

# B掺杂对Ti薄膜结构与性能的影响\*

张玲<sup>1)2)</sup> 何智兵<sup>2)†</sup> 廖国<sup>1)2)</sup> 谌家军<sup>1)</sup> 许华<sup>2)</sup> 李俊<sup>2)</sup>

1)(西华师范大学物理与电子信息学院, 南充 637002)

2)(中国工程物理研究院激光聚变研究中心, 高温高密度等离子体物理重点实验室, 绵阳 621900)

(2012年2月20日收到; 2012年3月7日收到修改稿)

采用双靶共溅射方法制备了微量B掺杂的Ti薄膜样品, 利用X射线光电子能谱、扫描电子显微镜和X射线衍射仪对样品的掺杂原子浓度、表面形貌、晶型结构、晶粒尺寸和应力进行了分析表征。研究表明: 掺杂后的Ti薄膜晶粒得到明显细化, 并随着掺杂浓度的增大, 薄膜的晶粒尺寸呈减小趋势, 当掺杂浓度为5.50 at%时, Ti薄膜晶粒尺寸减小为1.3 nm, 呈现出致密的柱状结构。B掺杂后的Ti薄膜应力由压应力转变为张应力。

**关键词:** Ti薄膜, B掺杂, 表面形貌, 磁控溅射

**PACS:** 68.55.-a, 61.05.cp, 81.10.Aj, 81.15.Cd

## 1 引言

在激光惯性约束聚变(ICF)物理实验中, 靶丸是物理实验用靶的重要组成部分。Be(Cu)合金靶丸相对碳氢靶丸来说, 具备不透明度低、抗拉强度高和热导率高等优点, 曾一度成为美国点火物理实验中的首选靶丸<sup>[1]</sup>。制备Be(Cu)合金靶丸的方法有很多, 包括磁控溅射、化学气相沉积和机械加工等方法, 其中由于磁控溅射技术的沉积速率快而且稳定, 其在制备成分精确控制的梯度掺杂Be(Cu)合金靶丸方面是其他两种技术无法替代的。但目前Be(Cu)合金靶丸的制备中还存在诸多的问题, 如Be涂层在制备过程中可能会出现瘤状结构生长、锥状结构生长、扭曲状结构生长模式, 这些现象不仅会降低Be涂层的密度, 而且会导致涂层的表面粗糙度随厚度的增加而急剧增大。即使是较为理想的柱状生长模式, 在Be涂层中也存在较多的空隙或晶界缺陷, 从而降低靶丸的保气性能, 达不到点火靶丸对涂层空隙率及空隙体积的要求。目前,

美国所研制的Be靶丸在密度与空隙率控制方面还与点火靶丸的需求存在一定的差距。

Be靶丸在密度与空隙率控制方面存在的最大障碍在于Be涂层的晶粒尺寸过大, 微结构不合理。如果能将Be涂层的晶粒细化, 将有可能减少涂层中的空隙缺陷, 提高涂层密度与靶丸表面光洁度, 使得Be靶丸满足ICF物理实验用靶的需求<sup>[2]</sup>。因此对于Be靶丸的制备技术, 急需要解决的问题是Be壳层的晶粒细化, 即纳米晶化, 甚至非晶化更为理想<sup>[3]</sup>。在靶丸制备技术研究中, 由于Be具有很高的毒性, 不便于广泛开展Be薄膜的制备技术研究工作。美国的GA和LANL在进行Be及Be合金靶丸的制备技术研究中, 特别是就生长机理与后续抛光处理的研究中, 都采用物理性质和机械性质与Be相似的替代金属, 如Ti等, 来进行相关研究。Ti薄膜在生长机理与微结构等诸多物理性质上都与Be薄膜有许多相似之处, 所以本文将采用Ti替代Be进行薄膜的晶粒细化技术研究<sup>[4]</sup>。

近年来, 对Ti薄膜的微结构及晶粒细化技术,

\* 中国工程物理研究院激光聚变研究中心等离子体物理重点实验室基金(批准号: 9140c680501007)资助的课题。

† E-mail: he\_zhibing@126.com

一些研究人员开展了部分的研究工作,如程炳勋等<sup>[5]</sup>和段玲珑等<sup>[6]</sup>研究了溅射功率和负偏压对 Ti 膜的影响。施立群等<sup>[7]</sup>采用直流磁控溅射技术以 He/Ar 混合气体为工作气体制备了 Ti 膜,研究发现随 He 引入量的增加, Ti 膜的晶粒尺寸减小, He 引起的晶体点阵参数和 X 射线衍射峰宽度增大,晶体的无序程度增加。在其他元素掺杂以改变 Ti 薄膜的微结构及晶粒细化方面,鲜有研究。本文利用直流磁控溅射镀膜装置,采用双靶共溅射方法重点研究了 B 掺杂对 Ti 薄膜的晶型结构、表面形貌、晶粒尺寸和应力的影响,并探讨了在不同掺杂浓度下的变化规律。

## 2 实验

### 2.1 实验方法

选用单面抛光的单晶硅(111)为基片,依次经去离子水、丙酮、无水乙醇分别超声清洗 15 min 取出用氮气吹干放入 JGP560 型超高真空多功能磁控溅射设备的溅射室中。实验中靶材选用:高纯 Ti 靶(99.99%),尺寸为  $\Phi 76 \times 5$  mm;高纯 B 靶(99.999%),尺寸为  $\Phi 76 \times 6$  mm。以高纯氩气(体积分数为 99.999%)为工作气体。实验参数:本底真空,  $5.0 \times 10^{-4}$  Pa; 工作气压, 0.2 Pa; 氩气流量, 15 sccm; Ti 靶溅射功率, 100 W; B 靶溅射功率, 分别为 0, 90, 100, 120 W; 样品架自转速度, 10 r/min。正式镀膜前进行 500 s 的预溅射以除掉靶材表层的氧化物、杂质以及吸附气体。

### 2.2 样品测试

采用 XSA-800 型电子能谱(XPS)仪测量样品中化学元素含量及其分布情况。采用荷兰飞利浦公司生产的 X'Pert Pro MPD 型(Cu K $\alpha$ )X 射线衍射(XRD)仪分析薄膜的晶相、晶粒尺寸以及取向性晶相分析,测试参数为: Cu 靶, 管电压为 40 kV, 管电流为 200 mA, 扫描速度 2°/min, 扫描范围 30°—90°。利用扫描电子显微镜(SEM)观察样品表面颗粒的大小及断面的生长模式。

## 3 结果与讨论

### 3.1 B 掺杂 Ti 薄膜的 XPS 测试结果

图 1 为实验中制备 B 掺杂 Ti 薄膜样品的 XPS 谱图,由于样品所得的 XPS 图谱基本相似,文中只给出了样品 3 的 XPS 全谱图。

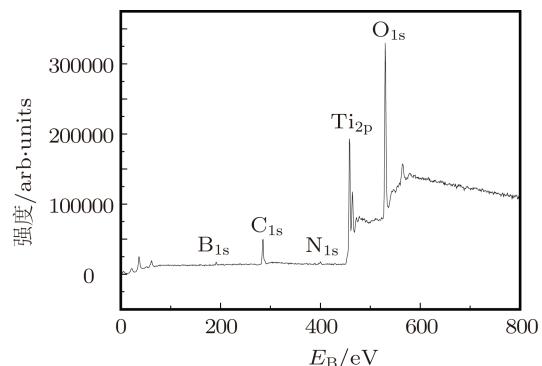


图 1 B 掺杂 Ti 薄膜的 XPS 全谱图

从图 1 中可以看出,样品中含有 B, C, N, Ti, O 等元素。在结合能为 284.8, 399.1, 530.1 eV 处分别出现了 C<sub>1s</sub>, N<sub>1s</sub>, O<sub>1s</sub> 的特征峰,这是由于被测样品在大气环境下放置了一段时间,吸附了空气中的 C, N, O, 由于 N 不活泼, N 的含量偏少,而 O 含量居多,图中 B 的峰非常弱,这是因为 Ti 薄膜中只掺了少量的 B, 薄膜表面 B 含量较少且 B 的灵敏度很低,从而造成 B 的 1s 特征峰极其微弱。

由<sup>[8]</sup>

$$\frac{n_i}{n_j} = \frac{I_i/S_i}{I_j/S_j}, \quad (1)$$

式中,  $I$  为光电子峰面积,  $n$  为原子浓度,  $S$  为原子灵敏度因子。其中, B 的灵敏度因子为 0.403, Ti 的灵敏度因子为 2.129。再结合两元素原子的光电子峰面积,即可确定薄膜中 B 与 Ti 的相对原子浓度比  $n_B/n_{Ti}$ 。表 1 给出了在工作气压 0.2 Pa, Ti 靶功率 100 W 的条件下, 改变 B 靶功率所制备出的 Ti 薄膜样品中 B 掺杂原子的浓度数据。其中,  $n_B/n_{Ti}$  表示样品中所含 B 原子与 Ti 原子的浓度比例。从表中可以看出,通过控制 B 靶溅射功率,可以有效地控制样品中 B/Ti 比例,实现微量掺杂。

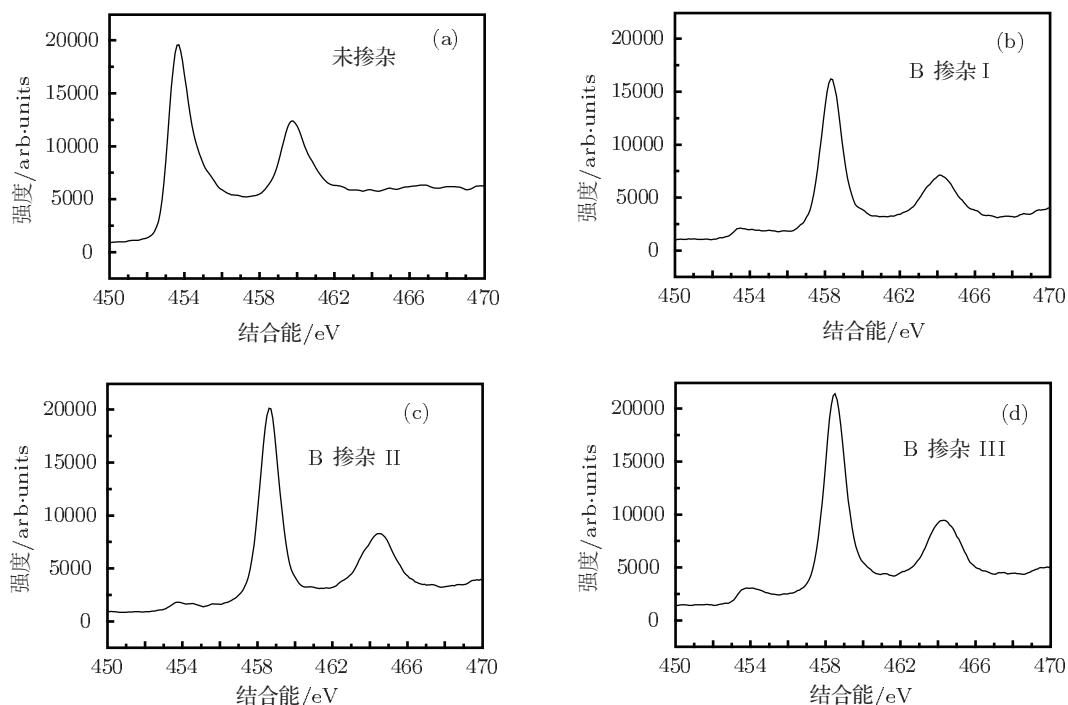
图 2 所示为未掺杂的 Ti 薄膜与不同 B 掺杂浓度的 Ti 薄膜中 Ti 元素的 XPS 峰位,其谱线已经过 5 点曲线平滑和积分背底扣除处理。从图中

可以看出  $\text{Ti}_{2p}$  峰呈现低结合能态的  $\text{Ti}_{2p_{3/2}}$  峰和高结合能态的  $\text{Ti}_{2p_{1/2}}$  峰, 两峰称为姊妹峰或孪生峰。对于未掺杂的 Ti 薄膜,  $\text{Ti}_{2p_{3/2}}$  峰位于 453.6 eV 处,  $\text{Ti}_{2p_{1/2}}$  峰位于 459.6 eV 处, 两峰相距 6 eV。对于 B 与 Ti 元素相对浓度比  $n_B/n_{\text{Ti}}$  为 2.86% 的 B 掺杂 Ti 薄膜, 其  $\text{Ti}_{2p_{3/2}}$  峰位于 458.3 eV 处,  $\text{Ti}_{2p_{1/2}}$  峰位于 464.2 eV 处, 两峰相距 5.9 eV; 当  $n_B/n_{\text{Ti}}$  为 4.44% 时,  $\text{Ti}_{2p_{3/2}}$  峰位于 458.6 eV 处,  $\text{Ti}_{2p_{1/2}}$  峰位于 464.5 eV 处, 两峰相距 5.9 eV; 当  $n_B/n_{\text{Ti}}$  为 5.50% 时,  $\text{Ti}_{2p_{3/2}}$  峰位于 458.6 eV 处,  $\text{Ti}_{2p_{1/2}}$  峰位于 464.6 eV 处, 两峰相距 6.0 eV。由此可见, B 掺

杂使得  $\text{Ti}_{2p}$  的结合能增大, 而两姊妹峰间距变化不明显。B 元素的掺杂导致  $\text{Ti}_{2p}$  电子结合能升高,  $\text{Ti}_{2p}$  电子属于内壳层电子, 由于内壳层电子的结合能除主要决定于原子核电荷外, 还受周围价电子的影响。电负性比该原子大的原子趋向于把该原子的价电子拉向近旁, 使该原子核同其内壳层电子即  $\text{Ti}_{2p}$  电子结合牢固, 从而增加  $\text{Ti}_{2p}$  电子的结合能。随着 B 元素的掺入, 改变了薄膜中 Ti 原子周围的化学环境, Ti 的电负性为 1.54, B 的电负性为 2.04, B 元素电负性大于 Ti 元素, 从而 B 的掺杂导致了  $\text{Ti}_{2p}$  电子的结合能升高<sup>[9]</sup>。

表 1 Ti 薄膜样品的 B 掺杂原子浓度数据

样品编号	B 靶功率/W	$\text{Ti}_{2p}$ 光电子峰面积	$\text{B}_{1s}$ 光电子峰面积	$n_B/n_{\text{Ti}}$
1	0	47315.21	0	0
2	90	66264.63	358.32	2.86%
3	100	42251.22	354.36	4.44%
4	120	46554.60	484.08	5.50%

图 2 未掺杂与掺杂 Ti 薄膜中 Ti 元素化学态的 XPS 峰位 (a) 未掺杂的 Ti 薄膜; (b), (c), (d) B 与 Ti 元素相对浓度比  $n_B/n_{\text{Ti}}$  依次为 2.86%, 4.44%, 5.50% 的 Ti 薄膜

### 3.2 B掺杂对Ti薄膜微结构的影响

图3(a)为未掺杂的Ti薄膜表面的SEM图,图3(b)为4.44 at% B掺杂后的Ti薄膜表面SEM图。从图3(a)中可以看出,未掺杂的Ti薄膜表面由

50—200 nm大小不一的块状颗粒组成,且分布不均匀,局部有孔洞存在,颗粒聚集现象明显,表面起伏也较大。从图3(b)可以看出,当掺入4.44 at% B时,Ti薄膜表面晶粒明显细化,且颗粒较为均匀,也更加平整、光滑,薄膜的表面粗糙度得到了明显减小。

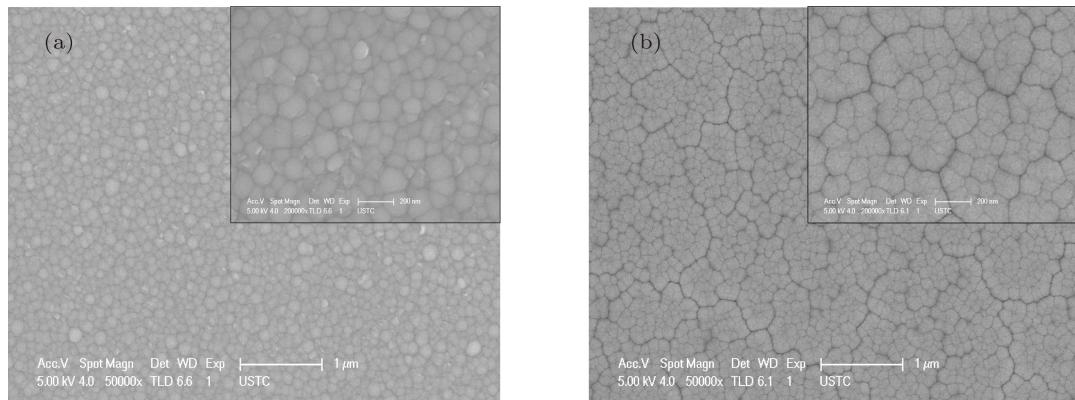


图3 未掺杂与B掺杂后的Ti薄膜表面的SEM图 (a)未掺杂; (b)B掺杂后

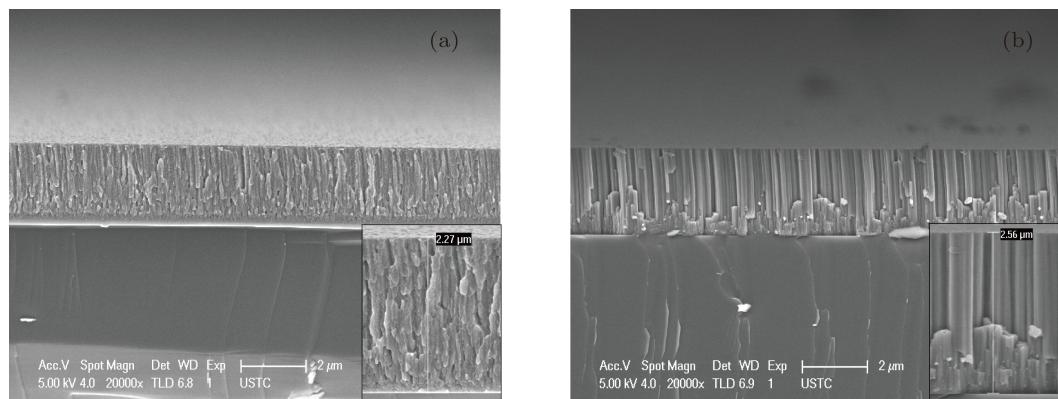


图4 未掺杂与B掺杂后的Ti薄膜剖面的SEM图 (a)未掺杂; (b)B掺杂后

图4(a)为未掺杂的Ti薄膜剖面的SEM图,图4(b)为B掺杂后的Ti薄膜剖面SEM图。从图中可以看出,未掺杂的Ti薄膜剖面由大颗粒组成,这些大颗粒是由一些小晶粒堆积而成,且大颗粒之间存在较大的空隙,呈现出带有许多孔洞的松散的链状结构。从图4(a)可以看出,在Ti薄膜晶粒之间有直径几百纳米,甚至高达1 μm的纵向空隙存在。这种空隙使得薄膜密度降低,其位错密度高,残余应力也高,这是典型的葡萄状结构。从图4(b)可见

掺B后的Ti薄膜由晶粒间界较模糊的纤维状晶粒结构转变为较致密的柱状晶体结构,柱状体几乎垂直于基体表面生长,而且上下两端尺寸基本相同。但平行于基体表面的层与层之间有明显的界面,上层柱状体与下层柱状体并没有完全连续生长。产生上述现象的原因是:由于薄膜的生长方式是通过沉积原子或原子团在基片表面运动、成核、长大成岛和岛的联并形成的,而B元素的引入打破了原有的成核机制,使得成核原子增多,沉积吸附的原子

在基体表面上的扩散速率增大, 形成了无空洞区, 最终形成了非常致密的柱状结构。随着 B 靶溅射功率的增加, 高功率溅射出的 B 的粒子数目增多, 使得 Ti 粒子直接碰撞成核的几率减小, 从而达到 Ti 薄膜晶粒细化的目的; 此外, 功率增大使得溅射粒子的能量也随之增大, 高的能量有利于其在衬底上的扩散速率增大, 从而有利于 Ti 膜致密性的提高, 晶体结构得到进一步的优化。

### 3.3 B掺杂Ti薄膜的XRD测试结果

在去除了衍射背底和  $K\alpha_2$  的影响后, 得到样品的 XRD 图谱如图 5 所示。图 5 为 Ti 薄膜与 B 掺杂 Ti 薄膜的 XRD 图谱, 其中 B 的掺杂浓度依次为 0, 2.86 at%, 4.44 at%, 5.50 at%。图中  $2\theta$  为 58.90° 的衍射峰为基底 Si 的衍射峰, 根据 XRD 标准卡片比对可知, 实验所制备的样品均为立方晶型结构的 Ti 薄膜。图中可以看出, 未掺杂的 Ti 薄膜 XRD 图谱在  $2\theta$  为 38.38°, 58.90° 和 82.31° 附近出现了衍射峰, 在 38.38° 与 82.31° 处出现的衍射峰, 分别为 Ti(110), (411) 的特征衍射峰, 其中 (110) 晶面的衍射峰最强, Ti 薄膜生长的择优取向明显。随着 B 掺杂量的增加, Ti(110) 衍射峰明显宽化。在所有样品的 XRD 谱中未观测到 B 及相应化合物的衍射峰, 这主要由于样品中 B 掺杂量很少。

薄膜的晶粒尺寸可由其 XRD 图谱根据 Scherrer 公式计算得到<sup>[10]</sup>:

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (2)$$

式中,  $\lambda$  为 X 射线波长 ( $\lambda = 0.15406 \text{ nm}$ ),  $k$  为形状因子 ( $k = 0.89$ ),  $\theta$  为衍射峰位,  $\beta$  为衍射峰的半高宽,  $D$  为晶粒尺寸。在晶粒尺寸小于 100 nm 时应力引起的宽化与晶粒尺度引起的宽化相比可以忽略, 此时, Scherrer 公式适用, 计算结果如表 2 所示。

再由 XRD 图谱根据下式可测定薄膜的应力:

$$\sigma = \frac{E}{2\gamma} \varepsilon = \frac{E}{2\gamma} \frac{d_0 - d}{d} = \frac{E}{4\gamma} \delta(2\theta) \cot \theta, \quad (3)$$

其中  $E$ ,  $\gamma$ ,  $d_0$  分别是薄膜材料的杨氏模量、泊松比和晶面间距 (对于纯 Ti,  $E = 115 \text{ GPa}$ ,  $\gamma = 0.33$ ,  $d_0 = 2.341 \text{ \AA}$ ),  $\varepsilon$  为薄膜的应变,  $\sigma$  的正负分别对应张应力与压应力<sup>[11]</sup>。在计算晶粒尺寸时, 为了得到真实的半高宽值, 利用软件来消除  $K\alpha_2$  的影响, 从而得到的 XRD 图谱如图 5 所示。表 2 为根

据 Ti(110) 衍射峰数据计算得到的晶粒尺寸与应力。从表 2 可以看出, 随着 B 元素的引入, 薄膜的晶粒尺寸明显减小, 并随着 B 元素与 Ti 元素相对浓度的增加呈现出继续减小的趋势, 当掺杂浓度为 5.50 at% 时, Ti 薄膜晶粒尺寸减小为 1.3 nm。由此可见, B 元素的掺杂具有明显使 Ti 薄膜晶粒细化的效果。

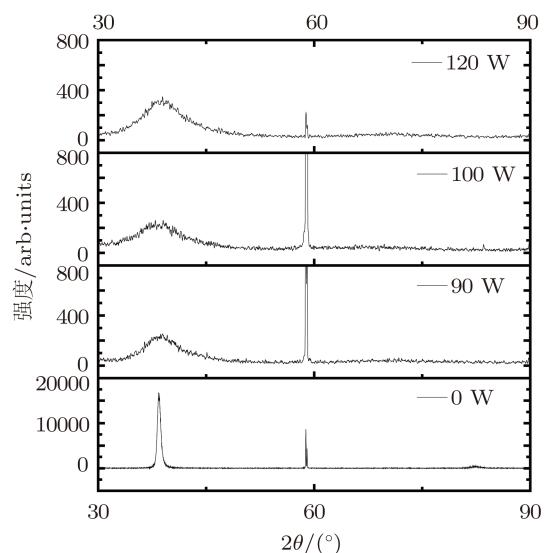


图 5 Ti 薄膜与 B 掺杂 Ti 薄膜的 XRD 图谱

由成核动力学可知, 均相成核速率公式为<sup>[12]</sup>

$$I_v = B \exp \left( -\frac{\Delta G_k + \Delta G_m}{RT} \right) \quad (4)$$

式中,  $I_v$  为成核速率, 指单位体积中所生成的晶核数目;  $B$  为常数;  $\Delta G_k$  为均相成核位垒;  $\Delta G_m$  为原子或分子跃迁新旧界面的迁移活化能。

非均相成核速率公式与均相成核速率  $I_v$  公式极为相似, 只是以  $\Delta G_k^*$  代替  $\Delta G_k$ , 用  $B_s$  代替  $B$  而已。其中,

$$\Delta G_k^* = \Delta G_k \cdot f(\theta), \quad (5)$$

式中,  $\Delta G_k^*$  为非均匀成核时自由焓变化 (临界成核位垒);  $\Delta G_k$  为均匀成核时自由焓变化。根据非均相成核时球冠模型的几何关系可以得出:

$$f(\theta) = \frac{(2 + \cos \theta)(1 - \cos \theta)^2}{4} \leq 1. \quad (6)$$

由此可见,  $\Delta G_k^* \leq \Delta G_k$ , 即非均相成核比均相成核所需的位垒低, 则更易形成晶核。即高能量的晶核与成核界面被低能量的晶核与成核基体之间的界面所取代, 而这种界面的代换比界面的创生所

需要的能量要少。由于成核速率越大，则晶粒生长速率就越慢，从而获得晶粒细化的效果。 $\text{B}$  原子沉积在晶粒表面，严重抑制了微晶晶粒在结合前的微晶生长，使得  $\text{Ti}$  薄膜的生长需要不断重新成核<sup>[13]</sup>，晶粒尺寸进一步减小，这与的 SEM 观测的结果一致。随着  $\text{B}$  掺量的增加，样品中局部区域存在的非均相成核的几率增大，XRD 结果反映为亚宏观统计信息，所以  $\text{B}$  掺杂浓度的提高导致了 XRD 结果计算的晶粒尺寸进一步减小。

Barna 和 Adamik<sup>[14]</sup> 曾提出了一个有关薄膜生

长表面杂质浓度与薄膜结构的关系模型，他们认为薄膜生长表面杂质浓度的提高会使薄膜的晶粒减小。用此模型可以合理地解释本文中  $\text{B}$  对  $\text{Ti}$  薄膜晶粒的细化作用。在薄膜生长的初级阶段， $\text{B}$  原子在  $\text{Ti}$  薄膜岛状晶体的边界上集中，从而限制了沉积原子的进一步吸附，减缓了  $\text{Ti}$  薄膜的晶体生长速率，但并不影响岛状晶体的结合，与此同时在空出的部位还会沉积溅射原子形成新的晶核，晶核增多，因此晶粒尺寸减小。由此可见， $\text{B}$  在  $\text{Ti}$  结晶过程中，作为异质结晶的核心，起着细化  $\text{Ti}$  晶粒的作用。

表 2  $\text{Ti}$  薄膜的晶粒尺寸与应力

样品编号	$\text{B}$ 靶功率 /W	$2\theta/(^\circ)$	$\beta/(^\circ)$	$d/\text{\AA}$	$D/\text{nm}$	$\sigma/\text{MPa}$
1	0	38.3831	0.58621	2.34327	14.2	-168.8
2	5	38.6783	5.37533	2.32607	1.6	1118.4
3	10	38.9851	6.07534	2.30847	1.4	2455.4
4	15	39.0189	6.49678	2.30655	1.3	2602.4

由于  $\text{Ti}$  原子半径为  $0.2 \text{ nm}$ ， $\text{B}$  原子半径为  $0.117 \text{ nm}$ ，两者半径相差  $41.5\%$ ，因此  $\text{B}$  容易进入  $\text{Ti}$  薄膜结构的间隙中，成为间隙  $\text{B}$ <sup>[9]</sup>。又因立方晶型结构的  $\text{Ti}$  薄膜，容易在面心或者体心处嵌入原子，形成面心立方或体心立方晶系， $\text{B}$  则可能进入部分晶系间隙之中，进而引起  $\text{Ti}$  的晶格膨胀。从表 2 中可以看出， $\text{Ti}(110)$  衍射峰位的晶面间距  $d$  随着  $\text{B}$  掺量的增大而减小，衍射峰位也随之有所变化，这都是由于间隙  $\text{B}$  产生的  $\text{Ti}$  晶格膨胀。由表 2 可以看出，未掺杂的  $\text{Ti}$  薄膜应力为负值，表现为压应力；而  $\text{B}$  掺杂后的  $\text{Ti}$  薄膜应力为正值，表现为张应力，并随着  $\text{B}$  掺杂浓度的增加，薄膜张应力呈现出明显的增长趋势。薄膜的应力产生主要是因为薄膜在生长过程中结构的不完整性（如杂质、空位、空隙、位错、晶粒边界等）和薄膜与基片间晶格失配等因素造成的。未掺杂的  $\text{Ti}$  薄膜产生压应力的原因是：1) 原子、离子埋入效应，因为在溅射过程中，入射到薄膜上的气体原子或  $\text{Ti}$  原子通常带有  $10 \text{ eV}$  左右的能量，这比在真空蒸发时的能量大了  $1\text{--}2$  个数量级，动能较高，容易进入  $\text{Ti}$  晶格间隙；2) 在溅射过程中， $\text{Ar}$  离子或  $\text{Ar}$  原子通常以  $10^2\text{--}10^4 \text{ eV}$  大小的能量冲击薄膜，它们除了会作为杂质被薄膜捕获外，还会导致薄膜表面原子向

内部嵌入，导致薄膜体积增大，从而在薄膜中形成压应力。 $\text{B}$  掺杂后  $\text{Ti}$  薄膜应力表现为张应力，并且随着  $\text{B}$  掺杂浓度的增加，呈现增大的趋势。这主要是因为：随着掺杂  $\text{B}$  原子的出现，一方面， $\text{B}$  原子在  $\text{Ti}$  晶格中替代  $\text{Ti}$  原子后，其原子半径较小，会引起与晶格空隙相似的张应力；另一方面，随  $\text{B}$  靶溅射功率的增大，会导致沉积原子的动能增大，界面扩散层结构与膜层结构的缺陷浓度也会随之增加，进而导致张应力的进一步扩大；再者随着晶粒尺度变小，晶界引起的张应力更为明显。

## 4 结 论

利用直流磁控双靶共溅射技术制备了不同  $\text{B}$  掺杂浓度下的  $\text{Ti}$  薄膜，研究了  $\text{B}$  掺杂对  $\text{Ti}$  薄膜的晶型结构、表面形貌、晶粒尺寸和应力的影响，探讨了不同的  $\text{B}$  掺杂浓度下，其变化规律和机理。研究发现：

- 1) 通过控制  $\text{B}$  靶溅射功率，可以有效地控制样品中  $\text{B}/\text{Ti}$  比例，实现微量掺杂；
- 2)  $\text{B}$  掺杂后制备的  $\text{Ti}$  薄膜均为立方晶型结构， $\text{B}$  掺杂后  $\text{Ti}$  薄膜的晶粒尺寸减小，随着  $\text{B}$  掺杂浓度的升高有进一步减小的趋势，当掺杂浓度

为 5.50 at%时, Ti 薄膜晶粒尺寸减小为 1.3 nm;

3) B 掺杂后 Ti 薄膜的应力由压应力转变为张

应力, 并随着 B 元素掺杂浓度的增加, 薄膜应力呈现出明显的增长趋势.

- 
- [1] Alemander D J, Cooley J C, Cameron B J, Dauelsberg L B, Dickerson R M, Hackenberg R E, Mauro M E, Nobile Jr A, Papin P A, Rivera G 2006 *Fusion Science and Technology* **49** 796
  - [2] Jankowski A F, Wall M A, van Buuren A W 2002 *Acta Materialia* **50** 4791
  - [3] Xu H W, Alford C S, Cooley J C, Dixon L A, Hackenberg R E, Letts S A, Moreno K A, Nikroo A, Wall J R, Youngblood K P 2007 *Fusion Science and Technology* **51** 547
  - [4] Nakamura T, Okimura K 2004 *Vacuum* **74** 391
  - [5] Cheng B X, Wu W D, He Z B, Xu H, Tang Y J, Lu T C 2006 *High Power Laser and Particle Beams* **18** 961 (in Chinese) [程丙勋, 吴卫东, 何智兵, 许华, 唐永健, 卢铁城 2006 强激光与粒子束 **18** 961]
  - [6] Duan L L, Wu W D, He Z B, Xu H, Tang Y J, Xu J C 2008 *High Power Laser and Particle Beams* **20** 505 (in Chinese) [段玲珑, 吴卫东, 何智兵, 许华, 唐永建, 徐金城 2008 强激光与粒子束 **20** 505]
  - [7] Shi L Q, Jin Q H, Liu C Z, Xu S L, Zhou Z Y 2005 *Nucl. Phys. Rev.* **22** 148 (in Chinese) [施立群, 金钦华, 刘超卓, 徐世林, 周筑颖 2005 原子核物理评论 **22** 148]
  - [8] Zhang Y, He Z B, Yan J C, Li P, Tang Y J 2011 *Acta Phys. Sin.* **60** 6803 (in Chinese) [张颖, 何智兵, 闫建成, 李萍, 唐永建 2011 物理学报 **60** 6803]
  - [9] Han H, Chen Y, Liu S F, Chen X, Lü C, Wang S L 2011 *Mater. Rev.* **25** 81 (in Chinese) [韩辉, 陈阳, 刘生发, 陈欣, 吕程, 王硕黎 2011 材料导报 **25** 81]
  - [10] Zhao Z Y 2004 *X-ray and Material Structure* (Hefei: Anhui University Press) pp174—178 (in Chinese) [赵宗彦 2004 X 射线与物质结构 (合肥: 安徽大学出版社) 第 174—178 页]
  - [11] Shao S Y, Fan Z X, Fan R Y, Shao J D 2005 *Laser & Optoelectronics Progress* **42** 22 (in Chinese) [邵淑英, 范正修, 范瑞瑛, 邵建达 2005 激光与光电子学进展 **42** 22]
  - [12] Li L X, Jia R 2010 *Physical Chemistry of Silicate* (Tianjin: Tianjin University Press) p212—223 (in Chinese) [李丽霞, 贾茹 2010 硅酸盐物理化学 (天津: 天津大学出版社) 第 212—223 页]
  - [13] Wei J, Song X Y, Han Q C, Xu W W, Li L M 2010 *Rare Metal Materials and Engineering* **39** 603 (in Chinese) [魏君, 宋晓艳, 韩清超, 徐文武, 李凌梅 2010 稀有金属材料与工程 **39** 603]
  - [14] Barna P B, Adamik M 1998 *Thin Solid Films* **317** 27

# Influence of B doping on structure and properties of Ti Thin Film\*

Zhang Ling<sup>1)2)</sup> He Zhi-Bing<sup>2)†</sup> Liao Guo<sup>1)2)</sup> Chen Jia-Jun<sup>1)</sup> Xu Hua<sup>2)</sup> Li Jun<sup>2)</sup>

1) (*School of Physics and Electronic Information, China West Normal University, Nanchong 637002, China*)

2) (*Centre of Laser Fusion Research, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China*)

(Received 20 February 2012; revised manuscript received 7 March 2012)

## Abstract

B-doped Ti film is fabricated by direct current magnetron sputtering. The doping concentration, surface morphology, crystal structure, crystal grain diameter and stress are characterized by X-ray photoelectron spectroscopy, scanning electron microscopy and X-ray diffraction, respectively. It is found that, with the increase of B doping, the crystal grain diameter decreases monotonically and reaches a minimum of 1.3 nm at a B doping concentration of 5.50 at.%. The B-doped Ti film presents a compact columnar structure at that concentration. The stress of Ti film changes from compressive stress to tensile stress when B is doped.

**Keywords:** Ti films, B doping, surface morphology, magnetron sputtering

**PACS:** 68.55.-a, 61.05.cp, 81.10.Aj, 81.15.Cd

\* Project supported by the Science and Technology on Plasma Physics Laboratory of the Research Center of Laser Fusion CAEP, China (Grant No. 9140c680501007).

† E-mail: he\_zhibing@126.com