

厚金属薄膜生产过程中应力来源及表征方法研究现状

王新生^{1,2} 祁道欢² 叶国永¹ 李智超^{3,4} 毕文江^{3,4} 高凯雄⁵

(1. 河南省机械装备智能制造重点实验室, 郑州 430002; 2. 郑州轻工业大学机电工程学院, 郑州 430002; 3. 中光光学集团股份有限公司, 南阳 473000; 4. 河南镀邦光电股份有限公司, 南阳 473000; 5. 中国科学院兰州化学物理研究所, 兰州 730000)

摘要 厚金属薄膜因优异的导电性、导热性等微电子、光学、传感器等领域应用前景广阔。然而, 制备过程中不可避免地会产生残余应力, 影响其力学性能、结合强度和服役稳定性。综述了厚金属薄膜生产过程中应力的来源及表征方法, 系统阐述了传统和新兴表征方法的原理及应用。分析了残余应力通过多尺度耦合机制对薄膜的力学、电学及光学性能的影响, 发现合理调控应力分布是优化薄膜可靠性的关键。最后, 对厚金属薄膜的未来研究方向提出了展望。

关键词 厚金属薄膜; 残余应力; 应力来源; 应力表征; 影响机制

中图分类号 TG113.25; TB383.2

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.T20250119

Research Status of Stress Sources and Characterization Methods of Thick Metal Film During Production Process

WANG Xinsheng^{1,2}, QI Daohuan², YE Guoyong¹, LI Zhichao^{3,4}, BI Wenjiang^{3,4}, GAO Kaixiong⁵

(1. Hennan Key Laboratory of Intelligent Manufacturing of Mechanical Equipment, Zhengzhou 430002; 2. Mechanical and Electrical Engineering Institute, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 430002; 3. Costar Group Co., Ltd., Nanyang 473000; 4. Henan DBOE Co., Ltd., Nanyang 473000; 5. Lanzhou Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000)

Abstract: Thick metal films exhibit broad application prospects in microelectronics, optics, sensors, and other fields due to excellent electric and thermal conductivity. However, residual stress is inevitably generated during preparation process, which affects mechanical properties, bonding strength, and service stability. The stress sources and characterization methods of thick metal films during production process were reviewed, and principles as well as applications of traditional and emerging characterization methods were systematically elucidated. The influence of residual stress on mechanical, electrical, and optical properties of thin films through multi-scale coupling mechanisms was analyzed. The results indicate that reasonable control of stress distribution is the key to optimizing the reliability of thin films. Finally, the future research directions were projected.

Key Words: Thick Metal Film, Residual Stress, Stress Source, Stress Characterization, Influencing Mechanism

厚金属薄膜(厚度为1~100 μm 的金属层)是以纯金属单质、合金等为原料,采用物理或化学方法在基体材料表面制备的二维材料^[1]。以金属材料为主的厚金属薄膜具有良好的导电性能及导热性能,在微电子、光学、传感器等领域获得广泛应用^[2-3]。随着现代科技的快速发展,工业领域对厚金属薄膜的性能要求日益严苛。在微电子行业,厚金属薄膜常被用作导电线路、电极以及互连结构等关键部件,其性能直接影响集成电路的运行速度、稳定性以及可靠性。然而,厚金属薄膜生长时的非平衡过程或者薄膜本身特有的微观结构会

导致薄膜产生一定的内应力(简称应力),影响薄膜的微观结构和光学、力学性能,以及薄膜与基体材料的结合度^[4-6]。本综述深入探讨厚金属薄膜生产过程中应力的主要来源以及对应的表征方法及其对性能的影响机制,旨在为优化生产工艺、提升薄膜质量提供参考。

1 厚金属薄膜中的应力来源种类

1.1 残余应力

厚金属薄膜的残余应力主要来源于:①薄膜生长

收稿日期:2025-03-15;修订日期:2025-05-06

基金项目:国家自然科学基金资助项目(52475224);河南省研发联合基金重大专项资助项目(235200810003);河南省重点研发专项资助项目(261111223000)

第一作者:王新生,男,1981年出生,副教授, E-mail: wangxs@zzuli.edu.cn

通信作者:叶国永,男,1988年出生,教授, E-mail: guoyongye2021@163.com

引用格式:王新生,祁道欢,叶国永,等. 厚金属薄膜生产过程中应力来源及表征方法研究现状[J]. 特种铸造及有色合金, 2026, 46(5): 641-649.

WANG X S, QI D H, YE G Y, et al. Research status of stress sources and characterization methods of thick metal film during production process [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2026, 46(5): 641-649.

过程中某种结构的不完整性(杂质、空位、位错、层错等)、表面能态的存在以及薄膜与基底间的晶格失配,称为本征应力。②制备结束后的降温过程中,薄膜与基底材料的热膨胀系数间的差异导致两者收缩程度不一致引起的应力,称为热应力^[7-8]。

1.1.1 本征应力来源机理

厚金属薄膜中的本征应力是在薄膜沉积时因自身结构特征和生长机制产生的应力^[9],与制备方法、工艺过程、薄膜及基体材料有关,分为界面应力和生长应力^[10]。其形成机制复杂,主要来源有物理气相沉积非平衡生长、膜基晶格失配、薄膜与基体热膨胀系数不匹配等,共同构成残余应力^[11]。对于厚金属薄膜,其本征应力(σ_i)主要源于薄膜生长阶段,且与生长条件密切相关,可表征为:

$$\sigma_i = \sigma_{sh} + \sigma_{diff} + \sigma_{ip} \quad (1)$$

式中, σ_{sh} 为晶粒生长过程中体积收缩引起的拉应力; σ_{diff} 为吸附原子向晶界扩散引起的压应力; σ_{ip} 为与生长表面离子辐照有关的本征压应力^[12]。

Cu金属薄膜属于高迁移率薄膜,因此研究者对于Cu金属薄膜中不同本征应力状态的形成机制作出了解释。关于薄膜岛状生长阶段压应力的起源,CAMMARATE C R等^[13]指出,岛状结构中表面原子与内部原子的成键状态存在显著差异,引发Laplace压力^[14]进而产生表面应力。此外,除岛状生长阶段的压应力和岛合并形成晶界时因表面能变化导致的张应力快速上升外,薄膜在连续生长阶段的本征应力会因沉积条件的不同而呈现出多样化特征。樊沁娜等^[15]通过观察电沉积黄铜薄膜过程裂纹形态的演变,并原位测量生长应力,建立了薄膜应力梯度与开裂行为之间的联系。发现黄铜薄膜电沉积过程中的生长应力显著影响着其裂纹形态。在薄膜生长初期,压应力的存在能够抑制开裂且随着沉积时间的延长,不断增大的生长张应力使薄膜表面裂纹逐渐向内部扩展。

晶格失配应力是指厚金属薄膜沉积于基底上时,由于薄膜材料与基底材料的晶格常数存在差异,薄膜原子为适应基底晶格结构而发生晶格畸变,从而在薄膜内部产生的应力^[16]。吕建国等^[17]在研究薄膜内应力与应变关系的基础上,通过建立力学模型,给出晶格失配应变和应力,并讨论了失配位错应力及允许产生位错的薄膜临界厚度。图1为失配应力产生原理图^[17]。当薄膜基体完全接合时,即薄膜与基体晶格点阵完全连接,而对于均匀各向同性体,在薄膜内产生失配应变,从而引起失配(外延)应力的产生。

部分厚金属薄膜在沉积后,由于后续的加工处理

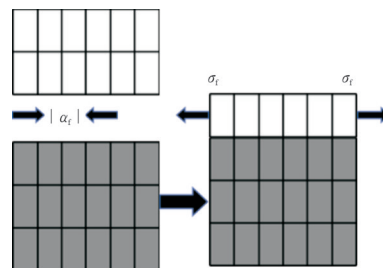


图1 失配应力产生原理图^[17]

Fig.1 Generation mechanism of mismatch stress^[17]

(如热处理)或者在特定使用环境下可能会发生相转变,新相和原相的晶格常数不同,产生晶格失配应力^[18]。一些钛合金薄膜经特定温度和时间的热处理后,内部会发生固态相变,不同相的原子排列方式、晶格间距等有所变化,薄膜内部会因这种晶格结构的改变而产生应力,从而影响薄膜的力学、电学性能等^[19]。

1.1.2 热应力来源机理

厚金属薄膜在制备过程中,膜/基体系会经历升温-降温的过程,因此薄膜应力状态会受到其本身的热膨胀系数(CTE)的影响^[20]。厚金属薄膜与基底材料的热膨胀系数不同,在冷却过程中会产生热应力^[21]。金属薄膜与基底的热膨胀系数差异会导致冷却时界面应力:当薄膜系数高于基底时,收缩受约束产生压应力,差异过大会因应力集中引发裂纹(结合强)或脱落(结合弱);反之,薄膜系数低于基底时产生拉应力。因此,应力性质和界面结合强度共同决定了薄膜的失效形式^[22]。此外,在薄膜的后续使用阶段,其所处环境温度的变化(如电子设备工作时的发热或温度交变环境)会基于热胀冷缩原理重新激发或改变热应力,进而持续影响薄膜的力学性能和结构完整性。薄膜的热应力 σ_{th} 可以表示为:

$$\sigma_{th} = \frac{E_f}{1 - \nu_f} \int_{T_0}^{T_1} (\alpha_s - \alpha_f) dT \quad (2)$$

式中 E_f 、 ν_f 分别为薄膜的杨氏模量与泊松比; α_s 、 α_f 分别为基体和薄膜的热膨胀系数。

薄膜的非平衡生长特性、薄膜与基体界面的晶格失配,以及薄膜与基体材料热膨胀系数的差异等因素,均会对薄膜的残余内应力产生显著影响^[23]。残余应力不仅会显著改变薄膜的折射率和电导率等物理性能,还会对其结合性能和断裂性能等产生重要影响。过大的残余应力通常对薄膜有害,若不加以控制,可能会降低薄膜的使用寿命,进而限制薄膜的应用范围。薄膜与基体界面的晶格失配和热膨胀系数差异属于材料的固有属性,这些因素在薄膜制备完成后通常不会对其组织结构和性能产生显著影响。然而,薄膜在非平衡生长过程中形成的亚稳态组织结构,在外界服役环境

和时间的共同作用下,可能会发生组织结构的演变,从而导致薄膜性能的变化,进而影响其长期服役稳定性。因此,为了提高薄膜的长期服役稳定性,深入研究薄膜亚稳态组织结构在沉积完成后的长期演变规律,以及组织结构变化对性能的影响规律,具有重要的科学意义和实际应用价值。

2 厚金属薄膜应力表征方式

目前,对于膜基结构的应力研究,大多集中于宏观应力层面,通过力学手段测量基底或薄膜内部的变形或是应变,再依据弹性力学原理推导薄膜应力。然而,厚金属薄膜材料常表现出塑性变形、蠕变、屈服和断裂等复杂的力学行为,其内部力学行为的分析和力学参数的测量面临诸多挑战。

对于厚金属薄膜中主要面临的困难是应力的表征方法研究,目前已有研究者对薄膜应力的表征做出了相关研究。马一博等^[24]对常用的厚金属薄膜表征方法进行总结。基于Stoney公式的基底曲率法巧妙地将薄膜应力用基底曲率的变化表示,而与薄膜本身的性质无关,这种方法适合测量几乎所有类型的薄膜材料。结晶薄膜通常使用X射线衍射(XRD)技术测量峰位衍射角,由衍射角变化计算薄膜应力。非结晶薄膜也可使用拉曼光谱(Raman)分析特征拉曼峰偏移,半定量计算薄膜应力。此外还有中子衍射法^[25]、纳米压痕法(NIM)^[26]、巴豪森噪声法(Magnetic barkhausen noise, MBN)^[27]、光纤光栅法(Fiber bragg grating, FBG)^[28]、开尔文探针力显微镜法(Kelvin probe forcemicroscope, KPFM)^[29],但只适合测量某些特殊的薄膜-基底体系。

2.1 Stoney公式法

Stoney公式是基底曲率法测量薄膜应力的理论基础,在薄膜应力的测量中得到广泛应用^[30]。在薄膜残余应力的作用下,镀有薄膜的基底会发生挠曲,这种变形尽管很微小,但通过激光干涉仪或者表面轮廓仪,能够测量到挠曲的曲率半径。基底挠曲的程度反映了薄膜残余应力的大小,Stoney给出了二者之间的关系:

$$\sigma_f = \left(\frac{E}{1 - \nu_f} \right) \frac{S t_s^2}{6 r t_f} \quad (3)$$

式中, t_f 和 t_s 分别为薄膜和基底的厚度; r 为曲率半径。

2.1.1 悬臂梁法

悬臂梁法作为薄膜应力表征的关键力学检测技术,其理论基础源于薄膜-基底体系的应力耦合效应。该方法通过监测镀膜引发的基底曲率变化实现应力定量分析:当薄膜呈现压应力状态时,基底产生正向曲率

(凸起变形);反之,张应力则导致负向曲率(凹陷变形)^[31]。基于此,可构建机械式悬臂梁装置,见图2。该装置由固定基板一端的夹具和用于测量另一端悬空基板变形量的测试装置组成,通过在基底表面镀膜前后分别测量自由端的位置,计算其位移量,并结合修正后的Stoney公式,求得薄膜应力的大小。该方法适用于基片弹性良好、厚度均匀且薄膜厚度与试样长度比值较小的试样。王姗姗等^[32]采用悬臂梁法在线测量了Fe基体上的Ni膜和Cu基体上的Ag膜中的平均应力。结果表明,两种膜的内应力均由界面应力引起的,平均内应力的试验值和理论值具有相同趋势。

在采用悬臂梁法测定时,Stoney公式被改写为:

$$\sigma = \frac{E_s t_s^2 \delta}{3(1 - \nu_f) t_f L^2} \quad (4)$$

式中, δ 为基底自由端的挠度; L 为基底长度。

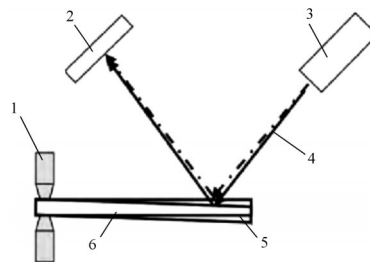


图2 微悬臂梁示意图^[33]

Fig.2 Schematic diagram of microcantilever beam^[33]

1. 夹具 2. 光源探测设备 3. 激光器 4. 镀膜前 5. 镀膜后 6. 试样

悬臂梁法通过测量薄膜沉积前后悬臂梁的曲率半径变化计算应力,其优势在于灵敏度高(可达0.1 MPa量级)且适用于宽厚度范围(10 nm~10 μm),尤其适用于多层膜结构分析。但该方法对基底材料均匀性及夹持条件极为敏感,热膨胀系数失配引起的温度漂移误差可达15%~20%,需在恒温真空环境中操作,显著提高了成本。然而,其理论模型的局限性制约了其在厚膜及复杂应力场分析中的应用。未来发展将聚焦于多尺度、多物理场耦合表征技术的融合创新:一方面,通过引入微区曲率扫描技术或结合DIC方法,提升应力分布的空间解析能力;另一方面,发展修正型Stoney模型(如考虑基底塑性变形或薄膜-基底界面滑移效应),以拓展其在厚膜体系中的适用性。

2.1.2 基片曲率法

基底曲率法测量薄膜应力引起的基底形变,结合Stoney公式计算应力。但该方法主要是通过测量基底镀膜前后的曲率变化来计算薄膜应力。基片曲率法主要应用于圆形或长方形的基底。当薄膜沉积到基片上时,薄膜与基片之间产生二维界面应力,使基片发生微小的弯曲^[34]。从几何学和力学原理能够简单地推导出

基片曲率变化与薄膜应力的对应关系,同时假设圆片的曲率半径为 R_0 ,镀膜后其曲率半径为 R ,当圆片的厚度 t_s 比 R 充分小时,薄膜应力的Stoney公式可表示为:

$$\sigma = \frac{E_f t_s^2}{6(1-\nu_f)} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right) \quad (5)$$

式中,若 E_s, ν_f, t_s, t_f 为已知量,则只要测出 R 和 R_0 ,便可以计算出内应力的值。

(1) 牛顿环法 牛顿环法作为基片曲率法的典型表征手段,其原理建立于薄膜应力诱导的基片形变与光干涉效应耦合机制。当在具有纳米级表面粗糙度($R_a < 5 \text{ nm}$)的基片表面沉积均匀薄膜时,基片曲率半径(R)将随薄膜应力状态发生显著改变:压应力导致曲率半径减小(基片凸起),张应力则引起曲率半径增大(基片凹陷)。根据式(5)计算出薄膜的应力。测量时,将基底放在光学平面上,用垂直于光学平面的光照射,在基片和光学平面间将产生牛顿环,根据牛顿环的性质得到:

$$R = \frac{D_m^2 - D_n^2}{4\lambda(m-n)} \quad (6)$$

式中, λ 为光源的波长; m 和 n 为牛顿环的级数; D_m 和 D_n 为第 m 条和第 n 条牛顿环的直径;将 R_0, R 的数值代入式(6)可得到薄膜的应力。

图3为牛顿环法薄膜应力测量装置。由He-Ne激光器发出的激光经扩束镜成为发散光束,再经会聚透镜成为平行光束投射到分光镜上。分光镜(倾斜度可调)一方面能使光束经其反射后垂直入射到待测试样上,另一方面可以透光,故可在其上的显微镜中观察由空气劈尖产生的干涉条纹。垂直入射的激光束平行照射到半透膜平面和待测平面上,两平面反射光产生的等厚干涉条纹经光学透镜呈现在测微目镜中。

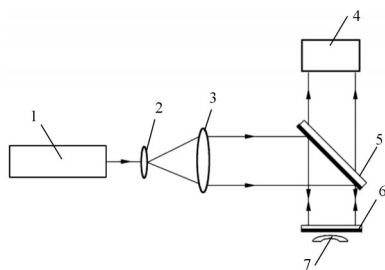


图3 牛顿环薄膜应力测量示意图^[35]

Fig.3 Schematic diagram of stress measurement of Newton ring film^[35]

1. He-Ne激光器 2. 扩束镜 3. 透镜 4. 显微镜 5. 分束器
6. 光学平面 7. 薄膜试样

此方法数据易处理和保存,精度较高,且操作简便,设备体积小,能够节省空间。尽管实际测量结果的精度与理论精度有一定偏差,但在一般情况下能够满足多种薄膜的测量需求并能够基本准确地反映薄膜应

力的大小及变化情况,具有广阔的应用前景。

(2) 光杠杆法 光杠杆法利用光学反射原理,将微小的机械位移转换为光学信号进行放大测量。当激光照射在反射镜上时,反射镜的微小位移会导致反射光束的方向发生显著变化。通过测量反射光束的偏移量,可以精确推算出反射镜的位移,进而得到薄膜应力引起的基底或薄膜的曲率变化。图4为光杠杆法原理图^[36]。通过电机驱动待测试样沿直径方向匀速移动,试样的曲率变化会导致反射光与入射光之间形成一定的角度偏差。当移动单位距离 ΔX 后,由于探测器上的移动距离变化 ΔD 远小于光程 L ,故待测试样移动产生的角度变化 $\Delta\theta \approx \Delta D/L$,对应的弧切角变化 $\Delta\alpha = \Delta\theta/2 = \Delta D/(2L)$ 。根据弧长公式,可以推导出试样的曲率半径:

$$W = \frac{\Delta I}{\Delta\alpha} = \frac{\Delta X}{\Delta\alpha} = \frac{2L\Delta X}{\Delta D} \quad (7)$$

式中, ΔI 为对应的移动单位距离的弧长。由式(7)表明,薄膜的曲率半径与单位移动距离、测量光路长度和位置传感器上相邻光束的距离有关。

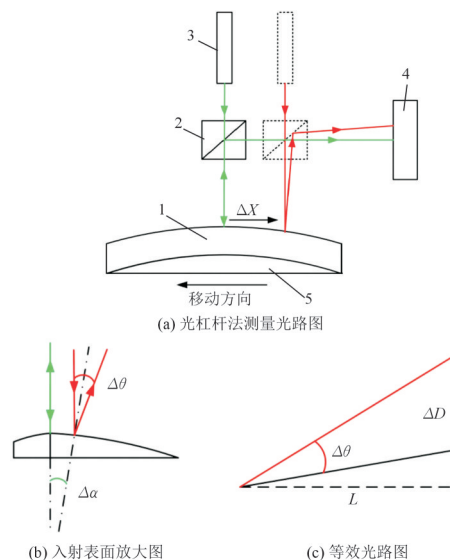


图4 光杠杆法原理图^[36]

Fig.4 Schematic diagram of optical lever method^[36]

1. 薄膜 2. 分束器 3. 激光器 4. 位置传感器 5. 基板

该方法具有较高的测量精度,且适用于多种薄膜材料(如金属、陶瓷及半导体),尤其在实验室环境中对平面基底的应力分析表现突出。然而,该方法对基底的平整度、厚度均匀性及刚性要求苛刻,限制了其在柔性基底或非平面结构中的应用。此外,该方法在薄膜生长过程的原位应力监测中具有不可替代的优势,但需结合其他技术(如X射线衍射、拉曼光谱)实现多维度应力分析。未来发展可在以下方面进行研究应用: ①改进光学检测技术(如引入数字全息干涉或激光扫描共焦显微镜)以提升曲率测量灵敏度和空间分辨率。

②构建多物理场耦合模型(如考虑温度-应力-结构变形的动态响应),突破传统弹性理论的适用边界。③开发适用于复杂基底(如曲面、多孔或纳米结构)的应力表征方法,拓展其工程应用场景。通过技术革新与跨学科融合,基片曲率光杠杆法有望在柔性电子、微纳器件及生物医学材料等领域发挥更重要的作用。

2.2 纳米压痕法(NIM)

NIM技术是近年来较常用的一种接触式测量薄膜应力的方法。董美伶等^[37]对NIM测量薄膜残余应力的理论基础和发展历程进行介绍:其是以Hertz理论为基础建立起的一项测试技术,属于固体法相接触中的非接触方式,因此会对薄膜产生损伤。图5为典型的纳米压痕加载和卸载曲线示意图。其中 P_m 为最大荷载; h_i 为刚达到最大荷载时的压痕深度,即持荷平台段的起始压痕深度; h_m 为最大压痕深度; h_f 为完全卸载后的残余压痕深度; h_c 为压痕接触深度; S 为卸载曲线顶部的斜率, $S=P_m/(h_m-h_c)$,即为接触刚度。该方法使用各种形状的压头对材料表面施加压力,通过对在材料表面的压痕区域进行测量和分析,通过加载和卸载两条曲线,可推导出薄膜内部的残余应力等力学参数。

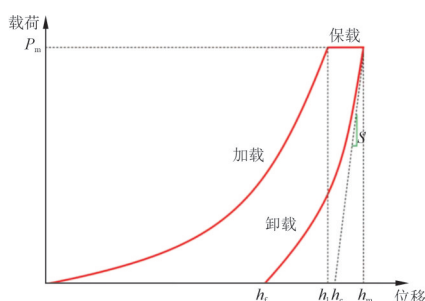


图5 纳米压痕试验原理^[38]

Fig.5 Principle of nanoindentation experiment^[38]

NIM使用的仪器为纳米压痕仪,纳米压痕仪的基本测量参数是位移,分辨率为0.01 nm,压头压入被测试样可以产生纳米尺度的压痕。纳米压痕仪的理论基础是Oliver-Pharr法^[39],应用Suresh模型通过对比试样有无应力的情况下压痕接触面积差异计算残余应力。

残余应力(张应力):

$$\sigma = H \left(\frac{A_0}{A} - 1 \right) \quad (8)$$

残余应力(压应力):

$$\sigma = \frac{H}{\sin \alpha} \left(\frac{A_0}{A} - 1 \right) \quad (9)$$

式中, H 为铜薄膜的硬度; A_0 为无应力试样接触面积的投影值; A 为有应力试样接触面积的投影值; α 为压头的压入角度,其中玻式压头 $\alpha=24.7^\circ$ 。

章莎等^[40]利用NIM对电沉积镍镀层的残余应力进

行了测量,发现普通镀镍带中的镀层存在残余拉应力,而经过热处理后,镀层的残余拉应力显著减小。此外,经过热处理的镀镍带在轧制后,镀层的拉应力转变为压应力,再结晶处理同样使镀层的拉应力转变为压应力,且轧制后的再结晶镀镍带的残余压应力进一步增大。董健等^[41]通过球形压头纳米压痕试验,结合最小二乘曲线拟合法,提取了磁控溅射铝薄膜的屈服应力。测得磁控溅射铝薄膜的屈服应力为 (371 ± 89) MPa。该方法不仅适用于磁控溅射铝薄膜,还可用于测量其他薄膜材料以及小体积材料的力学特性。LIU J等^[42]利用纳米压痕法成功检测出不同厚度铜薄膜的残余应力。

近年来,NIM技术得到了迅速的发展,其由于对构件的损害属于无损或者微损范围,且操作简便,残余应力的计算模型较为丰富,可以快速有效地测量残余应力,成为研究材料及构件残余应力的重要技术。随着现代科学的飞速发展,纳米压痕技术将会在测量精度上不断提高,适用领域更加广泛,测试所得到的力学信息更加全面,逐渐进化为更加成熟的技术。

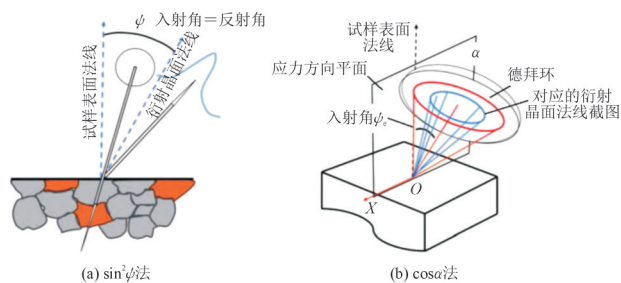
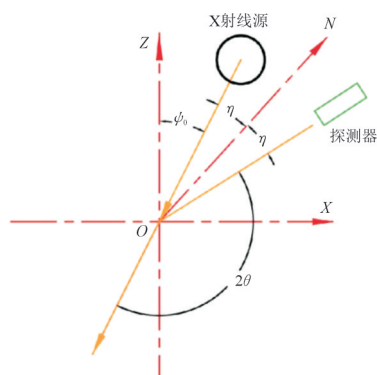
2.3 X射线衍射法

XRD技术被广泛应用于材料研究的多个领域,尤其在晶体应力测量方面具有重要价值。晶体在不受外力时,其内部晶格间距是均匀的,而当受到外部载荷时,从宏观角度看,晶体结构会产生应变,从微观角度看,晶格会发生畸变,导致衍射峰位置的变化,通过测量这种变化,可以计算出应变,进而反推出薄膜的应力。假设无畸变和受载荷作用产生畸变的晶格间距分别为 d_0 和 d ,则薄膜应力 σ 可表示为:

$$\sigma_f = \frac{E_f(d_0 - d)}{2\nu_f d_0} \quad (10)$$

XRD表征厚金属薄膜的方法主要有 $\sin^2\psi$ 法、 $\cos\alpha$ 法和掠入射X射线衍射法,具有高精度、非破坏性和适用范围广等特点。图6分别为 $\sin^2\psi$ 法和 $\cos\alpha$ 法的示意图,图7为XRD检测原理图,图中 η 角为无应力状态下1/2干涉圆锥的半顶角。X射线应力分析仪通过检测不同方向的 ψ 角来测量材料在应力-应变下的晶格间距,测量试样始终保持静止状态,通过旋转摇臂改变X射线和计数管相对于试样表面的倾角得到不同方向的 ψ 角。若表面存在残余应力,X射线会发生衍射现象,最终被探测器接收,得到材料表面的残余应力数值。

杨帆等^[45]介绍了XRD技术在薄膜残余应力中的应用。李佳等^[46]采用掠入射侧倾法对 SiO_2 基底上的Be薄膜残余应力进行了分析。相比传统衍射几何方法,该方法显著提高了衍射信噪比,使得薄膜应力拟合曲线的线形更为理想。利用不同掠入射角下X射线的穿

图 6 X 射线衍射示意图^[43]Fig.6 Schematic diagram of X-ray diffraction^[43]图 7 X 射线衍射法检测原理图^[44]Fig.7 Detection principle diagram of X-ray diffraction^[44]

透深度差异,能够获得应力在深度方向上的分布规律。此外,通过测量薄膜面内不同方向的残余应力,发现其应力值相同,从而确定薄膜处于等双轴应力状态。洪波等^[47]利用 XRD 方法对电沉积铜薄膜的内应力及其织构特征的研究发现,随着薄膜厚度的增加,薄膜内应力呈增大趋势。电沉积铜薄膜表现出较强的丝织构,且随着内应力的增加,丝织构进一步增强,同时薄膜中还叠加了板织构的特征。

综上,XRD 应力表征技术凭借其独特优势在材料分析领域占据重要地位。该方法无需依赖标准试样,可直接实现材料体系的原位应力测量,适用于宏观材料体系与微观结构的应力分析。然而,该技术受限于晶体材料的周期性晶格结构,难以对非晶态、无定形材料或复杂纳米结构进行有效应力表征,制约了其在非晶合金、高分子复合材料等新兴领域的普适性应用。

2.4 新兴应力表征技术

随着材料科学与工程技术的快速发展,一些新兴的应力表征技术在跨尺度高分辨成像技术上取得突破性进展,包括同步辐射 X 射线衍射技术(SR-XRD)、数字图像相关(DIC)方法。SR-XRD 是基于传统的 X 射线衍射方法并进一步改善,该方法具有高亮度、高准直、高纯净、高时间分辨率、高空间分辨率、穿透深度大等显著优势,是一种无损原位精确表征工程材料和关键构件残余应力的方法^[48]。NAYAK S 等^[49]使用专为二维同步加速器 X 射线衍射技术设计的定制沉积装置,研究了阴极电

弧蒸发 AlTiN 薄膜中内应力的产生,观察到超过阈值晶粒尺寸(约 14 nm),应力与平均晶粒尺寸成反比,并且随着薄膜厚度的增加,可以观察到压应力松弛。WANG J 等^[50]使用原位同步加速器 X 射线衍射实时研究了溶质(Mo)对纳米晶 Ni 和 Ni-Mo 薄膜在加热时应力发展的影响。发现 Ni 和 Ni-Mo 薄膜在加热过程中不同的本征应力演变是由于 Mo 合金化对 GB(晶界)的改性造成的,包括 GB 非晶化、GB 松弛和 GB 偏析。

DIC 技术基于表面散斑场灰度匹配原理,通过归一化互相关算法实现全场位移场精确测量,其具有非接触式、全场测量及环境适应性强等突出优势,在柔性薄膜材料变形表征领域展现出独特价值^[51]。成文杰等^[52]采用数字图像相关方法对 ZnS:Cu²⁺-PDMS 应力发光薄膜进行拉伸测试,获得其全场变形、应变分布信息,证实其具有良好的柔弹性形变性能。王浩等^[53]将数字图像相关方法与低温拉伸系统相结合,对不同含量 TiO₂/PI 薄膜于 -60~18 °C 下进行单轴拉伸试验,获得了该种薄膜低温应力-应变曲线及其弹性模量。

SR-XRD 技术凭借其高亮度、高通量和高准直性,能够实现对金属材料的大深度穿透,同时兼具优异的时间分辨率和空间分辨率。结合特定试验环境与装置,该技术能够以原位、无损的方式精准表征工程材料在加工、制造及热处理等工艺流程中残余应力的演变规律。目前,国际上已广泛运用该技术对工程材料残余应力展开深入研究,并在航空、航天等高端装备工业领域得到充分应用。相比之下,我国在该技术的工业应用方面尚处于起步阶段,面临着应用范围狭窄、测试经验欠缺以及相关计算方法不完善等问题。因此,亟待进一步开发与拓展同步辐射衍射技术在金属材料及构件残余应力表征与应用研究中的潜力,充分挖掘其高通量、高准直、高分辨率的优势,以更好地服务于高端装备工业的基础研究与工业应用。DIC 技术在极端环境适应性与多尺度兼容性方面展现出显著的技术优势。然而,当前关于 DIC 方法用于薄膜材料变形行为测量的研究主要聚焦于室温及高温领域,低温领域的相关研究相对匮乏。因此,开展基于 DIC 方法的薄膜材料低温变形测试技术的应用性研究具有重要的现实意义。未来在智能制造领域,其与工业机器人及在线检测系统的集成,可实现汽车覆盖件成形极限的实时评估;在航空航天领域,三维 DIC 系统与结构健康监测网络的协同部署,为飞行器关键承力构件的全生命周期可靠性管理提供了创新解决方案。

3 应力对薄膜性能的影响机制分析

表 1 总结了厚金属薄膜应力表征检测技术的适用

范围、测量精度、关键影响因素、优点和局限性。残余应力对厚金属薄膜性能的影响机制已成为当前材料科学与固体力学领域的研究重点,主要影响包括电学性能、光学性能以及力学性能等,而这些性能往往会直接影响薄膜的可靠性。邱龙时等^[54]通过结合曲率法和有限元法研究了残余应力对薄膜的力学性能的影响。结果表明,残余压应力有利于提升薄膜的硬度、断裂韧性以及耐磨性,而过高的残余压应力将导致结合性能的下降,应合理调控薄膜内部的残余应力大小。此外,薄膜结构中产生的残余应力对薄膜的脆性、附着力等也会产生影响。SKORDARIS G 等^[55]采用不同的基体偏置电压制备了薄膜结构中具有不同压缩残余应力的涂层硬质合金刀片,通过纳米冲击试验和倾斜冲击试验来确定薄膜的内聚力和脆性。结果表明,压缩残余应力导致薄膜屈服应力的增加,从而增加薄膜内聚力。薄膜阻力与压缩残余应力的走向具有最大值,这种最大应力的存在与改进的薄膜力学性能和涂层-基材界面中的有效粗糙度锁定有关。CHENG G A 等^[56]采用磁滤真空电弧蒸发沉积法制备不同残余应力的 TiAlN 薄膜的力学性能。TiAlN 薄膜的力学性能随 TiAlN 薄膜中存在的残余应力而变化。对于较低的残余应力, TiAlN 薄膜的纳米压痕硬度和模量分别为 18.96 GPa 和 210.16 GPa。随着残余应力的增加, TiAlN 薄膜的压痕硬度和模量降低。

表 1 厚金属薄膜应力表征方法比较总结

Tab.1 Comparison and summary of stress characterization methods for thick metal films					
检测方法	适用范围	关键影响因素	准确度	优点	局限性
Stoney 公式法	全局	薄膜附着性 薄膜均匀性	较高	简单易行 适用性广	空间分辨率低 薄膜厚度限制
纳米压痕法	局部 细节	表面粗糙度 压头几何形状	较高	高空间分辨率 微损/非破坏性	厚度极限 动态响应限制
X 射线衍射法	局部 细节	试样结构 晶粒尺寸	极高	非破坏性 高空间分辨率	设备成本高 厚度敏感性
同步辐射 X 射线衍射法	局部 细节	光源特性 试样制备	极高	高穿透性 快速采集	设备昂贵 试样限制
数字图像相关法	全局	成像系统 散斑质量	极高	全场测量 高灵活性	空间分辨率 环境适应性

Nb 薄膜已被广泛研究用于许多应用,包括超导电路、量子比特、超导腔、光子探测器、电力电子学和高温等离子体^[57]。研究表明,厚度、密度、晶粒尺寸、表面粗糙度和结晶度等微观组织参数对 Nb 薄膜的超导性能有显著影响^[58]。然而, Nb 薄膜中存在的残余应力会影响薄膜结构中的力学性能,通过改变沉积压力,使用磁控溅射系统将铌(Nb)薄膜沉积在 Si 衬底上。RAO P 等^[59]通过将沉积压力从 0.15~0.60 Pa 系统的变化,研

究了沉积压力对微观结构、残余应力的影响,在较低沉积压力下生长的薄膜具有光滑的表面和更紧凑的结构,有利于降低电阻,但具有较高的压应力。

综上,厚金属薄膜中的残余应力对薄膜的性能有着复杂且多面的影响机制,残余应力通过多尺度耦合机制显著影响其电学、光学及力学性能^[60]。当前研究仍面临残余应力精确调控技术与多场耦合下界面失效机制的理论瓶颈,未来需结合原位力学测试与相场模拟,建立应力-结构-性能的跨尺度预测模型,并探索基于纳米层状结构设计的应力梯度优化策略,为高性能薄膜器件的可靠性设计提供理论支撑。

4 总结与展望

随着对厚金属薄膜应力的深入研究,厚金属薄膜的应力表征技术取得了较大的进步和发展,不同的表征方式得到的应力类型也会有差别。在厚金属薄膜的应力表征方法方面,Stoney 公式法、NIM 和 XRD 作为主流技术,已广泛应用于薄膜应力的定量分析。另外,一些新兴的薄膜应力表征技术如 SRXRD、DIC 方法也逐渐取得了技术上的发展。其中,基底曲率法凭借其实用性和普适性成为工业检测的重要手段;NIM 在微区应力测量中展现出独特优势;XRD 则通过晶格畸变分析实现了高精度、非破坏性测量。但现有表征方法多基于宏观力学模型,难以精准反映薄膜微观结构(如纳米级缺陷、梯度界面)对应力的影响。其次,复杂工况下的动态应力演化(如温度循环、机械载荷)仍缺乏有效的实时监测手段。部分技术(如 NIM)可能对薄膜造成损伤,限制了其在超薄或功能化薄膜中的应用。此外,SRXRD 和 DIC 在技术上进行了创新。这些方法在精度、适用范围、测量深度等方面各有优势,为厚金属薄膜的力学性能研究提供了多样化的工具。

尽管厚金属薄膜应力表征技术已取得了长足进展,但目前仍面临一些挑战。①在复杂工况(如高温沉积、动态载荷)下,现有的表征方法误差易受热噪声、界面效应等多物理场耦合干扰,尤其对纳米级残余应力与微区应力梯度的分辨能力仍显不足。②在高精度高精检测应力领域,仍存在技术复杂、成本高难以大范围检测等问题。③在微纳尺度薄膜或复杂形状和结构的薄膜研究中,往往会受到尺寸、形状和结构等限制。

通过将不同的表征方法相结合,利用各方法的优点从而能够克服单一技术的局限性,可以显著提高应力表征的准确性、可靠性和全面性。近年来,随着微纳制造与极端服役环境对薄膜可靠性要求的提升,应力表征研究呈现以下趋势。

(1)多物理场耦合测量技术的融合 未来的研究将更加注重多物理场耦合效应的表征,如温度场、电场、磁场与应力场的相互作用。通过开发能够同时测量多种物理量的原位表征技术,如原位X射线衍射结合热膨胀系数测量,可以更全面地理解厚金属薄膜在复杂环境下的应力响应机制。

(2)高精度与高分辨率的原位测量技术 随着薄膜制备技术的进步,厚金属薄膜的厚度和结构复杂性不断增加。因此,开发更高精度和分辨率的原位测量技术,如纳米压痕技术结合原位扫描电镜(SEM)或透射电镜(TEM),将成为未来研究重点。

(3)基于大数据与人工智能的应力预测模型 借助大数据分析和人工智能算法,可以对厚金属薄膜的应力分布进行更精准的预测。通过对大量试验数据的挖掘和分析,建立应力与薄膜制备工艺、微观结构之间的定量关系,从而实现了对薄膜应力的主动调控。

(4)多尺度应力表征方法的集成 未来的研究将更加注重从微观到宏观的多尺度应力表征方法的集成。通过结合微观尺度的原位测量与宏观尺度的力学模型,可以更全面地理解厚金属薄膜的应力状态,为薄膜的设计和应用提供理论支持。

综上,厚金属薄膜应力的来源和表征方法是影响其性能和应用的关键因素。未来研究需进一步突破现有技术的局限性:针对高熵合金、纳米复合薄膜等新兴材料,需开发兼顾界面效应与各向异性响应的表征模型;面向柔性电子与航空航天领域,亟需发展极端环境(如超低温、强辐照)下的原位校准方法。通过理论建模、试验与计算工具的协同创新,厚金属薄膜应力表征将朝着高精度、智能化、工况适配性强的方向持续演进,为高性能薄膜器件的设计与可靠性评估提供参考。

参 考 文 献

- [1] 冬远,周甜,陈强,等.钎金属薄膜制备方法的研究现状与进展[J].真空,2022,59(5):7-13.
- [2] HU K, XU X, HU Q F, et al. Evident thickness effect on structure and mechanical properties of molybdenum films[J]. Thin Solid Films, 2023, 768: 139 724.
- [3] ANNA K, GEBHART D D, CHRISTOPH G, et al. Creep-dominated fatigue of freestanding gold thin films studied by bulge testing[J]. Materials Science & Engineering, 2023, A887:145 759.
- [4] 冉春华,金义栋,祝闻,等.应力对薄膜结构与性能影响的研究现状[J].材料导报,2013,27(5):139-142.
- [5] 徐鹏,张萌.薄膜应力测量研究现状[J].科技广场,2006(12):125-126.
- [6] LI W J, XIAO S, ZHANG X B, et al. Effects and modulation mechanism of crystal structure on residual stress of Cu films used for metallization[J]. Thin Solid Films, 2024, 807: 140 556.
- [7] DAVIS C S, MARTINA D, CRETON C, et al. Enhanced adhesion of elastic materials to small-scale wrinkles[J]. Langmuir, 2012, 28(42): 14 899-14 908.
- [8] WEI C, CHEN C H. The effect of thermal and plastic mismatch on stress distribution in diamond like carbon film under different inter-layer/substrate system[J]. Diamond and Related Materials, 2008, 17(7/10): 1 534-1 540.
- [9] MAGNFALT D, FILLON A, BODY R D, et al. Compressive intrinsic stress originates in the grain boundaries of dense refractory polycrystalline thin films[J]. Journal of Applied Physics, 2016, 119(5): 055 305.
- [10] 王裕波,李玉龙,王文琴,等.基于光纤光栅传感的化学镀膜过程本征应力监测[J].光子学报,2016,45(8):76-80.
- [11] YU S J, SHI Y C, CHEN M G, et al. Coalescence behaviors of telephone cord buckles in SiAlN_x films[J]. Surface & Coatings Technology, 2013, 232: 884-890.
- [12] DANIEL R, MARTINSCHITZ K, KECKES J, et al. The origin of stresses in magnetron-sputtered thin films with zone T structures[J]. Acta Materialia, 2009, 58(7): 2 621-2 633.
- [13] CAMMARATE C R, TRIMBLE M T, SROLOVVITZ J D. Surface stress model for intrinsic stresses in thin films[J]. Journal of Materials Research, 2000, 15(11): 2 468-2 474.
- [14] SPAEPEN F. Interfaces and stresses in thin films[J]. Acta Materialia, 2000, 48(1): 31-42.
- [15] 樊沁娜,关沂山,李荣辉.电沉积黄铜薄膜开裂行为分析[J].电镀与涂饰,2024,43(10):23-30.
- [16] GALIB M, ORHAN K O, LIU J, et al. Residual stress development in lattice mismatched epitaxial thin films via atomic and molecular layer depositions[J]. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2024, 193: 105 897.
- [17] 吕建国,王成彪,于翔,等.薄膜的晶格失配应力分析[J].科技创新导报,2008(20):14-15.
- [18] HAO H L, LAU D. Evolution of interfacial structure and stress induced by interfacial lattice mismatch in layered metallic nanocomposites[J]. Advanced Theory and Simulations, 2018, 1(8): 1 524-1 598.
- [19] BHATTACHARYYA A, MAURICE D. On the evolution of stresses due to lattice misfit at a Ni-superalloy and YSZ interface[J]. Surfaces and Interfaces, 2018, 12: 86-94.
- [20] BARBATTIC, GARCIA J, PITONAK R, et al. Influence of micro-blasting on the microstructure and residual stresses of CVDK-Al₂O₃ coatings[J]. Surface and Coatings Technology, 2009, 203(24): 3 708-3 717.
- [21] DRUZHININ V A, RHEINGANS B, SIOL S, et al. Effect of internal stress on short-circuit diffusion in thin films and nanolaminates: Application to Cu/W nano-multilayers[J]. Applied Surface Science, 2020, 508: 145 254.
- [22] PARK Y C, KIM T H, SHIM H R, et al. A highly bendable thin film encapsulation by the modulation of thermally induced interfacial residual stress[J]. Applied Surface Science, 2022, 598(1): 1-9.
- [23] AZHARI E I, GARAIA J, SOLDERA F, et al. Contact damage investigation of CVD carbonitride hard coatings deposited on cemented carbides[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2020, 86: 105 050.
- [24] 马一博,陈牧,颜悦,等.薄膜应力测量方法及影响因素研究进展

- [J]. 航空材料学报, 2018, 38(1): 17-25.
- [25] ROSSINI N S, DASSIST M, BENYOUNIS K Y, et al. Methods of measuring residual stresses in components [J]. Mater. Design, 2012, 35(5): 72-88.
- [26] 罗军, 李楠, 王曦, 等. 纳米压痕法测量航空发动机关键材料残余应力的研究进展[J]. 材料导报, 2024, 38(11): 220-232.
- [27] HAKAN C G T K. Determination of surface residual stresses in carburised AISI 8620 steel by the magnetic Barkhausen noise method [J]. Insight, 2020, 62(7): 416-421.
- [28] RAO C, YE Z, ZHONG H, et al. Fiber bragg grating based stress measurement for films deposited onto cylindrical surfaces[J]. Experimental Mechanics, 2016, 56: 1 577-1 583.
- [29] UNA K, WICKRAMASINGHE H K. Nanoscale quantitative stress mapping with atomic force microscopy [J]. Applied Physics Letters, 2007, 90: 113 111.
- [30] 安兵, 张同俊, 袁超, 等. 用基片曲率法测量薄膜应力[J]. 材料保护, 2003(7): 13-15.
- [31] POSTNIKOV V A, UVAROV V I, MOROZOV V O, et al. Casimir-Lifshitz adhesion between Si and Ru measured by the method of adhered cantilever [J]. International Journal of Modern Physics, 2025, 40: 2 543 008.
- [32] 王姗姗, 祝要民, 任凤章, 等. Fe基体上Ni膜和Cu基体上Ag膜的膜内应力[J]. 材料科学与工程学报, 2011, 29(3): 429-432.
- [33] 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(4): 67-72.
- [34] 周思, 陈迅驰, 周惠君, 等. 干涉法测量铝薄膜的轴向应力[J]. 物理实验, 2008(9): 5-8.
- [35] 吴平, 邱宏, 姜德怀, 等. 用干涉方法测量薄膜应力[J]. 物理实验, 2006(9): 7-9.
- [36] 孙伟, 金尚忠, 张殷, 等. 基于椭圆偏光谱和光杠杆法的薄膜厚度及曲率测量系统设计[J]. 光通信技术, 2025, 49(1): 94-100.
- [37] 董美伶, 金国, 王海斗, 等. 纳米压痕法测量残余应力的研究现状[J]. 材料导报, 2014, 28(3): 107-113.
- [38] 陈立超, 张典坤, 肖宇航, 等. 页岩微观力学纳米压痕表征及储层可压裂性评价[J]. 煤炭学报, 2025, 50(3): 1 659-1 667.
- [39] NING J, GAO K, WANG J, et al. The mechanical properties of Al_3Sc single crystal investigated by nanoindentation using Hertzian elasticity theory method and Oliver-Pharr method [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2024, 994: 174 598-174 612.
- [40] 章莎, 黄勇力, 赵冠湘, 等. 纳米压痕法测量电沉积镍镀层的残余应力[J]. 湘潭大学自然科学学报, 2006(1): 50-53.
- [41] 董健, 龙芝剑, 孙笠, 等. 纳米压痕法测磁控溅射铝薄膜屈服应力[J]. 固体力学学报, 2016, 37(3): 273-279.
- [42] LIU J, XU B, WANG H, et al. Effects of film thickness and microstructures on residual stress[J]. Surface Engineering, 2016, 32(3): 178-184.
- [43] 余晓峰, 邢乐, 李兆旭, 等. 基于X射线的LNG薄膜板残余应力检测与特性分析[J]. 中国测试, 2024, 50(8): 72-78.
- [44] 王辰辰. 残余应力测试与校准方法研究现状与展望[J]. 计测技术, 2021, 41(2): 56-63.
- [45] 杨帆, 费维栋, 蒋建清. X射线衍射技术在薄膜残余应力测量中的应用[J]. 功能材料, 2007(11): 1 745-1 749.
- [46] 李佳, 房奇, 罗炳池, 等. Be薄膜应力的X射线掠入射侧倾法分析[J]. 物理学报, 2013, 62(14): 99-104.
- [47] 洪波, 姜传海, 王新建. 电沉积铜薄膜中的内应力与织构特征[J]. 理化检验(物理分册), 2007(8): 392-394.
- [48] 罗军, 李楠, 王曦, 等. 同步辐射X射线衍射技术在残余应力分析中的应用[J]. 材料工程, 2024, 52(7): 120-129.
- [49] NAYAK S, HSU W T, BOYD R, et al. Dynamic evolution of internal stress, grain growth, and crystallographic texture in arc-evaporated AlTiN thin films using in-situ synchrotron X-ray diffraction[J]. Acta Materialia, 2024, 272: 119 899.
- [50] WANG J, LI X H, MAAWAD E, et al. Role of solute in stress development of nanocrystalline films during heating: An in situ synchrotron X-ray diffraction study[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2023, 144: 188-197.
- [51] 张晓川, 王勇, 徐夺花, 等. 基于数字图像相关的转速测量方法[J]. 实验力学, 2016, 31(1): 31-38.
- [52] 成文杰, 徐桂中, 沈锋, 等. $\text{ZnS}:\text{Cu}^{2+}$ 应力发光薄膜力学性能研究及应用[J]. 盐城工学院学报(自然科学版), 2023, 36(4): 64-69.
- [53] 王浩, 孙翠茹, 张晓川, 等. 基于数字图像相关方法的 TiO_2/PI 纳米杂化薄膜低温力学性能研究[J]. 实验力学, 2018, 33(3): 343-351.
- [54] 邱龙时, 乔关林, 马飞, 等. TiN薄膜的残余应力调控及力学性能研究[J]. 机械工程学报, 2017, 53(24): 42-48.
- [55] SKORDARIS G, BOUZAKIS K, KOTSANIS T, et al. Effect of PVD film's residual stresses on their mechanical properties, brittleness, adhesion and cutting performance of coated tools[J]. Journal of Manufacturing Science and Technology, 2016, 18: 145-151.
- [56] CHENG G A, HAN D Y, LIANG C L, et al. Influence of residual stress on mechanical properties of TiAlN thin films[J]. Surface & Coatings Technology, 2013, 228: S328-S330.
- [57] GONTAD F, LORUSSO A, PANAREO M, et al. Nanomechanical and electrical properties of Nb thin films deposited on Pb substrates by pulsed laser deposition as a new concept photocathode for superconductor cavities[J]. Nuclear Inst. and Methods in Physics Research, 2015, 804: 132-136.
- [58] ROACH M W, BERINGER B D, SKUZA R J, et al. Niobium thin film deposition studies on copper surfaces for superconducting radio frequency cavity applications[J]. Physical Review Accelerators and Beams, 2012, 15(6): 062 002.
- [59] RAO P, SWAMI M, GHOSH A, et al. Influence of deposition pressure on microstructure, mechanical and electrical properties of niobium thin films[J]. Thin Solid Films, 2024, 805: 140 503.
- [60] SONG B R, LI Y H, WEI J H, et al. Enhancing the impact performance of TaNbHfZr high-entropy alloy film by interface strengthening and stress dispersion: Microstructure and mechanism[J]. Materials Today Communications, 2025, 44: 112 127.

(编辑:彭瑾)