the results of the positive and negative test methods and the morphology, density, and crystal structure of the films. The results show that the measurement value of residual stress by the negative test

收稿日期: 2017-06-06 修回日期: 2017-06-21

基金项目: 国家自然科学基金项目(51302238); 广东省创新团队项目(2013C090); 广东省科技计划项目(2014A010105032、2014A010106016、2015A010106008、2014A030310226、2014A030310482); 深圳市科技计划项目(JSJG20140417113430618、JSJG20140417113430647、JSKF20150925163525547、JSJG20150602143328010); 广东省工程中心项目(20151487); 深圳市工程实验室项目(20151837); 中科院院级科研装备项目(yz201440)

作者简介: 石磊, 研究助理, 研究方向为 PVD 硬质薄膜制备及应用; 蒋春磊(通讯作者), 博士, 高级工程师, 研究方向为硬质与超硬涂层的制备与性能研究, E-mail: cl.jiang@siat.ac.cn; 唐永炳(通讯作者), 博士, 研究员, 研究方向为功能薄膜材料、纳米材料、储能器件及应用等, E-mail: tangyb@siat.ac.cn.

method is lower than the positive test method. The higher of the residual stress, the closer of the measurement result to the positive test method. When the residual stress is high ( $>1$  GPa), the results measured by negative test method can reflect true level of the residual stress. However, when the residual stress is low ( $<1$  GPa), measurement accuracy of the negative test method is usually decreased.

**Keywords** films; residual stress; optical lever; positive test method; negative test method

## 1 引言

随着科学技术的发展, 薄膜材料由于其优良的光、电、磁、机械性能, 现已经广泛应用于有机发光器件(OLED)、白光 LED 照明、电子器件、数据存储器件、硬质耐磨防护、生物医疗器件等<sup>[1]</sup>。由于薄膜制备方法的特殊性以及薄膜与基底力学和热学性能的差异, 薄膜通常存在较高的残余应力<sup>[2]</sup>。残余应力的存在可能导致薄膜在使用过程中的光学性能<sup>[3,4]</sup>、电学性能<sup>[5,6]</sup>、机械性能<sup>[7,8]</sup>等的改变, 严重时会导致薄膜开裂、剥落、甚至失效, 极大地影响薄膜器件的性能和使用寿命。对薄膜残余应力进行精确测量是研究薄膜残余应力的关键前提。目前常用的薄膜残余应力测试方法包括 X 射线衍射(X-Ray Diffraction, XRD)法<sup>[9-11]</sup>、Raman 光谱法<sup>[12-14]</sup>、曲率半径法<sup>[15-18]</sup>等。其中, X 射线衍射法具有测量精确可靠的特点, 但无法对非晶态薄膜进行测量。Raman 光谱法在微区域测量具有独特的优势, 但该方法测量时需要标样对比且误差较大, 一般无法应用于金属薄膜的测量<sup>[19,20]</sup>。曲率半径法是通过测量镀膜前后基底的曲率半径变化, 然后采用 Stoney 公式<sup>[21]</sup>(公式 1)进行残余应力计算。该方法对薄膜结晶状态没有要求, 也不需要标样, 已广泛用于薄膜残余应力测量<sup>[22]</sup>。

$$\sigma_{th} = \frac{E_s h_s^2}{6(1-\nu_s)f} \left( \frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (1)$$

其中,  $E_s$  和  $\nu_s$  分别为基底弹性模量和泊松比;  $h_s$  和  $f$  分别为基底和薄膜的厚度;  $R_0$  和  $R$  分别为镀

膜前后基底的曲率半径。

常用的曲率半径测量方法可分为 3 种: 轮廓法<sup>[23]</sup>、干涉法<sup>[24]</sup>以及光杠杆法<sup>[25]</sup>。其中, 轮廓法是使用轮廓仪通过接触或非接触模式测量样品的轮廓并计算得出曲率半径。该方法简单, 但测试误差较大。干涉法是使用单色平行光照射使标准平晶平面与待测薄膜表面发生干涉, 通过观察和测量干涉条纹来计算样品各点相对高度, 并计算得出样品曲率半径。光杠杆法是通过一束激光照射到样品表面, 保持入射激光束位置不变, 样品位移  $l$  后, 反射激光束在探测器表面会有相应的偏移距离  $D$ , 通过  $l$  和  $D$  的关系就可计算出基底的曲率半径。相对于前两种方法, 该方法更加灵敏、精确。但是光杠杆法要求薄膜样品表面具有良好的反光性, 而对于不反光薄膜、或者反光性较差的薄膜, 则无法通过镀膜面进行测量。为解决这一问题, 可使用背面镜面抛光的基底进行镀膜, 通过其背面进行测量。本文以不同厚度的钛(Ti)和氮化钛(TiN)薄膜为研究对象, 尝试测量镀膜前后薄膜样品背面的曲率半径变化以计算(背测法)薄膜残余应力, 并与常规测试方法(薄膜样品镀膜面测量)进行对比研究, 最后对背测法的测试误差及可行性进行系统的研究。

## 2 实验

### 2.1 样品制备

本实验采用尺寸为  $50 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 0.8 \text{ mm}$  双面抛光的 SUS304 和单面抛光的 Si(100)片作

为基底，其中 Si(100) 用于薄膜样品截面形貌表征。沉积前分别使用丙酮和无水乙醇对基底进行超声清洗 10 min，然后烘干采用多功能离子镀膜机 (V-Tech MF610/610) 进行 Ti 和 TiN 薄膜样品制备，沉积方法为电弧离子镀技术。采用纯 Ti (99.9%) 作为电弧靶，并分别选用纯度为 99.999% 的氩气 (Ar) 和氮气 (N<sub>2</sub>) 作为工作气体进行 Ti 和 TiN 薄膜的沉积。镀膜过程中设置靶基距为 22 cm，偏压为 0，靶电流 200 A，压强为 0.8 Pa。为了制备具有不同厚度的薄膜样品，沉积时间分别设定为 90 s、180 s、360 s 和 720 s。

## 2.2 样品的表征测试

本研究中用到的表征技术有：采用美国 FEI 公司生产的扫描电子显微镜 (Nova NanoSEM 450)，通过采集二次电子、背散射电子等信号来实现对薄膜样品表面及截面的微观形貌分析。采用 X 射线衍射 (D/Max 2500PC, Rigaku, Japan) 进行相结构表征。其中，Cu K $\alpha$  射线  $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ，扫描速度为  $5(^{\circ})/\text{min}$ ，扫描步长为  $0.02^{\circ}$ 。薄膜平均晶粒尺寸采用 Scherrer 公式  $D_{hkl} = K\lambda / (\beta \times \cos\theta)$  进行计算<sup>[26]</sup>。使用电子分析天平 (赛多利斯 BT25S, Max=21 g, 精度=0.01 mg) 测量镀膜前后样品质量，以计算薄膜密度。采用球坑仪 (BC-2 球坑仪, 浙江汇锦梯尔镀层科技有限公司) 进行薄膜厚度测量。

## 2.3 薄膜应力测试

本文采用自主设计研发的多功能全自动薄膜应力测试仪 (图 1) 对薄膜残余应力进行测量。测试原理为光杠杆测曲率半径法 (如图 2)<sup>[25]</sup>：即一束激光通过光路系统打在样品表面，然后反射光的光斑到达位置 *c* 被探测器捕捉；之后样品沿水平方向移动距离 *l*，此时由于样品存在一定的曲率，反射光会较样品移动前发生一定角度的偏转，偏转后的光斑到达位置 *d*，位置 *c* 和 *d* 之间的距离为 *D*。这样通过光路系统将样品的微小位移 *l* 放大为距离 *D*，并通过简单的几何近似可

以计算出样品的曲率半径  $R (R = 2(H_1 + H_2) / (\alpha D / \alpha l))$ ，其中  $(H_1 + H_2)$  为光程。“正测法”和“背测法”原理如图 3 所示，通过测试镀膜前后基底正面 (镀膜面) 的曲率半径，代入 Stoney 公式 (其中， $E_{\text{SUS304}} = 193 \text{ GPa}$ 、 $\nu_{\text{SUS304}} = 0.3$ )<sup>[27]</sup> 计算得残余应力的方法即为“正测法”，同理通过测试基底的背面 (未镀膜面) 得到残余应力的方法为“背测法”。其中，由于正面和背面弯曲方向相反，因此“背测法”计算所得应力的相反数即为薄膜的应力。

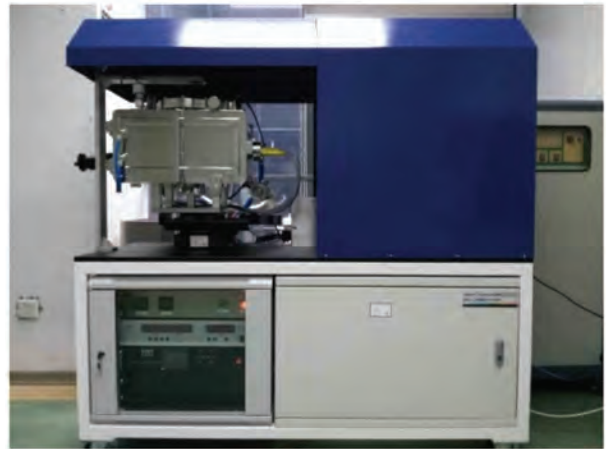


图 1 多功能全自动薄膜应力测试仪实物图

Fig. 1 Photograph of multiple-function automatic film stress tester

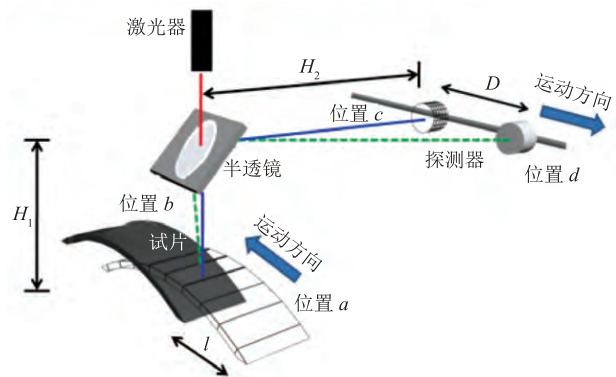


图 2 光杠杆测曲率半径法测试原理图<sup>[25]</sup>

Fig. 2 Measuring schematic diagram of the radius of curvature by light lever<sup>[25]</sup>

### 3 结果与讨论

#### 3.1 薄膜形貌表征

不同沉积时间的 Ti 和 TiN 薄膜在 SUS304 基底上的表面及在 Si(100) 基底上的截面 SEM 形貌

如图 4 所示。从图上可以看出, Ti 和 TiN 薄膜表面均呈现出典型的大颗粒形貌, 而且大颗粒的数量随着沉积时间的延长而增大(图 4(a)~(d)、(i)~(l))。其中, TiN 薄膜表面的大颗粒数量和尺寸均低于 Ti 薄膜, 呈现出较为平整致密

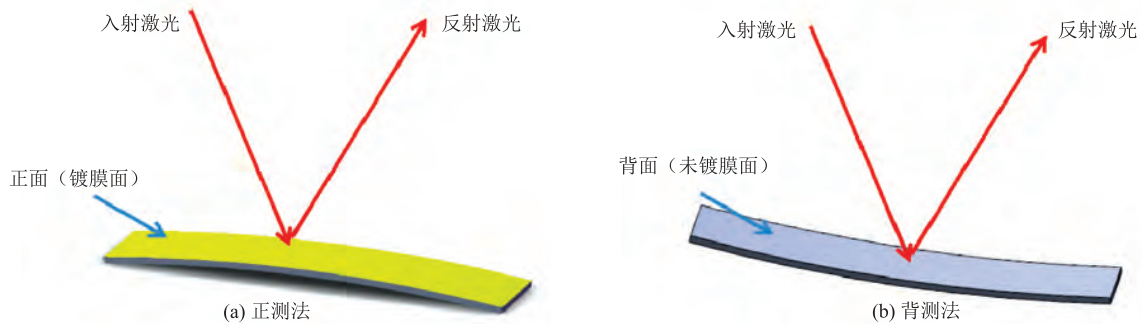


图 3 “正测法”和“背测法”原理图

Fig. 3 Schematic diagram of the “positive test method” and “negative test method”

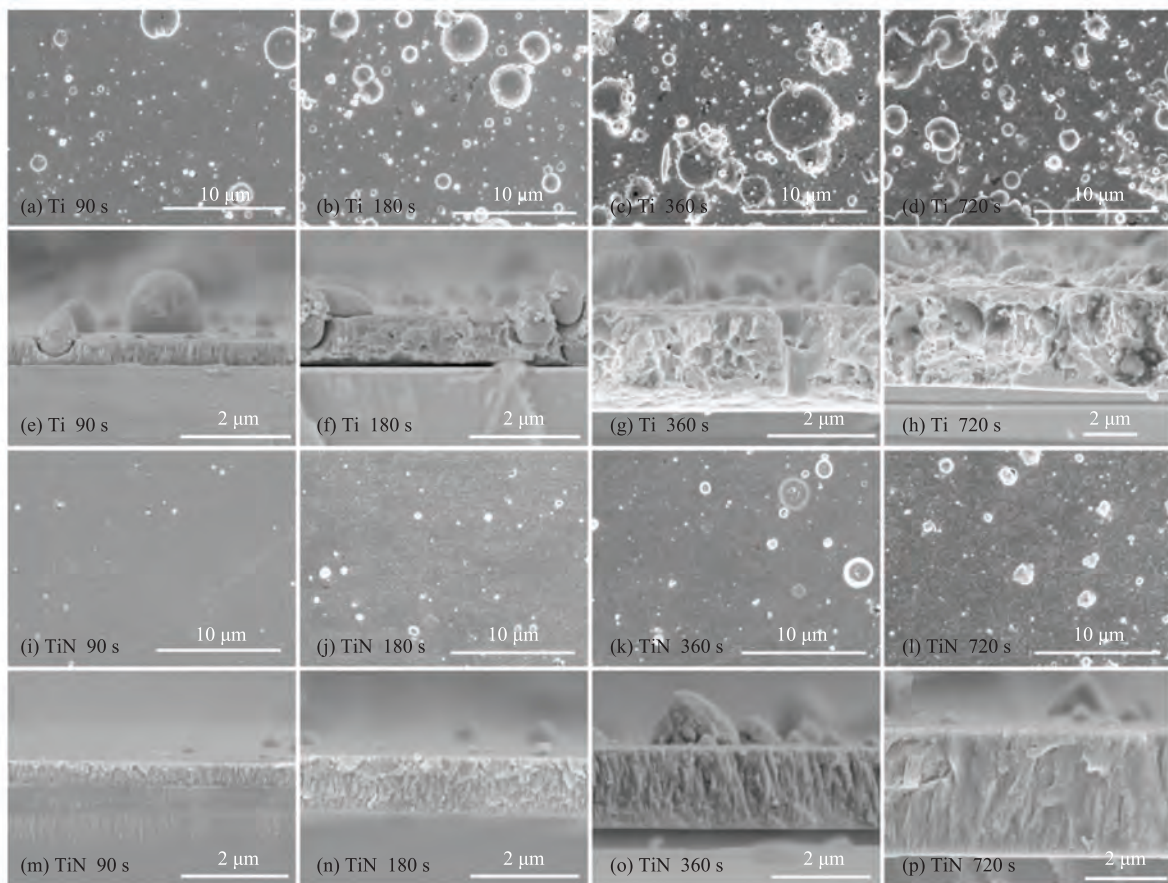


图 4 不同沉积时间 Ti 和 TiN 薄膜的表面及截面 SEM 形貌

Fig. 4 SEM surface and fracture cross-sections topography of Ti and TiN films

的表面形貌，造成这一差异的原因可能与 Ti 和 TiN 之间的熔点差异大有关。在 Ti 薄膜沉积过程中，弧斑在 Ti 靶表面高速运动形成大量熔池，熔融的 Ti 以液滴形式向基底喷射并固化形成大颗粒；但在 TiN 沉积过程中，离化的 N 离子与 Ti 靶材表面熔融的 Ti 原子反应生成 TiN，由于 TiN 的熔点高达 2 950℃，不利于液滴的生成，进而导致大颗粒数量和尺寸均低于 Ti 薄膜样品。当沉积时间较短(90 s)时，Ti 薄膜截面呈现出致密的柱状结构和贯穿型的大颗粒形貌特征(图 4(e))。随着沉积时间的延长，Ti 薄膜柱状结构特征减弱，如图 4(f)~(h)所示。而当沉积时间达到 360 s 和 720 s 时，截面呈现出具有空洞特征的疏松结构。造成这的主要原因可能是在截面样品制作过程中，镶嵌于薄膜中的大颗粒剥落留下的空洞。

### 3.2 薄膜厚度和密度

采用球坑仪对 SUS304 基底上 Ti 和 TiN 薄膜样品的厚度进行测量。典型的球坑形貌如图 5 所示。薄膜厚度测量结果(图 6)显示，SUS304 基底上薄膜厚度和在 Si(100)上截面厚度基本一致，平均沉积速率分别为 5.36 nm/s 和 5.04 nm/s。通过薄膜厚度和薄膜表面积可以计算薄膜的体积，而通过称量镀膜前后基底的质量差可以计算薄膜的质量，最终可计算出薄膜的密度。Ti 和 TiN 薄膜样

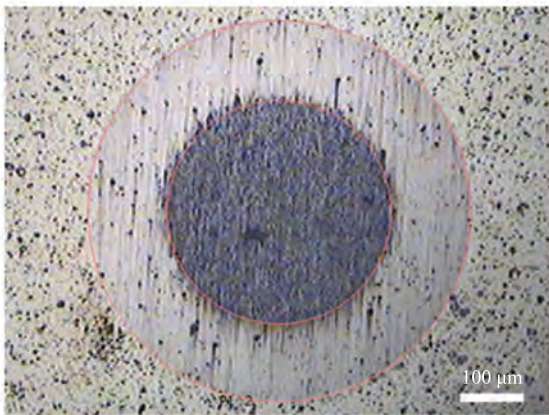


图 5 球坑光学形貌图

Fig. 5 Optical topography of ball pit

品的密度计算结果及相应密度数值如表 1 所示。

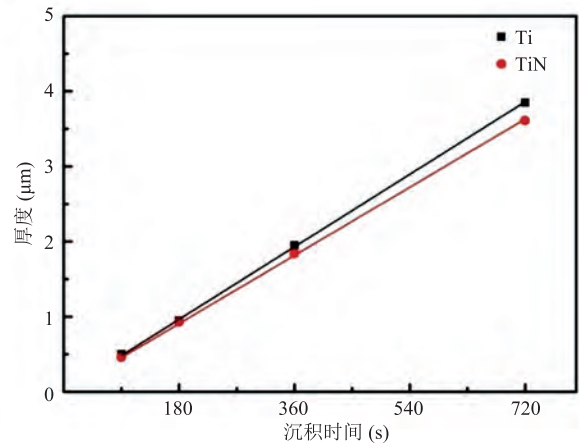


图 6 Ti 和 TiN 薄膜厚度

Fig. 6 Films thickness of Ti and TiN

从表 1 可看出，不同厚度的 Ti 薄膜密度均大于其块体材料的密度，且沉积时间较短(90 s 和 180 s)时的薄膜密度大于沉积时间较长(360 s 和 720 s)时的。通常，薄膜材料由于沉积缺陷的原因，密度低于其相应块体材料，尤其本文中 Ti 薄膜呈现较为疏松的结构特征(图 4(e)~(h))。造成这一反差的原因主要与 Ti 薄膜的结构特征有关：Ti 薄膜表面存在明显大颗粒，而大颗粒在薄膜表面的凸起高度约为 0.5~1.0 μm，称重得到的薄膜质量是包含薄膜和大颗粒在内的总体质量，但薄膜体积的计算结果并未考虑大颗粒凸起部分的贡献，这意味着薄膜体积的测量值低于实际值，从而导致薄膜密度的计算结果高于相应块体材料的数值。而且薄膜越薄、大颗粒所占体积比重越大，计算误差也就越大，这与本文测试结果吻合。由于 TiN 薄膜大颗粒的数量和尺寸明显低于 Ti 薄膜，故不同厚度的 TiN 薄膜密度均略小于其块体的密度。造成这一现象的主要原因是由于薄膜在制备过程中产生的结构缺陷(柱缝、晶界疏松以及微孔洞等)导致的。

### 3.3 薄膜样品 XRD 表征

不同沉积时间的 Ti 和 TiN 薄膜的 XRD 图谱分别如图 7 和 8 所示。不同厚度的 Ti 和 TiN

表 1 Ti 和 TiN 薄膜密度测量结果

Table 1 The measured densities of Ti and TiN films

薄膜	沉积时间 (s)	薄膜质量 (g)	体积 (cm <sup>3</sup> )	密度 (g/cm <sup>3</sup> )	块体密度 (g/cm <sup>3</sup> )
Ti	90	1.22	$2.50 \times 10^{-4}$	4.88	4.54
	180	2.36	$4.75 \times 10^{-4}$	4.96	
	360	4.55	$9.75 \times 10^{-4}$	4.66	
	720	8.92	$1.93 \times 10^{-3}$	4.64	
TiN	90	1.21	$2.30 \times 10^{-4}$	5.28	5.44
	180	2.48	$4.65 \times 10^{-4}$	5.33	
	360	4.96	$9.20 \times 10^{-4}$	5.39	
	720	9.57	$1.81 \times 10^{-3}$	5.30	

薄膜 XRD 衍射峰的峰型尖锐, 呈现出较高的结晶度。通过计算薄膜样品的 XRD 衍射峰的强度比, 并与相应材料标准 XRD 衍射峰强度比相对比, 对不同厚度 Ti 和 TiN 薄膜样品的择优取向进行了分析。结果表明, 当沉积时间为 90~360 s 时, Ti 薄膜呈现 (100) 择优取向; 当沉积时间达到 720 s 时, Ti 薄膜择优取向转变为 (002); 而不同厚度的 TiN 薄膜均呈现出明显的 (111) 择优取向。此外, Ti 和 TiN 薄膜的 XRD 图谱均出现了基底 SUS304 不锈钢的衍射峰, 且衍射峰强度随着薄膜厚度的增加而逐渐变弱。分别对 Ti 薄膜的 (100)、(002)、(101) 衍射峰和 TiN 薄膜的 (111)、(200) 衍射峰采用 Scherrer 公式进行薄膜

晶粒尺寸计算, 结果如图 9 所示。图 9 显示, 随着沉积时间的增加, Ti 和 TiN 薄膜晶粒尺寸都呈现增大趋势。这主要是由于随着沉积时间的延长, 薄膜晶粒的生长时间也随之增长, 相应晶粒尺寸随之增大; 另外, 在薄膜制备过程中, 随着沉积时间增加, 高能粒子轰击造成的基底表面温升效应逐渐累积, 导致基底温度升高, 而高的温度可促进晶粒生长。

### 3.4 薄膜的残余应力测试

采用正测法和反测法分别计算了 Ti 和 TiN 薄膜的残余应力, 结果如图 10 所示。Ti 和 TiN 薄膜的残余应力状态均为压应力, 且 TiN 薄膜的残余应力 ( $-6.46 \sim -10.5$  GPa) 是 Ti 薄膜的残

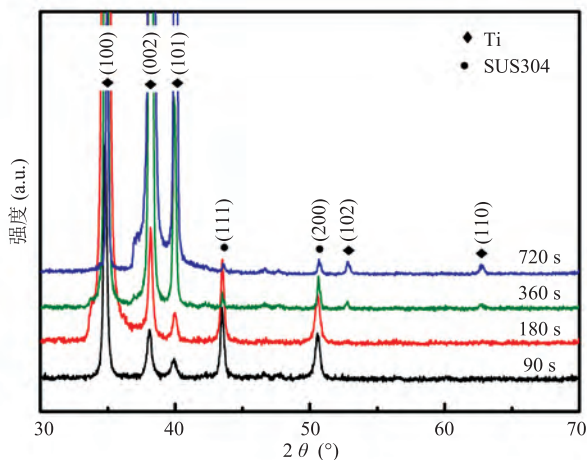


图 7 Ti 薄膜在 SUS304 基底上的 XRD

Fig. 7 The XRD of Ti films on SUS304

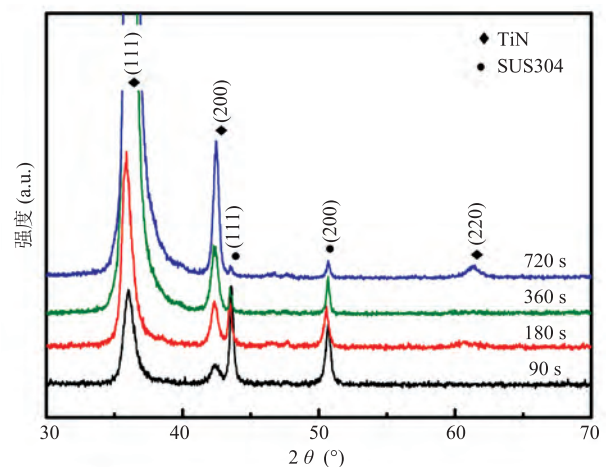


图 8 TiN 薄膜在 SUS304 基底上的 XRD

Fig. 8 The XRD of TiN films on SUS304

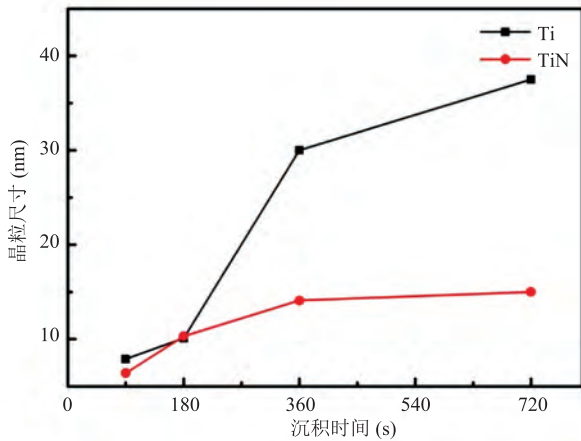
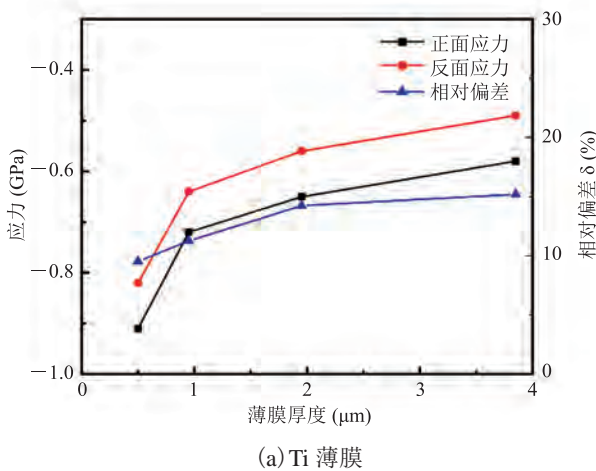
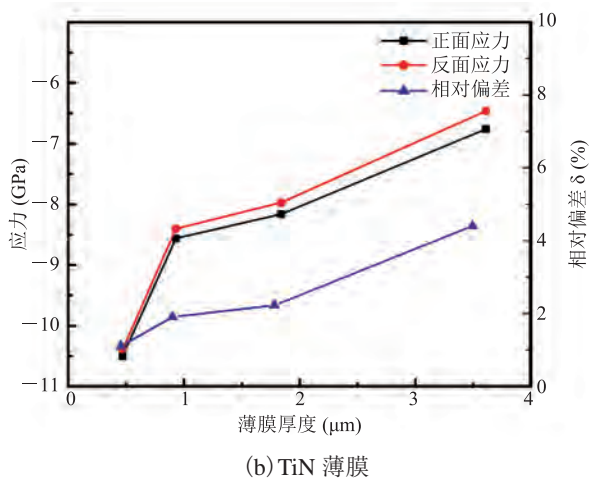


图 9 Ti 和 TiN 薄膜晶粒尺寸

Fig. 9 The grain size of Ti and TiN films



(a) Ti 薄膜



(b) TiN 薄膜

图 10 不同厚度 Ti (a) 和 TiN (b) 薄膜应力

Fig. 10 Residual stress and relative deviation of Ti (a) and TiN (b) films in different thickness

余应力值(-0.49~-0.91 GPa)的近 10 倍。残余压应力主要是由于沉积过程中高能粒子轰击造成的, 而 Ti 和 TiN 薄膜残余应力水平的差异主要与 Ti 和 TiN 本身的力学性能差异有关。假定 Ti 和 TiN 薄膜在粒子轰击作用下产生了相同的应变 $\Delta\varepsilon$ , 在弹性范围内所产生的应力 $\Delta\sigma$ 可采用胡克定律进行计算, 计算公式如下:

$$\Delta\sigma = \left[ \frac{E_f}{1-\nu} \right] \Delta\varepsilon \quad (2)$$

其中,  $E_f / (1-\nu)$  为薄膜的双轴弹性模量;  $E_f$  和  $\nu$  分别为薄膜的弹性模量和泊松比。Ti 和 TiN 的弹性模量和泊松比分别为  $E_{Ti} = 134$  GPa、 $\nu_{Ti} = 0.25$ ,  $E_{TiN} = 300$  GPa、 $\nu_{TiN} = 0.22$ <sup>[22]</sup>。可以计算得到 TiN 薄膜的残余应力是 Ti 薄膜的 2.2 倍。理论计算结果可以很好地解释 Ti 薄膜残余应力水平低于 TiN 薄膜残余应力数值的实验结果, 但 Ti 薄膜和 TiN 薄膜应力水平差异的理论计算结果均显著低于实验测试结果。主要原因可能是 Ti 薄膜具有低的屈服强度, 在高的残余应力作用下发生塑性变形导致残余应力释放, 致使实测残余应力低于理论计算值; 另外, Ti 薄膜疏松的结构使其具有收缩的倾向以降低表面能, 导致薄膜产生一定的拉应力<sup>[28]</sup>, 而拉应力的产生将部分抵消 Ti 薄膜的压应力水平, 造成残余压应力降低。

从图 10 可看出, Ti 和 TiN 薄膜的残余压应力水平均随着薄膜厚度的增大而呈现降低的趋势, 这主要与薄膜在生长过程中的结构演化有关。如图 9 所示, 随着沉积时间的延长, Ti 和 TiN 薄膜的晶粒尺寸逐渐增大, 这意味着晶界面积减小, 缺陷密度也随之降低, 源于薄膜缺陷的残余压应力水平也随之降低; 另外, 随着薄膜厚度的增大, 高能粒子轰击产生的温升效应逐渐累积导致薄膜温度升高, 高的沉积温度将提高沉积原子的扩散能力, 有利于薄膜缺陷密度的降低, 并在一定程度上降低薄膜残余应力水平。通过对比正测法和背测法测得的薄膜残余应力结果发现, Ti 和 TiN 两种薄膜的背测应力值

均小于正测应力数值, 造成这种差异的原因可能与力在介质中传递损耗有关。计算两种方法测得的应力数值的相对偏差  $\delta = (\sigma_{\text{正测}} - \sigma_{\text{背测}}) / \sigma_{\text{正测}}$ , 结果如图 10 所示。Ti 和 TiN 两种薄膜的相对偏差均随着应力水平的降低(即薄膜厚度增大)而增大。当 TiN 薄膜的残余应力为  $-10.5 \text{ GPa}$  (90 s) 时, 相对偏差仅为 1.11%; 当残余应力达到  $-6.46 \text{ GPa}$  (720 s) 时, 相对偏差依然低于 5%。而 Ti 薄膜整体具有较高的相对偏差: 当残余应力为  $-0.91 \text{ GPa}$  (90 s) 时, 相对偏差为 9.52%; 而当残余应力为  $-0.49 \text{ GPa}$  (720 s) 时, 相对偏差高达 15.2%。由此可见, 当薄膜残余应力水平越高, 背测法测到的应力数值与正测法的结果越接近。可能是由于薄膜应力从镀膜面传递到其背面会有一些的损耗, 当薄膜应力越大这种损耗相对越小。因此, 当薄膜残余应力水平较高 ( $>1 \text{ GPa}$ ) 时, 背测法测得的应力结果可以如实反映薄膜的应力水平, 但当薄膜应力水平较低 ( $<1 \text{ GPa}$ ) 时, 背测法测得的应力结果误差较大。

#### 4 与国内外相似研究的对比分析

赵升升等<sup>[25,29,30]</sup>根据光杠杆法研发了一套薄膜应力测试设备, 并采用剥层曲率法测试了 TiN 和 (Ti, Al)N 薄膜残余应力沿层深的分布。由于薄膜腐蚀后反光性变差, 因此采用了“背测法”发现应力值在近薄膜表面处最大, 并向薄膜表面和膜-基界面方向分别下降, 测得不同厚度的 TiN 薄膜应力值为  $-3 \sim -4 \text{ GPa}$ , 小于本文的  $-6.46 \sim -10.5 \text{ GPa}$ , 这主要是由于二者沉积参数不同导致的, 且他们并未对“背测法”的误差进行分析。而国外在这方面则鲜有相关报道。

#### 5 结 论

本文在 SUS304 基底上使用电弧离子镀膜法

制备了具有不同厚度的 Ti 和 TiN 薄膜, 采用 SEM、球坑测厚度法和 XRD 对薄膜的形貌、密度以及物相进行了研究, 并基于光杠杆原理分别从正面(正测法)和反面(背测法)对两种薄膜样品镀膜前后基底的曲率半径进行了测量, 同时采用 Stoney 公式计算薄膜残余应力。通过对比正测法和反测法的测试结果, 并结合薄膜形貌、密度以及晶体结构表征分析, 对背测法的测试误差和适用范围进行了研究。研究结果表明:

(1) 背测法测得的应力值低于正测法的测量结果;

(2) 薄膜残余应力水平越高, 背测法的测量结果与正测法越接近;

(3) 当薄膜残余应力水平较高 ( $>1 \text{ GPa}$ ) 时, 背测法测得的应力结果可以如实反映薄膜的应力水平, 但当薄膜应力水平较低 ( $<1 \text{ GPa}$ ) 时背测法测得的应力结果误差较大。

#### 参 考 文 献

- [1] Zhang S. Nanostructured Thin Films and Coatings: Mechanical Properties [M]. Singapore: Science Press, 2012.
- [2] Fang W, Wickert JA. Determining mean and gradient residual stresses in thin films using micromachined cantilevers [J]. Journal of Micromechanics and Microengineering, 1996, 6(3): 301-309.
- [3] Zhao Y, Yang H, Yang B, et al. Effects of uniaxial stress on the electrical structure and optical properties of Al-doped n-type ZnO [J]. Solar Energy, 2016, 140: 21-26.
- [4] Harriman TA, Bi Z, Jia QX, et al. Frequency shifts of the E2 high Raman mode due to residual stress in epitaxial ZnO thin films [J]. Applied Physics Letters, 2013, 103(12): 2720.
- [5] Kumar N, Wilkinson TM, Packard CE, et al. Design of low surface roughness-low residual stress-high optoelectronic merit a-IZO thin films for flexible OLEDs [J]. Journal of Applied Physics, 2016, 119(22): 809-817.
- [6] Lee JW, Park CS, Kim M, et al. Effects of residual



- stress on the electrical properties of PZT films [J]. *Journal of the American Ceramic Society*, 2007, 90(4): 1077-1080.
- [7] Kumon RE, Hurley DC. Effects of residual stress on the thin-film elastic moduli calculated from surface acoustic wave spectroscopy experiments [J]. *Thin Solid Films*, 2005, 484(1-2): 251-256.
- [8] Huang YC, Chang SY, Chang CH. Effect of residual stresses on mechanical properties and interface adhesion strength of SiN thin films [J]. *Thin Solid Films*, 2009, 517(17): 4857-4861.
- [9] Lutterotti L, Chateigner D, Ferrari S, et al. Texture, residual stress and structural analysis of thin films using a combined X-ray analysis [J]. *Thin Solid Films*, 2004, 450(1): 34-41.
- [10] Atar E, Sarioglu C, Demirler U, et al. Residual stress estimation of ceramic thin films by X-ray diffraction and indentation techniques [J]. *Scripta Materialia*, 2003, 48(9): 1331-1336.
- [11] Mendibide C, Steyer P, Esnouf C, et al. X-ray diffraction analysis of the residual stress state in PVD TiN/CrN multilayer coatings deposited on tool steel [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2005, 200(1-4): 165-169.
- [12] Taylor CA, Wayne MF, Chiu WKS. Residual stress measurement in thin carbon films by Raman spectroscopy and nanoindentation [J]. *Thin Solid Films*, 2003, 429(1-2): 190-200.
- [13] Constable CP, Lewis DB, Yarwood J, et al. Raman microscopic studies of residual and applied stress in PVD hard ceramic coatings and correlation with X-ray diffraction (XRD) measurements [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2004, 184(2-3): 291-297.
- [14] Qiu W, Cheng CL, Liang RR, et al. Measurement of residual stress in a multi-layer semiconductor heterostructure by micro-Raman spectroscopy [J]. *Acta Mechanica Sinica*, 2016, 32(5): 805-812.
- [15] Mitterer C, Mayrhofer PH, Musil J. Thermal stability of PVD hard coatings [J]. *Vacuum*, 2003, 71(1-2): 279-284.
- [16] Keckes J, Eiper E, Martinschitz KJ, et al. High-temperature residual stresses in thin films characterized by X-ray diffraction substrate curvature method [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2007, 78(3): 23.
- [17] Richard MI, Fouet J, Guichet C, et al. Exploring Pd-Si(001) and Pd-Si(111) thin-film reactions by simultaneous synchrotron X-ray diffraction and substrate curvature measurements [J]. *Thin Solid Films*, 2013, 530: 100-104.
- [18] Shuai HJ, Song JT, Zhang S, et al. Measurement of thin-film residual stress based on single-beam lever method [C] // *Proceedings of the International Conference on Electronic Packaging Technology*, 2015: 1154-1157.
- [19] 王生钊, 张丹. 薄膜应力测量方法进展 [J]. *南阳理工学院学报*, 2012(4): 67-72.
- [20] 张文, 曹兴进. 薄膜应力测定研究现状 [J]. *现代制造工程*, 2005(4): 127-130.
- [21] Janssen GCAM, Abdalla MM, Keulen FV, et al. Celebrating the 100th anniversary of the stoney equation for film stress: developments from polycrystalline steel strips to single crystal silicon wafers [J]. *Thin Solid Films*, 2009, 517(6): 1858-1867.
- [22] Jiang CL, Zhu HL, Shin KS, et al. Influence of titanium interlayer thickness distribution on mechanical properties of Ti/TiN multilayer coatings [J]. *Thin Solid Films*, 2017, 632: 97-105.
- [23] Zhang TJ, Wong MS, Sproul WD, et al. Characterization of magnetron sputtering TiB<sub>2</sub> and Ti-B-N thin films [J]. *Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2000, 10(5): 619-624.
- [24] 胡一贯, 乐德芬. 用激光干涉法分析薄膜应力 [J]. *中国科学技术大学学报*, 1992(2): 204-208.
- [25] Zhao SS, Du H, Hua WG, et al. The depth distribution of residual stresses in (Ti, Al)N films: measurement and analysis [J]. *Journal of Materials Research*, 2007, 22(10): 2659-2662.
- [26] Monshi A, Foroughi MR, Monshi MR. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nanocrystallite size using XRD [J]. *World Journal of Nano Science and Engineering*, 2012, 2(02): 154-160.
- [27] Amaya-Roncancio S, Restrepo-Parra E. Finite elements modeling of multilayers of Cr/CrN [J]. *Microelectronics Journal*, 2008, 39(11): 1336-1338.
- [28] De Lima MM, Lacerda RG, Vilcarrromero J, et al. Coefficient of thermal expansion and elastic modulus of thin films [J]. *Journal of Applied Physics*, 1999, 86(9): 4936-4942.
- [29] 赵升升, 周晟昊, 余红雅, 等. 厚度对 TiN 薄膜力学性能的影响 [J]. *真空科学与技术学报*, 2016, 36(3): 291-295.
- [30] 赵升升, 程毓, 张小波, 等. 全自动薄膜应力仪 [J]. *真空科学与技术学报*, 2016, 36(1): 98-102.