doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.2015.01.008

# 循环氩离子轰击对磁控溅射铝膜结构和性能的影响\*

胡 芳,代明江,林松盛,侯惠君,石 倩,赵 利

(1. 广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院)新材料研究所,广州 510651; 2. 广东省现代表面工程技术重点实 验室,广州 510651)

**摘 要:**为了提高烧结钕铁硼永磁材料的耐腐蚀性能,采用磁控溅射技术在钕铁硼表面制备了厚度约为 14.0 μm 的 铝膜,使用循环氩离子轰击铝膜的方法制备了 3 个周期的多层铝膜。利用扫描电子显微镜(SEM)观察铝膜的表面和截 面形貌,X 射线衍射仪(XRD)表征膜层的晶体结构,采用中性盐雾试验测试膜层的耐盐雾腐蚀性能,研究循环氩离子轰 击对铝膜层形貌、结构及耐中性盐雾腐蚀性能的影响。结果表明:与相同厚度的单层铝膜相比,3 个周期的多层铝膜晶 粒均匀细小,膜层的柱状晶结构被打断,内部形成了两个明显的界面;膜层沿(111)晶面择优生长;与厚度相同的单层 Al 膜相比,3 个周期的多层 Al 膜的耐蚀性显著提高,其耐中性盐雾腐蚀时间可达到 312 h。循环氩离子轰击铝膜的方法可 以改善铝镀层的质量和耐盐雾腐蚀性能。

**关键词:** 钕铁硼; 氩离子轰击; 界面; 耐腐蚀 **中图分类号:** TG174, 444 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-9289(2015)01-0049-07

# Influences of Cycles Argon Ion Bombardment on Structure and Properties of Al Films Deposited by Magnetron Sputtering

HU Fang, DAI Ming-jiang, LIN Song-sheng, HOU Hui-jun, SHI Qian, ZHAO Li

(1. New Material Department, Guangdong General Research Institute of Industrial Technology (Guangzhou Research Institute of Nonferrous Metals), Guangzhou 510651; 2. Guangdong Provincial Key Laboratory of Modern Surface Engineering Technology, Guangzhou 510651)

**Abstract:** In order to enhance the anti-corrosion performance of sintered NdFeB, Al films with the thickness of about 14.0  $\mu$ m were deposited on NdFeB magnets by magnetron sputtering technique. Three-period Al multilayer films were prepared by bombarding Al filmsurface using argon ion. The surface and cross section morphologies of the Al films were observed by scanning electron microscopy (SEM), the structure of Al films were characterized by X-ray diffraction instrument (XRD), and the salt spray corrosion resistance was measured by neutral salt spray test. The influences of cyclic argon ion bombardment on the morphologies, structure and salt spray corrosion resistance of the Al films were mainly studied. The results show that the grains of the Al films after cycles argon ion bombardment are uniform and fine. The columnar crystal structure of the film is interrupted by argon ion bombardment, which can be formed into two distinct interfaces in the internal of aluminum films, a (111) plane preferred orientation is observed. The neutral salt spray (NSS) test revealed that three-period aluminum multilayers have much better corrosion resistance than the single aluminum layer with the same thickness. The anti-corrosion time of neutral salt spray can reach to 312 h. The quality and anti-corrosion performance of the Al films can be improved by the method of circulated argon ion bombardment.

Keywords: NdFeB; argon ion bombardment; interface; corrosion resistance

网络出版日期: 2014-11-26 16:14; 网络出版地址: http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20141126.1657.020.html
 引文格式: 胡芳,代明江,林松盛,等.循环氩离子轰击对磁控溅射铝膜结构和性能的影响 [J]. 中国表面工程,2015,28(1):49-55.
 Hu F, Dai M J, Lin S S, et al. Influence of cycles argon ion bombardment on the structure and properties of al films deposited by magnetron sputtering [J]. China Surface Engineering, 2015, 28(1): 49-55.

收稿日期: 2014-09-01;修回日期: 2014-11-12;基金项目: \* 国家科技支撑计划(2012BAE02B01)

通讯作者: 胡芳(1984-), 女(汉), 工程师, 硕士; 研究方向: 材料表面处理; Tel: (020) 6108 6657; E-mail: hufangleaf@163.com

#### 0 引 言

烧结钕铁硼永磁体是由主相 Nd<sub>2</sub> Fe<sub>14</sub> B、富硼 相 Nd<sub>1</sub> +<sub> $\epsilon$ </sub> Fe<sub>4</sub> B<sub>4</sub> 和富钕相组成的多相粉末合金材 料,富钕相作为晶界相包围着主相,而富硼相绝大 多数也存在于晶界中。由于富钕晶界相电位低于 基体相 Nd<sub>2</sub> Fe<sub>14</sub> B 和富硼相 Nd<sub>1</sub> +<sub> $\epsilon$ </sub> Fe<sub>4</sub> B<sub>4</sub>,致使材料 在较高温度和湿度条件下,容易发生晶间腐蚀,从 而降低磁体的磁性能<sup>[1]</sup>。因此,如何提高钕铁硼的 耐腐蚀性能一直是钕铁硼行业关注的焦点。

目前提高钕铁硼永磁体耐腐蚀性能的主要 方法有添加合金元素和外加防护性镀层[2-3]。磁 控溅射技术作为一种外加防护镀层的干法镀膜 技术,具有沉积温度低、膜层成分均匀可控和膜 基结合强度好等特点,该技术绿色环保可替代传 统电镀技术用于钕铁硼表面防护。然而,磁控溅 射的铝膜层为典型的柱状晶结构[4-7],柱状晶边界 倾向于产生缺陷点,提供腐蚀介质的快速传播通 道从而导致薄膜的失效。因此,一些科研工作者 采用磁控溅射技术在 NdFeB 表面制备出不同体 系的铝多层膜,如 Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>[8-9]</sup>、Ti/Al<sup>[10-11]</sup>、Ti/ Al<sup>[12-13]</sup>等,通过多层结构来打断 Al 膜柱状晶生 长方向,从而提高 NdFeB 永磁材料的耐腐蚀性 能。但是,  $Al_2O_3$  和 AlN 具有良好的绝缘性, 镀 膜过程中容易造成靶"中毒",且沉积速率较慢, 分别为 0.04 nm/s 和 0.17 nm/s;谢婷婷<sup>[10-11]</sup>等 人研究发现,采用磁控溅射技术在钕铁硼表面制 备的5个周期的 Ti/Al 多层膜的自腐蚀电流密 度比纯铝膜小近两个数量级,但是该膜层的耐中 性盐雾腐蚀性能却不如纯 Al 膜。

因此,如何进一步提高 NdFeB 永磁材料防 护涂层的耐腐蚀性能仍是研究的热点问题。由 于高能离子轰击会影响薄膜生长的结构,但还未 见到在钕铁硼表面使用循环氩离子轰击铝膜来 制备多层 Al 膜的报道。文中采用负偏压来控制 氩轰击离子能量,通过控制循环氩离子轰击铝膜 的工艺来实现多层铝膜的制备,并对比研究了循 环氩离子轰击对膜层形貌、结构和耐盐雾腐蚀性 能的影响。

## 1 试验与方法

#### 1.1 样品的制备

采用未充磁的 NdFeB 试样,其尺寸为 Φ 30 mm× 4 mm,先采用玻璃珠和棕刚玉的混合砂对其进 行喷砂预处理,再分别将喷砂处理后的 NdFeB 试样和单晶 Si 片分别在丙酮溶液中超声清洗 20 min,烘干后装炉。镀膜设备为J-1250 型柱靶 直流脉冲磁控溅射镀膜机。首先采用氩离子清 洗样品表面,炉压 0.6 Pa,负偏压 800 V,清洗时 间 30 min。离子清洗后镀 Al 膜,具体工艺参数 见表 1 中工艺(1)。所制备的多层铝膜为 3 个周 期,Al 膜沉积时间 6 h,氩离子轰击 Al 膜的总时 间为 1 h。为了研究循环氩离子轰击对 Al 膜的 影响,制备了厚度相同的单层 Al 膜(未使用氩离 子轰击)的试样作为对比样品,具体工艺参数见 表 1 中工艺(2)。

此外,为了验证离子轰击对膜层晶体结构的 影响,作者还采用工艺(3)和工艺(4)在 NdFeB 表面制备了 Al 膜。其中,工艺(3)采用与工艺 (1)相同的镀膜参数,不同的是循环周期为 1,即 先沉积 2 h 的 Al 膜,然后使用 800 V 的负偏压轰 击 Al 膜层 20 min;工艺(4)采用与工艺(2)相同 的镀膜参数,但不同的是镀膜时间为 2 h。

Table 1 Parameters of the deposition conditions for the Al films							
Technique	Deposition pressure/Pa	Current of Al targe/A	Voltage of Al targe/V	Bias/ V	Deposition time/	Time of Ar <sup>+</sup> bombardment/min	Cycle period
No. (1)	0.4	25	520	250 (50%)	2	20	3
No. (2)	0.4	25	520	250 (50%)	6	0	1
No. (3)	0.4	25	520	250 (50%)	2	20	1
No. (4)	0.4	25	520	250 (50%)	2	0	1

表1 铝膜沉积的工艺参数

#### 1.2 结构与性能表征

使用 JEOL JSM-5910 型扫描电子显微镜观

察铝膜层的表面形貌;采用 Supra40 型 Zeiss 场发 射扫描电镜观察铝膜的截面形貌;使用型号为 X'pertPro MRD X 射线衍射仪表征膜层的晶体结构,扫描角度  $10^{\circ} \sim 90^{\circ}$ ,扫描速度  $0.05^{\circ}/s$ 。中性盐雾试验(NSS)在 SH-90 盐雾腐蚀试验箱中进行,采用 5% NaCl 溶液,试验箱内温度为( $35\pm2$ ) °C,溶液 pH 值为  $6.5\sim7.2$ ,压力范围为  $0.8\sim1.2$  Pa。

### 2 结果与讨论

#### 2.1 表面形貌

工艺(2)未使用循环氩离子轰击 Al 膜,所制 备的膜层是单层 Al 膜,在 Si 片和 NdFeB 表面形 貌分别如图 1(a)和图 1(b)所示。可以看出,无论 在哪种基体材料上,未使用循环氩离子轰击的铝 膜晶粒均呈多面体结构,且晶粒之间边界清晰。 所不同的是,在 Si 片表面的铝膜晶粒尺寸大小均 一,平均晶粒大小约为 2 µm,在 NdFeB 表面的铝 膜晶粒却大小不一,晶粒尺寸范围为 2~6 µm,且 出现明显的晶粒团簇现象,形成较多的间隙。这 主要是由于 Si 片表面光洁(Ra 为 0.02 µm),各 处的吸附能差异不大且吸附位置分布均匀<sup>[14]</sup>,因 此,在磁控溅射铝靶时,铝原子的沉积速度比较



(a) Silicon wafer, single Al film

均匀,被离化的金属铝原子能更平稳地沉积在 Si 片表面,故得到的膜质均匀而致密<sup>[15]</sup>。而 NdFeB 表面经喷砂预处理后被粗化(*Ra* 约为 0.82 μm), 表面的吸附能差别较大,因而在吸附能较高的吸 附位置容易形成核,这就是所谓的优先核生长, 因此,所得到的铝膜晶粒尺寸大小不一,且存在 一定数量的间隙<sup>[14]</sup>。

图 1(c)和图 1(d)是在不同基材上采用工艺 (1)所制备的 3 个周期的多层铝膜层的表面形貌。 图 1(c)是 Si 片上多层铝膜的微观形貌,与 Si 片上 所制备的单层 Al 膜(图 1(a))相比,该膜层表面均 匀致密,晶粒明显细小,呈圆形结构,平均晶粒尺寸 约为 1.2 µm;图 1(d)为 NdFeB 表面所制备的多层 铝膜层的表面形貌,可以看出,铝膜的晶粒大小一 致,晶粒尺寸范围为 2~3 µm,与 NdFeB 表面所制 备的单层 Al 膜(图 1(b))相比,间隙数量减少。这 是由于在 800 V 脉冲负偏压的作用下,Ar<sup>+</sup>获得了 相对较高的动能而对铝镀层原子有较好的轰击效 果,在铝镀层沉积中疏松原子层被 Ar<sup>+</sup>轰击掉,结 合较好的镀层被进一步"夯实"所致<sup>[16]</sup>。



(b) NdFeB, single Al film



(c) Silicon wafer, multilayer Al films



(d) NdFeB, multilayer Al films

图 1 不同基材上制备 Al 膜的表面形貌 Fig. 1 Surface morphologies of the Al films deposited on different substrates

#### 2.2 截面形貌

采用场发射扫描电子显微镜观察膜层的截 面形貌,并测量 NdFeB 上 Al 膜的平均厚度,测 试结果为:工艺(1)和工艺(2)所制备的膜层厚度 基本相同,约为14.0 µm,其截面形貌分别见 图 2(b)和图 2(d)所示。

从图 2(a)可以看出,在 Si 片上所制备的单 层 Al 膜晶粒为柱状晶结构,膜基界面平整,且晶 粒尺寸从界面至表面越来越粗大。在 NdFeB 表 面的单层铝膜层也是柱状晶结构(见图 2(b)),与 Si 片不同的是,其膜基界面凹凸不平,这是由于 NdFeB 永磁体镀铝膜前采用了喷砂预处理所致,

喷砂处理可以粗化 NdFeB 表面,这有利于 Al 膜 与 NdFeB 基体之间形成"机械咬合",从而提高 膜基结合力。

由图 2(c)和 2(d)可以看出,无论在 Si 片和 NdFeB永磁体上,工艺(1)所制备的多层铝膜均 是柱状晶结构,膜层内部均出现两个明显的界 面,膜层结构为3层;界面1出现在距膜基界面 4.5 μm 处,界面 2 出现在距膜基界面 9.2 μm 处。界面的产生说明 800 V 脉冲负偏压离化出 的 Ar<sup>+</sup> 打断了铝膜柱状晶生长的方向, Ar<sup>+</sup> 轰击 结束后沉积 Al 膜时,铝离子在界面1和界面2表 面重新形核长大。



(a) Silicon wafer, single Al film







(c) Silicon wafer, multilayer Al films

(d) NdFeB, multilayer Al films

图 2 不同基材上制备 Al 膜的截面形貌

Fig. 2 Cross section morphologies of the Al films deposited on different substrates

#### 2.3 晶体结构

NdFeB 表面镀铝试样的 XRD 图谱如图 3 所

示。工艺(1)所制备的多层 Al 膜的最强峰出现 在  $2\theta$  为 38.5°附近的 Al 峰(见图 3(a)), 对应于 图谱中铝膜层的(111)晶面;而工艺(2)所制备的 单层 Al 膜(见图 3(b))的最强峰出现在衍射角  $2\theta$ 为 44.7° 附近的 Al 峰, 对应于面心立方结构 Al 的(200)面。薄膜的择优取向或织构取决于沉积 条件和后处理工艺[17],造成工艺(1)和工艺(2)膜 层结构不同,可能是离子轰击造成,也有可能与膜 层沉积厚度有关。因此,为了进一步验证离子轰击 对膜层晶体结构的影响,作者采用工艺(3)和工艺 (4)在 NdFeB 表面制备了 Al 膜。结果表明,采 用工艺(3)和工艺(4)在 NdFeB 表面所制备的膜 层厚度相同,均为4.5 µm,其 XRD 图谱分别见图 3(c)和3(d)所示。可以看出,无论是否使用Ar+ 轰击铝膜层表面,在10°~90°范围内,Al 膜层均 出现 5 个相同的特征峰,峰位分别位于  $2\theta =$ 38.5°、44.7°、65.1°、78.2°和82.4°,其衍射指数分 别为(111)、(200)、(220)、(311)和(222),最强峰

都出现在(111)晶面。研究表明,离子轰击对铝 膜层的晶体结构基本没有影响。对比图 3(a)和 图 3(c)可以看出,工艺(1)和工艺(3)所制备的 Al 膜结构是一致的,衍射峰最强峰均出现在(111) 晶面。这是因为 Al 是面心立方的晶体结构,面 心立方金属的密排面(111)具有最低的表面 能[17],所以此时在(111)面择优生长。虽然本研 究结果表明 Ar<sup>+</sup> 轰击对铝膜的晶体结构基本没 有影响,但氩离子轰击铝膜后,膜层表面被夯实, 形成了新的界面,当铝离子在界面上继续沉积 时,(111)晶面的表面能仍然最低,因此,膜层会 继续沿着(111)晶面生长。然而,工艺(2)所制备 的单层 Al 膜沿着(200)晶面择优生长,这可能是 由于膜层生长到一定厚度后,表面能作用减小, 膜层内部的残余应力增加,应变能起主导作用 所致[18]。





#### 2.4 耐盐雾腐蚀性能

以 NdFeB 表面铝膜出现第一点红锈的时间

来定义耐腐蚀时间。试验结果表明:未使用离子 轰击的单层铝膜的耐腐蚀时间为 216 h;而采用 循环氩离子轰击的 3 个周期的多层铝膜,其耐腐 蚀时间可以达到 312 h。图 4 是两组试样 312 h 中性盐雾试验后的宏观形貌。

从图 4 可以看出,经 312 h 中性盐雾试验后, 未使用离子轰击的铝膜表面出现了大面积的红 锈,同时,也存在一定数量的小孔(图 4(a)方框 内),小孔表面及周围存在明显的锈迹。而经过 循环氩离子轰击的铝膜,经过 312 h 的中性盐雾 试验后,表面出现锈迹。研究结果表明,循环氩 离子轰击铝膜后,膜层的耐腐蚀性能明显提高, 其耐腐蚀时间延长了 96 h。从膜层的截面形貌 可以看出,采用磁控溅射的铝膜层,不论有无采 用离子轰击,铝膜层均为柱状晶结构;但是二者 不同的是:未采用离子轰击的单层铝膜,柱状晶 结构从膜基界面贯穿至膜层表面,而且膜层表面



(a) Singe Al film



(b) Multilayer Al films

图 4 NdFeB 镀铝膜试样 312 h 中性盐雾试验后的宏观 形貌

Fig. 4 Macro morphologies of the sintered NdFeB coated Al films after 312 h salt spray test 晶粒间存在明显的间隙,这就成为腐蚀溶液到达 NdFeB基体的直接通道;而采用循环氩离子轰击 的多层铝膜表面均匀致密,晶粒细小且间隙较 少,同时Ar<sup>+</sup>轰击抑制了柱状晶生长使其产生两 个界面,界面的产生也阻断了腐蚀液到达基体的 通道,从而提高了铝膜层的防腐蚀性能。

# 3 结 论

(1)采用磁控溅射技术在钕铁硼(NdFeB)永 磁体上制备了 14.0 μm 铝膜层。采用循环 Ar<sup>+</sup> 轰击处理的多层铝膜,膜层表面晶粒细小且均匀 致密,膜层内部有两个明显的界面。

(2) 在 800 V 负偏压作用下,所离化出的 Ar<sup>+</sup>轰击对 Al 膜层的结构基本没有影响。未使 用循环氩离子轰击的单层 Al 膜层沿着(200)晶 面择优取向,而使用循环 Ar<sup>+</sup>轰击的多层 Al 膜 沿着(111)晶面择优生长。

(3)采用循环 Ar<sup>+</sup>轰击的多层铝膜的耐蚀性 能显著提高,耐盐雾腐蚀时间由 216 h 延长至 312 h。

# 参考文献

- [1] 贺琦军,李卫. 钕铁硼永磁材料防腐蚀研究发展 [J]. 金属 功能材料,2001,8(5):8-13.
  He Q J, Li W. Progress in research on anticorrosion of Nd-FeB permanent magnet [J]. Metallic Functional Materials, 2001,8(5):5-13 (in Chinese).
- [2] 张静贤,张同俊,崔琨. NdFeB永磁材料腐蚀机理与防护
  [J]. 材料开发与应用,2001,16(4):38-41.
  Zhang J X, Zhang T J, Cui K. Mechanism and prevention of NdFeB magnet corrosion [J]. Development and Application of Materials, 2001, 16(4):38-41 (in Chinese).
- [3] 张守民,周永治. NdFeB磁体防腐蚀研究 [J]. 材料保护, 1999, 32 (9): 28-30.
  Zhou S M, Zhou Y Q. NdFeB magnets corrosion research [J]. Materials Protection, 1999, 32(9): 28-30 (in Chinese).
- [4] Mao S D, Yang H X, Li J L, et al. The properties of aluminium coating on sintered NdFeB by DC magnetron sputtering [J]. Vacuum, 2011, 85(7): 772-775.
- [5] Mao S D, Yang H X, Song Z L, et al. Corrosion behaviour of sintered NdFeB deposited with an aluminium coating
   [J]. Corrosion Science, 2011(53): 1887-94.
- [6] Mao S D, Yang H X, Li J L, et al. Corrosion properties of aluminium coatings deposited on sintered NdFeB by ion – beam-assisted deposition [J]. Applied Surface Science,

55

2011, 257: 5581-5.

- [7] 许伟,代明江,胡芳. NdFeB永磁体表面磁控溅射铝防护 涂层性能研究 [J]. 表面技术,2014,43(1):77-80.
  Xu W,Dai M J,Hu F. Corrosion resistance of aluminum film on NdFeB permanent magnets by magnetron sputtering [J]. Surface Technology, 2014,43(1):77-80 (in Chinese).
- [8] Mao S D, Xie T T, Zheng B Z, et al. Structures and properties of sintered NdFeB coated with IBAD-Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayers [J]. Surface & Coatings Technology, 2012, 207: 149-154.
- [9] Mao S D, Yang H X, Huang F, et al. Corrosion behaviour of sintered NdFeB coated with Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayers by magnetron sputtering [J]. Applied Surface Science, 2011, 257(19): 3980-4.
- [10] 李金龙, 冒守栋, 孙科沸, 等. 氮分压对钕铁硼表面直流 磁控溅射沉积 AlN/Al 防护涂层结构和性能的影响 [J]. 中国表面工程, 2010, 23(3): 80-83.

Li J L, Mao S D, Sun K F, et. al. Effect of nitrogen partial pressure on structure and properties of AlN/Al protective coatings on NdFeB by DC magnetron sputtering [J]. China Surface Engineering, 2010, 23(3): 80-83 (in Chinese).

- [11] Li J L, Mao S D, Sun K F, et al. AlN/Al dualprotective coatings on NdFeB by DC magnetron sputtering [J]. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2009, 321: 3799-3803.
- [12] 谢婷婷,冒守栋,郑必长,等.NdFeB表面磁控溅射沉积 Ti/Al多层膜的结构及耐腐蚀性能[J].中国表面工程, 2012,25(3):13-19.

Xie T T, Mao S D, Zeng B C, et. al. Structure and corrosion resistance of Ti/Al multilayers coated on NdFeB magnets by magnetron sputtering [J]. China Surface Engineering, 2012, 25(3): 13-19 (in Chinese).

- [13] Xie T T, Mao S D, Yu C C, et al. Structure, corrosion, and hardness properties of Ti/Al multilayers coated on Nd-FeB by magnetron sputtering [J]. Vacuum, 2012, 86 (10): 1583-8.
- [14] 李春芳. 基材材质及表面粗糙度对 SnO<sub>2</sub> 薄膜结构的影响
  [J]. 武汉化工学院学报, 2004, 26(1): 45-47.
  Li C F. Effects of substrate material and surface roughness on the structure of SnO<sub>2</sub> films [J]. Journal of Wuhan Institute of Chemical Technology, 2004, 26(1): 45-47 (in Chinese).
- [15] 周细应, 严敏杰. 基体表面粗糙度对纳米复合镀层组织及 性能的影响 [J]. 机械工程材料, 2009, 33(6): 22-24.
  Zhou X Y, Yan M J. Influence of surface roughness of substrates on microstructure and properties of nano composite coatings [J]. Materials for Mechanical Engineering, 2009, 33(6): 22-24 (in Chinese).
- [16] 王庆富,鲜晓斌,刘柯钊,等.脉冲偏压对贫铀表面磁控 溅射离子镀铝结合强度的影响[J].原子能科学技术, 2007,41(3):268-272.
  Wang Q F, Xian X B, Liu K Z, et.al. Effect of pulse bias voltage on adhesive strength of magnetron sputtering ion

plated Al coating on depleted uranium surface [J]. Atomic Energy Science and Technology, 2007, 41(3): 268-272 (in Chinese).

- [17] 张建民,许可为. 面心立方多晶薄膜中应变能密度对晶粒 取向的依赖 [J]. 物理学报,2002,51(11):2562-5.
  Zhang J M, Xu K W. Dependence of strain-energy density on the grain orientation in fcc-polycrystalline films [J].
  Acta Physica Sinica, 2002, 51(11):2562-5 (in Chinese).
- [18] Abadias G, Tse Y Y. Determination of intrinsic stresses in textured and epitaxial TiN thin films deposited by dual ion beam sputtering [J]. Surface & Coatings Technology, 2004, 180-181, 33-40.

(责任编辑:黄艳斐)