

文章编号: 0253-2239(2010)02-0602-07

# 基片材料与沉积参数对薄膜应力的影响

李玉琼 喻志农\* 王华清 卢维强 薛 唯 丁 墨

(北京理工大学光电学院薄膜与显示技术实验室, 北京 100081)

**摘要** 采用哈特曼-夏克传感器的薄膜应力在线测量仪测量了利用离子辅助电子束蒸发的  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  与 ITO 薄膜在不同厚度时的应力值, 并深入研究了基片材料与沉积参数对  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  薄膜应力的影响。研究表明, 在成膜的初始阶段, 薄膜应力与薄膜厚度基本上呈线性函数, 当达到一定厚度时薄膜应力基本趋于一个定值; 薄膜与基片的热失配将引起薄膜热应力, 通过选择合适的基片材料可以使其降低; 对  $\text{TiO}_2$  薄膜而言, 当基片温度低于  $150\text{ }^\circ\text{C}$  时, 热应力起主要作用, 当基片温度高于  $150\text{ }^\circ\text{C}$  时, 薄膜致密引起的压应力占主导地位, 但  $\text{SiO}_2$  薄膜其热应力始终占主导地位; 当真空室压强低于  $1.7 \times 10^{-2}\text{ Pa}$  时,  $\text{SiO}_2$  薄膜的张应力主要是由离子辅助溅射效应而引起, 当真空室压强高于  $1.7 \times 10^{-2}\text{ Pa}$  时,  $\text{SiO}_2$  薄膜的张应力随着压强的增大而增大, 但折射率减小。

**关键词** 薄膜光学; 薄膜应力; 哈特曼-夏克传感器; 基片材料; 沉积参数; 离子辅助沉积

中图分类号 TB43 文献标识码 A doi: 10.3788/AOS20103002.0602

## Effects of Substrate Materials and Deposition Parameters on Film Stress

Li Yuqiong Yu Zhinong Wang Huaqing Lu Weiqiang Xue Wei Ding Zhao

(The Laboratory of Thin Film and Display Technology, School of Optoelectronics, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China)

**Abstract** An on-line thin film stress measuring system based on Hartmann-Shack sensor technique is introduced to measure the film stress of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and ITO films at different thickness which are prepared by ion assisted deposition, and the effects of substrate materials and preparation parameters on the stresses of  $\text{SiO}_2$  and  $\text{TiO}_2$  are investigated in details. The results show that the film stress as a function of the film thickness is linear in the initial stage of coating, and the film stress tends to be a stable value when the film thickness reaches a certain value. The thermal stress which resulted from the different coefficients of thermal between substrates and thin films can be diminished by choosing suitable substrates. In terms of  $\text{TiO}_2$  films, the thermal stress plays a major role when the substrate temperature is below  $150\text{ }^\circ\text{C}$ , but the compressive stress which resulted from the dense structure of films is dominant while the substrate temperature is above  $150\text{ }^\circ\text{C}$ . However, the thermal stress in  $\text{SiO}_2$  films is always dominant at different deposition temperatures. The tensile stress in  $\text{SiO}_2$  films is mainly caused by the effects of ion assisted sputtering when the chamber pressure is below  $1.7 \times 10^{-2}\text{ Pa}$ , and the tensile stress in  $\text{SiO}_2$  films increases with the vacuum chamber's pressure increasing when it is above  $1.7 \times 10^{-2}\text{ Pa}$ , but the refractive index decreases.

**Key words** films optics; film stress; Hartmann-Shack sensor; substrate materials; deposition parameters; ion assisted deposition (IAD)

## 1 引 言

现代光学系统需要大量薄膜光学元器件, 而光

学薄膜是由固体材料经过蒸发或溅射形成的, 在此过程中通常会产生很大的应力。影响薄膜应力的因

收稿日期: 2009-04-15; 收到修改稿日期: 2009-07-09

基金项目: 国家部委预研项目(51302060203)资助课题。

作者简介: 李玉琼(1982—), 男, 博士研究生, 主要从事柔性电致发光显示方面的研究。E-mail: liyuqiongbit@yahoo.com.cn

导师简介: 薛 唯(1956—), 男, 教授, 主要从事光电信息获取、存储、处理与显示等方面的研究。

E-mail: xuewei@bit.edu.cn

\* 通信联系人。E-mail: znyu@bit.edu.cn

素有很多,包括薄膜和基板材料、沉积工艺和各种环境参数<sup>[1~4]</sup>。薄膜应力会导致薄膜器件弯曲,当光波入射到光学薄膜上时产生反射光束的波前畸变<sup>[5]</sup>;更为甚者,薄膜应力会导致薄膜性能恶化甚至导致薄膜龟裂和剥落,使得薄膜完全失效。因此,了解和控制薄膜应力是非常重要的。

薄膜应力的测量方法主要有基片变形法<sup>[6]</sup>、衍射法<sup>[7]</sup>、光谱法和薄膜振动法<sup>[8]</sup>。基片变形法由于其简单和非破坏性的特点而被广泛用于薄膜的应力测量。采用基片变形法时,首先是测量镀膜前后基片的表面变形量,然后根据薄膜应力与基板的变形关系,就可以得到待测薄膜的应力值。

目前对基片变形的测量大多为离线式检测。例如,邵淑英等<sup>[9]</sup>利用光反射原理研制的薄膜应力测试装置;张国炳等<sup>[10]</sup>利用光偏振相移干涉原理研制的多晶硅薄膜应力测试仪;K. S. Chen 等<sup>[11]</sup>研制的叠栅条纹全场薄膜应力仪等。如果要想实现薄膜的在线测量,应该采用光学传感器技术,它们是非接触式,可以安装在沉积室外部,并且对薄膜生长设备产生的强电磁场不敏感。Bicker 等<sup>[12]</sup>提出了一种利用双路光反射在线测量薄膜应力的方法,其测量灵敏度为 4.4 MPa。林晓春等<sup>[13]</sup>以二维 Dammann 光栅和 Fresnel 波带板为核心的二元光束阵列薄膜应力传感器,其测量灵敏度为 2.5 MPa。由于应力在线测试装置需安装在薄膜制备设备上,这些方法也通常会受到设备振动的影响,使得这些方法的应用都受到不同程度的影响。而基于哈特曼-夏克传感器的薄膜应力在线测量仪由于测量的是样品上各个小区域的相对变形量,所以对于薄膜镀制过程中设备的振动不敏感,实现了薄膜应力的精确在线测量。

本文采用基于哈特曼-夏克传感器的薄膜应力在线测量装置测量了基于离子辅助电子束蒸发的  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  和 ITO 薄膜随膜厚不同的应力值,并重点研究了基片材料、基片温度和真空压强等基片材料与制备参数对  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  薄膜应力的影响。但薄膜应力的在线测量过程中,很难把热应力和内应力严格区分开来,同时膜厚、基板温度和基板材料以及真空度对薄膜应力的影响很难独立研究,加之离子源辅助的作用也很复杂,所以薄膜应力的测量是一项非常复杂的工作,本文进行的探索性工作仅供参考。

## 2 实 验

实验采用实验室自行研制的 ZZSX-800ZA 型全

自动真空镀膜机及自行研制的哈特曼-夏克薄膜应力在线测量仪,其结构图分别如图 1,图 2 所示。哈特曼-夏克薄膜应力仪安装于镀膜机顶部,通过镀膜机上窗口与真空室内的样品组成应力监控系统,与 CMOS 相机相连的计算机负责处理 CMOS 采集的信号数据。该系统由以下三部分组成:自准直成像系统、Hartmann-Shack(H-S)传感器及图像采集与处理单元。光源发出的光经棱镜分光,通过物镜后垂直入射到样品表面,平行光被样品表面反射后再经中继透镜转化成平行光,最后经 H-S 透镜阵列成像到探测器表面。哈特曼-夏克薄膜应力仪的基本原理是:采用哈特曼-夏克透镜阵列将待测量表面划分成若干小区域,通过测量每个小区域成像光斑的相对位置变化来获得该小区域由应力引起的变形斜率,进而得到整个测量表面的变形量,当薄膜厚度远小于基板厚度时就可根据 A. S. Manning 等<sup>[14]</sup>提出的应力公式

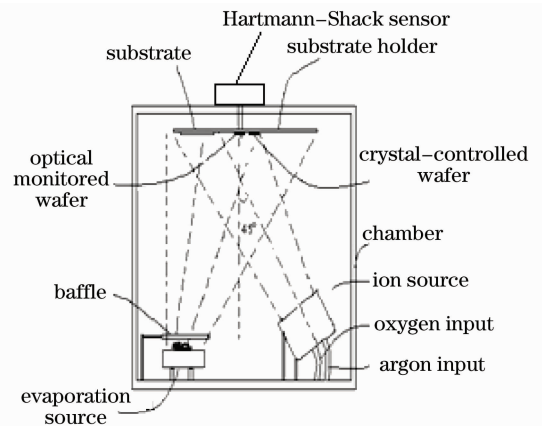


图 1 ZZSX-800ZA 型全自动真空镀膜机示意图  
Fig. 1 Schematic scheme of ZZSX-800ZA automatic vacuum coating machine

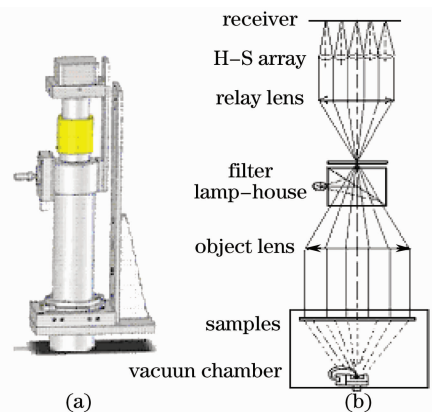


图 2 哈特曼薄膜应力在线测量仪的实物图(a)及结构图(b)  
Fig. 2 Physical scheme (a) and structural drawing (b) of on-line film stress measuring instrument based on Hartmann-Shack sensor

$$\sigma_i = \frac{4E_s t_s \delta}{3(1-\eta_s)D_s^2 t_i} \quad (1)$$

求得薄膜应力。式中  $E_s$  对应基板弹性模量,  $t_s$  对应基板厚度,  $\delta$  对应基板面形改变量,  $D_s$  对应基片直径,  $\eta_s$  对应基板的泊松系数,  $t_i$  对应薄膜厚度。

该系统的测量精度:面形测量精度为 15.6 nm, 应力测量精度为 3.3 MPa(厚度 0.7 mm 的 BK7 玻璃基片);测量频率为 6 Hz;系统稳定性为 2 h 内的光斑质心测量稳定度在 0.52  $\mu\text{m}$ (1/10CMOS 像素)。数据处理时以位于中心的子孔径作为基准,测量其它各子孔径相对于基准的变化量,以自适应形式避免样品振动时造成的测量误差。

实验采用中国科学院空间科学与应用研究中心生产的考夫曼离子源,直径为 12 cm,离子束能量为 100~600 eV,最大束流为 150 mA。基片为  $\Phi 40 \text{ mm} \times 0.7 \text{ mm}$  的 BK7 玻璃,在基片的一面蒸镀 15 nm 的银作为应力测试面,然后在大气中放置 72 h 作老化处理,稳定其性能。基片的弹性模量  $E_s = 75 \text{ GPa}$ ,泊松比  $\eta_s = 0.21$ 。ITO 膜料是采用  $\text{In}_2\text{O}_3$  粉末与  $\text{SnO}_2$  (99.99%) 粉末按重量比 9:1 混合而成的铟锡氧化物。

## 3 结果与讨论

### 3.1 不同厚度时的薄膜应力值

根据室温条件下制备薄膜的最佳工艺参数,各氧化物薄膜的制备工艺参数如下表 1 所示。

表 1 各薄膜的制备工艺参数

Table 1 Preparation parameters of films

Films Parameters	$\text{SiO}_2$	$\text{TiO}_2$	$\text{Ta}_2\text{O}_5$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	ITO
Accelerating voltage /V	330	330	330	330	350
Beam current /mA	100	100	100	100	80
$\text{O}_2$ /( $\text{cm}^3/\text{min}$ )	0	23	23	0	18
Ar /( $\text{cm}^3/\text{min}$ )	6	6	6	6	6
Deposition rate /( $\text{nm}/\text{s}$ )	0.6	0.3	0.3	0.3	0.06
Thickness /nm	150	150	150	150	200
Vacuum /( $10^{-2} \text{ Pa}$ )	0.9	2.0	2.0	1.6	1.0
Temperature / $^\circ\text{C}$	30	30	30	30	30

通过哈特曼-夏克薄膜应力在线测量仪所测得的各氧化物薄膜应力随厚度变化的曲线如图 3 所示。由图 3 可知,ITO 薄膜表现为很强的压应力,当厚度为 200 nm 时,其应力值为 -510.17 MPa,而  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  薄膜则表现为张应力。其中  $\text{SiO}_2$  的张应力值最小,当厚度为 150 nm 时,对应的张应力值仅为 29 MPa,而  $\text{Al}_2\text{O}_3$  的张应力最

大,当厚度为 150 nm 时,对应的张应力值为 277 MPa,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  的张应力值随厚度变化的趋势基本一致,当厚度为 150 nm 时,对应的张应力值大概为 80 MPa。ITO 薄膜应力与厚度的关系曲线呈 N 形,此现象可解释如下:在 ITO 薄膜成长初期,即“岛”的形成阶段时,由于基板每点的特性略有不同,致使 ITO 原子在基板各点上所形成的范德瓦耳斯力或化学吸引力不均匀,从而导致薄膜应力急剧增加,而此阶段所对应的膜层厚度一般在 0~20 nm;随着膜厚的继续增加,膜层慢慢接近连续,“岛”合并体积有所收缩,“岛”在基板上所占的面积逐渐减小,表面能降低,而“岛”聚结时基板表面所空出来的地方将再次成核,由于聚结过程中伴随着结晶和晶粒生长,从而改变薄膜的最终取向,出现核的不均匀取向,导致应力达到一个最大值;随着膜厚的进一步增加,当“岛”的分布达到临界状态时互相连接,逐渐形成网状结构,最后只剩下宽度只有 5~20 nm 的不规则沟渠,沟渠内再次成核、聚结或与沟渠边缘结合,使沟渠消失而仅留下若干空洞,从而使应力值略有所减小;随着膜厚的继续增加,大约在 100 nm 以后,沟渠及空洞全部消失,接着沉积的蒸气原子将堆砌在这些连续膜上,致使膜层厚度迅速增加,应力趋于一个定值。

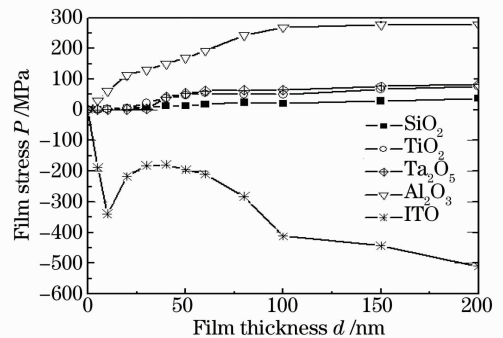


图 3 薄膜应力与薄膜厚度的关系曲线

Fig. 3 Relation between film stress and film thickness

由于实验中采用常温镀膜,并且应力测量是在高真空环境下进行,已把热应力和环境的影响降为最低,所以可以粗略地认为是该种材料的本征应力值。需要指出的是当膜厚大于 100 nm 以后,多数介质材料的应力值趋于一个定值,这是由应力的定义决定的<sup>[8]</sup>,它表征的是膜层截面单位面积上所受的力。但随着膜厚的增加,膜层对基片施加的压(拉)力  $F$  是一直增加的:

$$F = S_i \sigma_i, \quad (2)$$

式中  $S_i$  表示薄膜的截面积,  $\sigma_i$  表示薄膜的应力。

薄膜对基片施加的压(拉)力不断增大,基片的变形也一直在增大,达到某一临界值,某些膜层会破裂。由于实验中使用离子辅助沉积,在无离子辅助的情况<sup>[15,16]</sup>,多数薄膜的应力有向压应力转化的趋势。离子辅助使薄膜张应力值减小,压应力值增加,而有些薄膜的应力性质甚至会发生变化。

### 3.2 基板材料对薄膜应力的影响

采用 TiO<sub>2</sub> 单层膜作为研究对象,基片使用

表 2 TiO<sub>2</sub> 薄膜的制备工艺参数

Table 2 Preparation parameters of TiO<sub>2</sub> films

Films	Ion source		Gas flow		Evaporation rate / (nm/s)	Vacuum / Pa	Substrate temperature / °C
	Accelerating voltage / V	Beam current / mA	O <sub>2</sub> / (cm <sup>3</sup> /min)	Ar / (cm <sup>3</sup> /min)			
TiO <sub>2</sub>	0	0	30	0	0.3	1.5 × 10 <sup>-2</sup>	250

TiO<sub>2</sub> 薄膜在 BK7 玻璃和石英玻璃基底上冷却过程中薄膜应力的变化曲线如图 4 所示。

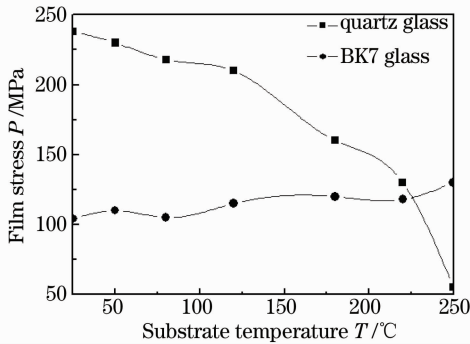


图 4 TiO<sub>2</sub> 薄膜镀制在不同基片材料上的应力曲线

Fig. 4 Stress curves of TiO<sub>2</sub> films deposited on different substrates

由图可知,石英玻璃基片的薄膜应力变化较大。这主要是由温度变化所引起热应力作用的结果,因为 TiO<sub>2</sub> 的线膨胀系数( $\alpha_T = 71.9 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )与 SiO<sub>2</sub> 的线膨胀系数( $\alpha_S = 5.5 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )相差较大,而与 BK7 玻璃的线膨胀系数( $\alpha_B = 71 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )相差较小。当温度从 250 °C 降到 25 °C 时,根据热应力公式可知,石英基板、BK7 玻璃与 TiO<sub>2</sub> 薄膜尺寸的收缩量分别为,

表 3 TiO<sub>2</sub> 与 SiO<sub>2</sub> 薄膜的制备工艺参数

Table 3 Preparation parameters of TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> films

Films	Ion source		Gas flow		Deposition rate / (nm/s)	Vacuum / Pa
	Accelerating voltage / V	Beam current / mA	O <sub>2</sub> / (cm <sup>3</sup> /min)	Ar / (cm <sup>3</sup> /min)		
TiO <sub>2</sub>	0	0	30	0	0.3	1.5 × 10 <sup>-2</sup>
SiO <sub>2</sub>	0	0	0	0	0.6	0.9 × 10 <sup>-2</sup>

从 3.2 中分析得知, TiO<sub>2</sub> 薄膜与 BK7 玻璃的热失配小,薄膜的热应力也较小,所以制备过程中薄膜应力的变化主要是由温度变化所引起薄膜结构改

BK7 玻璃和石英玻璃, TiO<sub>2</sub> 的制备工艺参数如表 2 所示。将真空室升温到 250 °C,保温 30 min,使用离子源清洗基板,但沉积过程中无离子源辅助,同时使用应力仪对基板表面进行标定。为保证测量的准确性及避免外界环境的影响,在高真空条件下关闭真空加热装置,使基板自然冷却到室温,并在此过程中使用哈特曼-夏克薄膜应力仪实时测量基片的面形变化,根据(1)式算出薄膜应力值。

$\Delta L_S = \Delta T \alpha_S L = 4.95 \text{ } \mu\text{m}$ ;  $\Delta L_B = \Delta T \alpha_B L = 63.9 \text{ } \mu\text{m}$ ;  $\Delta L_T = \Delta T \alpha_T L = 64.7 \text{ } \mu\text{m}$ 。所以,石英玻璃与 TiO<sub>2</sub> 薄膜的收缩量相差较大,它们之间会产生一个表现为张应力的热应力。而 BK7 玻璃与 TiO<sub>2</sub> 薄膜的收缩量基本一致,热失配产生的热应力较小,所以 BK7 玻璃与 TiO<sub>2</sub> 薄膜的热力学性质相似。由于融石英基片材料与 SiO<sub>2</sub> 薄膜具有相似的热力学性质,所以融石英基片在温度变化过程中对 SiO<sub>2</sub> 薄膜产生的热应力也较小<sup>[17,18]</sup>。

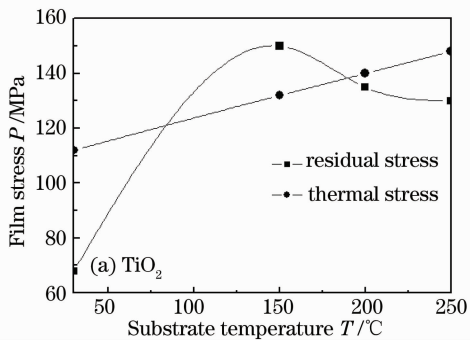
### 3.3 基片温度对薄膜应力的影响

采用 TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub> 单层膜作为研究对象,用电子束蒸发方式蒸镀 TiO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub> 薄膜,基片为 BK7 玻璃。其制备工艺参数如表 3 所示,基片烘烤温度分别为 30 °C, 150 °C, 200 °C, 250 °C, 将真空室升到指定温度,保温 30 min。使用离子源清洗基板,但沉积过程中无离子源辅助,同时使用应力仪对基板表面进行标定。为保证测量的准确性及避免外界环境的影响,在高真空条件下关闭真空加热装置,使基板自然冷却到室温,并在此过程中使用哈特曼-夏克薄膜应力仪实时测量基片的面形变化,根据(1)式算出薄膜应力值。

变造成的。随着基板温度的升高,在薄膜沉积时分子的迁移率增大,使镀制的薄膜聚集密度增加,聚集密度的增大会使薄膜压应力增大<sup>[19]</sup>。从图 5(a)中

两条曲线的对比中发现,当温度低于 150 °C 时, TiO<sub>2</sub> 薄膜中残余应力的上升幅度快于热应力的上升幅度,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主要因素是薄膜本身结构决定的本征应力;当温度高于 150 °C 时,残余应力呈下降趋势,说明此时由薄膜致密引起的压应力占主导地位<sup>[20]</sup>。

由图 5(b)可以看出, SiO<sub>2</sub> 薄膜表现为压应力,且压应力随基片温度的升高而增大,当温度从 25 °C 升到 250 °C 时,压应力由 -80 MPa 升到 -103 MPa。这是由于 SiO<sub>2</sub> 的热膨胀系数( $\alpha_S = 5.5 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ )比 BK7 玻璃的热膨胀系数( $\alpha_B = 71 \times 10^{-7} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ )小得多,而沉积时的温度又高于室温,热应力性质表现为压应力,且随着沉积温度的升高而增大。从图中还可以看出,热应力值大于残余应力值,并且随沉积温度的升



高,它们的绝对值之差也随着增大,薄膜应力可表为<sup>[21,22]</sup>

$$\sigma = \sigma_{th} + \sigma_{in} + \sigma_{ex},$$

式中  $\sigma_{th}$  表示薄膜热应力,  $\sigma_{in}$  表示薄膜的内应力,  $\sigma_{ex}$  表示薄膜的附加应力,而  $\sigma_{ex}$  是薄膜在环境中因吸潮、老化及热处理而产生的,在研究中可以予以忽略,所以薄膜的残余应力  $\sigma = \sigma_{th} + \sigma_{in}$ ,由此式可推知,内应力表现为张应力且随着沉积温度的升高而增大。内应力主要是由于薄膜在电子束蒸发过程中沉积粒子本身温度很高,当到达温度相对较低的沉积表面时,粒子会在短时间内与基底温度达到一致,薄膜产生收缩,但是这种收缩由于附着力的存在而被束缚,从而产生张应力, Kuroda 与 Clyne 称这种力为淬火应力。因此, SiO<sub>2</sub> 薄膜中的最终残余应力是淬火应力与热应力共同作用的结果。

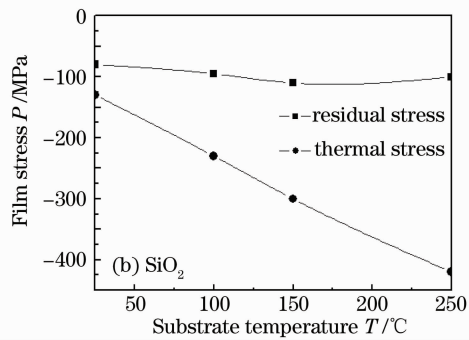


图 5 不同沉积温度下薄膜残余应力的变化曲线

Fig. 5 Curve of film residual stress under different deposition temperatures

### 3.4 真空度对薄膜应力的影响

采用 SiO<sub>2</sub> 单层膜作为研究对象,用电子束蒸发的方式对 SiO<sub>2</sub> 膜料进行蒸发,基片为 BK7 玻璃。其制备工艺参数如表 4 所示。在薄膜制备过程中,通过改变充入的氧气流量来获得不同的真空环境。

表 4 SiO<sub>2</sub> 薄膜的制备工艺参数

Table 4 Preparation parameters of SiO<sub>2</sub> films

Films	Ion source		Gas flow		Deposition rate / (nm/s)	Vacuum / Pa	Substrate temperature / °C
	Accelerating voltage / V	Beam current / mA	O <sub>2</sub> / (cm <sup>3</sup> /min)	Ar / (cm <sup>3</sup> /min)			
SiO <sub>2</sub>	330	100	0/8/15/25	6	0.6	$0.6 \times 10^{-2}$	30

从图 6,图 7 中可以看出,当真空室压强低于  $1.7 \times 10^{-2}$  Pa 时, SiO<sub>2</sub> 的薄膜应力随真空压强的改变基本不变,此时薄膜张应力主要是由离子辅助溅射效应引起的,而与真空压强改变所产生的薄膜致密化程度无关;当真空压强高于  $1.7 \times 10^{-2}$  Pa 时, SiO<sub>2</sub> 薄膜的张应力随真空压强的增大而稍微有所

镀膜之前使用离子源清洗基片,同时使用应力仪对基板表面进行标定,在薄膜的镀制过程中用离子源进行辅助沉积,并使用哈特曼-夏克薄膜应力仪实时测量基片的面形变化,根据(1)式算出薄膜应力值。

增大,从  $1.7 \times 10^{-2}$  Pa 时的 33.5 MPa 增大到  $2.0 \times 10^{-2}$  Pa 时的 46 MPa,此时薄膜张应力是由离子辅助引起的溅射效应与真空压强增大所产生的薄膜疏松结构共同决定。 SiO<sub>2</sub> 薄膜的折射率随真空室压强变化的曲线如图 8 所示,由图 8 可知, SiO<sub>2</sub> 薄膜的折射率随真空室压强的增大而减小,因此随着真

空室压强的增大,薄膜的堆积密度是逐渐减小的。

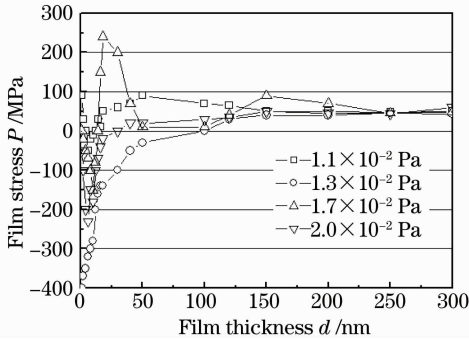


图 6 不同真空压力下 SiO<sub>2</sub> 薄膜应力与厚度的关系曲线  
Fig. 6 Relation between SiO<sub>2</sub> film stress and film thickness under different vacuum pressures

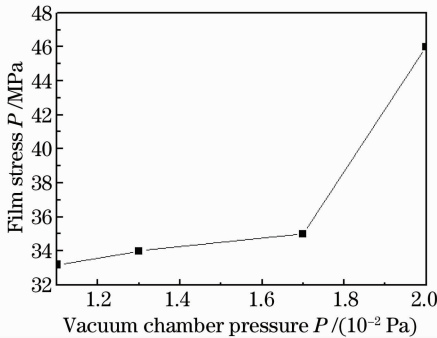


图 7 SiO<sub>2</sub> 薄膜(300 nm)在不同真空压强下的应力曲线  
Fig. 7 Stress curve of SiO<sub>2</sub> film(300 nm) under different vacuum pressures

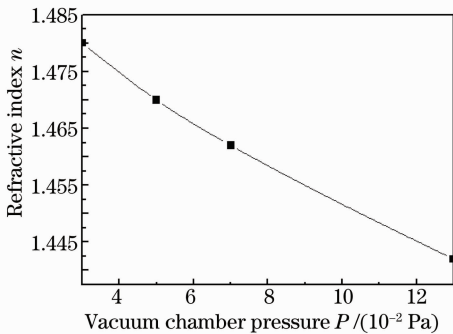


图 8 不同真空压力下 SiO<sub>2</sub> 薄膜的折射率曲线  
Fig. 8 Refractive index of SiO<sub>2</sub> film under different vacuum pressures

### 4 结 论

通过哈特曼-夏克传感器测量薄膜的弯曲变形进而实现薄膜应力的在线测量是一种非常有效的薄膜应力测量方法。本文较为系统地测量了基于离子辅助电子束蒸发的 SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜及 ITO 薄膜在不同厚度时的应力值,研究发现 SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 薄膜则表现为张应力,而

ITO 薄膜表现为较强的压应力。

热应力主要是由薄膜与基片的热失配而引起,不同薄膜-基片组合会产生不同大小的热应力,而选择合适的基片可以降低热应力的影响。从基片温度对薄膜应力的影响研究得知:薄膜中的最终残余应力是淬火应力与热应力共同作用的结果,随着基板温度的升高,薄膜沉积时分子的迁移率增大,使镀制薄膜的聚集密度增大,而聚集密度的增大会使薄膜压应力变大。对 TiO<sub>2</sub> 薄膜而言,当基片温度低于 150 ℃时,热应力起主要作用,当温度高于 150 ℃时,薄膜致密引起的压应力占主导地位,但 SiO<sub>2</sub> 薄膜其热应力始终占主导地位,内应力表现为张应力且随温度的升高而增大。同时从真空压强对薄膜应力影响的研究结果得知:在薄膜制备过程中,当真空室压强低于 1.7 × 10<sup>-2</sup> Pa 时,SiO<sub>2</sub> 薄膜的应力基本不随真空室压强的改变而改变,此时薄膜张应力主要是由离子辅助溅射效应而引起;当真空室压强高于 1.7 × 10<sup>-2</sup> Pa 时,真空室压强对应力的影响有所表现,薄膜应力随真空压强的增加而增大,同时折射率减小。

### 参 考 文 献

- 1 Gu Peifu. Thin Films Technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1990. 257~258
- 2 顾培夫. 薄膜技术[M]. 杭州: 浙江大学出版社,1990. 257~258
- 3 A. Zöller, R. Götzelmann, K. Matl. Plasma-ion-assisted deposition: investigation of film stress [C]. SPIE, 1996, 2776: 207~211
- 4 V. Peter. Mechanical stresses in oxide thin films [J]. Vacuum, 1992, 43 (5~7): 727~729
- 5 Shao Shuying, Fan Zhengxiu. Evolutions of residual stress and microstructure in ZrO<sub>2</sub> thin films deposited at different temperature and rates [J]. Thin Solid Films, 2003, 445(1): 59~62
- 6 A. E. Ennos. Stress developed in optical film coatings[J]. Appl. Opt., 1966, 5(1): 51~61
- 7 G. G. Stoney. The tension of thin metallic film deposited by electrolysis[C]. Proc. R. Soc. London, 1909, 172~180
- 8 S. G. Malhotra, Z. U. Rek, S. M. Yalisove et al.. Analysis of thin film stress measurement techniques[J]. Thin Solid Film, 1997, 301(1-2): 45~54
- 9 Zhang Wen, Cao Xingjin. Current status of research on measurement of the stress in thin film [J]. Machinery Manufacturing Eng., 2005, 4: 127~129
- 10 张 文, 曹兴进. 薄膜应力测定研究现状[J]. 现代制造工程, 2005, 4: 127~129
- 11 Shen Yuanming, Zhu Meiping, Shao Shuying. A high precision thin film stress on-line measurement structure and measuring method[P]. 2007, China: 200610118432. 8
- 12 Zhang Guobing, Hao Yilong, Tian Dayu et al.. Residual stress properties of polysilicon thin film[J]. Chin. J. Semi., 1999, 20(6): 463~467
- 13 张国炳, 郝一龙, 田大字等. 多晶硅薄膜应力特性研究[J]. 半导体学报, 1999, 20(6): 463~467

- 11 K. S. Chen, T. Y. Chen, C. C. Chuang *et al.*. Full-field wafer lever thin film stress measurement by phase-stepping shadow moire[J]. *IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies*, 2004, **27**(3): 594~603
- 12 M. Bicker, U. Von Hülsen, U. Laudahn *et al.*. Optical deflection setup for stress measurements in thin films[J]. *Review of Scientific Instruments*, 1998, **69**(2): 460~462
- 13 Lin Xiaochun, Guo Yanyan, Hu Zhimin *et al.*. A kind of thin-film stress sensor based on beam-focusing multi-beam array[J]. *Chin. J. Semi.*, 2004, **25**(11): 1491~1494  
林晓春, 郭艳艳, 胡志敏 等. 基于自会聚多光束阵列的薄膜应力传感器[J]. *半导体学报*, 2004, **25**(11): 1491~1494
- 14 A. S. Manning, S. Fuchs. Finite element analysis of thermal stresses in high-power substrates for hybrid circuits [J]. *Materials & Design*, 1997, **18**(2): 61~72
- 15 Wang Liheng. Coating Technology [M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2006. 108~112  
王力衡. 镀膜技术[M]. 北京:清华大学出版社, 2006. 108~112
- 16 Gu Peifu. Thin Films Technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1990. 223~226  
顾培夫. 薄膜技术[M]. 杭州: 浙江大学出版社, 1990. 223~226
- 17 Gu Peifu, Zheng Zhenrong, Zhao Yongjiang *et al.*. Study on the mechanism and measurement of stress of TiO<sub>2</sub> and SiO<sub>2</sub> thin-films [J]. *Acta Physica Sinica*, 2006, **55**(12): 6459~6505  
顾培夫, 郑臻荣, 赵永江 等. TiO<sub>2</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 薄膜应力的产生机理及实验探索[J]. *物理学报*, 2006, **55**(12): 6459~6505
- 18 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  
孙荣阁, 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
- 19 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]. *Chinese 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
- 20 Qiling Xiao, Shuying Shao, Jianda Shao *et al.*. Influences of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dopant content on residual stress, structure, and optical properties of ZrO<sub>2</sub> thin films[J]. *Chin. Opt. Lett.*, 2009, **7**(2): 162~164
- 21 Shao Shuying, Fan Zhengxiu, Fan Ruiying *et al.*. Influences of the deposition parameters and aging time on the residual stress of SiO<sub>2</sub> films[J]. *Acta Optica Sinica*, 2005, **25**(1): 126~130  
邵淑英, 范正修, 范瑞瑛 等. 沉积参量及时效时间对 SiO<sub>2</sub> 薄膜残余应力的影响[J]. *光学学报*, 2005, **25**(1): 126~130
- 22 Xiao Qiling, He Hongbo, Shao Shuying *et al.*. Influence of deposition temperature on residual stress of yttria-stabilized zirconia thin films [J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, **28**(5): 1007~1011  
肖祁陵, 贺洪波, 邵淑英 等. 沉积温度对氧化钇稳定氧化锆薄膜残余应力的影响[J]. *光学学报*, 2008, **28**(5): 1007~1011