

# 沉积温度对氧化钇稳定氧化锆薄膜残余应力的影响

肖祁陵<sup>1,2</sup> 贺洪波<sup>1</sup> 邵淑英<sup>1</sup> 邵建达<sup>1</sup> 范正修<sup>1</sup>

(<sup>1</sup> 中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800; <sup>2</sup> 中国科学院研究生院, 北京 100039)

**摘要** 采用自制掺摩尔分数 12% 的  $Y_2O_3$  的  $ZrO_2$  混合颗粒料为原料, 在不同的沉积温度下用电子束蒸发方法沉积氧化钇稳定氧化锆 (YSZ) 薄膜样品。利用 ZYGO Mark III-GPI 数字波面干涉仪对氧化钇稳定氧化锆薄膜的残余应力进行了研究, 讨论了沉积温度对残余应力的影响。实验结果表明: 随沉积温度升高, 氧化钇稳定氧化锆薄膜中残余应力状态由张应力变为压应力, 且压应力值随着沉积温度升高而增大; 用 X 射线衍射仪表征了不同沉积温度下氧化钇稳定氧化锆薄膜的微观结构, 探讨了薄膜微观结构与其应力的对应关系, 并对比了纯  $ZrO_2$  薄膜表现出的应力状态。

**关键词** 薄膜光学; 残余应力; 氧化钇稳定氧化锆薄膜; 沉积温度

中图分类号 O484.1 文献标识码 A

## Influence of Deposition Temperature on Residual Stress of Yttria-Stabilized Zirconia Thin Films

Xiao Qiling<sup>1,2</sup> He Hongbo<sup>1</sup> Shao Shuying<sup>1</sup> Shao Jianda<sup>1</sup> Fan Zhengxiu<sup>1</sup>

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

<sup>2</sup> Graduate University of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China

**Abstract** Yttria-stabilized zirconia (YSZ) films have been prepared by electron beam evaporation at different deposition temperatures with the starting material made of 12% (mole fraction)  $Y_2O_3$  (99.99%) mixed with  $ZrO_2$  (99.99%) powder. The residual stress in yttria-stabilized zirconia films was measured by ZYGO Mark III-GPI digital wavefront interferometer. The influence of deposition temperatures on residual stress was studied. The results show that residual stress in yttria-stabilized zirconia films changes from tensile to compressive with the increase of deposition temperature and the value of the compressive stress increases with the increase of deposition temperature. At the same time, the microstructure of the yttria-stabilized zirconia films was characterized by X-ray diffractometer. The relationship between residual stress and the microstructure was discussed. Also the residual stress was compared with that in pure  $ZrO_2$  films.

**Key words** thin film optics; residual stress; yttria-stabilized zirconia films; deposition temperature

## 1 引言

$ZrO_2$  薄膜具有高折射率、从深紫外到中红外波段的低吸收及很高的脉冲激光破坏阈值等优良特性而被广泛应用于光学薄膜中。但是  $ZrO_2$  为多型体材料, 通常存在单斜、四方、立方三种晶相及非晶结构<sup>[1~3]</sup>, 且这几种晶相随着温度的变化会相互转变, 不同晶型之间的转变伴随着体积变化。这一特性对

$ZrO_2$  薄膜的力学性质, 特别是应力的产生有很大影响。在薄膜结构的应用中, 残余应力是一个必须考虑而且需要最终控制的参量, 因为残余应力会对薄膜元件的应用性能带来很大的威胁。残余应力过大会使薄膜表面起鳞甚至使薄膜破裂。因此, 为了降低基片变形或避免应力太大造成的龟裂破损, 了解和控制薄膜的应力影响就变得极其重要<sup>[4,5]</sup>。

收稿日期: 2007-08-24; 收到修改稿日期: 2007-10-10

基金项目: 国家自然科学基金(10704078)资助课题。

作者简介: 肖祁陵(1980—), 女, 博士研究生, 主要从事光学薄膜应力表征及产生机理方面的研究。

E-mail: xql324@126.com

导师简介: 邵建达(1970—), 研究员, 博士生导师, 主要从事光学薄膜方面的研究。E-mail: hbhe@siom.ac.cn

为获得稳定的单一相的  $ZrO_2$ , 通过添加  $Y_2O_3$ <sup>[6]</sup>,  $CaO$ <sup>[7]</sup> 和  $MgO$ <sup>[8]</sup> 等碱土和稀土金属的氧化物并控制其添加量, 可以使  $ZrO_2$  的高温相(立方相或四方相)直接稳定到室温, 抑制了  $ZrO_2$  的相变, 消除了体积效应。氧化钇掺杂的氧化锆(Yttria-stabilized zirconia, YSZ)具有优异的综合性能在气敏传感器、固体氧化物燃料电池、热障涂层、抗腐蚀和耐高温的光学和电化学器件制备等方面<sup>[9~10]</sup>, 已受到广泛的关注。 $Y_2O_3$  的加入提高了薄膜的损伤阈值<sup>[11]</sup>。本文应用数字波面干涉仪、X 射线衍射仪等方法对电子束蒸发的摩尔分数为 12% 氧化钇稳定氧化锆薄膜的残余应力及微观结构进行了检测, 分析讨论了沉积温度对残余应力的影响, 从薄膜微结构的角度对应力的形成原因进行了解释, 并与纯  $ZrO_2$  薄膜<sup>[12,13]</sup> 表现出的应力状态进行了对比。

## 2 实验方法

### 2.1 氧化钇稳定氧化锆膜料的制备

氧化钇稳定氧化锆镀膜材料制备的关键是确定  $Y_2O_3$  的加入量,  $Y_2O_3$  的加入既能将  $ZrO_2$  的高温相(四方相或立方相)稳定到室温, 又不影响  $ZrO_2$  材料的光学性能。将  $Y_2O_3$  和  $ZrO_2$  粉料按 12% 摩尔分数混合。添加结合剂使粉料团聚[其中结合剂与粉料之间的质量比为 1:(1~100)]; 混合均匀, 压制粒度为 1~3 mm 的颗粒料; 然后将成型好的材料放入预烧结炉中预烧; 再将预烧好的材料放入真空烧结炉中按升温曲线进行升温, 真空度一般达到  $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-4}$  Pa, 到达最高温度时保温, 保温时间 300 h, 然后按一定的速率降温至室温。最终制得的镀膜材料为灰黑色(还原气氛)颗粒料。

### 2.2 YSZ 薄膜的制备

YSZ 薄膜样品在 ZZS-550 型真空物理气相沉积镀膜系统中用电子束蒸发方法沉积而成, 基底材料为  $\phi 30 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$  BK7 玻璃片。镀膜前先将基片放在丙酮或酒精中进行超声波清洗、烘干。所有镀膜过程本底真空度为  $2.5 \times 10^{-3}$  Pa, 充氧后真空度为  $1.0 \times 10^{-2}$  Pa。沉积速率为 0.8~1.0 nm/s, 真空室烘烤温度分别为室温、100 °C、200 °C、300 °C。所有镀膜过程的控制波长为 550 nm, 膜厚在 550~590 nm 范围

内。

### 2.3 样品测试

当薄膜沉积在具有一定厚度和弹性的基片上时, 由于应力的作用将发生弯曲, 由弯曲的方向可以确定薄膜中的应力状态。压应力使薄膜向外侧弯曲, 张应力使薄膜向内侧弯曲。ZYGO Mark III-GPI 数字波面干涉仪可以测量出基片镀膜前后的曲率半径, 通过镀膜前后基片曲率半径的变化, 在已知膜厚的情况下, 应力可由斯托尼(Stoney)公式<sup>[14]</sup>给出:

$$\sigma = \frac{E_s t_s^2}{6(1-\nu_s)t_f} \left( \frac{1}{R_2} - \frac{1}{R_1} \right), \quad (1)$$

式中  $t_s$  和  $t_f$  分别为基底和薄膜的厚度,  $E_s = 81 \text{ GPa}$  和  $\nu_s = 0.208$  分别为基底的弹性模量和泊松比,  $R_1$ 、 $R_2$  分别为镀膜前后基片的曲率半径。当应力值为负时, 薄膜受到压应力; 当应力值为正时, 薄膜受到张应力。

采用 Dmax-2500 型 X 射线(XRD)仪测量并分析了 YSZ 薄膜的微结构随沉积温度的变化, 衍射角  $2\theta$  变化范围为  $20^\circ \sim 80^\circ$ , 步长为  $0.02^\circ$ 。由 X 射线衍射谱图拟合出衍射峰的半峰全宽(FWHM); 根据谢乐(Scherrer)公式, YSZ 晶粒尺寸  $D$  可表示为  $D = k\lambda/(\beta \cos \theta)$ , 其中系数  $k = 0.9$ ,  $\beta$  为衍射峰半峰全宽,  $\lambda$  为 X 射线波长(0.154056 nm),  $\theta$  为布拉格衍射角。

采用 X 射线能量色散谱测试 YSZ 薄膜中的锆钇比, 验证其和镀膜材料中的锆钇比是否一致; 薄膜厚度是利用 Perkin Elmer 公司生产的 Lambda900 分光光度计(仪器透射率测量精度  $\pm 0.08\%$ )测量样品透射光谱计算得到的。

## 3 实验结果与分析

### 3.1 YSZ 薄膜中锆钇比的测定

为了验证 YSZ 薄膜中锆钇比和镀膜材料中是否一致, 对 YSZ 薄膜样品进行 X 射线能量色散谱(EDS)测试。检测结果如图 1<sup>[15]</sup> 及表 1 所示。

计算薄膜中  $Y_2O_3$  的摩尔分数为 11.9%, 这与镀膜材料  $Y_2O_3/ZrO_2$  中的基本一致。说明 YSZ 材料是稳定的, 没有在薄膜制备过程中发生损耗。

表 1 YSZ 薄膜元素相对含量

Table 1 Element percentage of yttria-stabilized zirconia thin film

Element	O	Na	Si	K	Y	Zr
Weight / %	27.50	0.93	13.16	3.98	11.32	43.12
Atom / %	58.68	1.38	15.99	3.47	4.35	16.14

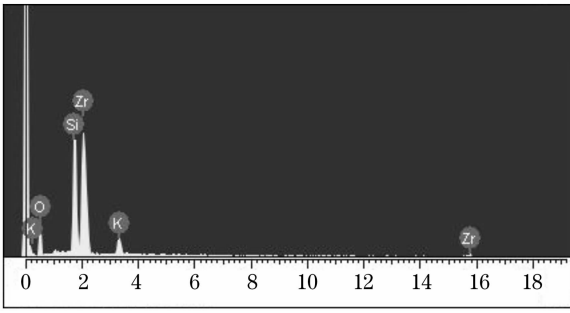


图1 摩尔分数12%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  的YSZ薄膜的X射线能量色散谱图

Fig. 1 Energy dispersion spectrum of the yttrium-stabilized zirconia thin film with 12%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (mode fraction)

### 3.2 沉积温度对YSZ薄膜残余应力的影响

薄膜最终存在的应力是各种因素所引起应力分

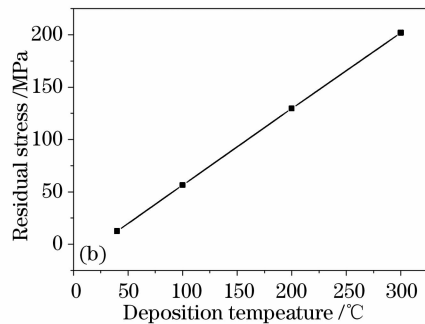
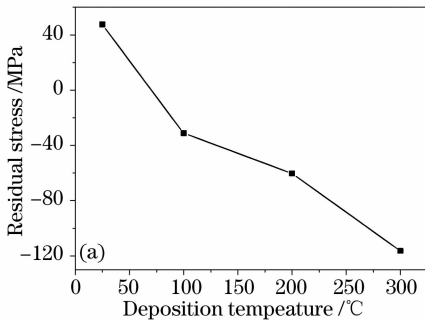


图2 YSZ薄膜残余应力(a),热应力(b)与沉积温度的关系

Fig. 2 Residual stress (a), thermal stress (b) versus deposition temperature

为了验证基片自身及其在不同温度下退火效应对薄膜应力的影响,镀膜前对空白基片进行300 °C保温4 h的退火处理,利用干涉仪检验退火前后基片的曲率半径。结果表明,曲率半径基本不变,且较大;说明空白基片本身的应力很小,接近零应力状态,对镀膜后薄膜所表现出的应力状态无影响。从图2(a)可以看出,在室温下沉积的YSZ薄膜中的残余应力为张应力,其值为47 MPa;随着沉积温度升高,YSZ薄膜中的残余应力由张应力转变为压应力,且压应力值逐渐增大;当温度为300 °C时,压应力值为-116.5 MPa。

样品测量是在常温下进行的,不同沉积温度下所制备YSZ薄膜热应力值不同。图2(b)所示为由(3)式计算所得热应力值与沉积温度的关系曲线,因为薄膜的热膨胀系数 $\alpha_f = 10.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 高于基底热膨胀系数 $\alpha_s = 7.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ,且测量温度 $T_0$ 低于沉积温度 $T_1$ ,因此热应力为张应力,随着温度升高而增大。

对比图2(a)与图2(b)发现,随沉积温度的变

量的总和,这些应力分量包括起源于薄膜生长过程中的结构不完整性(如杂质、空位、晶粒边界、位错和层错等)、表面能态的存在以及薄膜与基体界面间的晶格错配等诸多因素所决定的内应力( $\sigma_{in}$ ),薄膜与基底热膨胀系数不同引起的热应力( $\sigma_{th}$ )。故有<sup>[16]</sup>

$$\sigma = \sigma_{in} + \sigma_{th}, \quad (2)$$

式中热应力<sup>[17]</sup>可由以下公式计算出:

$$\sigma_{th} = \left( \frac{E_f}{1 - \nu_f} \right) (\alpha_f - \alpha_s) (T_1 - T_0), \quad (3)$$

式中 $E_f = 170 \text{ GPa}$ ,  $\nu_f = 0.28$ 分别为薄膜的杨氏模量和泊松比, $\alpha_s$ 、 $\alpha_f$ 分别为基底和薄膜的热膨胀系数。 $T_1$ 、 $T_0$ 分别为沉积时的温度和测量时的环境温度。

不同温度下沉积YSZ薄膜中最终残余应力与沉积温度的关系曲线如图2(a)所示。

化,YSZ薄膜中残余应力与热应力的发展趋势相反。说明在温度变化过程中,热应力对薄膜残余应力的影响没有占主导地位。决定残余应力发展趋势的是其它应力过程,包括由薄膜本身结构决定的本征应力和薄膜沉积后的老化及吸附等因素引起的附加应力。

图3所示为YSZ薄膜在不同沉积温度下的X

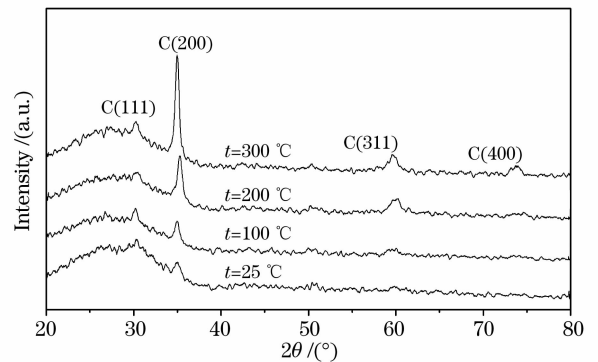


图3 不同沉积温度下YSZ薄膜的XRD图谱

Fig. 3 X-ray diffraction spectra of yttrium-stabilized zirconia films deposited at different temperatures

射线衍射图谱。由于  $Y_2O_3$  的加入,在室温沉积的样品,在 35 °C 附近就出现了衍射峰,对应于  $ZrO_2$  立方相的 C(200) 衍射峰,但此时衍射峰强度较低,且较宽,表明此时薄膜结晶不完整,大部分处于非晶态,YSZ 薄膜结构为非晶态与立方相的混合体;随着沉积温度的升高,样品的结晶程度不断增大,YSZ 薄膜均以高温相(立方相)存在;当沉积温度升高到 300 °C 时制备的 YSZ 薄膜样品,已出现了明显的结晶现象,在 74 °C 附近也出现了衍射峰,对应于  $ZrO_2$  立方相的 C(400) 衍射峰。其中 C(200) 晶向的衍射峰强度很高,而且比较尖锐,表明 YSZ 薄膜已经基本完成了从非晶态向立方相的转变,此时样品为单一的立方相。从整个结构变化过程来看,随着温度升高,YSZ 薄膜结晶程度增强,结晶过程表现为沿 (200) 晶向择优生长。

当沉积粒子刚开始在基底上沉积时,薄膜生长方式受基底表面结构的影响较大。由于 BK7 玻璃基底为非晶结构,所以当沉积温度为室温时,薄膜表面上的吸附原子的活动性较低,薄膜受基底影响不容易结晶。表现出的应力主要是由沉积过程中基片受蒸发源辐射及沉积粒子所传递的热,温度升高所引起热应力的贡献,表现为张应力。根据内应力在薄膜中出现的部位或者是薄膜的形成过程,把内应力又可分为界面应力和生长应力。界面应力是由于薄膜的结构和基片结构在界面处失配而产生,生长应力来源于薄膜在生长过程中所形成的各种结构缺陷<sup>[18]</sup>。随沉积温度升高,样品表现出压应力,一方面是由于薄膜与基片结构差别较大,薄膜表面上的吸附原子的活动性增加,薄膜中的拉伸应力出现明显下降;同时由界面失配引起的界面应力随薄膜结晶程度增强明显增大,导致薄膜呈现出压应力的结果。另一方面,在  $ZrO_2$  材料中添加  $Y_2O_3$ ,在一定程度上促进了阳离子的体扩散,随温度升高掺杂离子会发生界面的偏析,杂质向晶界的迁移,也可认为是产生压应力的原因。从以上分析可以看出薄膜中的残余应力是由薄膜结构的复杂变化引起的。

为了进一步深入考察薄膜应力和结构的关系,计算出薄膜 C(200) 衍射峰的晶面间距和晶粒尺寸。由于直射测量时仪器存在零点误差,通过对测量数据进行修正<sup>[19]</sup>,计算出零点误差为 0.031°。根据布拉格方程,由消除仪器误差后所得精确衍射峰位计算出样品的晶面间距;通过对立方相 C(200) 衍射峰半峰全宽的拟合<sup>[20]</sup>,由谢乐公式计算出不同沉积温度下  $Y_2O_3$  稳定  $ZrO_2$  薄膜的平均晶粒尺寸。表 2

所列晶面间距、晶粒尺寸与沉积温度的对应关系。由表 2 的结果可知,随沉积温度升高,薄膜晶粒平均尺寸不断增大。这主要是由沉积温度改变使得沉积粒子能量变化引起的。沉积温度升高,沉积粒子能量增大,其表面活动能力增强,能够在沉积表面进行充分的扩散,形成较大尺寸的晶粒。将表 2 中四个温度下沉积的薄膜 C(200) 晶向的晶面间距  $d$  与标准衍射卡上的数据( $d_0=0.5128$  nm,可以看作完全无应力时的晶面间距值)相比较,发现除室温下沉积样品  $d$  比  $d_0$  小,其他三个温度下的  $d$  都比  $d_0$  要大,因为 X 射线衍射测量的为平行于膜面方向晶面的晶面间距,此方向的晶面间距变小说明薄膜在垂直膜面方向产生了收缩,而其平行于膜面方向受到了拉伸,所以室温下的薄膜表现出张应力性质;反之,当沉积温度从 100 °C 升至 300 °C 时,平行于膜面方向晶面的晶面间距变大说明薄膜在垂直膜面方向产生了拉伸,而其平行于膜面方向受到了收缩,薄膜表现为压应力性质。又因为沉积温度为 300 °C 的薄膜的晶面间距  $d$  与  $d_0$  差值较大,其晶格畸变较大。故其薄膜残余应力也较大,由此看来随着沉积温度升高,薄膜的结晶程度不断增大,其残余压应力逐渐增大。随着对薄膜结构分析的不断深化,对薄膜残余应力的产生机理将会有进一步的认识。

表 2 C(200) 衍射峰的晶面间距、晶粒尺寸与沉积温度的对应关系

Table 2 Interplanar distance and crystallite size versus deposition temperature

Deposition temperature / °C	Interplanar distance / nm	Crystallite size / nm
25	0.5127	12.0
100	0.5130	14.4
200	0.5133	14.7
300	0.5142	17.2

对比纯  $ZrO_2$  薄膜残余应力实验研究<sup>[12,13]</sup> 结果发现,在室温沉积时  $ZrO_2$  薄膜为非晶态,随沉积温度升高, $ZrO_2$  薄膜为四方相与单斜相的混合晶型。说明在  $ZrO_2$  材料中引入一定量的  $Y^{3+}$  时,薄膜更容易结晶, $Y_2O_3$  的加入对  $ZrO_2$  有稳定作用,可以使  $ZrO_2$  的高温相保留至室温。 $ZrO_2$  薄膜残余应力随温度升高的发展趋势与  $Y_2O_3$  摩尔分数为 12% 的 YSZ 薄膜中的应力变化趋势相同,随薄膜结晶程度的增加,表现的压应力越来越大。

## 4 结 论

本实验条件下,室温沉积的薄膜为非晶态与立

方相的混合物,随着沉积温度的升高,样品的结晶程度不断增大,YSZ 薄膜均以高温相(立方相)存在,且表现为沿(200)晶向择优生长。薄膜晶粒尺寸随沉积温度升高而增大;

当沉积温度从室温变化至 300 °C 范围内时,薄膜中的残余应力有一个从张应力向压应力的变化过程,应力值变化范围为 47 MPa 至 -116 MPa;

随沉积温度的升高,薄膜结晶程度增强,表现的压应力越来越大。当沉积温度为 100 °C 以上时,薄膜样品中的残余应力主要来源于薄膜沉积过程中微观结构的复杂变化;

对比纯 ZrO<sub>2</sub> 薄膜残余应力实验研究结果发现, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的加入对 ZrO<sub>2</sub> 有稳定作用,促使薄膜更容易结晶,有形成单一相的趋势。其应力变化趋势与 ZrO<sub>2</sub> 薄膜残余应力随温度升高的发展趋势相同。

### 参 考 文 献

- 1 A. Lnhig, Ch Bnchal, D. Cnggi *et al.*. Epitaxial growth of monoclinic and cubic ZrO<sub>2</sub> on Si(100) without prior removal of the native SiO<sub>2</sub>[J]. *Thin Solid Films*, 1992, **217**: 125~128
- 2 R. Guinebreteiere, B. Soulestin, A. Danger. XRD and TEM study of heteroepitaxial growth of zirconia on magnesia single crystal[J]. *Thin Solid Films*, 1998, **319**: 197~197
- 3 S. Ben Amor, B. Rogier, G. Baud *et al.*. Characterization of zirconia films deposited by r. f. magnetron sputtering[J]. *Materials Science and Engineering*, 1998, **B57**: 28~39
- 4 Yanming Shen, Hongbo He, Shuying Shao *et al.*. Influences of thickness ratio of two materials on the residual stress of multilayers [J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2007, **5**(suppl.): 272~274
- 5 Zheng Changda, Wang Li, Fang Wenqing *et al.*. The growth and properties of ZnO film grown on Si(111) substrate with AlN buffer by MOCVD[J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, **26**(3): 463~466  
郑畅达,王立,方文卿等. ZnO/AlN/Si(111)薄膜的外延生长和性能研究[J]. *光学学报*, 2006, **26**(3): 463~466
- 6 M. Boulouz, F. Tcheliobou, A. Boyer. Electrical and optical properties of magnetron-sputtered Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stabilized ZrO<sub>2</sub> thin films[J]. *J. European Ceramic Society*, 1997, **17**: 1741~1748
- 7 W. T. Pawlewicz, D. D. Hays. Microstructure control for sputter-deposited ZrO<sub>2</sub>, ZrO<sub>2</sub> · CaO and ZrO<sub>2</sub> · Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [J]. *Thin Solid Films*, 1982, **94**: 31~45
- 8 F. Tcheliobou, M. Boulouz, A. Boyer. Electrical behaviour of thin ZrO<sub>2</sub> films containing some ceramic oxides[J]. *J. Materials Science and Engineering*, 1996, **38**: 90~95
- 9 M. Boulouz, L. Martin, A. Boulouz *et al.*. Effect of the dopant content on the physical properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> and CaO-ZrO<sub>2</sub> thin films produced by evaporation and sputtering techniques[J]. *Materials Science and Engineering*, 1999, **67**: 122~131
- 10 Li Jia, Zhe Lü, Xiqiang Huang *et al.*. Preparation of YSZ films by EPD and its application in SOFCs[J]. *J. Alloys and Compounds*, 2006, **424**: 299~303
- 11 Shigang Wu, Hongying Zhang, Guanglei Tian *et al.*. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> stabilized ZrO<sub>2</sub> thin films deposited by electron beam evaporation; structural, morphological characterization and laser induced damage threshold[J]. *Applied Surface Science*, 2006, **253**: 1561~1566
- 12 Shao Shuying, Fan Zhengxiu, Fan Ruiying *et al.*. Study of residual stress in ZrO<sub>2</sub> thin films[J]. *Acta Optica Sinica*, 2004, **24**(4): 437~441  
邵淑英,范正修,范瑞瑛等. ZrO<sub>2</sub> 薄膜残余应力实验研究[J]. *光学学报*, 2004, **24**(4): 437~441
- 13 Shao Shuying, Fan Zhengxiu, Fan Ruiying *et al.*. Influence of deposition temperature on the properties of ZrO<sub>2</sub> films prepared by electron beam evaporation [J]. *Chin. J. Lasers*, 2004, **31**(6): 700~704  
邵淑英,范正修,范瑞瑛等. 沉积温度对电子束蒸发沉积 ZrO<sub>2</sub> 薄膜性质的影响[J]. *中国激光*, 2004, **31**(6): 700~704
- 14 S. Tamulevicius. Stress and strain in the vacuum deposited thin films [J]. *Vacuum*, 1998, **51**(2): 127~138
- 15 Wu Shigang. *Analysis of Impurities and Reducing of Defects in Optical Thin Film* [D]. Shanghai: Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, 2006. 95~98  
吴师岗. 光学薄膜中的杂质分析和缺陷抑制[D]. 上海: 上海光学精密机械研究所, 2006. 95~98
- 16 Li Hengde, Xiao Jimei. *Surface and Interface of Materials* [M]. Beijing: Tsinghua University Press, 1990. 146~149  
李恒德,肖纪美. 材料表面与界面[M]. 北京: 清华大学出版社, 1990. 146~149
- 17 Shen Yanming, He Hongbo, Shao Shuying *et al.*. Influences of deposition temperature on residual stress of HfO<sub>2</sub> films prepared by electron beam evaporation [J]. *Chin. J. Lasers*, 2006, **33**(6): 827~831  
申雁鸣,贺洪波,邵淑英等. 沉积温度对电子束蒸发 HfO<sub>2</sub> 薄膜残余应力的影响[J]. *中国激光*, 2006, **33**(6): 827~831
- 18 Freund L B, Suresh S. *Thin Film Materials—Stress, Defect Formation and Surface Evolution* [M]. Cambridge: the United Kingdom at the University Press, 2003. 60~69
- 19 Chen Nuofu, Xiu Huixin, Yang Junling *et al.*. Stoichiometry in GaMnAs by double crystal diffraction measurements [J]. *Chinese Science Bulletin*, 2001, **46**(24): 2035~2037  
陈诺夫,修慧欣,杨君玲等. 用 X 射线双晶衍射方法测定 GaMnAs 组分[J]. *科学通报*, 2001, **46**(24): 2035~2037
- 20 Ma Ping, Chen Songlin, Hu Jianping *et al.*. Studies on the micro-structure and laser damage threshold of ZrO<sub>2</sub> thin films deposited at different parameters[J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(7): 994~998  
马平,陈松林,胡建平等. 不同沉积参量下 ZrO<sub>2</sub> 薄膜的微结构和激光损伤阈值[J]. *光学学报*, 2005, **25**(7): 994~998