

文章编号: 0258-7025(2009)08-2150-04

双光束在线实时测量光学薄膜应力的装置

朱冠超^{1,2} 方明^{1,2} 易葵¹ 朱美萍¹ 邵淑英¹ 范正修¹

(¹中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

²中国科学院研究生院, 北京 100039

摘要 为了在薄膜形成期间跟踪生长表面应力水平的演变,更加深入地探究薄膜应力的产生机理,基于光束偏转法,搭建了利用双光束照射在镀膜基底表面的实时测量光学薄膜应力的装置。装置软件系统从线阵 CCD 中提取双光斑位移的变化,经过多次测量验证了算法的精确度,使装置的精确度达到 2.2%,可以满足光学薄膜应力测量的要求。使用此装置跟踪 SiO₂ 薄膜镀制过程,得到了应力变化曲线。结果表明,双光束实时测量薄膜应力装置具有抗干扰能力强、精度高等特点,可以为光学薄膜镀制过程中提供有效可行的原位应力测量手段。

关键词 薄膜; 应力实时测量; 光束偏转法; 线阵 CCD

中图分类号 O484.5 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL20093608.2150

An Instrument for In-Situ Stress Measurement in Thin Optical Films by Using two Light Beams

Zhu Guanchao^{1,2} Fang Ming^{1,2} Yi Kui¹ Zhu Meiping¹ Shao Shuying¹ Fan Zhengxiu¹

(¹Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

²Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China

Abstract In order to know the stress development in the film during growth and to study the origin and mechanism of the stress much deeply, an instrument based on light beam deflection for in-situ stress measurement in optical films by using two light beams is presented. An improved system is used to get the variation of the distance between the two beams. It is proved that the precision of the instrument is 2.2% after several times of measurement. This precision can satisfy the stress measurement of the thin film. The stress curve of SiO₂ during growth is presented. As a result, the instrument represents an easy, stable, and high precision technique. It supplies an effective method for measuring the intrinsic stress.

Key words thin films; in-situ stress measurement; light beam deflection; linear CCD

1 引言

所有薄膜几乎都处于某种应力之中,应力的存在会导致薄膜龟裂、卷曲和脱落,从而限制了薄膜结构的稳定性和功能^[1,2]。应力产生的原因很复杂,主要有两种,一种是由于薄膜和基底的热膨胀不同引起的,称为热应力;一种是薄膜生长过程中的非平衡性或薄膜特有的微观结构引起的,称为内应力^[3]。应力的主要部分是薄膜生长过程中建立起来的,即

内应力表征的部分。为了了解薄膜生长过程中应力的变化情况,也为了对应力机理做更深入的研究,在薄膜镀制过程实时测量应力是非常必要的^[4]。薄膜生长过程中结构的改变导致应力的变化可以用薄膜厚度的函数来表示。动态测量瞬间应力可以提供薄膜生长模式和动力学等重要信息,相比薄膜镀制后测量平均应力,是一个很大的进步。国外开展对光学薄膜应力实时测量装置的研究较早,在 1966 年

收稿日期: 2008-08-06; 收到修改稿日期: 2009-01-07

基金项目: 国家自然科学基金(10704078)资助项目。

作者简介: 朱冠超(1983-),女,硕士研究生,主要从事光学薄膜应力实时检测的研究。E-mail: zgc@siom.ac.cn

导师简介: 易葵(1970-),男,正高级工程师,硕士生导师,主要从事光学薄膜制备工艺和测试技术的研究。

E-mail: kyi@siom.ac.cn

Anthony E. Ennos^[1]利用干涉法搭建了薄膜应力实时测量装置,并利用其装置对不同工艺下多种材料的单层膜和多层膜进行实验,获得了薄膜生长过程中应力的演变曲线。1987年 P. A. Flinn 等^[5]利用光束偏转法在线观测了金属膜在热处理过程中的应力变化,探讨了薄膜应力的产生机理。最近 C. Fitz 等^[4,6,7]也利用在线测量装置,对薄膜应力产生机理做了许多卓有成效的工作。

本文基于光束偏转法测量薄膜应力的原理,设计并搭建了利用双光束照射在镀膜基底上实时测量光学薄膜应力的装置,并利用此装置实时测量 SiO₂ 薄膜镀制过程中的应力。

2 装置原理

沉积在基片表面上的薄膜应力会导致基片的弹性弯曲,通过测量薄膜沉积前后曲率的变化,即可以测量薄膜内的应力。本装置可以实时测得曲率变化,利用 Stoney 公式得到实时应力。

图 1 是双光束在线实时测量光学薄膜应力装置的光学原理图。如图 1 所示,束宽为 D_0 的两束平行光照射到镀膜基片上,随着基片在镀膜过程中发生弯曲,导致反射的两平行光束的间距发生了变化,由图 1 中的 D_0 变为 $D_0 + d$ 。假设两平行光束的入射角为 α ,反射光程为 L ,两反射光束的夹角为 θ ,基片弯曲的曲率半径为 R ,则有

$$\frac{\theta}{2} = \frac{D_0}{\cos \alpha \cdot R}, \tag{1}$$

且

$$\theta = d/L, \tag{2}$$

从而得到

$$\frac{1}{R} = \frac{d \cdot \cos \alpha}{2 \cdot D_0 \cdot L}. \tag{3}$$

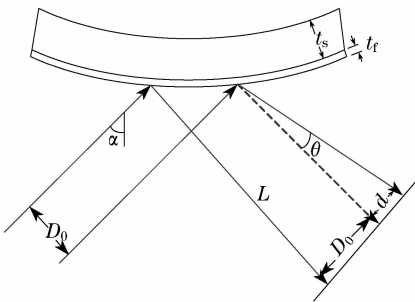


图 1 双光束薄膜应力实时测量装置光路原理图

ig. 1 Schematic view of optical principle of the instrument

设基片的弹性模量为 E_s ,泊松比为 γ_s ,基片厚度为 t_s ,薄膜厚度为 t_f ,则薄膜应力 σ 可表示为^[5]

$$\sigma = \frac{E_s \cdot t_s^2}{6 \cdot (1 - \gamma_s) \cdot t_f} \left(\frac{1}{R} - \frac{1}{R_0} \right), \tag{4}$$

则有

$$\sigma = \frac{E_s \cdot t_s^2 \cdot \cos \alpha}{12(1 - \gamma_s) \cdot t_f \cdot L \cdot D_0} \cdot d. \tag{5}$$

利用电荷耦合器(CCD)实时记录每个光斑的位置,从而计算出双光斑之间位移的变化量。由晶控仪实时记录薄膜厚度,杨氏模量和泊松比可以通过手册查询,光斑初始束宽、基片厚度都可以通过初始测量获得,最后利用公式(5)得到材料镀制过程中的实时应力。

3 实验装置

实验装置包括搭建在镀膜机真空室外的半导体激光器、分束镜与反射镜组合、晶控仪、电荷耦合器线阵 CCD(NEC μ PD3719)、ADA12GH-PCI 数据采集卡、计算机以及安装在真空室内的反射镜和晶控探头。图 2 为本装置示意图。

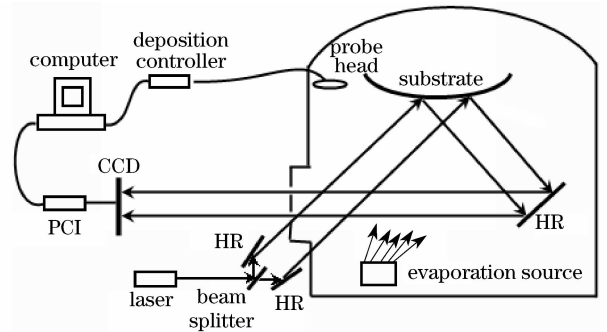


图 2 双光束薄膜应力实时测量装置示意图

Fig. 2 Schematic view of the instrument for in-situ stress measurement

半导体激光器的一束激光经过分束镜与反射镜组合后,分成两束平行光。这两束光通过镀膜机窗口镜照射在镀膜基片上,由基片反射后经过真空室内的反射镜把光反射到真空室外固定的线阵 CCD 上。此反射镜的位置、角度及俯仰调节是影响实验结果的关键,实验准备过程中需要精细调节,使 CCD 可以完全接收到可测量的光束。由 CCD 探测两束平行光之间位移随着基片被镀膜过程中曲率变化造成的位移变化量,由 PCI 数据采集卡实时采集 CCD 的数据,即位移的改变量 d 。同时晶控仪通过串口遵循 RS-232 协议,实时记录镀膜过程中基片上沉积薄膜的厚度和沉积速率信息^[8]。在薄膜镀制的整个过程中,由软件系统实时采集并记录晶控仪的薄膜厚度和速率,同时对 CCD 图像进行处理,实时提取并记录位移信息,利用 Stoney 公式计算应

力,实现了薄膜应力的实时测量。

4 测量精度分析

由于该装置利用双光束测量薄膜应力,相互之间抵消了震动、温度漂移等外部条件对于系统测量精度的影响,因此测量精度主要是由 CCD 探测位移 d 的精度决定的。将 CCD 固定在一个位置可以精确调节的滑动光具座上,精确调节 CCD 的位置,使光斑在 CCD 上移动一固定位移 3.40 mm,同时测试软件采集的 CCD 上光斑移动的位移信息即测量位移,相同条件下重复 12 次,得到的 12 组数据如表 1 所示。

表 1 12 组位移测试数据

Table 1 Twelve groups data of displace

Displacement (measured)	Standard displacement	Difference
3.178	3.4	-0.222
3.759	3.4	0.359
3.759	3.4	0.359
3.549	3.4	0.149
3.374	3.4	-0.026
3.277	3.4	-0.123
3.682	3.4	0.282
3.577	3.4	0.177
3.751	3.4	0.351
3.494	3.4	0.094
3.206	3.4	-0.194
3.759	3.4	0.359

位移测量不确定度 $\sigma = 0.0756$,所以测量位移的精度为 2.2%。应力的计算公式见(5)式。不考虑其他测量因素的误差,根据误差传递公式,得到测量应力的精度为

$$\frac{\sigma_{\text{stress}}}{f_{\text{stress}}} \times 100\% = 2.2\%, \quad (6)$$

其中 f_{stress} 是薄膜应力, σ_{stress} 是应力的不确定度。

该装置在线测量光学薄膜应力的精度可以达到 2.2%,测量精度已经可以满足光学薄膜工艺中应力测量的要求。

5 应 用

将装置搭建在 ZZSX-1100 型真空物理气相沉积(PVD)镀膜系统外面,利用电子束蒸发方法沉积 SiO_2 薄膜。基底为 0.1 mm 厚、长宽为 49 mm × 9.6 mm 的浮法玻璃片,调节实验光路,两激光光斑的初始宽度为 11 mm,初始光斑的入射角度 α 为 40°

(即公式(5)中的 α)。镀膜前用石油醚清洗基片^[9]。镀膜过程中真空度为 3×10^{-3} Pa,烘烤温度为 200 °C,镀制了 100 nm 厚的 SiO_2 薄膜。实验中由软件系统实时记录数据。得到的数据曲线如图 3 所示。

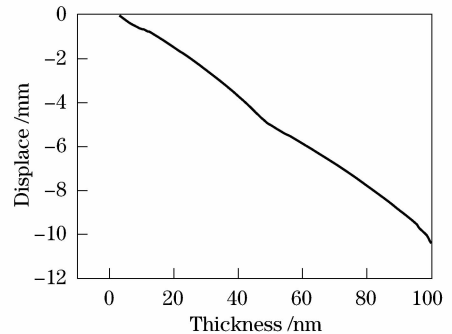


图 3 两光斑位移随薄膜厚度的变化曲线

Fig. 3 Relationship between the displace and the thickness of SiO_2 film

根据(5)式可得出 SiO_2 薄膜的实时应力曲线如图 4 所示。

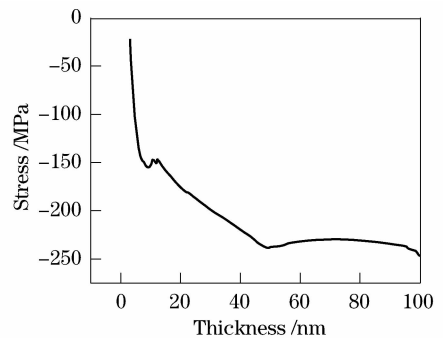


图 4 本装置实时测量 SiO_2 薄膜应力曲线

Fig. 4 Stress curve of SiO_2 measured by the in-situ stress instrument

从图 3 可以看出,在镀制 SiO_2 薄膜的过程中,两光斑呈现明显的发散趋势,应力趋势为压应力。由图 4 可以看出, SiO_2 薄膜在整个沉积过程中均为压应力。在沉积的初始阶段,薄膜的应力随着薄膜厚度增加迅速增大。到 10 nm 厚度以后,压应力依然是增加趋势,只是增加速度减小,薄膜生长到 50 nm 以后,应力变化非常缓慢,最终基本趋于稳定值 -250 MPa。

6 结 论

设计并搭建了一种在线实时测量光学薄膜应力的装置。该装置利用双光束,对于震动、温度漂移等的影响具有相互补偿作用,提高了系统的稳定性,抗干扰能力强。利用该装置定量观测了 SiO_2 薄膜镀

制过程中应力的变化情况,得到了可信的实验结果。使用此装置可以更加细致地研究常用光学薄膜的原位应力,并通过测量结果对现有制备工艺进行优化,改变薄膜应力情况。

参 考 文 献

- 1 Anthony E. Ennos. Stress developed in optical thin coatings [J]. *Appl. Opt.*, 1966, **5**(1): 51~61
- 2 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
- 3 L. B. Freund, S. Suresh. *Thin Film Materials: Stress, Defect Formation, and Surface Evolution*[M]. Lu Lei Transl. Beijing: Sciences Press, 2007. 49~50
L. B. Freund, S. Suresh. 薄膜材料——应力,缺陷的形成和表面演化[M]. 卢磊译 北京:科学出版社, 2007. 49~50
- 4 C. Fitz, W. Fukarek, A. Kolitsch. An instrument for in-situ stress measurement in thin films during growth [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2000, **128~129**: 474~478
- 5 P. A. Flinn, D. S. Gardner, W. D. Nix. Measurement and interpretation of stress in aluminum-based metallization as a function of thermal history[J]. *IEEE Trans. Electron. Dev.*, 1987, **34**(3): 689~697
- 6 M. Bicker, U. von Hulslen, U. Laudahn *et al.*. Optical deflection setup for stress measurements in thin films [J]. *Rev. Sci. Instr.*, 1998, **69**(2): 460~462
- 7 R. Koch, H. Leonhard, G. Thurner *et al.*. A UHV-compatible thin-film stress-measuring apparatus based on the cantilever beam principle[J]. *Rev. Sci. Instr.*, 1990, **61**(12): 3859~3862
- 8 Zhan Meiqiong, Zhang Dongping, He Hongbo *et al.*. Influence of process conditions on properties of ZrO₂ coatings prepared by electron beam evaporation[J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(11): 1356~1360
占美琼,张东平,贺洪波等. 电子束蒸发沉积工艺条件对 ZrO₂ 薄膜性能的影响[J]. *中国激光*, 2004, **31**(11): 1356~1360
- 9 Shao Shuying, Fan Zhengxiu, Fan Ruiying *et al.*. Influence of deposition temperature on the properties of ZrO₂ films prepared by electron beam evaporation[J]. *Chinese J. Lasers*, 2004, **31**(6): 701~704
邵淑英,范正修,范瑞瑛等. 沉积温度对电子束蒸发沉积 ZrO₂ 薄膜性质的影响[J]. *中国激光*, 2004, **31**(6): 701~704