

文章编号: 0258-7025(2009)02-0476-04

真空蒸镀过程基底应力对元件面形的影响

祝 沛 朱健强

(中国科学院上海光学精密机械研究所高功率激光物理联合实验室, 上海 201800)

摘要 在真空蒸发镀膜过程中, 元件面形的改变主要决定于基底应力(包括自重应力与残余应力)在镀膜前后的分布状态。通过建模定性分析发现, 基底的自重应力在薄膜沉积前后施加并撤除的状态变化, 会导致薄膜与基底界面产生相互制约的应力, 由此引起的基底形变幅度微小, 基本可忽略不计; 因此, 基底的残余应力是导致真空蒸镀过程中基底面形变差的主要因素。在抛光前对基底进行精密退火处理, 可以有效地消除由基底残余应力引起的无规则形变。

关键词 薄膜; 光学加工; 应力分析; 精密退火; 自重应力; 残余应力

中图分类号 O484 **文献标识码** A **doi:** 10.3788/CJL20093602.0476

Influences of the Substrate Stress on Element Surface Figure in Vacuum Evaporating Deposition

Zhu Pei Zhu Jianqiang

(Joint Laboratory of High Power Laser Physics, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

Abstract In vacuum evaporating deposition, the surface deformation of the optical elements was primarily affected by the substrate stress redistribution including the gravitational stress and the residual stress before and after deposition. A model was built to analyze the effects of substrate stress, the results proved that an interaction stress in the substrate-film interface induced by the gravitational stress in the substrate in the vacuum evaporating deposition produced very little deformation of the substrate. Therefore, the irregular deformation of the optical element induced in vacuum evaporating deposition was determined by the residual stress of the substrate mostly. The experimental results show that the irregular deformation of the substrate caused by the residual stress can be eliminated by fine annealing the substrate before being polished.

Key words thin films; optical fabrication; stress analysis; fine anneal; gravitational stress; residual stress

1 引 言

面形是表征光学元件质量的重要参数, 也是决定光束质量的主要因素。为了提高光学元件性能, 通常需要在元件表面沉积薄膜, 真空电子束蒸发镀膜作为实用、高效的镀膜技术而被广泛采用。然而, 光学元件在真空蒸镀后, 其面形因应力状态的改变会发生变化。通常将这种变化归因于薄膜应力的影响^[1~3]。工艺研究发现薄膜应力仅是引起基底面形变化的因素之一, 即使在蒸镀过程中薄膜应力得到良好控制, 部分元件镀膜后其面形依然存在较大幅

度无规则改变。因此, 基底应力可能是引起光学元件面形不可控变化的主要因素。

本文通过建立理论模型, 分析了基底应力分布状态在蒸镀前后的变化对光学元件面形的影响, 实验证实了在抛光前对基底进行精密退火处理, 可有效避免由基底残余应力无规律重布导致的面形变化, 对真空蒸镀过程中元件面形的控制具有指导意义。

2 建模与定性分析

自重应力和残余应力是薄膜沉积时基底存在的

收稿日期: 2008-04-10; 收到修改稿日期: 2008-05-15

作者简介: 祝 沛(1982—), 男, 硕士研究生, 主要从事光学检测工作。E-mail: zhpsiom@yahoo.com.cn

导师简介: 朱健强(1964—), 男, 研究员, 博士生导师, 目前主要从事高功率激光驱动器的研究与发展工作。

E-mail: jqzhu@mail.shcnc.ac.cn

主要应力。自重应力属于暂时应力,由夹具支撑夹持产生,去除夹具束缚后将消除,基底表面本应随着自重应力的撤除而弹性恢复至镀膜前的初始面形,但由于薄膜的牵制作用而保留一部分形变量。残余应力是材料锻造及光学加工中残留的永久应力,在镀膜过程中的状态变化比较复杂。

2.1 自重应力对基底面形的影响

为了定性分析自重应力在薄膜沉积前施加、镀膜结束后撤除的状态变化对基底面形的影响,提出如下模型:

图 1 为自重应力施加及撤除两种状态下,基底与薄膜相互牵制的过程。自重应力作用于假定为理想平面的基底引起预应变,其形变曲率为 C_0 ,薄膜附着在凸起的基底上,如图 1(a),(b)所示;设定薄膜处于无应力状态,因此可将薄膜与基底分离而尺寸、形态不变,如图 1(c)所示;若基底、薄膜之间无相互束缚而自由松弛,基底自重应力撤除将弹性恢复为原始状态,而薄膜由于不存在应力变化,尺寸和形态保持不变,如图 1(d)所示;但实际上,薄膜和基底黏附在一起,相互制约,薄膜发生相应的弹性应变 ε ,导致薄膜基底系统中产生沿界面切向的压应力(压应力的轴向分量使膜层展平以附和基底,水平分量限制薄膜的自由伸展),设基底尺寸为 D_s ,基底和薄膜厚度分别为 d_s 和 d_f ,薄膜的弹性模量和泊松比分别为 E_f 和 γ_f ,可以求得该界面应力为

$$\sigma = \frac{E_f}{1-\gamma_f} \varepsilon = \left(\frac{E_f}{1-\gamma_f} \right) \left(\frac{d_f + d_s}{2/C_0 - d_s} \right). \quad (1)$$

该界面应力作用于基底,使得基底薄膜系统最终的结构如图 1(g)所示。基底不能完全恢复到自重应力施加之前的初始状态,而保留一部分形变量,

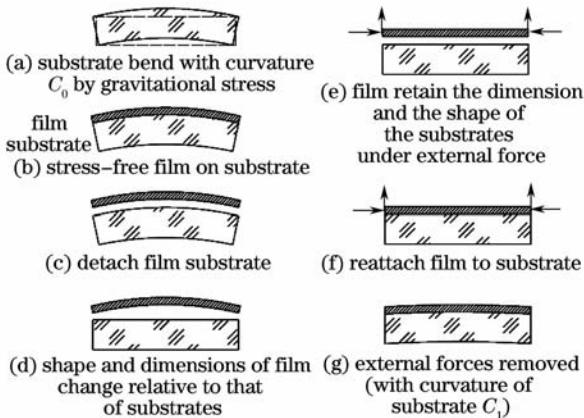


图 1 基底自重应力与薄膜-基底系统作用的模型
Fig. 1 Interactive model of gravitational stress in substrate and film-substrate system

曲率为 C_1 。

表征应力与基底应变关系的 Stoney 公式为^[4]

$$\sigma = \frac{C_1}{6(d_f + d_s)d_f} \left(\frac{E_s}{1-\gamma_s} d_s^3 + \frac{E_f}{1-\gamma_f} d_f^3 \right), \quad (2)$$

将(1)式代入(2)式,考虑到 $d_s \gg d_f$, $R_0 \gg d_s$,可求得在由自重应力撤除所引发的薄膜-基底界面应力作用下,基底的最终形变曲率为

$$C_1 = 3 \frac{1-\gamma_s}{1-\gamma_f} \frac{E_f}{E_s} \frac{d_f}{d_s} C_0, \quad (3)$$

式中 E_s 和 γ_s 分别为基底材料的弹性模量和泊松比。

常用的 K9 玻璃基底,弹性模量 $E_s = 8.132 \times 10^{10}$ Pa,泊松比 $\gamma_s = 0.209$;高反膜通常由 SiO_2 (弹性模量 $E_s = 7.3 \times 10^{10}$ Pa,泊松比 $\gamma_s = 0.162$) 和 ZrO_2 (弹性模量 $E_s = 1.7 \times 10^{11}$ Pa,泊松比 $\gamma_s = 0.280$) 层叠构成。薄膜的厚度可以通过 NKD7000 光学常数仪测得,激光高反膜厚度一般为微米量级。

假定在直径与厚度比为 10:1 的 K9 基底上镀制 $\text{SiO}_2/\text{ZrO}_2$ 高反膜,膜层厚度为 6 μm 。基底由夹具支撑而产生的自重预形变量与曲率 C_0 正相关^[5,6],直径小于 200 mm 的 K9 基底自重应力引起的预形变量最大为 30 nm 左右,由(3)式计算可得薄膜牵制引起的基底形变量在 0.062 nm 以下。当直径达到 400 mm,其自重应力预形变量接近 200 nm,同样(3)式给出的剩余形变量在 0.207 nm 以下。薄膜牵制所致的基底剩余形变量远小于预形变量,最大不超过自重产生的预形变量的 0.5%。因此,虽然尺寸大于 200 mm 的大口径光学元件在夹具支撑时存在较大的自重变形^[5],但自重应力释放恢复后由薄膜牵制引发的形变量仍可忽略。

2.2 残余应力对基底面形的影响

残余应力是在基底熔制和加工过程中产生的不可逆性应力。基底在材料熔制过程中,受退火温度和冷却速度等工艺参数的限制,不可避免地会遗留少量的残余热应力^[7]。同时,在抛光前的研磨加工中,磨料作用于基底表面,通过脆性断裂或塑性形变来去除材料,会形成延伸至玻璃内部的亚表面裂纹,在基底表面形成应力层。传统的抛光理论认为,在抛光过程中通过对表面应力层的去除可以消除残余加工应力,然而在最新的工艺实验中发现,传统抛光工艺虽可以对原有深度的应力层进行消除,但抛光过程中亚表面裂纹^[8~10]有向玻璃内部复制延伸的趋势,形成新的应力集中。因此,基底在抛光完成后,基底材料中存在加工应力。残余热应力及加工

应力一起构成暂时的应力平衡态。

而真空蒸镀中伴随着一个热过程。基底在真空腔中先被加热至一定的温度,即沉积温度,然后在该温度下,蒸气状的膜材料逐渐沉积在基底表面,待薄膜生长完成后基底逐渐冷却至室温。由于残余应力的存在,基底材料处于不稳定的高能态。在大幅度的升温 and 降温过程中,材料的热胀冷缩将破坏原有残余应力分布平衡,导致基底内残余应力发生重布。同时,由于沉积温度低于材料的应变点,残余应力无法通过结构基团位移来完全释放。

基底材料熔制、光学加工过程的复杂性导致基底内残余应力分布的不确定性。该残余应力在蒸镀过程中由于热作用又重新分布,导致基底的面形随机变化,难以预测。图 2 为残余应力重布导致的基底面形变化示意图。图 2(a)为基底的初始面形,假定为理想平面,图 2(b),(c)分别为真空蒸镀过程中和真空蒸镀冷却后基底可能出现的形变。由于初始状态各基底应力分布具有个体差异,且应力局部释放导致状态重布也无规律可循,因此不同基底在相同蒸镀工艺条件下各个平衡态应力分布各不相同,应力重布形成的基底形变规律较难预估。

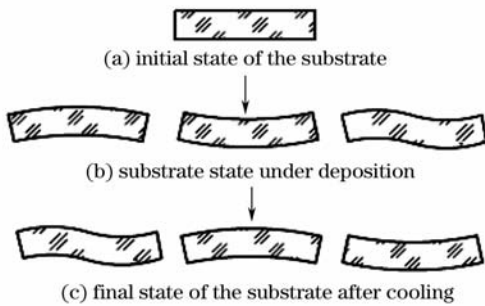


图 2 残余应力作用下各个状态形变示意图

Fig. 2 Schematic illustration of deformation produced by the residual stress

由以上分析可知,基底在真空蒸镀过程中的面形变化主要由两部分组成,由自重应力施加和撤除引发的薄膜-基底界面应力所造成的面形变化幅度很小,且有规律可循,无需施加控制。而基底残余应

力分布复杂,尤其是传统光学加工中形成的加工应力,是影响真空蒸镀元件面形的主要因素,需要进行有效控制。

3 实验分析

精密退火是光学玻璃制造行业中消除材料应力的常用技术。而光学加工中切割、研磨等前期工序是加工应力的主要来源。本文将精密退火工艺应用于光学冷加工工艺流程中,减少研磨过程中由磨料作用于基底材料形成的应力集中,消除基底中的残余应力,从而降低光学基底在真空蒸镀前后的面形变化。

理论分析证明基底应力分布变化时,由薄膜牵制引起的基底形变量非常小,因此实验方案设定为仅实施真空蒸镀的热过程,而不进行薄膜的沉积(避免薄膜应力对基底面形结果的干扰)。即采用与实际镀膜状态相同的装夹方式将基底置于真空烘箱内,进行升温、保持、再冷却的热过程,分析不同加工工艺下,元件的面形在热烘烤前后的变化。

制备两批实验片进行对比,每批各有 8 片。实验材料为 120 mm×90 mm×18 mm 的 K9 玻璃,表面抛光至 $PV < \lambda/4$ ($\lambda = 632.8$ nm),第一批样品采用传统加工工艺流程制备,第二批样品在研磨后、抛光前均实施精密退火处理。

样品的面形采用 ZYGO Mark III-GPI 干涉仪进行测试,在各种面形参数中,Power 通常用来表征表面的弯曲程度。为此,以样品热烘烤前后 Power 值的变化(在此定义 Δ_{Power} 来表示)来表征表面的总形变量, Δ_{Power} 为正值时,表示面形变化趋势为向下凹陷,为负值时,表示向上凸起。 Δ_{Power} 的单位为 λ (632.8 nm)。

表 1 为未经精密退火处理的样品在热烘烤前后 Power 的变化。多数元件面形发生了较大变化,多在 $\lambda/4$ 以上,个别甚至可以达到 λ ,明显超出设计公差要求。

表 1 未经精密退火的样品热烘烤前后 Power 值变化量

Table 1 Power differences formed by heat process in samples without fine annealed

Sample No.	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]	7 [#]	8 [#]
$\Delta_{\text{Power}}/\lambda$	-0.971	0.599	-0.282	0.440	-0.401	-1.097	-0.080	-0.992

图 3 为 1[#] 和 2[#] 样品热烘烤前后面形的三维等高图。比较表 1 可得,初始面形相似的基底,热烘烤后的面形变化趋势截然相反,变化量也存在较大差异。这表明基底材料在熔制及研磨加工过程中形成

随机分布的残余应力,在剧烈的热胀冷缩过程中因局部应力释放而发生应力重布,从而产生无规则形变。正是这种形变的存在,使得实际真空蒸镀工艺中元件面形难以控制。

表 2 经过精密退火的实验片热烘烤前后 Power 值变化量

Table 2 Power differences formed by heat process in samples with fine annealed

Sample No.	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]	7 [#]	8 [#]
$\Delta_{\text{Power}}/\lambda$	-0.002	-0.021	0.043	-0.035	-0.045	0.014	-0.014	-0.007

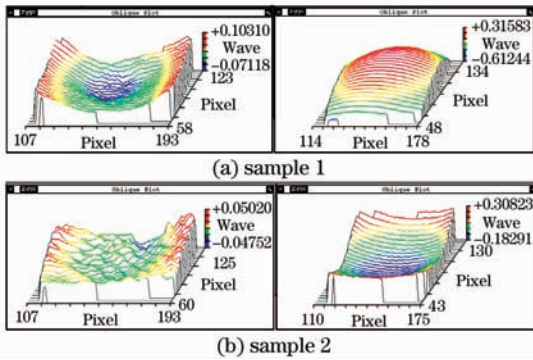
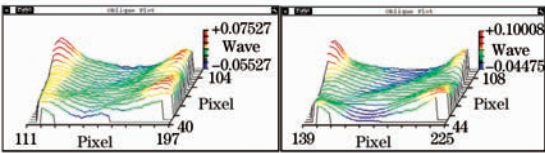
图 3 1[#](a), 2[#](b) 样品(未精密退火)热烘烤前(左)后(右)面形Fig. 3 Surfaces of 1[#] and 2[#] samples without fine annealed before (the left) and after (the right) heat processed图 4 1[#] 样品(已精密退火)热烘烤前(左)后(右)面形Fig. 4 Surfaces of 1[#] sample with fine annealed before (the left) and after (the right) heat processed

表 2 为抛光前经过精密退火处理的样品在热烘烤前后 Power 的变化。可以看出,烘烤前后样品面形的变化很小,基本都在 $\lambda/20$ 之内。图 4 给出了 1[#] 样品烘烤前后的面形三维等高图,整体面形变化微小,面形轮廓和烘烤前几乎保持一致。表明基底加工过程中,在抛光前加入精密退火工序,有效地消除基底中的残余应力,控制了由残余应力复杂的重布过程而产生的无规则形变。分析可知,自重应力等对基底最终面形的影响非常小,可忽略不计。由此,精密退火工艺结合优良的真空蒸镀技术,基底经真空蒸镀后面形变化很小且可控性强。

4 结 论

在真空蒸镀过程中,元件面形的变化是多种因素综合作用的结果。通过深入分析基底中的各种应力对元件面形的影响,得出:

1) 基底的自重应力引起的形变是可逆的过程,自重应力施加和撤除两种状态下,由薄膜与基底相互牵制产生的界面应力会保留一定的形变量,但其

幅度远小于自重应力引起的预形变量,基本可以忽略不计。

2) 基底残余应力在真空蒸镀热过程中的重布,是诱使基底面形在镀膜后发生不规则改变且难以控制的主要原因。

3) 基底加工过程中,在抛光前加入精密退火工序,有效地消除基底中的残余应力,控制了由残余应力复杂的重布过程而产生的无规则形变,使得镀膜元件的面形具有良好的可控性。

参 考 文 献

- Fan Ruiying, Fan Zhengxiu. Stress analysis of thin films and some testing results [J]. *Optical Instruments*, 2001, **23**(5-6): 84~91
范瑞瑛, 范正修. 薄膜应力分析及一些测量结果[J]. *光学仪器*, 2001, **23**(5-6):84~91
- Shao Shuying, Fan Zhengxiu, Fan Ruiying *et al.*. Study of residual stress in ZrO₂ thin films [J]. *Acta Optica Sinica*, 2004, **24**(4):437~441
邵淑英, 范正修, 范瑞瑛 等. ZrO₂ 薄膜残余应力实验研究[J]. *光学学报*, 2004, **24**(4):437~441
- Shao Shuying, Tian Guanglei, Fan Zhengxiu *et al.*. Influences of the deposition parameters and aging time on the residual stress of SiO₂ films [J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(1):126~130
邵淑英, 田光磊, 范正修 等. 沉积参量及时效时间对 SiO₂ 薄膜残余应力的影响[J]. *光学学报*, 2005, **25**(1):126~130
- Ning Zhu, Daniel van Wyk, Zhenxian Liang *et al.*. A study of thermal stress and intrinsic residual stress in planar metallization for integrated power modules [J]. *IEEE Transactions on Industry Application*, 2005, **41**(6):1603~1611
- Sun Rongge, Yi Kui, Fan Zhengxiu. Finite element analysis for substrate's initial stress in vacuum deposition [J]. *Chinese J. Lasers*, 2006, **33**(7):963~967
孙荣刚, 易 葵, 范正修. 真空镀膜中基底预应力的有限元分析[J]. *中国激光*, 2006, **33**(7):963~967
- Zhang Dejiang, Liu Liren, Xu Rongwei *et al.*. Finite element analysis for wavefront error of lenses induced by gravity [J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(4):538~541
张德江, 刘立人, 徐荣伟 等. 透镜自重变形引起波相差的有限元分析[J]. *光学学报*, 2005, **25**(4):538~541
- Lin Kang. Interpretation of plate stress in glass strap during the course of cooling [J]. *Glass*, 2004, **5**:4~9
林 亢. 玻璃带在冷却过程中的平面应力问题浅释[J]. *玻璃*, 2004, **5**:4~9
- S. P. Baker, W. D. Nix. Mechanical properties of thin films on substrates [C]. *SPIE*, 1990, **1323**:263~276
- Zhang Wei, Zhu Jianqiang. Effect of bound diamond abrasives fabrication technology on subsurface damage in Nd-doped phosphate glass [J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(2):268~272
张 伟, 朱健强. 固着磨料加工工艺对磷酸盐钕玻璃亚表面缺陷的影响[J]. *中国激光*, 2008, **35**(2):268~272
- Zhang Wei, Zhu Jianqiang. Experimental investigation on surface/subsurface damage of Nd-doped phosphate glass [J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, **28**(2):268~272
张 伟, 朱健强. 磷酸盐钕玻璃表面/亚表面损伤特性实验研究[J]. *光学学报*, 2008, **28**(2):268~272