

文章编号: 1007 - 1482(2005)04 - 0225 - 04

· 论著 ·

利用 EBSD 技术分析银薄膜中的晶粒异常生长、孪晶及织构

杨平¹, 孟利¹, 王玉峰², 崔凤娥¹, 毛卫民¹

(1. 北京科技大学材料学系, 北京 100083; 2. 内蒙古科技大学电镜室, 内蒙古包头 014010)

摘要: 利用背散射电子衍射 (EBSD) 技术分析了银薄膜中出现的晶粒异常生长现象, 确定了其与孪晶和织构的关系。结果表明, 较强 111 织构形成时, 孪晶面之一可平行于薄膜表面, 频繁的孪生不明显改变较强的 111 织构, 但可能造成出现六角锥体; 初步分析认为, 六角锥体是一对孪晶, 表面是两个晶粒的六个 {111} 面; 当制备或生长条件不能形成强 111 织构时, 孪晶面不平行于薄膜表面, 孪生后的取向继续偏离 111。

关键词: 银薄膜; 异常生长; 孪晶; 织构

中图分类号: TG115.23; O722⁺7

文献标识码: A

Abnormal growth, twinning and texture of Ag thin film analyzed by EBSD technique

YANG Ping¹, MENG Li¹, WANG Yufeng², CUI Feng'e¹, MAO Weimin¹

(1. Department of Mater Science, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China;

2. Electron Microscope Laboratory, Inner Mongolia University of Technology, Baotou 014010, China)

Abstract: The electron Backscatter Diffraction technique was used to analyze abnormal growth in Ag thin films and to determine the relationship between twinning and texture. It was found that in the presence of a 111 texture one twin boundary is parallel to the film surface. Frequent twinning did not change texture significantly, but may lead to the formation of hexagon pyramids. Each pyramid is composed of a twin pair, and its surfaces is covered by 6 {111} planes from two grains with a twin relationship. When the 111 texture is not strong further weakening of the 111 texture occurs due to twinning.

Key words: Ag thin film; abnormal growth; twinning; texture; EBSD

银薄膜材料在半导体微电子和微机械行业中起着重要的作用^[1,2], 银薄膜因良好的反光能力在光学方面也有广泛的应用。与铝、铜 FCC 结构薄膜一样, 111 线织构是这类薄膜中普遍存在的织构^[1-4], 目前已有较多的银薄膜织构的研究^[1,2], 其基本规律为, 薄膜生长初期, 111 和 100 织构共存, 生长后期只有 111 织构, 晶粒长成柱状晶。但也存在一定的差异, 这就是银的层错能比铝、铜低, 这样一旦制备参数变化造成 111 织构减弱时, 孪生将使银的 111 织构比铝、铜薄膜织构减弱的速

度快的多。Greiser^[5]发现, 晶粒长大过程中, 111 晶粒会异常生长为 100 晶粒。初期生长的 111 晶粒是细小的等轴晶。薄膜厚度不同, 织构也不同, 退火时织构及晶粒长大方式都不同。银薄膜在早期沉积阶段中容易出现异常长大^[6,7]。本文报导银薄膜中晶粒的异常生长现象及与孪晶和织构的关系。

1 样品材料及分析方法

银薄膜样品由香港科技大学提供, 银沉积在铜块体之上。在样品上的某些区域出现异常生长的六

收稿日期: 2005 - 09 - 10

作者简介: 杨平 (1959 -), 男, 北京科技大学材料学系, 教授, 博士生导师

研究方向: 晶体材料的各向异性; 形变、再结晶行为; EBSD 技术的应用, E-mail: yangp@mater.ustb.edu.cn

角锥体,要求对其成因进行分析。利用 LEO-1450扫描电镜上的 HKL 公司的 EBSD 系统对银薄膜直接进行取向分析。

2 结果及分析

图 1 为样品四周边缘区域形成的六角锥体,初步认为这是晶粒异常生长的结果,是特殊的制备工艺造成的。这种组织是不希望的,六角锥体周围基体内表面较平整。

图 2 给出含六角锥区域和不含六角锥区域的取向成像。图 2(a)中的红色为 111 晶粒,黄色为 100 晶粒。111 为 50%; 100 晶粒为 9.14%。孪晶界的比例为 40.8%,见图 2(b)。织构强度上 111 占主体。另一特点是,六角锥对应的“盲区”主要在 111 晶粒内(红色)。图 2(d),

(e), (f) 是正常区域的取向成像分析结果。111 取向的晶粒占 32%, 100 占 15.8%; 虽然仍是 111 晶粒多,但强度上以 100 织构为主(图 2(f))。孪晶界占 36.8%,与六角锥区相差不大。两区域的晶粒尺寸相差不大。

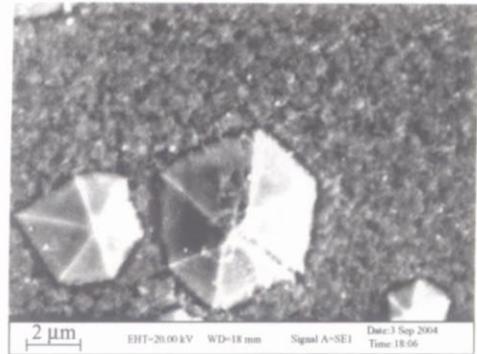


图 1 出现六角锥体区域的组织形貌

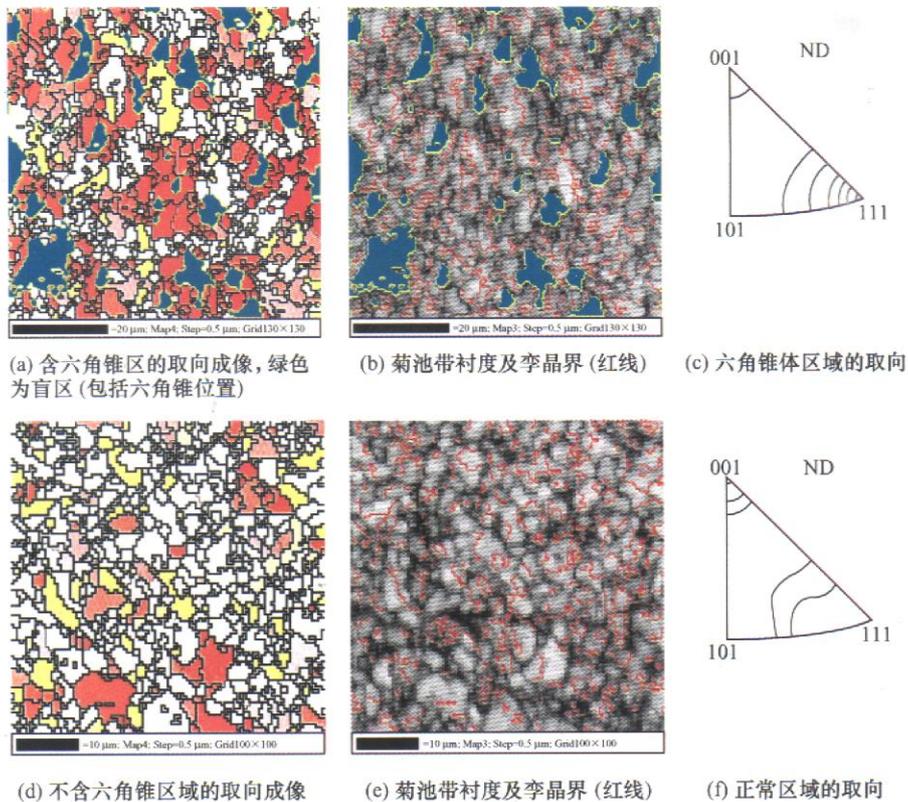


图 2 两类区域的取向成像分析

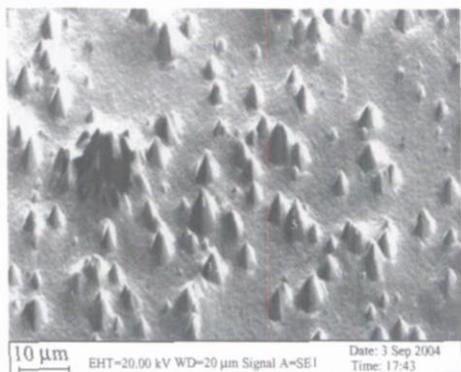
目前的问题是,六角锥体的表面是否是 {111}, 六角锥是单个晶粒还是多个晶粒? 六角锥产生的原因是什么?

图 3(a)和图 3(b)给出在六角锥体上测出的单个取向(原始数据)。因六角锥表面不平,倾转 70° 后只有前面的 3 个侧面可观察到,后面的 3 个锥面被挡住(见图 3(a))。此外,前面的 3 个锥面中中间锥面常难测到衍射的菊池带。图 3(c)是图 3(b)中

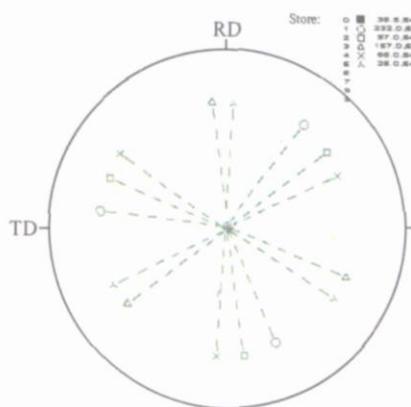
同一取向的四个 {111} 极点用连线连接的极图,以便于各取向的区分。从图 3(b)和图 3(c)上看出,六角锥体内存在孪晶关系,且孪晶关系的转轴处在中心 ND 处,说明至少部分孪晶面 {111} 为水平面,即薄膜表面,这表明六角锥不是单晶。单晶表面也只能由三个 {111} 面围成,而不可能由六个 {111} 面围成。图 3(d)给出另一六角锥体上测出的两个孪晶取向和以另三个 111 轴孪生时的取向(孪晶变

体),即 2,3,4号取向,这是实验中较少发现的,说明

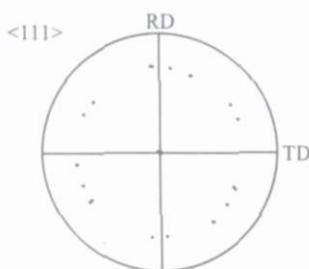
六角锥中常测到的两个孪晶取向的孪晶面是水平面。



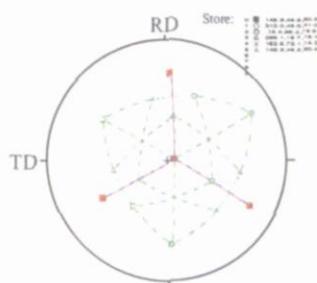
(a) 六角锥体区域的组织形貌



(c) 同一取向的四个<111>极点用连线连起来,以便于各取向的区分。可算出2/3是孪晶关系,4/5是孪晶关系。



(b) 三个六角锥上的原始取向1~5



(d) 一个六角锥上的两个孪晶取向以及一个取向产生四个变体的取向

图 3 六角锥体及周围取向测定结果

图 4给出六角锥体可能的形成机制。六角锥两个取向按图 4(a)构成。图 4(b)是同一晶粒四个{111}面的关系,图 4(c)中 A,B,C是一个晶粒的另三个{111}面,但只是一部分;图 4(d)中 D,E,F是另一个晶粒的另三个{111}面,也只是一部分;两个晶粒的各三个{111}面围成一个六角锥体。实测时

发现有时锥的两个侧面是一个取向。有一点还不清楚,孪晶面是薄膜平面,而观察到的是垂直于或倾斜于薄膜表面的孪晶面,说明这些孪晶面并不是孪生进行时的界面,而是孪生后两晶粒对称长大后围成的面,因孪晶界面能很低,较多的孪晶界不引起界面能的大幅度提高。进一步的工作是确定这个原因。

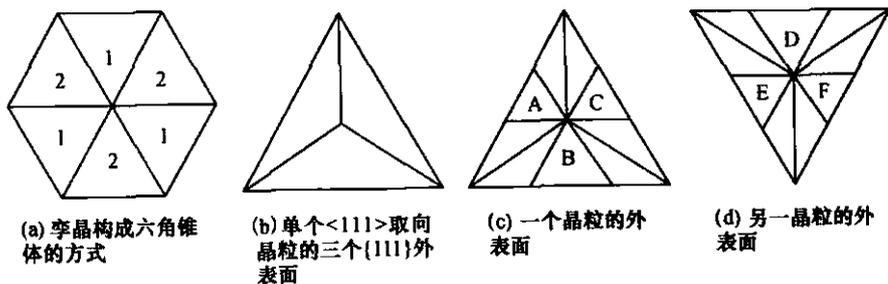


图 4 六角锥体的形成方式

文献 [8]报导了沉积在硅片上的陶瓷薄膜 PZT 中出现的孪晶及对应的晶粒异常生长现象. 其特征是,大晶粒中都有相互穿插的孪晶,并且显示 2次轴或 3次轴的特征,见图 5. 因 PZT是四方结构,外表面展示了四方结构的特征;而银为 FCC,所以晶粒外形表现为三角形状;两个互为孪晶的晶粒,围成六角

锥体。

3 结论

银薄膜中强的孪生倾向在制备工艺参数变化时会对晶粒生长形态及织构产生影响。强 111 织构形成时,部分孪晶面平行于薄膜表面,频繁的孪生不

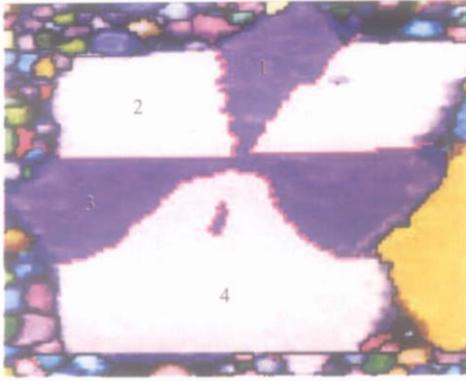


图 5 PZT中出现的生长孪晶^[8]

明显改变强 111 织构,但可能造成出现六角锥体,六角锥体内有孪晶关系,表面应是六个 {111}面;当制备条件不能形成强 111 织构时,孪晶面不能平行与薄膜表面,孪生后的取向继续偏离 111。

参考文献:

- [1] Jung Y S Study on texture evolution and properties of silver thin films prepared by sputtering deposition [J]. Applied Surface Science, 2004, 221: 281 - 287.
- [2] Adamik M, Bama P B, Tomov I Texture and grain structure in polycrystalline silver films deposited by partially ionised beam [J]. Vacuum, 2001, 61: 251 - 255.
- [3] Savaloni H, Moradi G R, Player M A. Texture development and residual stress in UHV evaporated silver films on glass substrates as a function of substrate temperature [J]. Vacuum, 2005, 77: 245 - 257.
- [4] Adamik M, Bama P B, Tomov I Correlation between texture and average grain size in polycrystalline Ag thin films [J]. Thin Solid Films, 2000, 359: 33 - 38.
- [5] Greiser J, Muellner P, Arzt E Abnormal growth of "giant" grains in silver thin films [J]. Acta mater, 2001, 49: 1041 - 1050.
- [6] Kawabata S, Ishihara K, Hoshi Y, et al Observation of silver film growth using an in situ ultra-high vacuum spectroscopic ellipsometer [J]. Thin Solid Films, 1998, 313 - 314: 516 - 521.
- [7] Kundu S, Hazra S, Banerjee S, et al Morphology of thin silver film grown by dc sputtering on Si(001) [J]. J Phys D (Appl Phys), 1998, 31: L73 - L77.
- [8] HKL Technology reports on web net [R]. V III Contrasting grain types in a ceramic thick film. 2001.

·动态与信息·

中国科协开展“影响科技工作者自主创新的因互”调研

近期,受中国科协调研宣传部委托,中国科协管理科学研究中心开展了“影响科技工作者自主创新的因素”调研工作。

本次调研在资料调研的基础上,采取了召开科技工作者座谈会的实地调研和问卷调查相结合的方式。调研区域包括东北地区、西部地区、北京地区、华中地区、华东地区和华南地区,调研对象来自国有大中型企业、三资企业、股份制企业、民营企业以及科研院所和高校。本次调研召开了 14 个座谈会,向 1800 名科技工作者发放了调查问卷,回收 1556 份合格问卷。

目前课题已进入最后阶段,正在对调研报告初稿进行修改。

(中国科协管理科学研究中心 供稿)