

文章编号: 1004-4353(2019)03-0208-07

# 磁控溅射 Ti 掺杂 NbN 薄膜的机械和摩擦学特性研究

韩玉蕊, 杜安天, 顾广瑞\*  
( 延边大学 理学院, 吉林 延吉 133002 )

**摘要:** 为研究 Ti 掺杂的 NbN 薄膜的机械和摩擦学特性,采用射频和直流磁控共溅射技术制备了 Ti 掺杂的 NbN(Ti:NbN)薄膜. 利用 X 射线衍射仪(XRD)、能量色散 X 射线光谱仪(EDX)、扫描电子显微镜(SEM)、纳米压痕仪、高温摩擦磨损试验机分别对 Ti 掺杂的 NbN 薄膜的微观结构、组成成分、表面形貌、机械和摩擦学性能进行了研究. XRD 测试结果显示,薄膜的结晶性随着 Ti 靶掺杂功率的增加(从 0 W 逐渐升高到 40 W)而呈明显增强趋势,晶粒尺寸也由 18.010 nm 增加到 21.227 nm. 当 Ti 靶的掺杂功率为 30 W 时,NbN 薄膜的硬度由 4.5 GPa(未掺杂)增加到 20.4 GPa,弹性模量由 145.8 GPa(未掺杂)增加到 224.5 GPa; 当 Ti 靶的掺杂功率为 40 W 时,NbN 薄膜的摩擦系数由 0.73(未掺杂)下降到 0.51,磨损率由  $3.3 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ (未掺杂)下降到  $2.1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ . 这表明,掺杂 Ti 可使 NbN 薄膜的机械性能和摩擦学性能得到很大的改善.

**关键词:** 磁控溅射; NbN 薄膜; 机械性能; 摩擦学性能

**中图分类号:** O484.4      **文献标识码:** A

## Study on the mechanical and tribological properties of Ti-doped NbN films deposited by magnetron sputtering

HAN Yurui, DU Antian, GU Guangrui\*  
( College of Science, Yanbian University, Yanji 133002, China )

**Abstract:** In order to study the mechanical and tribological properties of Ti-doped NbN films, Ti-doped NbN (Ti:NbN) films were prepared by RF and DC magnetron co-sputtering. The structure, composition, surface morphology, mechanical and tribological properties were studied by X-ray diffractometer (XRD), energy dispersive X-ray spectrometer (EDX), scanning electron microscopy (SEM), nanoindentation and high temperature friction and wear testing machine, respectively. XRD results show that the crystallinity of the film increases significantly with increasing Ti target doping power (gradually increasing from 0 W to 40 W), and the grain size increases from 18.010 nm to 21.227 nm. When the doping power of Ti target is 30 W, the hardness of NbN films increased from 4.5 GPa (undoped) to 20.4 GPa, and the elastic modulus from 145.8 GPa (undoped) to 224.5 GPa. And when the doping power of Ti target is 40 W, the friction coefficient of NbN thin films decreases from 0.73 (undoped) to 0.51, and the wear rate from  $3.3 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$  (undoped) to  $2.1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{mm})$ . The results show that the mechanical and tribological properties of NbN thin films can be greatly improved by doping metal Ti.

**Keywords:** magnetron sputtering; NbN films; mechanical properties; tribological properties

自 Veprek 等<sup>[1]</sup>报道了 Ti-Si-N 纳米复合薄膜的硬度可高达 80~105 GPa 后,许多学者对过渡金属氮化物薄膜的物理性质进行了研究.例如:Zhao 等<sup>[2]</sup>通过磁控溅射的方法得到了 W<sub>2</sub>N 薄膜,该薄膜为面心立方结构,硬度为 28 GPa,摩擦系数为 0.35. Wang 等<sup>[3]</sup>通过磁控溅射的方法制备了 ZrN 和 W<sub>2</sub>N 多层薄膜,当工作压力为 0.8 Pa 时,其最大硬度可达 34 GPa. 研究显示,NbN 比其他硬质氮化物薄膜具有更高的热稳定性和化学稳定性,而且掺杂 Si、Cu、Ag 的 NbN 薄膜还具有硬度高、平均摩擦系数和磨损率低等特性.例如:Dong 等<sup>[4]</sup>通过反应磁控溅射合成了超硬 Nb-Si-N 复合薄膜,当 Si 原子含量的百分比为 3.4%时该薄膜的硬度和弹性模量达到最大值,分别为 53 GPa 和 521 GPa. Ezirmik 等<sup>[5]</sup>通过磁控溅射的方法制备了 Cu 掺杂的 NbN 薄膜,当 Cu 原子含量的百分比为 1%时,该薄膜的硬度达到最高值(40 GPa),并且形成了纳米复合结构. Ju 等<sup>[6]</sup>制备了 Ag 掺杂的 NbN 薄膜,研究显示 Ag 的掺杂不能改善 NbN 薄膜的硬度,但可降低薄膜的平均摩擦系数.有关 Ti 掺杂的 NbN 薄膜的研究目前为止未见报道.

目前,制备 NbN 薄膜的主要技术有喷雾热解法<sup>[7]</sup>、溶胶凝胶法<sup>[8]</sup>、真空热蒸发法<sup>[9]</sup>、脉冲激光沉积法<sup>[10]</sup>和射频磁控溅射法<sup>[11]</sup>. 因射频磁控溅射技术具有操作简单、沉积速率快、纯度高、薄膜成分易控制、工业成本低等优点<sup>[12-15]</sup>,因此本实验采用射频和直流磁控共溅射技术制备 Ti 掺杂的 NbN 薄膜,并研究其机械和摩擦学性能.

## 1 实验

本实验利用直流和射频磁控共溅射方法,在硅和不锈钢衬底上沉积 Ti 掺杂的 NbN 薄膜. 实验中使用的靶是金属 Ti 靶和金属 Nb 靶(纯度均为 99.99%,靶直径均为 50 mm,厚度均为 5 mm). 衬底安装之前将其分别在丙酮、乙醇和去离子水中各超声清洗 20 min,然后用纯净的氮气吹干. 利用旋片式机械泵和复合分子泵将溅射室抽至低于  $5\times10^{-4}$  Pa 的背景真空. 为了清洁靶材表面,先用氩气(99.99%)对靶材进行预溅射 10 min,然后通入氮气(99.99%),在氩气和氮气的气氛下再预溅射 5 min. 清洁完成后选取不同的溅射压强、溅射功率、氩氮流量比、衬底温度等参数进行共溅射实验,制备的 Ti:NbN 薄膜的沉积参数如表 1 所示.

表 1 制备 Ti:NbN 薄膜的沉积参数

沉积参数	背景真空/ Pa	Nb 靶射频 功率/W	Ti 靶直流 功率/W	溅射压强/ Pa	氩气流量/ 氮气流量	沉积时间/ min	衬底温度/ ℃
数值	$<5\times10^{-4}$	120	0~40	0.4	20:4	90	500

使用 X 射线衍射仪(以 CuK $\alpha$  为射线源,波长  $\lambda$  为 0.154 056 nm),在电压和电流分别为 40 kV、30 mA 的条件下表征薄膜的晶体结构. 利用扫描电子显微镜(SEM)和 X 射线光谱仪(EDX)测量薄膜的表面形貌和元素组成. 利用纳米压痕仪(载荷为 3 mN)测试薄膜的附着力、划痕深度以及材料的弹性恢复等机械性能. 在室温环境(湿度为 69%)条件下,利用摩擦磨损实验机在恒定载荷 3 N 下,以 5 mm/s 的速度进行 15 min 的磨损测试. 实验中,选用直径为 9 mm 的 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>作为相对材料. 磨损测试后,利用轮廓仪检查磨损轨迹,并测量薄膜的磨损面积.

## 2 结果与讨论

图 1 为在 Si 衬底上不同 Ti 靶掺杂功率下沉积的 Ti:NbN 薄膜的 XRD 图谱. 从图 1 中可以看出,所有的 Ti:NbN 薄膜均呈现良好的结晶性. 随着 Ti 靶掺杂功率的增加,薄膜(111)方向的衍射峰呈现先增加后下降的趋势,当掺杂功率为 30 W 时衍射峰值最高. 随着 Ti 靶掺杂功率的增加,(200)方向的衍射峰也呈现先增加后下降的趋势,当掺杂功率为 20 W 时衍射峰值最高,薄膜的结晶性最好. 图 1 中未发现 Ti 和 TiN 的衍射峰,但在 EDX 测试中探测到 Ti 元素的存在,这表明 Ti 原子已掺入 NbN 薄膜的

晶格中. 根据(200)方向的衍射峰,计算 Ti:NbN 薄膜在不同 Ti 靶掺杂功率下的晶粒尺寸和晶格常数等参数,结果见表 2. 由表 2 可以看出,Ti 靶掺杂功率从 15 W 增加到 40 W 时,NbN 薄膜的晶粒尺寸呈现先增大后减小的趋势,当 Ti 靶掺杂功率为 20 W 时晶粒尺寸最大,为 21.227 nm. 这表明在掺杂功率为 20 W 时,薄膜的结晶性最好. 此外,掺入 Ti 原子的 NbN 薄膜的晶格常数均大于未掺杂的 NbN 薄膜,这可能归因于 Ti 离子的半径(0.086 nm)大于 Nb 离子的半径(0.072 nm),Ti 离子替代 Nb 离子所致. NbN 薄膜的晶格应变表明,薄膜内部的应力由压缩应力逐渐转变为拉伸应力,这可能与薄膜晶格常数的增加有关<sup>[16]</sup>.

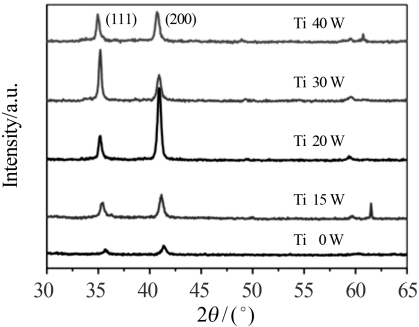


图 1 Ti:NbN 薄膜的 XRD 图谱

表 2 不同掺杂功率下沉积的 Ti:NbN 薄膜的结构参数

掺杂功率/W	2θ/(°)	FWHM/(°)	晶粒尺寸/nm	晶格常数/nm	晶格应变
0	41.850	0.467	18.010	0.431	−1.74
15	41.120	0.415	20.217	0.439	−0.03
20	40.920	0.395	21.227	0.441	0.38
30	40.900	0.428	19.589	0.441	0.52
40	40.720	0.429	19.567	0.442	0.73

图 2 为在 Si 衬底上不同 Ti 靶掺杂功率下沉积的 Ti:NbN 薄膜的 EDX 能谱. 从图 2(a)中可以看出,在 NbN 薄膜(未掺杂)中氮原子的百分比含量为 58.8%,Nb 原子的百分比含量为 41.2%. 通过比较图 2(a)与图 2(b)可以看到,当掺杂功率为 20 W 时,Ti:NbN 薄膜中氮原子的百分比含量几乎保持不变,Nb 原子的百分比含量下降到 35.8%,Ti 原子的百分比含量上升至 7.72%. 这表明在 Ti:NbN 薄膜中形成了置换固溶体,即 Nb 原子在晶格中的某些位置被 Ti 原子所替换. 该结果与文献[17]的研究结果一致.

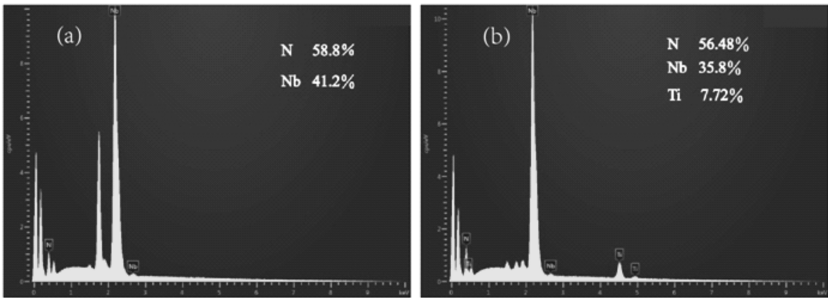


图 2 Ti:NbN 薄膜的 EDX 能谱((a)为 0 W,(b)为 20 W)

图 3 为在 Si 衬底上沉积的 NbN 薄膜的 SEM 图. 图 3(a)为未掺杂的 NbN 薄膜(右上部分的插图 of NbN 薄膜的截面图),图 3(b)为 Ti 掺杂(掺杂功率为 20 W)的 Ti:NbN 薄膜. 由图 3 可以看出,NbN 薄膜和 Ti:NbN 薄膜的表面均由致密的小晶粒组成,且平整光滑. 从横截面图可以看出,薄膜呈典型的柱状生长,厚度大约为 200 nm. 由图 3(b)可以看出,薄膜表面的晶粒增大,这与 XRD 的计算结果一致. 其原因可能是掺入的 Ti 原子替代了 Nb 原子的位置,由此导致 Ti:NbN 薄膜的结晶性增强.

图 4 为在 A304 不锈钢衬底上不同 Ti 靶掺杂功率下沉积的 Ti:NbN 薄膜的硬度和弹性模量的变化曲线. 由图 4 可以看出,未掺杂的 NbN 薄膜的硬度和弹性模量分别为 4.5 GPa 和 145.8 GPa. 随着 Ti

靶掺杂功率的增加,Ti:NbN 薄膜的硬度和弹性模量都呈现先增大后减小的趋势,且都远大于未掺杂的 NbN 薄膜的硬度和弹性模量.当 Ti 靶掺杂功率为 30 W 时,Ti:NbN 薄膜的硬度和弹性模量达到最大值,分别为 20.4 GPa 和 224.5 GPa.

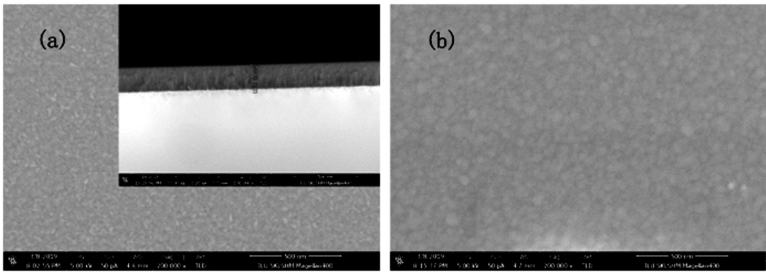


图 3 Ti:NbN 薄膜的 SEM 图((a)为 0 W,(b)为 20 W)

研究表明,薄膜的残余应力可影响薄膜的硬度,因此本文计算不同 Ti 靶掺杂功率下沉积的薄膜的残余应力,结果见表 2.由表 2 可以看出,薄膜的残余应力的变化与 Ti 的掺杂几乎无关,即薄膜的残余应力不是影响 Ti:NbN 薄膜硬度的主要因素.由此可知,Ti:NbN 薄膜的硬度增强的原因可能是 Ti 原子取代 Nb 原子的位置,即固溶强化所致<sup>[18-21]</sup>.但是当 Ti 掺杂过量时,因 Ti 原子不能完全替代 Nb 原子的位置,因此使得 Ti 靶掺杂功率为 40W 时 Ti:NbN 薄膜的硬度有所下降.

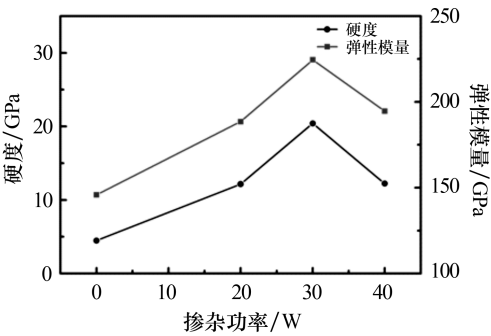


图 4 不同掺杂功率下 Ti:NbN 薄膜的硬度和弹性模量

图 5 为在 A304 不锈钢衬底上不同 Ti 靶掺杂功率下沉积的 Ti:NbN 薄膜在连续刚度测试(CSM)中的载荷-位移曲线. Ti:NbN 薄膜的弹性回复率利用公式  $R = \frac{H_{\max} - H_r}{H_{\max}}$  进行计算,结果见表 3.

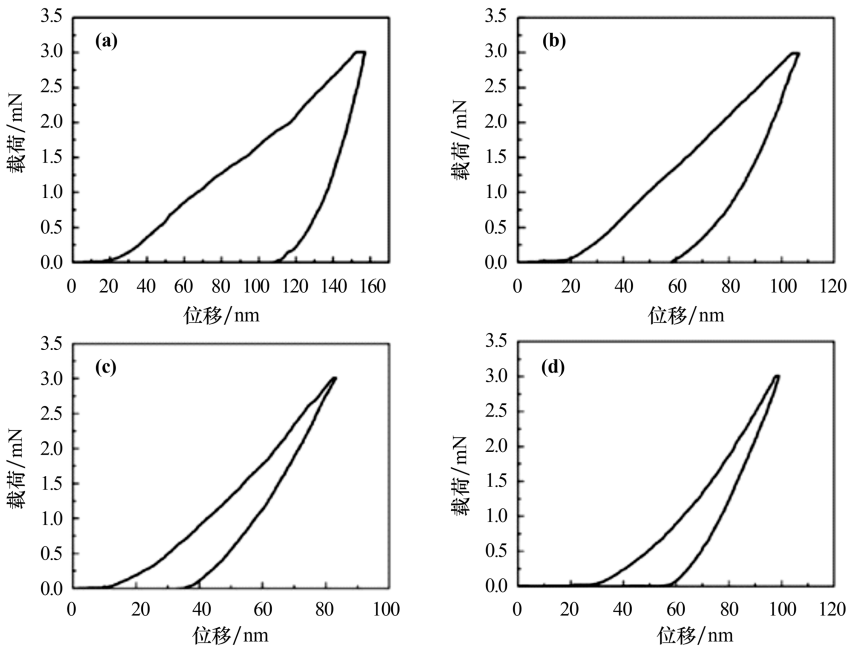


图 5 Ti:NbN 薄膜的载荷-位移曲线((a)为 0 W,(b)为 20 W,(c)为 30 W,(d)为 40 W)

表 3 Ti:NbN 薄膜的压痕深度( $H_r$ )、压痕总位移( $H_{\max}$ )与弹性回复量( $R$ )的关系

Ti 靶掺杂功率/W	$H_{\max}$ /nm	$H_r$ /nm	$R/\%$
0	157	108	31.2
20	106	58	45.2
30	83	36	56.6
40	99	56	43.4

由表 3 可知,所有 Ti:NbN 薄膜的弹性回复率均高于未掺杂的 NbN 薄膜的弹性回复率. 其中当掺杂功率为 30 W 时,Ti:NbN 薄膜的弹性回复率达到最高,为 56.6%. 这表明 Ti 的掺入使得薄膜具有了较强的刚度. 另外,由表 3 还可以看出,薄膜的弹性回复率与硬度密切相关,即硬度越高,薄膜的弹性回复率越高.

图 6 为在 A304 不锈钢衬底上不同 Ti 靶掺杂功率下沉积的 Ti:NbN 薄膜的摩擦系数随时间变化的曲线. 由图 6 可以看出,未掺杂 Ti 时,NbN 薄膜的摩擦系数一直处于较高的水平. 随着 Ti 靶掺杂功率的增加,薄膜摩擦系数的磨合状态会有明显的延后,当掺杂功率为 40 W 时,Ti:NbN 薄膜的摩擦系数曲线最为平滑和稳定. 这表明,Ti 的掺入能有效地提高 NbN 薄膜的摩擦学性能.

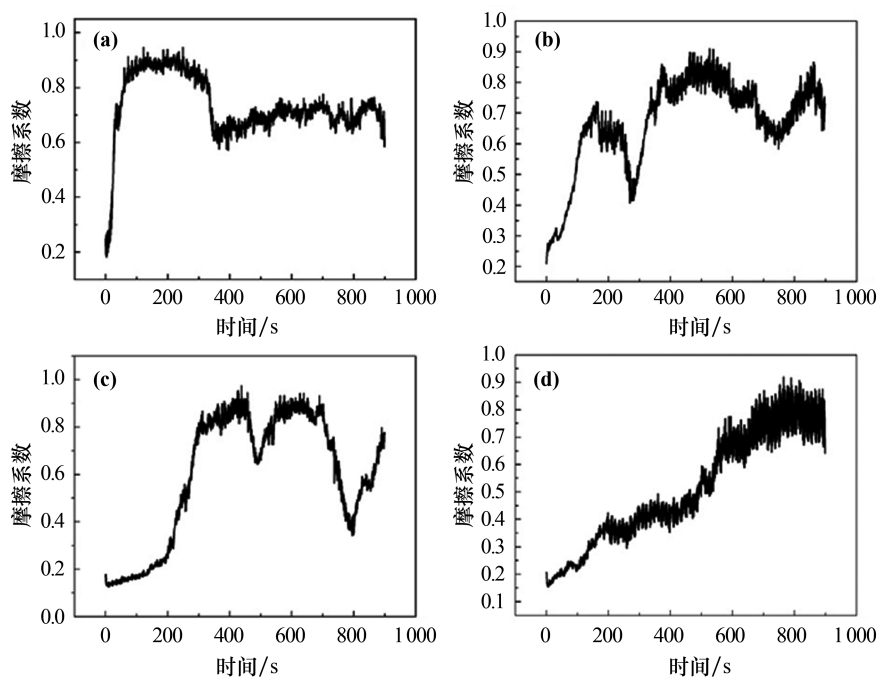


图 6 Ti:NbN 薄膜的摩擦系数((a)为 0 W,(b)为 20 W,(c)为 30 W,(d)为 40 W)

为进一步比较不同 Ti 掺杂功率对 Ti:NbN 薄膜摩擦系数的影响,绘制平均摩擦系数随 Ti 靶掺杂功率变化的曲线(图 7). 由图 7 可以看出,Ti:NbN 薄膜的摩擦系数均小于未掺杂的 NbN 薄膜的系数(0.73),且当掺杂功率为 40 W 时,Ti:NbN 薄膜的摩擦系数达到最小(0.51). 这表明,Ti 的掺入可显著降低薄膜的摩擦系数.

利用摩擦磨损实验机,对 Ti:NbN 薄膜进行摩擦磨损实验后,使用三维轮廓仪检测薄膜的磨损轨

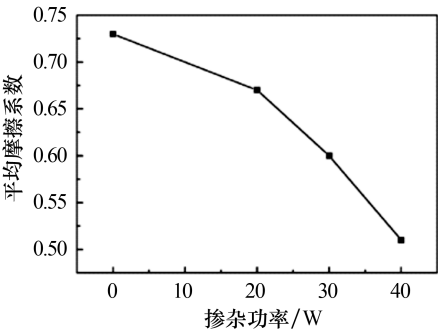


图 7 不同掺杂功率下 Ti:NbN 薄膜的平均摩擦系数



迹,结果如图 8 所示.从图 8 可以看出,随着 Ti 靶掺杂功率的增加,磨损轨道的宽度逐渐变小,这表明薄膜的表面磨损程度逐渐减小.这一结果与上述摩擦系数下降的结论相符合.

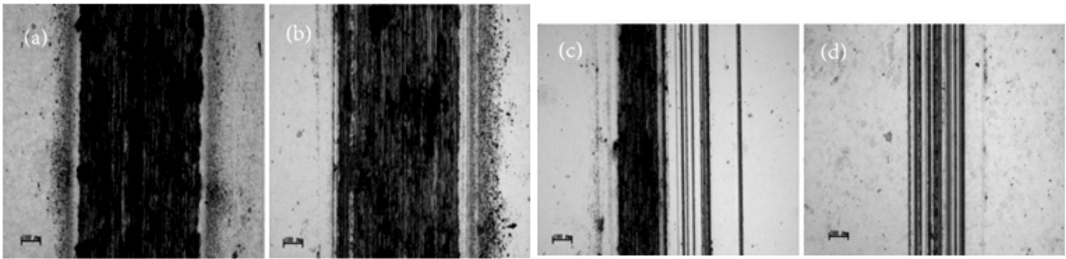


图 8 Ti:NbN 薄膜的磨损轨迹((a)为 0 W,(b)为 20 W,(c)为 30 W,(d)为 40 W)

在摩擦磨损实验中,磨损率是确定薄膜摩擦学性能的重要因素.本文根据公式(1)计算 Ti:NbN 薄膜的磨损率.

$$W_s=\frac{C\times S}{F\times L},$$

(1)

其中  $C$  为磨痕周长(5 mm),  $S$  为磨痕体积测量平均值( $5\,722.50\,\mu\text{m}^3$ ),  $F$  为法向载荷,  $L$  为总滑动位移.根据计算得到不同 Ti 靶掺杂功率下的 Ti:NbN 薄膜的磨损率,磨损率与 Ti 掺杂功率的关系曲线如图 9 所示.由图 9 可以看出,未掺杂的 NbN 薄膜的磨损率较高,达到  $3.3\times 10^{-6}\,\text{mm}^3/(\text{N}\cdot\text{mm})$ ;而 Ti:NbN 薄膜随着掺杂功率的增加,磨损率呈现先略微增加而后大幅下降的趋势,当掺杂功率为 40 W 时,薄膜的磨损率最小,为  $2.1\times 10^{-6}\,\text{mm}^3/(\text{N}\cdot\text{mm})$ .这表明,Ti 的适量掺入可降低 NbN 薄膜的磨损率.

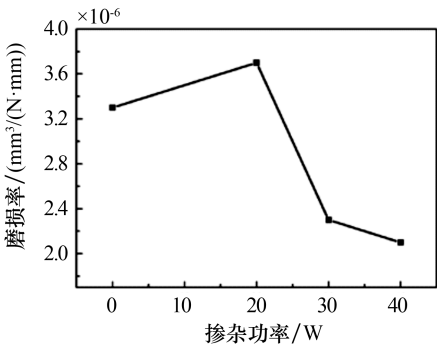


图 9 不同掺杂功率下 Ti:NbN 薄膜的磨损率

3 结论

本文采用直流和射频磁控共溅射的方法成功地制备了 Ti 掺杂的 NbN 薄膜.研究表明:随着 Ti 靶掺杂功率的增加(从 15 W 逐渐升高到 40 W),Ti:NbN 薄膜的结晶性呈现先增加后降低的趋势;而 Ti:NbN 薄膜的晶粒尺寸呈现先增大后减小的趋势,当 Ti 靶掺杂功率为 20 W 时,晶粒尺寸最大,为 21.227 nm. Ti 的掺杂使 NbN 薄膜的内部应力由压缩应力转变为拉伸应力. Ti:NbN 薄膜的硬度随着 Ti 靶掺杂功率的增加呈明显增加趋势,当掺杂功率为 30 W 时, Ti:NbN 薄膜具有最大的硬度和弹性模量,分别为 20.4 GPa 和 224.5 GPa; Ti 的掺杂可增加 NbN 薄膜的弹性回复率,当掺杂功率为 30 W 时, Ti:NbN 薄膜的弹性回复率最大,为 56.6%. Ti:NbN 薄膜的平均摩擦系数随 Ti 靶掺杂功率的增加呈显著下降趋势,当 Ti 靶掺杂功率为 40 W 时,薄膜的摩擦系数最小,为 0.51. Ti:NbN 薄膜的磨损率随着 Ti 靶掺杂功率的增加呈现先微弱增加后大幅下降的趋势,当掺杂功率为 40 W 时,薄膜的磨损率最小,为  $2.1\times 10^{-6}\,\text{mm}^3/(\text{N}\cdot\text{mm})$ .上述结果表明,掺杂 Ti 可有效地提高 NbN 薄膜的机械和摩擦学性能.

参考文献:

[1] VEPREK S, NIEDERHOFER A, MOTO K, et al. Composition nanostructure and origin of the ultrahardness in nc-TiN/a-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/a- and nc-TiSi<sub>2</sub> nanocomposites with  $H_v=80$  to  $\geq 105$  GPa[J]. Surface and Coatings Technology, 2000,133/134:152-159.

[2] ZHAO H J, MI P B, YE F X. Compared the oxidation behavior of TiN and TiN/W<sub>2</sub>N ceramic coatings during heat

- treatment[J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2016,217(15):445-450.
- [3] WANG M X, ZHANG J J, YANG J L, et al. Synthesis of nanoscale multilayered ZrN/W<sub>2</sub>N multilayered coatings by magnetron sputtering[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2018,201(15):6800-6803.
- [4] DONG Y S, LIU Y, DAI J W, et al. Superhard Nb-Si-N composite films synthesized by reactive magnetron sputtering[J]. *Applied Surface Science*, 2006,252(14):5215-5219.
- [5] EZIRMIK K V, ROUHI S. Influence of Cu additions on the mechanical and wear properties of NbN coatings[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2014,260:179-185.
- [6] JU H B, XU J H. Microstructure and tribological properties of NbN-Ag composite films by reactive magnetron sputtering[J]. *Applied Surface Science*, 2015,355:878-883.
- [7] RASAKI S A, ZHANG B X, ANBALGAM K, et al. Synthesis and application of nanostructured metal nitrides and carbides: a review[J]. *Progress in Solid State Chemistry*, 2018,50:1-15.
- [8] WITKOWSKA A, KÓSCIELSKA B. XAFS investigations of nitrated NbN-SiO<sub>2</sub> solgel derived films[J]. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2012,358(5):969-974.
- [9] LARSSON M, HOLLMAN P, HEDENQVIST P, et al. Deposition and microstructure of PVD TiN/NbN multilayered coatings by combined reactive electron beam evaporation and DC sputtering[J]. *Surface and Coatings Technology*, 1999,86/87:351-356.
- [10] MAMUN M A, FARHA A H, ER A O, et al. Nanomechanical properties of NbN films prepared by pulsed laser deposition using nanoindentation[J]. *Applied Surface Science*, 2012,258(10):4308-4313.
- [11] FENKER M, BALZER M, BÜCHI R V, et al. Deposition of NbN thin films onto high-speed steel using reactive magnetron sputtering for corrosion protective applications[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2003,163/164:169-175.
- [12] ZHOU Y, GU D, GENG Y, et al. Structural and optical properties of NiO<sub>x</sub> thin films deposited by reactive dc-magnetron sputtering[J]. *Materials Science and Engineering B*, 2006,135(2):125-128.
- [13] WANG M, THIMONT Y, PRESMANES L, et al. The effect of the oxygen ratio control of DC reactive magnetron sputtering on as-deposited non stoichiometric NiO thin films[J]. *Applied Surface Science*, 2017,419:795-801.
- [14] PARK J W, KIM D Y, LEE J K. Reproducible resistive switching in nonstoichiometric nickel oxide films grown by rf reactive sputtering for resistive random access memory application[J]. *Journal of Vacuum Science and A*, 2005,23(23):1309-1313.
- [15] ZHAO Y, WANG H, GONG X, et al. Effect of lithium-ion doping concentration on structural and optical properties of NiO films fabricated by magnetron sputtering[J]. *Vacuum*, 2017,137(1):56-59.
- [16] 丁志博,姚淑德,王坤,等. Si(111)衬底上生长有多缓冲层的六方 GaN 晶格常数计算和应变分析[J]. *物理学报*, 2006,55:2977-2981.
- [17] 刘爽. TiN 基纳米复合膜的微结构、机械及摩擦磨损性能影响研究[D]. 镇江:江苏科技大学,2018.
- [18] REITER A E, DERFLINGER V H, HANSELMANN B, et al. Investigation of the properties of Al<sub>1-x</sub>Cr<sub>x</sub>N coatings prepared by cathodic arc evaporation[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2005,200(7):2114-2122.
- [19] LI D K, CHEN J F, ZOU C W, et al. Effects of Al concentrations on the microstructure and mechanical properties of Ti-Al-N films deposited by RF-ICPIS enhanced magnetron sputtering[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014,609:239-243.
- [20] SANJINÉS R, BANAKH O, ROJAS C, et al. Electronic properties of Cr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N thin films deposited by reactive magnetron sputtering[J]. *Thin Solid Films*, 2002,420/421:312-317.
- [21] LAMNI R, SANJINÉS R, LÉVY F. Electrical and optical properties of Zr<sub>1-x</sub>Al<sub>x</sub>N thin films[J]. *Thin Solid Films*, 2005,478(1/2):170-175.