

# 基体温度对钛膜表面形貌和力学性能的影响研究

王杏 马明旺 万瑞芸 王磊 谈效华  
(中国工程物理研究院 电子工程研究所 绵阳 621999)

**摘要** 应用电阻蒸发镀膜方法在钼基体表面沉积钛膜。采用X射线衍射仪(X-ray Diffraction, XRD)对钛膜的物相进行表征,获得钛膜的择优取向;采用扫描电镜(Scanning Electron Microscope, SEM)和原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)对钛膜的表面形貌进行表征,获得钛膜的晶粒尺寸分布情况及表面粗糙度;采用AFM纳米压痕技术对钛膜的力学性能进行表征,获得钛膜的弹性模量。结果表明:基体温度对钛膜的微观结构及力学性能有重要影响,在600~750 °C范围内,随着基体温度的升高,钛膜晶粒取向的主要影响因素由应变能变为表面能,钛膜的择优取向由(101)变为(002);基体温度的升高增强了基体表面钛原子的扩散能力,钛膜的平均晶粒尺寸、粗糙度及弹性模量均随基体温度的升高而增大。

**关键词** 基体温度, 钛, 择优取向, 晶粒尺寸, 纳米压痕

**中图分类号** TG115

**DOI:** 10.11889/j.0253-3219.2023.hjs.46.100202

## Effect of substrate temperature on surface morphology and mechanical properties of Ti films

WANG Xing MA Mingwang WAN Ruiyun WANG Lei TAN Xiaohua  
(Institute of Electronic Engineering, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621999, China)

**Abstract** [Background] Titanium and its alloys are widely utilized within the military, aerospace, shipping, nuclear energy, and biomedical fields because of the advantages of low density, high strength, good corrosion resistance, and high biocompatibility. Moreover, titanium films are important materials for surface protection due to their high hardness and good compactness. During the preparation of titanium films, the surface morphology and phase structure will be influenced by substrate properties (e.g., surface morphology and temperature), working gas pressure, and other factors. Substrate temperature mainly influences the growth process of thin films, which directly affects the grain structure of the films, and thus changes the corresponding mechanical properties. [Purpose] This study aims to establish the relationship between substrate temperature and mechanical properties of titanium films. [Methods] Firstly, titanium film samples were prepared at a substrate temperature range of 600~750 °C by using resistance evaporation coating on the surface of molybdenum substrate. Then, the structural characterization of the film was examined using X-ray diffraction (XRD) so as to obtain the preferred orientation of titanium film. Scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM) were employed to identify the surface morphologies

中国工程物理研究院院长基金(No.YZJJZQ2022016)资助

第一作者: 王杏, 女, 1998年出生, 2020年毕业于北京大学, 现为硕士研究生, 主要从事稀有金属材料性能表征研究

通信作者: 谈效华, E-mail: caepiece@163.com

收稿日期: 2023-04-10, 修回日期: 2023-04-28

Supported by the President Fund of China Academy of Engineering Physics Project (No.YZJJZQ2022016)

First author: WANG Xing, female, born in 1998, graduated from Peking University in 2020, master student, focusing on rare metal materials characterization

Corresponding author: TAN Xiaohua, E-mail: caepiece@163.com

Received date: 2023-04-10, revised date: 2023-04-28

of the titanium films, including grain size distribution and surface roughness. Finally, an AFM nano-indentation method was performed to examine the mechanical properties of the titanium films and obtain the elastic modulus of titanium film. **[Results]** The results demonstrate that the substrate temperature significantly influences the microstructure and mechanical properties of titanium films. When the substrate temperature increases from 600 °C to 750 °C, the preferred orientation of titanium films changes from (101) to (002) due to the competition between the minimization of strain energy and surface energy. With the increase of substrate temperature, the mobility of titanium atoms on the substrate increases, resulting in increased average grain size, surface roughness, and elastic modulus of the titanium films. The average grain size increases by 26% as the substrate temperature increased from 600 °C to 750 °C. **[Conclusions]** The microstructure, surface morphology, and mechanical properties of titanium films are sensitive to substrate temperature. A high substrate temperature in the process of resistance evaporation is more desirable to obtain titanium films with high mechanical properties.

**Key words** Substrate temperature, Titanium, Preferred orientation, Grain size, Nanoindentation

钛及其合金具有密度小、强度高、耐腐蚀性能好、生物相容性高等优点,是军事、航空航天、船舶、核能、生物医学等领域中的重要材料<sup>[1-5]</sup>;钛膜也因其较高的硬度、良好的致密性等特性,在材料表面防护、增韧等方面得到广泛应用<sup>[6-7]</sup>。钛膜制备有多种方式,如电阻蒸发镀膜、电子束蒸发镀膜、磁控溅射镀膜、离子束沉积等,其中,电阻蒸发镀膜具有沉积速率快、成本低的优点,成为薄膜制备的常用方法。钛膜制备过程中,基体的物理性质与表面状态、工艺参数(如基体温度、工作气体压力等)都会影响钛膜的表面形貌及晶粒取向,进而对钛膜性能产生影响<sup>[8-12]</sup>。在诸多因素中,基体温度是影响薄膜生长过程的关键。依据 M-D (Movchan Demchishin) 模型<sup>[13]</sup>,基体温度直接影响薄膜的晶粒组织结构,进而改变薄膜的力学性能。因此开展基体温度与钛膜力学性能之间关系的研究具有重要意义。

到目前为止,基体温度对钛膜的影响研究已经取得较丰富的结果。比如,Chang 等<sup>[14]</sup>发现基体温度处于室温到 150 °C 范围时,钛膜的弹性模量及硬度均随温度的上升而不断增加。Dariani 等<sup>[15]</sup>对比了基体温度分别为室温与 250 °C 时制备钛膜的表面形貌的差异,发现 250 °C 制备钛膜的平均晶粒尺寸更大。Arshi 等<sup>[16]</sup>研究了基体温度在室温到 300 °C 范围内钛膜表面形貌及择优取向的变化规律,发现随着基体温度的升高,钛膜择优取向由(200)变为(111),平均晶粒尺寸也不断增大。而 Zhang 等<sup>[17]</sup>开展了室温到 450 °C 范围内基体温度对钛膜平均晶粒尺寸、择优取向及力学性能的影响研究,发现在 300 °C 以下钛膜择优取向为(100),400 °C 时变为(110),450 °C 时变为(101);随着基体温度的增加,钛膜的平均晶粒尺寸先减小后增大,而硬度及弹性模量先增大后减小。目前关于基体温度变化对钛膜性能影响的研究主要集中在室温到 450 °C 范围内,

且更多关注基体温度对钛膜表面形貌及择优取向的影响,对于更高温度下基体温度对钛膜力学性能影响的研究有待深入。

本文采用电阻蒸发镀膜方法在基体温度为 600~750 °C 范围内制备钛膜,对钛膜的择优取向、表面形貌及力学性能进行表征,研究基体温度对钛膜生长及力学性能的影响,并探究钛膜微观结构及力学性能随基体温度变化的内在机理,为提高钛膜的综合性能提供参考。

## 1 实验

### 1.1 样品制备

本实验采用的基体为钼(纯度 99.9%),靶材为钛(纯度 99.99%)。基体和靶材经过去油、去氧化层的工艺后,在乙醇中超声 5 min 并用冷风吹干。

使用电阻蒸发镀膜方法制备厚度约 1 μm 的钛膜。先将镀膜室真空抽至优于  $5 \times 10^{-4}$  Pa,再将基体以  $5 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$  的速率升至 750 °C,并保温 60 min 进行除气,然后以  $10 \text{ °C} \cdot \text{min}^{-1}$  的速率降至目标温度(分别为 600 °C、650 °C、700 °C、750 °C),进入保温阶段;调节蒸发电流使钛靶蒸发,蒸发时系统真空度优于  $1 \times 10^{-3}$  Pa,不同基体温度下镀膜时间均为 30 min;镀膜完成后停止加热,钛膜在真空中降至室温。

### 1.2 测试分析方法

使用 X 射线衍射仪(X-ray Diffraction, XRD)对钛膜的物相进行表征,扫描范围  $30^\circ \sim 80^\circ$ ;使用扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)对钛膜的表面形貌进行二维表征,分析电压为 10 kV,获得样品不同位置表面形貌的二次电子像;使用原子力显微镜(Atomic Force Microscope, AFM)对钛膜的表面形貌进行三维表征,采用 Tapping 模式进行观察,扫描频率 1 Hz,扫描范围  $53.6 \mu\text{m} \times 53.6 \mu\text{m}$ ;使

用AFM纳米压痕技术对钛膜的力学性能进行表征,采用金刚石探针进行测量,探针加载速率为 $20 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,卸载速率为 $40 \text{ nm}\cdot\text{s}^{-1}$ ,保载时间为10 s。

## 2 结果和讨论

### 2.1 基体温度对钛膜择优取向的影响分析

不同基体温度下制备钛膜的XRD图谱如图1(a)所示,可以看出,不同基体温度下制备的钛膜均为六方密排(hcp)结构,但其衍射峰相对强度发生了变化,钛膜的择优取向改变。

变化,钛膜的择优取向改变。

择优取向可由织构系数(Relative Texture Coefficient, RTC)表征<sup>[18-19]</sup>,计算公式如式(1):

$$\text{RTC}_{(\text{hkl})} = \frac{I_{(\text{hkl})}/I_{0(\text{hkl})}}{\sum I_{(\text{hkl})}/I_{0(\text{hkl})}} \times 100\% \quad (1)$$

式中: $I_{(\text{hkl})}$ 、 $I_{0(\text{hkl})}$ 分别为薄膜与标准样品的衍射峰(hkl)的强度。当各个晶面的RTC值趋于平均值 $1/n$ 时,晶粒取向无序,当晶面RTC值大于 $1/n$ 时,认为该晶面为择优取向,RTC值越高,晶面越占优, $n$ 为计入的晶面个数<sup>[17]</sup>。

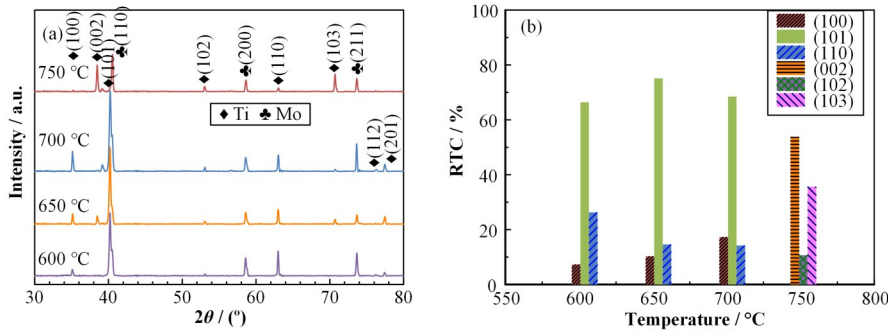


图1 不同基体温度下钛膜XRD图谱(a)及织构系数(b)  
Fig.1 XRD patterns (a) and texture coefficients (b) of Ti films at different substrate temperatures

根据式(1)计算得到,钛膜的织构系数如图1(b)所示。可以看出,当基体温度为 $600\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,钛膜择优取向为(101),与Fu等<sup>[9]</sup>在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时所镀钛膜的择优取向一致,随着基体温度的升高,(101)面的织构系数先增大后减小。当基体温度为 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,钛膜择优取向变为(002)。

### 2.2 基体温度对钛膜表面形貌的影响分析

薄膜晶粒择优取向主要受入射钛原子的表面能及扩散能力影响。在薄膜沉积过程中,晶粒取向应保证体系的自由能最低,薄膜自由能为其表面能与应变能之和<sup>[20]</sup>。对于六方密排(hcp)结构的钛膜,(002)面的表面能最低,其次为(101)与(100)面<sup>[21]</sup>;晶面应变能则与钛膜和基体的晶格失配度 $\gamma$ 正相关<sup>[22]</sup>,晶格失配度 $\gamma$ 的计算公式如式(2):

图2、3分别为不同基体温度下沉积钛膜的二维及三维形貌。图2为钛膜表面的SEM图像,从中可以看出, $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 与 $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 制备的钛膜表面晶粒疏松,晶界不明显,致密性差, $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时钛膜表面晶粒排列较为紧密, $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时钛膜表面晶界明晰,呈大块晶粒镶嵌结构,晶粒间无空隙,致密性好。图3中钛膜的AFM图像显示,钛膜表面晶粒大小不一,与SEM图像结果相似,表面起伏高度较大,均在 $500\text{ nm}$ 以上。

$$\gamma = \left(1 - \frac{d_s}{d_f}\right) \times 100\% \quad (2)$$

式中: $d_s$ 、 $d_f$ 分别为基体和薄膜对应晶面的晶面间距。从图1(a)可以看出,基体钼主要为(110)面,分别计算钛膜(002)面、(101)面与基体(110)面的晶面失配度,发现(101)面的失配度(0.8%)小于(002)面失配度(5.0%),即钛膜(101)面应变能更小。基体温度为 $600\sim 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 阶段,钛膜择优取向为(101),表明这一阶段应变能对薄膜自由能影响更大,晶粒取向以应变能最小化为主;基体温度为 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,择优取向变为(002),此时表面能占据薄膜自由能的主要部分,晶粒取向以表面能最小化为主。

对SEM图像与AFM图像进行分析处理,分别获得不同基体温度下钛膜的晶粒尺寸及表面粗糙度。图4为钛膜的晶粒尺寸分布情况,从图中可以看出,钛膜的晶粒尺寸分布在几微米到十几微米之间。图5显示了钛膜平均晶粒尺寸及表面粗糙度随基体温度的变化情况。基体温度为 $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,钛膜的平均晶粒尺寸分别为 $5.08\text{ }\mu\text{m}$ 、 $5.34\text{ }\mu\text{m}$ 、 $5.45\text{ }\mu\text{m}$ 、 $6.40\text{ }\mu\text{m}$ ,且表面粗糙度也随基体温度的增加而变大。

根据薄膜的生长理论,钛膜生长方式属于核生长型,入射钛原子在基体表面扩散、聚集形成稳定核,晶核会不断长大形成孤立小岛结构,小岛继续长大、并相互结合形成网状结构,网状结构中的空洞与沟道区域会被后续入射钛原子填充,最终形成具有一定厚度的连续薄膜,钛膜晶粒尺寸主要受入射原



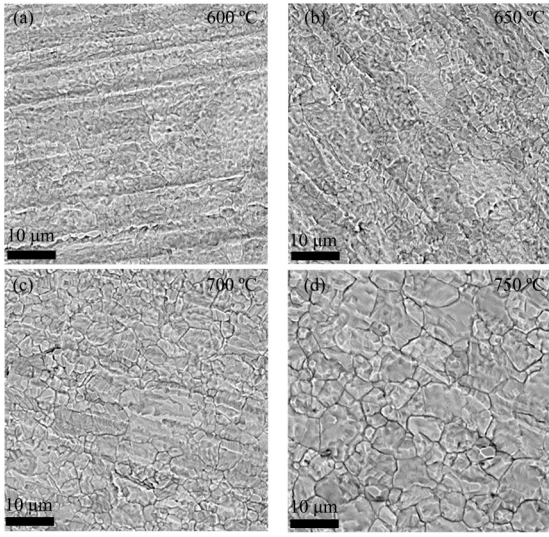


图2 不同基体温度下钛膜表面SEM图像  
(a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C

Fig.2 SEM images of Ti films at different substrate temperatures  
(a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C

子在基体表面迁移率影响,该因素与基体温度密切相关<sup>[8]</sup>。本实验中,当基体温度为600 °C时,入射钛原子在基体表面扩散能力较弱,迁移率较小,由于薄膜形成稳定核所需原子数很小,基体上沉积的钛原子会不断形成新的核,因而钛膜晶粒尺寸较小;随着基体温度从600 °C升至750 °C,基体表面上钛原子的迁移率变大,在基体表面扩散更充分,各个晶核捕获原子的概率会更大,更易形成大的晶粒,从而使平均晶粒尺寸变大。钛膜粗糙度的增大也与基体温度的升高有关,钛原子得到了足够的能量,在基体表面的迁移能力增强,使得钛膜的晶体结构在高温下发生改变,钛膜表面的轮廓线在高度方向上的起伏越

来越大,从而导致膜的粗糙度增大<sup>[23-25]</sup>。

### 2.3 基体温度对钛膜力学性能的影响分析

AFM纳米压痕技术可以在几平方纳米的微区对薄膜的表面形貌及力学性能进行表征,可施加低至μN级的力将探针压入薄膜进行纳米压痕测试,并采用相同探针进行压痕三维形貌的表征,获得优于纳米级的高分辨率图像,实现对压痕的即时、原位、高分辨观察,近年来该技术在纳米结构材料力学性能表征方面得到了较多应用<sup>[26-28]</sup>。

对不同基体温度下制备的钛膜开展AFM纳米压痕测试,可直接获得悬臂梁偏转值 $\delta$ 与压电传动装置位移 $Z$ 之间的关系,通过式(3)、(4)可以将其转化为钛膜受力 $F$ 与形变 $D$ 之间的关系:

$$D = Z - \delta \quad (3)$$

$$F = k \cdot \delta \quad (4)$$

式中: $k$ 为悬臂梁弹性常数。

对 $F-D$ 曲线采用Hertz模型<sup>[29]</sup>(式(5))进行拟合,可得到钛膜的约化弹性模量 $E_r$ :

$$F = \frac{4}{3} E_r \sqrt{R} D^{1.5} \quad (5)$$

式中: $R$ 为针尖的曲率半径; $E_r$ 为约化弹性模量。

$E_r$ 表征探针与被测样品材料之间双向变形的能力,其与样品的弹性模量 $E$ 之间的关系如式(6)所示:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_t^2}{E_t} \quad (6)$$

其中: $\nu$ 为样品的泊松比; $E_t$ 与 $\nu_t$ 分别为针尖的弹性模量与泊松比。由于 $E_t$ (~1 100 GPa)远大于样品弹性模量,后一项可以忽略不计,通过式(7)即可计算

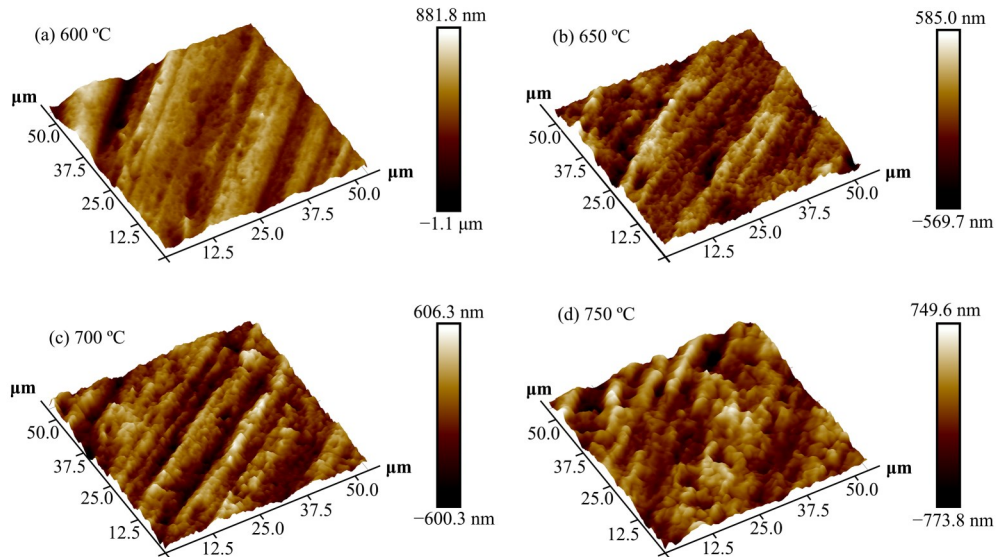


图3 不同基体温度下钛膜表面AFM图像 (a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C

Fig.3 AFM images of Ti films at different substrate temperatures (a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C

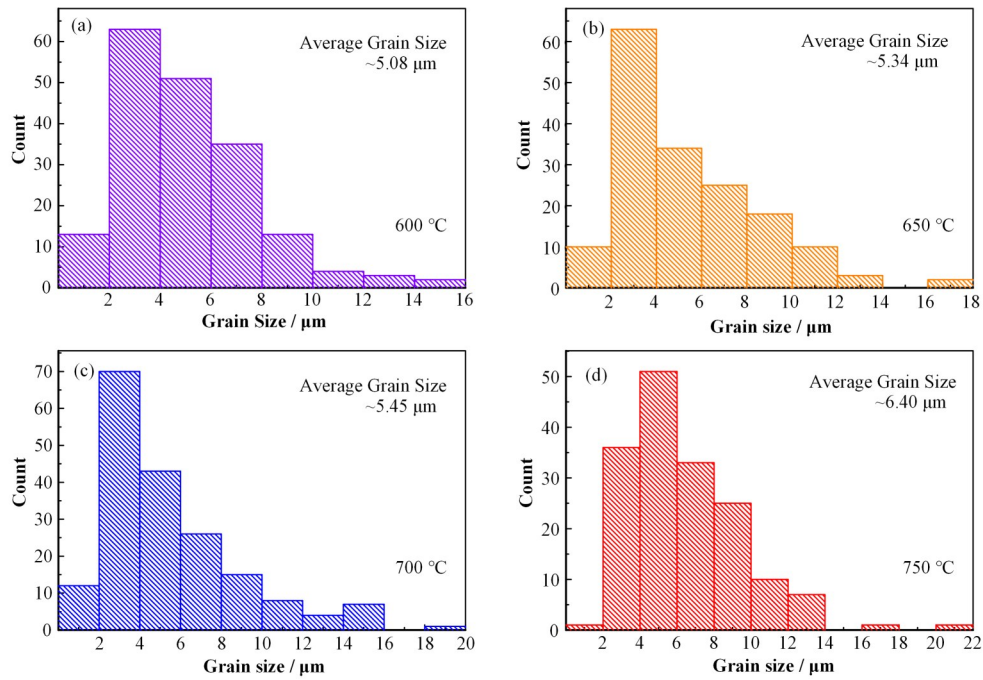


图4 不同基体温度下钛膜晶粒尺寸分布图 (a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C  
 Fig.4 Grain size distribution of Ti films at different substrate temperatures (a) 600 °C, (b) 650 °C, (c) 700 °C, (d) 750 °C

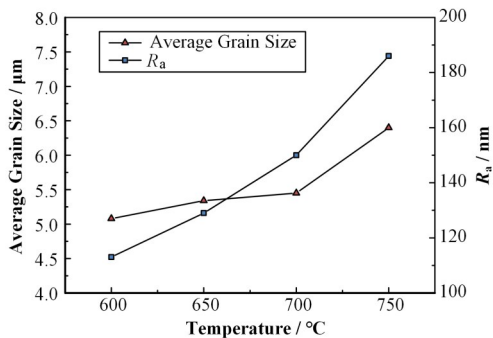


图5 不同基体温度下钛膜平均晶粒尺寸表及面粗糙度  
 Fig.5 Average grain size and roughness of Ti films at different substrate temperatures

出钛膜的弹性模量:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} \quad (7)$$

对不同基体温度下制备的钛膜各随机选取10个测试点开展AFM纳米压痕测试,图6为经式(3)、

(4)处理分析得到的不同基体温度下钛膜AFM纳米压痕的典型卸载曲线,其中实线为钛膜受力 $F$ 随形变 $D$ 的变化曲线,虚线为根据式(5)拟合得到的结果,拟合参数如表1所示。可以看出,拟合曲线与实测曲线符合较好。

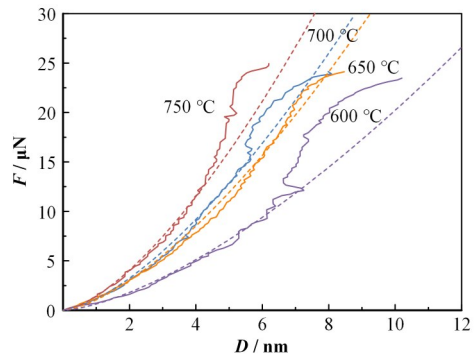


图6 不同基体温度下钛膜AFM纳米压痕典型卸载曲线  
 Fig.6 Representative unloading curves of the AFM nanoindentation of Ti films at different substrate temperatures

表1 不同基体温度下钛膜弹性模量计算

Table 1 Calculation results for elastic modulus of Ti films at different substrate temperatures

基体温度 Substrate temperature / °C	针尖曲率半径 $R$ Tip radius / nm	泊松比 $\nu$ Poisson's ratio	平均约化弹性模量 $E_r$ Average $E_r$ / GPa	平均弹性模量 $E$ Average $E$ / GPa
600	40	0.32	102.7±15.4	92.2±13.8
650	40	0.32	127.0±12.6	114.0±11.3
700	40	0.32	146.9±17.3	131.8±15.6
750	40	0.32	195.7±16.1	175.7±14.5

由表1可以看出,当基体温度在600~750 °C范围时,钛膜弹性模量随基体温度的升高而不断增大。

弹性模量的增大与钛膜择优取向的改变有关,钛膜内部原子在不同方向上排列的周期性与疏密程度不

同,导致钛膜不同晶面方向的物理化学特性不同,弹性模量随晶面取向而变化,Checchetto<sup>[21]</sup>与刘亚洲<sup>[30]</sup>的计算显示, $E_{(002)} > E_{(101)} > E_{(100)} > E_{(110)}$ 。依据王慧颖<sup>[31]</sup>的研究,可应用晶面织构系数 $RTC_{(hkl)}$ 与晶面弹性模量值 $E_{(hkl)}$ 来估算钛膜整体弹性模量 $E_c$ :

$$E_c = \sum RTC_{(hkl)} E_{(hkl)} \quad (8)$$

由§2.1可知,基体温度为600℃时,钛膜为(101)择优取向,伴有(100)与(110)两个较弱的面;当基体温度上升至650℃时, $RTC_{(101)}$ 增大,由于(101)、(100)与(110)晶面中(101)面的弹性模量 $E_{(101)}$ 最大,使得钛膜弹性模量增大;当基体温度升至700℃时,尽管 $RTC_{(101)}$ 略微降低,但 $RTC_{(100)}$ 增大,综合影响下钛膜的弹性模量仍增大;基体温度为750℃时,钛膜为(002)择优取向,由于(002)面具有最大的弹性模量,因此钛膜的弹性模量继续增大。基体温度的升高会提高钛原子在基体表面的扩散能力,填充成膜过程中膜内的孔洞等缺陷,使得薄膜更加致密,抵抗外界变形能力更强。

### 3 结语

采用电阻蒸发镀膜方法在基体温度为600~750℃的钼表面制备钛膜,发现基体温度对钛膜的取向、表面形貌及力学性能具有重要影响。当基体温度在600~700℃阶段时,钛膜中晶粒取向主要受晶面应变能影响,择优取向为(101),而基体温度为750℃时,钛膜中晶粒取向主要受表面能影响,择优取向转变为(002)。随着基体温度的升高,入射钛原子在基体表面的扩散能力增强,钛膜的平均晶粒尺寸、粗糙度及弹性模量均不断变大。

**作者贡献声明** 王杏负责样品制备、性能测试、数据处理,文章起草与修改;马明旺负责对文章进行整体把握及细节修订;万瑞芸负责协助样品制备;王磊负责协助测试数据处理;谈效华负责对文章的知识性内容作批评性审阅。

### 参考文献

- Singh P, Pungotra H, Kalsi N S. On the characteristics of titanium alloys for the aircraft applications[J]. *Materials Today: Proceedings*, 2017, **4**(8): 8971 - 8982. DOI: 10.1016/j.matpr.2017.07.249.
- Putyrskii S V, Yakovlev A L, Nochovnaya N A. Benefits and applications of high-strength titanium alloys[J]. *Russian Engineering Research*, 2018, **38**(12): 945 - 948. DOI: 10.3103/s1068798x18120419.
- Anil Kumar V, Gupta R K, Prasad M J N V, *et al.* Recent advances in processing of titanium alloys and titanium aluminides for space applications: a review[J]. *Journal of Materials Research*, 2021, **36**(3): 689 - 716. DOI: 10.1557/s43578-021-00104-w.
- Pushp P, Dasharath S M, Arati C. Classification and applications of titanium and its alloys[J]. *Materials Today: Proceedings*, 2022, **54**: 537 - 542. DOI: 10.1016/j.matpr.2022.01.008.
- Sarraf M, Rezvani Ghomi E, Alipour S, *et al.* A state-of-the-art review of the fabrication and characteristics of titanium and its alloys for biomedical applications[J]. *Bio-Design and Manufacturing*, 2022, **5**(2): 371 - 395. DOI: 10.1007/s42242-021-00170-3.
- Mohseni E, Zalnezhad E, Bushroa A, *et al.* Ti/TiN/HA coating on Ti-6Al-4V for biomedical applications[J]. *Ceramics International*, 2015, **41**(10): 14447 - 14457.
- Sun Z P, He G Y, Meng Q J, *et al.* Corrosion mechanism investigation of TiN/Ti coating and TC4 alloy for aircraft compressor application[J]. *Chinese Journal of Aeronautics*, 2020, **33**(6): 1824 - 1835. DOI: 10.1016/j.cja.2019.08.015.
- 唐伟忠. 薄膜材料制备原理、技术及应用[M]. 2版. 北京: 冶金工业出版社, 2003.
- TANG Weizhong. Preparation principle, technology and application of thin film materials[M]. 2nd Ed. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2003.
- 付文博, 刘锦华, 梁建华, 等. 衬底材料对Ti膜形貌及结构的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2016, **45**(3): 623 - 628.
- FU Wenbo, LIU Jinhua, LIANG Jianhua, *et al.* Impact of substrate materials on morphology and microstructure of Ti films[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2016, **45**(3): 623 - 628.
- Li L, Liu Y, Mao X N, *et al.* Structure transformation of Ti films deposited on SiC single crystal substrates[J]. *Materials Characterization*, 2017, **134**: 64 - 68. DOI: 10.1016/j.matchar.2017.09.041.
- Liu Y L, Liu F, Wu Q, *et al.* Effect of bias voltage on microstructure and nanomechanical properties of Ti films [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2014, **24**(9): 2870 - 2876. DOI: 10.1016/S1003-6326(14)63420-8.
- Liu L M, Li W H, Sun H L, *et al.* Effects of Ti target purity and microstructure on deposition rate, microstructure and properties of Ti films[J]. *Materials*, 2022, **15**(7): 2661. DOI: 10.3390/ma15072661.



- 13 Messier R, Giri A P, Roy R A. Revised structure zone model for thin film physical structure[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 1984, **2**(2): 500 – 503. DOI: [10.1116/1.572604](https://doi.org/10.1116/1.572604).
- 14 Chang R C, Chen F Y, Chuang C T, *et al.* Residual stresses of sputtering titanium thin films at various substrate temperatures[J]. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2010, **10**(7): 4562 – 4567. DOI: [10.1166/jnn.2010.1696](https://doi.org/10.1166/jnn.2010.1696).
- 15 Einollahzadeh-Samadi M, Dariani R S. Effect of substrate temperature and deposition rate on the morphology and optical properties of Ti films[J]. *Applied Surface Science*, 2013, **280**: 263 – 267. DOI: [10.1016/j.apsusc.2013.04.146](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.04.146).
- 16 Arshi N, Lu J Q, Koo B H, *et al.* Effect of substrate temperature on micro-structural properties of Ti and TiN films deposited by e-beam evaporation technique[J]. *Surface Review and Letters*, 2012, **19**(4): 1250037. DOI: [10.1142/s0218625x12500370](https://doi.org/10.1142/s0218625x12500370).
- 17 Zhang H K, Li X, Su J Y, *et al.* Modulation of columnar crystals of magnetron sputtered Ti thin films[J]. *Thin Solid Films*, 2019, **689**: 137512. DOI: [10.1016/j.tsf.2019.137512](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2019.137512).
- 18 Chawla V, Jayaganthan R, Chandra R. Structural characterizations of magnetron sputtered nanocrystalline TiN thin films[J]. *Materials Characterization*, 2008, **59**(8): 1015 – 1020. DOI: [10.1016/j.matchar.2007.08.017](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.08.017).
- 19 Rashidi A M, Hayati M, Rezaei A. Prediction of the relative texture coefficient of nanocrystalline nickel coatings using artificial neural networks[J]. *Solid State Sciences*, 2011, **13**(8): 1589 – 1593. DOI: [10.1016/j.solidstatesciences.2011.06.005](https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2011.06.005).
- 20 McKenzie D R, Yin Y, McFall W D, *et al.* The orientation dependence of elastic strain energy in cubic crystals and its application to the preferred orientation in titanium nitride thin films[J]. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 1996, **8**(32): 5883 – 5890. DOI: [10.1088/0953-8984/8/32/008](https://doi.org/10.1088/0953-8984/8/32/008).
- 21 Checchetto R. Titanium thin film deposition in a deuterium atmosphere[J]. *Thin Solid Films*, 1997, **302** (1 – 2): 77 – 83. DOI: [10.1016/S0040-6090\(96\)09552-1](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(96)09552-1).
- 22 Bishara H, Ghidelli M, Dehm G. *et al.* Influence of substrates and e-beam evaporation parameters on the microstructure of nanocrystalline and epitaxially grown Ti thin films[J]. *Applied Surface Science*, 2021, **562**: 150194. DOI: [10.1016/j.apsusc.2021.150194](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2021.150194).
- 23 Baranova L, Strunin V, Baysova B. The dependence of the surface roughness of aluminum nitride films on the processing methods when magnetron sputtering is used [J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2022, **2270**(1): 012005.
- 24 Li R D, Deng J X, Kong L, *et al.* Influence of substrate temperature on structure and properties of Nb-doped  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> films[J]. *Journal of Electronic Materials*, 2022, **51** (5): 2390 – 2395. DOI: [10.1007/s11664-022-09521-x](https://doi.org/10.1007/s11664-022-09521-x).
- 25 Wang L Q, Wang W Y, Huang J H, *et al.* Growth and properties of hydrogenated microcrystalline silicon thin films prepared by magnetron sputtering with different substrate temperatures[J]. *Rare Metals*, 2022, **41**(3): 1037 – 1042.
- 26 Du B Y, Tsui O K C, Zhang Q L, *et al.* Study of elastic modulus and yield strength of polymer thin films using atomic force microscopy[J]. *Langmuir*, 2001, **17**(11): 3286 – 3291. DOI: [10.1021/la001434a](https://doi.org/10.1021/la001434a).
- 27 Jee A Y, Lee M. Comparative analysis on the nanoindentation of polymers using atomic force microscopy[J]. *Polymer Testing*, 2010, **29**(1): 95 – 99. DOI: [10.1016/j.polymertesting.2009.09.009](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2009.09.009).
- 28 Griepentrog M, Krämer G, Cappella B. Comparison of nanoindentation and AFM methods for the determination of mechanical properties of polymers[J]. *Polymer Testing*, 2013, **32**(3): 455 – 460. DOI: [10.1016/j.polymertesting.2013.01.011](https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2013.01.011).
- 29 Bei H, George E P, Hay J L, *et al.* Influence of indenter tip geometry on elastic deformation during nanoindentation[J]. *Physical Review Letters*, 2005, **95**(4): 045501. DOI: [10.1103/physrevlett.95.045501](https://doi.org/10.1103/physrevlett.95.045501).
- 30 刘亚洲. 基于分子动力学的颗粒增强钛基复合材料强化机理研究[D]. 洛阳: 河南科技大学, 2020. LIU Yazhou. Study on strengthening mechanism of particle reinforced titanium matrix composites based on molecular dynamics[D]. Luoyang: Henan University of Science and Technology, 2020.
- 31 王慧颖. 硅通孔铜互连材料力学性能的研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2019. WANG Huiying. Study on the mechanical properties of through silicon via copper[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2019.