

膜层材料与技术

高功率脉冲磁控溅射制备的 TiN 薄膜 应力释放及其结合稳定性研究

唐鑫¹, 马东林¹, 陈畅子², 冷永祥¹, 黄楠¹

(1.西南交通大学 材料科学与工程学院, 成都 610031; 2.荆楚理工学院, 湖北 荆门 448000)

摘要: **目的** 探究高功率脉冲磁控溅射 (HPPMS) 制备的氮化钛 (TiN) 薄膜在自然时效过程中, 应力、薄膜/基体结合性能随时间的变化规律。**方法** 采用高功率脉冲磁控溅射 (HPPMS) 技术, 通过调控基体偏压 (-50、-150 V), 制备出具有不同残余压应力 (3.18、7.46 GPa) 的 TiN 薄膜, 并采用基片曲率法、X 射线衍射法、划痕法和超显微硬度计评价了薄膜的应力、薄膜/基体结合性能、硬度随时间的变化规律。**结果** 在沉积完成后 1 h 内, -50 V 和 -150 V 基体偏压下制备的 TiN 薄膜压应力分别在 3.12~3.39 GPa 和 7.40~7.55 GPa 范围内波动, 薄膜压应力没有发生明显变化; 沉积完成后 1~7 天, 平均每天分别下降 28.57 MPa 和 35.71 MPa; 7~30 天, 平均每天分别下降 2.08 MPa 和 2.50 MPa; 30~60 天内, 平均每天分别下降 1.67 MPa 和 7.00 MPa。其压应力连续下降, 且均表现出前期下降速率快, 后期下降逐渐放缓的趋势。自然放置 60 天后, 应力基本释放完毕, 薄膜性质基本保持稳定。同时, 薄膜/基体结合性能随时间逐渐变差, 薄膜硬度下降。**结论** HPPMS 制备的 TiN 薄膜在自然时效过程中, 其残余应力会随时间增加, 连续下降, 进而影响薄膜的力学性能。

关键词: 高功率磁控溅射; 氮化钛薄膜; 薄膜应力; 膜基结合力; 自然时效

中图分类号: TG174.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2019)09-0245-07

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2019.09.028

Stress Release and Adhesion Stability of TiN Films Deposited by High Power Pulsed Magnetron Sputtering

TANG Xin¹, MA Dong-lin¹, CHEN Chang-zi², LENG Yong-xiang¹, HUANG Nan¹

(1.School of Materials Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China;

2.Jingchu University of Technology, Jingmen 448000, China)

ABSTRACT: The work aims to investigate the time-dependent variation of stress and film/substrate bonding properties of TiN films prepared by high power pulsed magnetron sputtering (HPPMS) during natural aging. TiN thin films with different residual compressive stresses (3.18 and 7.46 GPa) were prepared with high power pulsed magnetron sputtering (HPPMS) by adjusting substrate bias (-50 and -150 V). The time-dependent variation of stress, film/substrate bonding and hardness of the films was evaluated by substrate curvature method, X-ray diffraction method, scratch method and ultra-microhardness tester. Within 1 hour after deposition, the compressive stresses of TiN films prepared under -50 V and -150 V substrate bias pressure fluctuated from

收稿日期: 2019-03-21; 修订日期: 2019-07-14

Received: 2019-03-21; Revised: 2019-07-14

基金项目: 国家自然科学基金 (31570958, U1330113)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (31570958, U1330113)

作者简介: 唐鑫 (1994—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为薄膜沉积。

Biography: TANG Xin (1994—), Male, Master, Research focus: films deposition.

通讯作者: 冷永祥 (1972—), 男, 博士, 教授, 主要研究方向为等离子体表面工程。邮箱: yxleng@263.com

Corresponding author: LENG Yong-xiang (1972—), Male, Doctor, Professor, Research focus: plasma surface engineering. E-mail: yxleng@263.com

3.12 GPa to 3.39 GPa and 7.40 GPa to 7.5 GPa, respectively. The compressive stresses of TiN films did not change significantly. The average daily decrease was 28.57 MPa and 35.71 MPa for 1~7 days after deposition, 2.08 MPa and 2.50 MPa for 7~30 days and 1.67 MPa and 7.00 MPa for 30~60 days, respectively. The compressive stress decreased continuously, and showed a rapid decline rate in the early stage and a gradual slowdown trend in the later stage. After 60 days of natural placement, the stress was basically released and the film properties remained stable. At the same time, the bonding property of the film/substrate became poor with time and the hardness of the film decreased. The residual stress of TiN films prepared by HPPMS will increase with time and decrease continuously during natural aging, which will affect the mechanical properties of the films.

KEY WORDS: high power pulsed magnetron sputtering; TiN films; stress release; adhesion; hardness; natural aging

氮化钛 (TiN) 硬质薄膜具有较高的熔点、硬度及较好的导热和导电性能,且化学稳定性好,在金属材料切削加工、装饰、摩擦(齿轮和轴承)、集成电路和光学器件等领域得到了广泛应用^[1]。TiN 的制备方法有电子束蒸镀、电弧离子镀、直流磁控溅射(DCMS)及高功率脉冲磁控溅射(HPPMS)等^[2]。HPPMS 是一种可以产生高密度等离子体及较高靶材原子离子化率的磁控溅射技术^[3],高度离化的离子在薄膜沉积的过程中会有效地改善 TiN 薄膜的质量,如致密度^[4]、表面粗糙度^[5-6]等。近年来,HPPMS 被广泛应用于 TiN 薄膜的制备^[2,7-8]。但 HPPMS 制备的薄膜具有非常高的残余应力^[9-10],在自然环境下的长期服役过程中容易出现剥落、断裂等现象^[11],影响薄膜在工业工程方面的实际应用。研究表明,高残余应力是导致 HPPMS 制备的薄膜发生结合失效的主要原因^[12],因此研究薄膜应力、薄膜/基体结合力等力学性能随时间变化的规律,对于评价薄膜质量、服役寿命及在工业领域的应用具有重要意义。Zhou 等^[13]研究发现,通过电子束蒸镀技术制备的金膜在自然放置条件下,会通过蠕变现象释放应力。Ozen 等^[14]在对射频磁控溅射制备的 ZnO 薄膜应力释放的研究中指出,陶瓷薄膜应力释放机制较为复杂,可能通过薄膜的重结晶、微观结构的改

变及相转移等释放应力。然而,包括应力、结合力在内的 TiN 薄膜的机械性能会随时间如何变化,其中又存在着怎样的规律,这些在以往的研究中较少被提及。

本文采用高功率脉冲磁控溅射制备出具有不同残余应力的 TiN 薄膜,研究薄膜在沉积完成后自然时效过程中,残余应力、薄膜/基体结合性能、硬度等随时间(1 h, 7、30、60 d)的变化规律。

1 实验

采用 UBMS450 型四靶非平衡高功率脉冲磁控溅射(HPPMS)设备,在 Si(100)、316L 不锈钢表面沉积 TiN 薄膜。30 mm×100 mm×5 mm 的 Si(100)基体用于应力及硬度的测量,用于结合力测量的基体为 $\phi 10$ mm 的 316L 不锈钢。样品装入真空室,靶材与样品之间的距离为 60 mm。在沉积薄膜之前,通入氩气(气压 4.0 Pa),在样品上施加-1500 V 直流负偏压,利用等离子体辉光放电溅射清洗样品 30 min。为了增加 TiN 薄膜与基体的结合,在 TiN 薄膜沉积之前,先在基体上沉积纯 Ti 金属膜(约 150 nm)作为过渡层,然后采用高功率脉冲磁控溅射技术,制备 TiN 薄膜(600 nm),具体沉积工艺如表 1 所示。

表 1 HPPMS 沉积 TiN 薄膜的工艺参数
Tab.1 Process parameters of TiN films deposited by HPPMS

Discharge voltage/V	Frequency/Hz	Pulse width/ μ s	Bias voltage/V	Target-substrate distance/mm	Average current/A	Peak current/A	Deposition pressure/Pa	Ar/N ₂ / (mL·min ⁻¹)	Deposition time/min
800	150	200	-50, -150	60	6.6	146.5	0.70	60/4	15

采用 AMBIOS XP-2 型(美国)台阶仪测量 TiN 薄膜的厚度和曲率,样品的长宽比为 3:1^[15],使用 Stoney 公式^[15-16]计算薄膜应力 σ 。按照 GB/T 7704—2017《无损检测 X 射线应力测定方法》,通过 X 射线衍射仪(X'Pert,荷兰)进行 XRD 应力测量分析:Cu:K α 射线,X 射线源管电压为 30 kV,电流 30 mA, θ -2 θ 扫描,测试角度为 30°~70°。利用多功能材料性能测试仪(MTF-4000,中国),采用划痕法^[17],研究薄膜沉积完成后,TiN 薄膜在 316L 不锈钢基体表面的结合强度。划痕实验条件:采用 $\phi 3$ mm 的 Si₃N₄ 球形压头,加载速度 100 N/min,终止载荷 100 N,划痕长度

5 mm,每个薄膜样品至少进行三次划痕实验。使用超显微硬度计(DUH 211S, Japan)测量薄膜的硬度,采用四方金刚石角锥体压头,压头锥面的夹角为 136°,施加载荷为 10 mN,加载速度为 0.33 mN/s,每个薄膜样品至少测量 10 个点,通过软件计算出薄膜压入硬度(Hit)。

2 结果及讨论

2.1 自然时效下薄膜压应力变化

TiN 薄膜沉积完成,从真空室内取出后,测得膜

厚约 600 nm, 并且每间隔 10 min 测量一次薄膜的轮廓曲线, 1 h 内轮廓及薄膜应力变化情况如图 1 所示。可以看出, -50 V 和 -150 V 偏压下制备的 TiN 薄膜应力在 3.12~3.39 GPa 和 7.40~7.55 GPa 范围内波动, 薄膜压应力没有发生明显变化。同时可以发现, 随着基体偏压的增加, 沉积薄膜压应力增加, 基体偏压为 -150 V 时沉积的 TiN 薄膜压应力为 7.47 GPa, 大于偏压为 -50 V 时的压应力 (3.39 GPa)。这是由于在高偏压下, 粒子可以获得较高的能量, 对膜层表面的钉扎效应更明显, 增大了膜层内的残余应力^[8]。

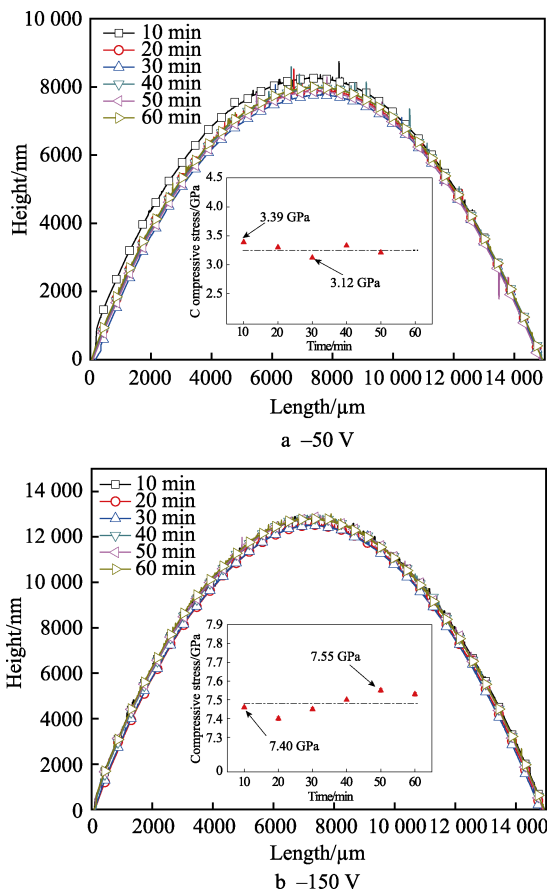


图 1 基体偏压-50 V 和-150 V 时 Si(100)基体上沉积的 TiN 薄膜样品轮廓及薄膜内应力变化(薄膜沉积完成后 1 h)
Fig.1 Profiles and stress variation of TiN films deposited on Si(100) substrate (within 1 h after deposition) at -50 V/-150 V bias voltage

图 2 为薄膜沉积完成 60 天内, 基体偏压为-50 V 和-150 V 时, Si(100)上沉积 TiN 薄膜样品轮廓及薄膜内应力变化情况。可以看出, 薄膜沉积完成 1~7 天内, 基体偏压为-50 V 和-150 V 时制备薄膜样品压应力平均每天分别下降 28.57 MPa (从 3.18 GPa 到 2.98 GPa) 和 35.71 MPa (从 7.46 GPa 到 7.21 GPa), 7~30 天内平均每天分别下降了 2.08 MPa (从 2.98 GPa 到 2.93 GPa) 和 2.50 MPa (从 7.21 GPa 到 7.15 GPa), 30~60 天内平均每天分别下降了 1.67 MPa (从 2.93 GPa 到 2.88 GPa) 和 7.00 MPa (从 7.15 GPa 到 6.94 GPa)。由此可见,

随着时间变化, 两种基体偏压下的 TiN 薄膜随着放置时间的延长, 薄膜应力持续下降。同时, 从应力下降速率随时间的变化 (图 2 中虚线所示) 可以看出, 两种偏压下的 TiN 薄膜应力均表现为前期下降速率快、后期下降逐渐放缓的趋势。从图中还可以看出, 薄膜放置 50~60 天后, 薄膜应力降低趋势十分平缓, 基本不再发生变化, 薄膜性质可以保持稳定。

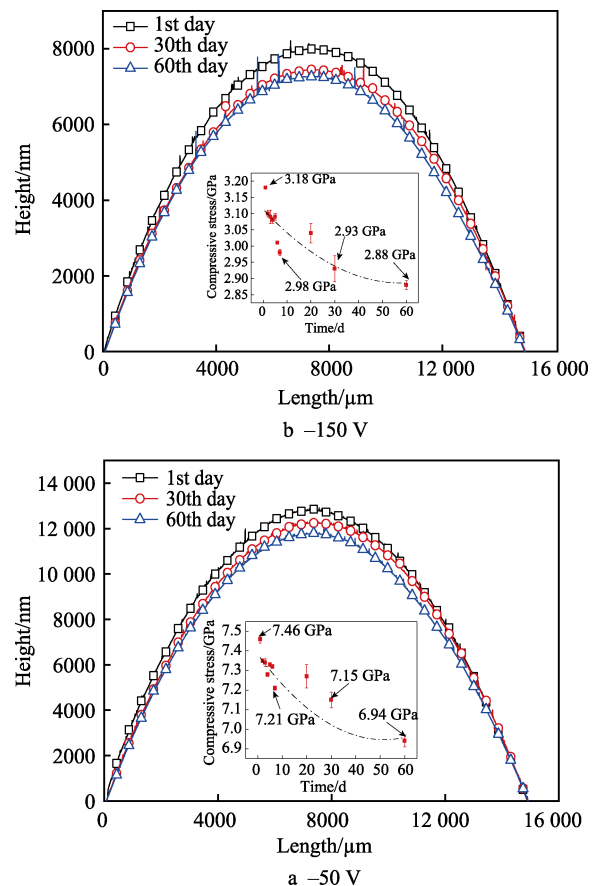


图 2 基体偏压-50 V 和-150 V 时 Si(100)基体上沉积的 TiN 薄膜样品轮廓及薄膜内应力变化(薄膜沉积完成后 60 天)
Fig.2 Profiles and stress variation of TiN films deposited on Si(100) substrate (within 60 days after deposition) at -50 V/-150 V bias voltage

采用 XRD 法研究了薄膜的内应力随时间变化规律, 图 3 为不同基体偏压 (-50 V、-150 V) 下制备的 TiN 薄膜分别在沉积完成后第 10、40、70 天时的 XRD 衍射图谱。从图中可看出, 与标准卡片 (PDF#38-1420) 相比, TiN(220)晶面的衍射峰均向左偏移, TiN 薄膜内部存在压应力。通过 $\sin^2\psi$ 法^[18]对薄膜内应力进行计算, 结果如图 4 所示。可以看出, 在自然时效条件下, 基体偏压为-50 V 时沉积的 TiN 薄膜随时间变化, 压应力变化不明显, 沉积完成后 70 天, 薄膜压应力下降了 4.8% (4.79 GPa 到 4.56 GPa), 平均每天下降 3.8 MPa; 基体偏压为-150 V 时沉积的 TiN 薄膜, 沉积完成后 70 天, 压应力下降了 17.31% (7.51 GPa 到 6.21 GPa), 平均每天下降 21.6 MPa。

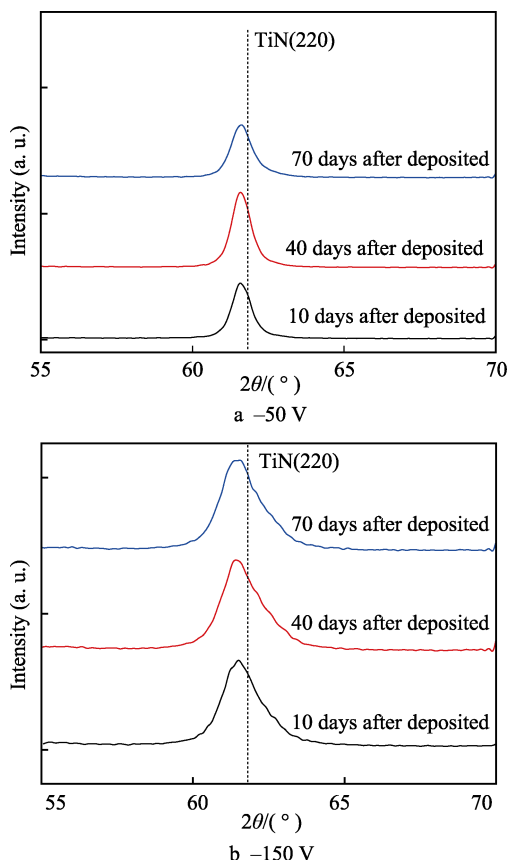


图3 不同基体偏压下制备的 TiN 薄膜的 XRD 图
Fig.3 X-ray diffraction patterns of TiN films deposited under different substrate bias voltage: a) -50 V bias voltage; b) -150 V bias voltage

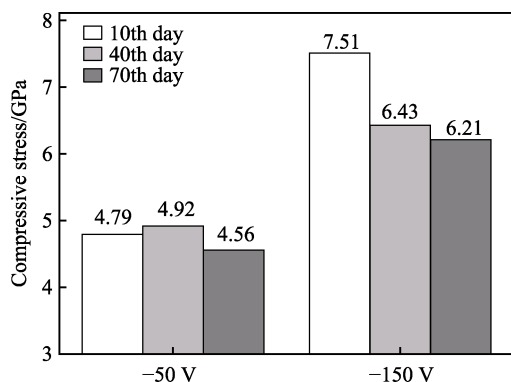


图4 TiN 薄膜内应力随时间的变化
Fig.4 Internal stress variation of TiN film with time

在自然时效条件下,采用基片曲率法和 XRD 法测得的 TiN 薄膜压应力,其变化规律相同,即在不同基体偏压 (-50 V、-150 V) 下沉积的 TiN 薄膜在沉积完成后,其压应力均会降低。

2.2 薄膜/基体结合力随时间变化

图 5 为基体偏压 -50 V 时制备的 TiN 薄膜在沉积完成后不同时间,测试薄膜/基体结合力的划痕形貌。其中图 5a 为薄膜沉积态时的划痕形貌,由图可知,随着载荷的增加, TiN 薄膜内部和周围出现明显的共形裂

纹。这种共形裂纹的产生是由于,基体在压头作用下发生较大的塑性变形所致,同时薄膜材料本身硬度较高、塑性低, TiN 薄膜在较大的变形程度下发生了断裂,断裂裂纹的弯曲方向也与滑动方向一致^[19]。随着载荷施加到 90 N,划痕内部开始出现少许的薄膜脱落,直到最终露出银白色基体。图 5b 为薄膜沉积完成后 30 天的划痕形貌,载荷施加到 70 N 时,薄膜产生剥落,与沉积态薄膜相比, TiN 薄膜结合强度下降。当沉积完成后 60 天时 (图 5c),与前者结果相比,出现薄膜脱落时所对应的载荷 (58 N) 更低。这说明 -50 V 基体偏压沉积的 TiN 薄膜随时间的增加,薄膜/基体结合性能逐渐下降。

基体偏压为 -150 V 时制备的 TiN 薄膜在沉积完成后不同时间后,测试的划痕形貌如图 6 所示。其中图 6a 为薄膜沉积态时的划痕形貌,可以看出,载荷施加到 60 N 时,薄膜出现少量剥落。沉积完成后 30 天的划痕形貌如图 6b,可以看到,当载荷加到 40 N 时,划痕内部就出现了剥落迹象,说明此时膜/基结合性能有所下降。图 6c 为沉积完成后 60 天时的薄膜划痕形貌,与沉积完成后 30 天相比,出现剥落时对应的载荷相差不大 (约 40 N),白亮的划痕内部可以观察到明显的划痕及表面裂纹,可见此时压头的压入深度使其与基体直接作用,同时,在划痕周边有薄膜的崩落现象,并呈弧形,可能是压头作用下,基体的塑性变形以及界面裂纹呈半圆形向外部扩展,导致薄膜崩落。因此可以判断, -150 V 基体偏压下制备的 TiN 薄膜随时间增加,其膜/基结合性能会有所下降。

2.3 薄膜硬度随时间变化

图 7 为不同基体偏压下的 TiN 薄膜沉积完成不同时间后,测试的薄膜硬度。可以看出, -150 V 基体偏压沉积的 TiN 薄膜的硬度值明显大于 -50 V 基体偏压下的薄膜。这是由于随偏压的增加,薄膜表面变得平整,晶粒得以细化,薄膜结构变得致密,从而使薄膜硬度得到提升。同时可以看出,在沉积完成后 1~60 天的时间里, -50 V 基体偏压沉积的 TiN 薄膜,其硬度值从 24.53 GPa 下降到 22.91 GPa;而 -150 V 基体偏压沉积的薄膜,硬度也随时间表现出下降趋势,从 27.30 GPa 下降到 26.04 GPa。

上述结果表明,薄膜沉积完成后,随着放置时间增加, -50 V 偏压和 -150 V 偏压制备 TiN 薄膜的内应力、硬度、结合力下降。薄膜沉积时,由于溅射离子的轰击,界面错配、薄膜生长相变应力、热应力等原因会使薄膜产生内应力,薄膜沉积完成后,随着时间的变化,薄膜内应力会通过基体塑性变形、薄膜缺陷消失等方式部分释放。薄膜中的内应力同时会导致薄膜/基体界面产生很大的切应力^[11],切应力的来源是沿膜厚方向残余应力的累加值^[12],作用在薄膜/基体界面间的切应力会导致结合性能下降,薄膜内应力表

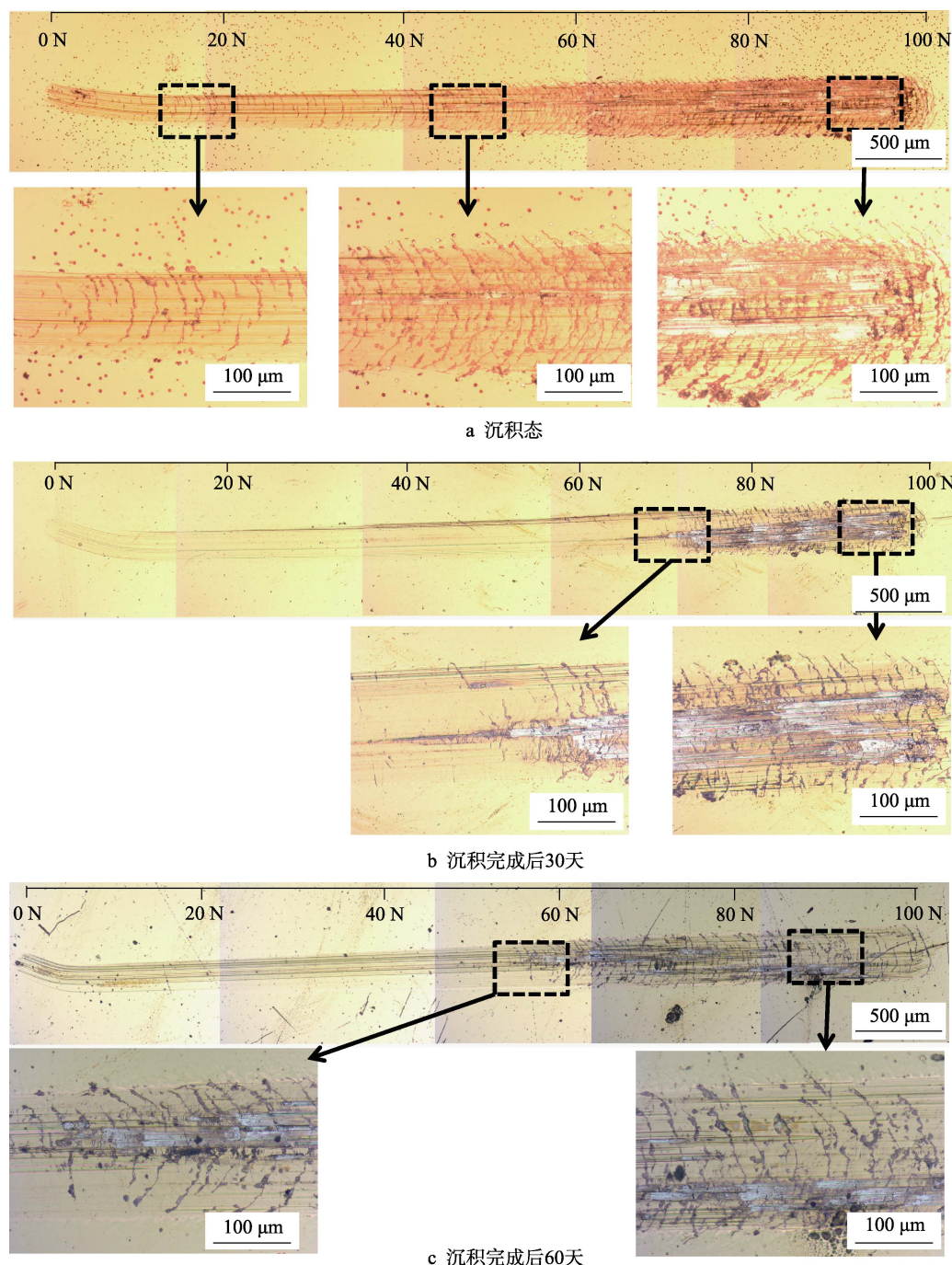


图 5 -50 V 基体偏压制备 TiN 薄膜沉积完成不同时间测试的薄膜/基体结合力划痕形貌

Fig.5 Scratch morphology of film/substrate bonding property of TiN film at different time after deposition under bias voltage of -50 V: a) deposition state; b) within 30 days after deposition; c) within 60 days after deposition

现出一定的下降,同时导致薄膜硬度下降。本文研究发现,沉积完成后,随着时间的延长,TiN 薄膜的内应力下降,同时薄膜/基体结合能力降低。这主要是由于,作用在薄膜/基体界面间的切应力,导致薄膜部分结合失效,内应力得到部分释放,内应力降低,同时薄膜结合性能降低。

在薄膜表面改性工件的实际应用中,研究者及生产者经常发现,薄膜沉积刚完成时,工件表面薄膜改性层是完整的,没有发生剥落,但是放置一段时间后,工件表面薄膜发生剥落,导致零件无法使用。这就导致实际

生产中,人们无法准确的评定薄膜质量,例如,无法判断薄膜是否会在一段时间后剥落,导致零件失效。本研究发现,TiN 薄膜在沉积完成后,随着放置时间的延长,TiN 薄膜应力下降,同时导致薄膜结合力下降,并且发现,在薄膜沉积完成后,前期应力释放速率快,后期应力释放速率慢,60 天后应力基本不再发生变化。这就说明,在实际生产中,可以通过监控薄膜应力释放情况,判断薄膜/基体结合情况,如果应力保持稳定,就说明在以后的放置过程中,薄膜结合状况不会发生变化,这可以作为产品质量控制的一种方法。

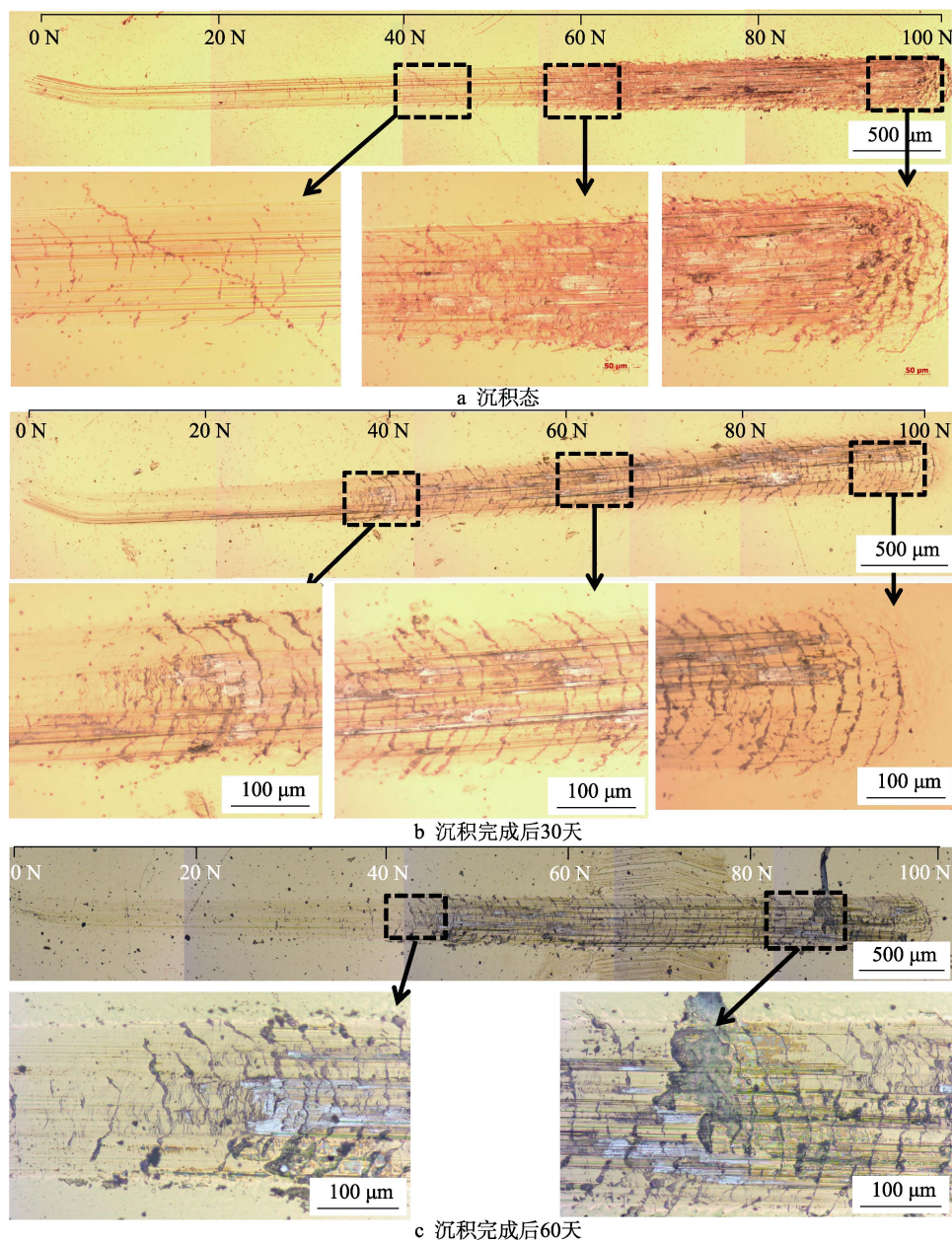


图6 -150 V 基体偏压制备 TiN 薄膜沉积完成后不同时间测试的薄膜/基体结合力划痕形貌

Fig.6 Scratch morphology of film/substrate bonding property of TiN film at different time after deposition under bias voltage of -150 V:

a) deposition state; b) within 30 days after deposition; c) within 60 days after deposition

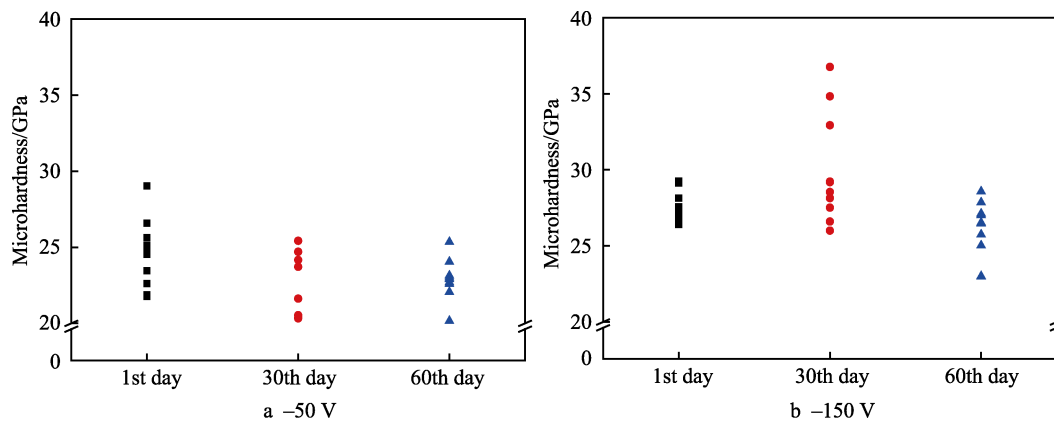


图7 不同基体偏压下在 Si(100)上制备的 TiN 薄膜沉积完成后不同时间后的压入硬度变化

Fig.7 Pressure-hardness ratio of TiN films at different time after deposition on Si(100) under different bias voltage:

a) -50 V bias voltage; b) -150 V bias voltage

3 结论

本实验使用 HPPMS 技术制备 TiN 薄膜, 并通过改变基体偏压调控薄膜的应力, 探究自然时效过程中, 应力、薄膜/基体结合性能随时间变化的规律。结果表明, TiN 薄膜在沉积完成后 1 h 内, 应力没有发生明显变化; 而在 30 天和 60 天的时效过程中, 应力随时间出现缓慢下降。同时, 薄膜残余应力在界面处的切应力分量导致薄膜/基体结合性能随时间增加而下降。薄膜沉积完成后, TiN 薄膜应力前期下降速率快, 后期下降逐渐放缓, 薄膜放置 60 天后, 应力基本不再发生变化。说明薄膜应力基本释放完毕, 薄膜性质基本保持稳定。高基体偏压下, TiN 薄膜的硬度更高, 且随着时间延长, 硬度值逐渐下降。

参考文献:

- [1] ZHANG L, YANG H, PANG X, et al. Microstructure, residual stress, and fracture of sputtered TiN films[J]. Surface and coatings technology, 2013, 224: 120-125.
- [2] WU J, WU B H, MA D L, et al. Effects of magnetic field strength and deposition pressure on the properties of TiN films produced by high power pulsed magnetron sputtering (HPPMS)[J]. Surface and coatings technology, 2017, 315: 258-267.
- [3] WU B H, YU Y, WU J, et al. Tailoring of titanium thin film properties in high power pulsed magnetron sputtering[J]. Vacuum, 2018, 150: 144-154.
- [4] SAMUELSSON M, LUNDIN D, JENSEN J, et al. On the film density using high power impulse magnetron sputtering[J]. Surface and coatings technology, 2010, 205(2): 591-596.
- [5] 王愉, 陈畅子, 吴艳萍, 等. 峰值功率对高功率脉冲磁控溅射氮化铬薄膜力学性能的影响[J]. 表面技术, 2017, 46(1): 15-22.
WANG Yu, CHEN Chang-zi, WU Yan-ping, et al. Influence of peak power on mechanical property of CrN films deposited by high power impulse magnetron sputtering[J]. Surface technology, 2017, 46(1): 15-22.
- [6] 艾猛, 李刘合, 韩明月, 等. 高功率脉冲磁控溅射等离子体放电特性研究现状[J]. 表面技术, 2018, 47(9): 185-195.
AI Meng, LI Liu-he, HAN Ming-yue, et al. Discharge characteristics of plasma made by high power pulsed magnetron sputtering[J]. Surface technology, 2018, 47(9): 185-195.
- [7] JIANG F, ZHANG T F, WU B H, et al. Structure, mechanical and corrosion properties of TiN films deposited on stainless steel substrates with different inclination angles by DCMS and HPPMS[J]. Surface and coatings technology, 2016, 292: 54-62.
- [8] CHANG W J, ZHANG H, XUE X, et al. Effects of bias voltage on microstructure, hardness and bonding strength of TiN coating deposited by high power pulsed magnetron sputtering[J]. Solid state phenomena, 2018, 281: 534-539.
- [9] CHOU W J, YU G P, HUANG J H. Mechanical properties of TiN thin film coatings on 304 stainless steel substrates[J]. Surface and coatings technology, 2002, 149(1): 7-13.
- [10] SARA KINOS K, ALAMI J, KONSTANTINIDIS S. High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art[J]. Surface and coatings technology, 2010, 204(11): 1661-1684.
- [11] 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.
QIU L S, QIAO G L, MA F, et al. Study of residual stress modulation and mechanical properties of TiN films[J]. Journal of mechanical engineering, 2017, 53(24): 42-48.
- [12] QIU L S, ZHU X D, LU S, et al. Quantitative evaluation of bonding strength for hard coatings by interfacial fatigue strength under cyclic indentation [J]. Surface & coatings technology, 2017, 315: 303-313.
- [13] ZHOU S, JI Z, SHAO T. Residual stress evolution during long-term and cyclic aging and annealing of gold films deposited by electron beam evaporation[J]. Vacuum, 2015, 120: 132-138.
- [14] OZEN I, GÜLGÜN M A. Residual stress relaxation and microstructure in ZnO thin films[J]. Advances in science and technology, 2006, 45: 1316-1321.
- [15] JIANG F, CHEN S, LENG Y, et al. Effect of wafer size on the film internal stress measurement by wafer curvature method[J]. Journal of Wuhan University of Technology-Mater Sci Ed, 2016, 31(1): 93-99.
- [16] STONEY G G. The tension of metallic films deposited by electrolysis[J]. Proceedings of the royal society of London. Series A, containing papers of a mathematical and physical character, 1909, 82(553): 172-175.
- [17] JIANG H, WEI Y, CHENG Q, et al. Scratch behavior of low density polyethylene film: Effects of pre-stretch and aging[J]. Materials & design, 2018, 157: 235-243.
- [18] MA C H, HUANG J H, CHEN H. Residual stress measurement in textured thin film by grazing-incidence X-ray diffraction[J]. Thin solid films, 2002, 418(2): 73-78.
- [19] BULL S J, BERASETEGUI E G. An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing[J]. Tribology international, 2006, 39(2): 99-114.