

# 氮化钛(TiN)薄膜的应力测试

王英华 尤引娟

(清华大学工程物理系)

镀层的应力状态直接影响着镀层的附着情况与稳定性。当它的应力很大时,放置一段时间,镀层可以自行崩裂、脱落。因此,有必要关心镀层的应力状态。

然而,当镀层较薄,结晶又不甚完好时,往往得不到镀层的X光衍射线,或得不到它的大角度衍射线。这就是利用X光方法测定薄膜应力时的困难所在。

对于厚度约  $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$  的 TiN 离子镀层,在一般衍射仪上测不到 X 光衍射线;就是厚达  $1 \mu\text{m}$  多的镀层,也只有  $2\theta$  角为  $36^\circ$  附近的衍射线轮廓清晰。

为了测定上述镀层的应力,我们采用了基体线条法和边倾斜法。

## 一、测试方法

### 1. 边倾斜法

在传统的应力测试方法中,  $\psi$  角的变动是以试样绕衍射仪轴转动而实现的<sup>[1]</sup>。然而,对于  $2\theta$  为  $36^\circ$  的衍射线,则无法实现这种转动所要求的角度范围。 $\psi$  角为试样表面与衍射面之间的夹角。同时,实验表明,当  $\psi$  角太小时,测试的应力值误差太大。

为了利用  $2\theta$  为  $36^\circ$  的衍射线测定镀层应力,我们改变了  $\psi$  角的转轴方向,即使试样绕水平轴转动,以构成应力测定时所要求的  $\psi$  角<sup>[2]</sup>(见图 1)。

利用边倾斜法测应力时,  $\theta$  角的测量误差对结果的影响很大。因此,必须认真调整试样,使  $\psi = 0^\circ$  时的试样表面与衍射仪轴相切,试样的水平转轴通过衍射仪轴。此外,还必须利

物理

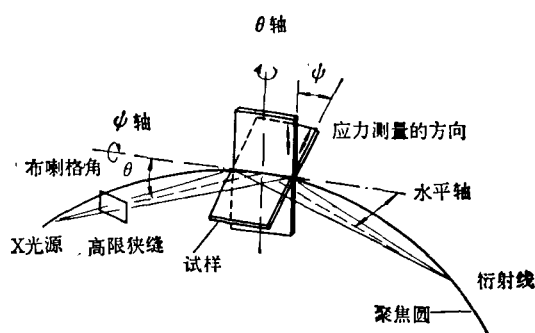


图 1 边倾斜法测定应力原理图

用无应力的试样作线位校正。

我们在调整好试样支架后,先用无应力的 Cu 屑试样进行测试试验,并与平行光束法和半聚焦法进行了比较(见图 2)。从图 2 看出,对于低角度的衍射线,边倾斜法的误差远低于其他方法。

### 2. 基体线条法

基体线条法是立足于这样的假设:基体与镀层的结合良好,基体对膜的作用力等于膜对基体的作用力,只是方向相反。由于  $\text{CuK}_\alpha$  辐射在致密 Ti 中的贯穿深度为  $32 \mu\text{m}$ ,所以对于  $1 \mu\text{m}$  左右的镀膜,估计用边倾斜法和基体线条法的测试结果应相互吻合。

无论是边倾斜法还是基体线条法,它们的应力计算公式皆为

$$\sigma_\psi = \frac{E}{2(1+\nu)} \text{ctg}\theta_0 \frac{\pi}{180} \frac{\partial 2\theta_\psi}{\partial \sin^2 \psi},$$

式中的  $E, \nu$  和  $\theta_0$  分别为所测物体的杨氏模量、泊松比和衍射线的布拉格角,而  $2\theta_\psi$  为相应于各个  $\psi$  角时的衍射线峰位。两种方法中  $\psi$  角的实现方法不同,所测应力  $\sigma_\psi$  的方向不同。前者所测的应力与衍射仪轴平行,后者所测的应力与衍射仪轴垂直。显然利用边倾斜法和基体线

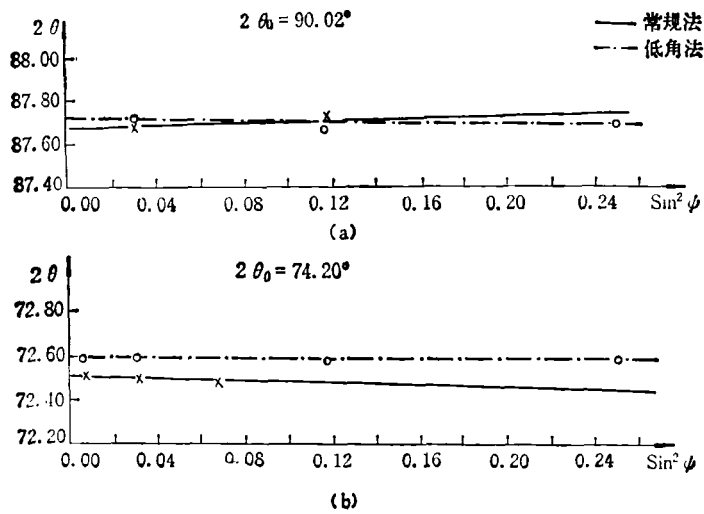


图2 对Cu屑试样的测试结果  
(a) 平行光束法与边倾斜法比较; (b) 半聚焦法与边倾斜法比较

条法时,式中  $E, \nu$  应分别对应于镀层和基体的数值。

## 二、测试结果与结论

用基体线条法测得  $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$  厚镀层的应力为  $119.3 \text{ kg/mm}^2$ ; 用基体线条法和边倾斜法测得  $1 \mu\text{m}$  镀层的应力值见表1和表2。表中的数据说明,各个试样都用两种方法测试时,它们的应力值变化规律相同,只是前者的值比后者约低  $50 \sim 90 \text{ kg/mm}^2$ 。这说明镀层中的应力来源是较复杂的。

我们所测的应力值与用基体(Si)点阵弯曲计算出的溅射沉积 TiN 层应力数据<sup>[3]</sup>量级相同,但都小于溅射层的应力。

表1 边倾斜法测试的 TiN 镀层应力值

试样号	试样状态	厚度* ( $\mu\text{m}$ )	$\frac{\partial 2\theta_\psi}{\partial \sin^2 \psi}$	$\sigma$ ( $\text{kg/mm}^2$ )
	s.s. 基体			
3*	20分钟一次镀	1.2	0.5517	-293.82
17*	同上	1.1	0.4670	-248.60
18*	同上	1.3	0.5607	-298.60
19*	同上	1.3	0.3714	-197.80
天津	铜基,先镀Ti,后N化,10次	1.3	0.9000	-479.30

\* 厚度用  $\beta$  测厚仪测定。

表2 基体线条法的测定结果

试样号	$\delta^*$ 值(度)	$\sigma$ ( $\text{kg/mm}^2$ )
3*	-0.305	178.0
17*	-0.261	152.8
18*	-0.340	199.1
19*	-0.244	142.8

\*  $\delta$  为  $2\theta$  角的改变量。

从我们所测的有限试样的数据中,可以得到这样的初步结论:

1. 对于无X光衍射线的薄膜,可以用基体线条法估计薄膜的应力变化规律; 2. 对于只有低角衍射线的薄膜,可以利用边倾斜法测定其应力或利用基体线条法估计其应力。

本工作的试样是由清华大学核能技术研究所张纯同志提供的,在应力测试方法建立过程中许可胜和常保良同学作了大量工作,在此表示感谢。

## 参 考 文 献

- [1] B. D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction, Addison-Wesley, (1978), Chapter 16.
- [2] Shuji Taira (ed.) X-ray Studies on Mechanical Behavior of Materials, Society of Material Science, (1974), Chapter 4.
- [3] K. Y. Ahn, M. Wittmer and C. Y. Ting, *Thin Solid Films*, 107-1(1983), 45.