

沉积速率对直流脉冲溅射钼薄膜微结构与光学性能的影响

赵娇玲^{1,2} 贺洪波¹ 王 虎^{1,2} 郭佳露^{1,2} 贺 婷^{1,2}

¹中国科学院上海光学精密机械研究所强激光重点材料实验室, 上海 201800

²中国科学院大学, 北京 100049

摘要 用脉冲直流磁控溅射方法在硅片衬底上制备了厚度相同的单层钼薄膜, 结合台阶仪、X 射线衍射仪、场发射扫描电镜、原子力学显微镜和紫外-可见分光光度计分别研究了不同沉积速率对钼薄膜微结构、表面形貌和光学性能的影响。掠入射 X 射线反射谱拟合的钼薄膜厚度与设计厚度一致, 说明当前钼薄膜制备工艺成熟稳定。沉积速率通过改变薄膜生长模式与薄膜形核率影响钼薄膜表面形貌演化。随着沉积速率的增大, 薄膜越来越致密, 钼(110)面的衍射峰强度逐渐增大, 平均晶粒尺寸增大, 表面粗糙度先降低后增加。

关键词 薄膜; 光学性能; 材料制备与表征; 其他性能

中图分类号 O439 **文献标识码** A

doi: 10.3788/AOS201636.0931001

Influence of Deposition Rate on Microstructure and Optical Properties of Mo Films Fabricated by Direct Current Pulse Sputtering

Zhao Jiaoling^{1,2} He Hongbo¹ Wang Hu^{1,2} Guo Jialu^{1,2} He Ting^{1,2}

¹Key Laboratory of Materials for High Power Laser, Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China

²University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China

Abstract Monolayer Mo films with the same thickness are deposited on the Si substrates by direct current pulse magnetron sputtering method. The influence of different deposition rates on the microstructure, morphology and optical properties of Mo films is investigated with stylus surface profiling system, X-ray diffractometer, field emission scanning electron microscopy, atomic force microscopy and ultraviolet-visible spectrophotometer, respectively. The Mo film thickness fitted by grazing incidence X-ray reflective spectra agrees well with the designed thickness, which indicates that the current process technology of Mo film is mature and stable. The morphology evolution of Mo films is affected by the deposition rate via altering the growth model and nucleation rate of Mo films. As the increase of deposition rate, the density, diffractive intensity of Mo (110) and average grain size of films increase, whereas the surface roughness decreases first and then increases.

Key words thin films; optical properties; material preparation and characterization; other properties

OCIS codes 310.6860; 310.6870; 310.3840

1 引 言

金属钼(Mo)为体心立方晶体结构,熔点 2617 °C,沸点 4612 °C,具有硬度高、密度大、热膨胀系数小、导电导热性和热稳定性良好等优点,是自然界中一种重要的应用金属材料^[1-2]。Mo 主要用于各种高温部件,飞机、导弹以及锅炉钢板的保护层^[3],在传统的重工业和航天航空等领域发挥着举足轻重的作用。在软 X

收稿日期: 2016-03-30; **收到修改稿日期:** 2016-04-13

基金项目: 国家国际科技合作专项项目(2012DFG51590)

作者简介: 赵娇玲(1987—),女,博士研究生,主要从事薄膜方面的研究。E-mail: jolin923@siom.ac.cn

导师简介: 贺洪波(1971—),男,博士,博士生导师,主要从事高功率激光薄膜、薄膜制备技术与表征等方面的研究。

E-mail: hbhe@siom.ac.cn(通信联系人)

射线多层膜的制备材料中,金属 Mo 是一种重要的吸收层材料^[4-5]。此外,Mo 基薄膜在液晶显示器^[6]、大面积集成电路^[7]以及太阳能电池电极^[8-9]等诸多领域具有广阔的应用前景。

关于 Mo 基薄膜常见的制备方法有射频磁控溅射、直流磁控溅射、脉冲激光沉积(PLD)、电子束蒸发等。研究人员开展了大量此类薄膜制备技术中的各种工艺参数(如气压、基片温度等)对 Mo 薄膜结构和性能的影响研究。雷洁红等^[10]研究了沉积温度对 PLD 制备的 Mo 薄膜晶态和表面形貌的影响。秦俊岭等^[11]研究了 Mo 靶溅射功率对 Mo/Si 极紫外多层膜反射率的影响。

选定合适的薄膜制备方法,探索出获得表面粗糙度低、均匀致密的 Mo 薄膜的最佳工艺参数是保证金属 Mo 薄膜在各方面的应用中发挥优异性能的关键^[12-13]。特别是在软 X 射线材料的制备中,多层膜周期厚度在纳米量级,沉积速率对这种多层薄膜的生长和界面特征有重要的影响^[14],因此,研究沉积速率对 Mo 薄膜的微结构和性能的影响具有重要的意义。近几年开始推广的脉冲磁控溅射镀膜技术的脉冲峰值功率约为普通磁控溅射的 100 倍,可以在避免基片温度明显升高的情况下显著提高溅射速率^[15],被认为是极有前景的真空镀膜技术。目前关于脉冲直流溅射沉积速率对 Mo 薄膜的微结构和光电性能影响的研究报道较少。此外,薄膜厚度影响着薄膜的内部缺陷状态和一些电学性能,文献报道多为沉积的 Mo 薄膜厚度达到百纳米以上甚至几百纳米,而对数十纳米级别的 Mo 薄膜结构性能方面探索较少。因此,本文采用脉冲直流溅射制备单层 Mo 薄膜,研究了沉积速率对 Mo 薄膜的微结构、表面形貌和光学性能的影响。

2 实 验

采用脉冲直流溅射以不同沉积速率在单晶 Si(110)硅片上制备 Mo 薄膜。实验磁控阴极靶和脉冲直流电源(PINNACLE PLUS+)均选用美国 AE 公司进口。金属 Mo 为进口靶材,纯度为 99.95%。溅射本底真空低于 10^{-5} Pa,靶基距 70 mm,基片自转速度 700 r/min。Mo 薄膜的沉积速率主要由溅射功率梯度控制,实验参数详见表 1,根据系列一和系列二的样品进行了沉积速率标定,采用线性拟合得到对应的沉积速率与溅射功率的曲线。系列二设计的样品厚度基本一致,对该系列样品进行了微观结构、形貌和光学性能表征,并展开分析讨论。实验中脉冲直流电源频率为 150 kHz,反转时间 1 μ s,选择功率型控制电源参数。

表 1 实验参数和 GIXRR 拟合出的厚度

Table 1 Experiment parameters and fitted thickness by GIXRR

Power /W	Deposition time /s		Deposition rate /(nm/s)	Film thickness /nm	
	Series one	Series two		Series one	Series two
60	100	245	0.25	25.29	61.25
80	100	150	0.415	41.06	62.25
100	100	120	0.505	50.57	61.05
120	100	100	0.625	62.47	62.39
150	100	85	0.715	71.20	61.87
200	100	65	0.95	95.36	62.13
250	100	50	1.271	127.15	63.55

金属 Mo 薄膜厚度和晶面选用 X 射线衍射仪(PANalytical Empyrean)进行测试,X 射线光源为 CuK α 射线, $\lambda=0.154$ nm。X 射线衍射仪中掠入射小角 X 射线反射(GIXRR)测试,根据 GIXRR 曲线对薄膜的厚度、光学常数和表面粗糙度进行拟合,并将拟合的薄膜厚度结果作为实验的薄膜厚度依据。薄膜的微观结构用掠入射 X 射线衍射(XRD)对薄膜的物相进行扫描,并用 Scherrer 公式计算晶粒大小。薄膜的表面形貌选用原子力显微镜(AFM, VeecoDimension 3100)和场发射扫描电镜(FE-SEM, Zeiss Auriga S40)进行表征。反射光谱选用双光束分光光度计(Perkin-Elmer Lambda 1050UV/VIS/NIR)测量,测量精度为 $\pm 0.08\%$ 。

3 结果与讨论

3.1 沉积速率

沉积速率主要由脉冲直流溅射的功率调控,每个功率对应的沉积速率值是通过薄膜厚度与对应的等效沉积时间进行线性拟合得到的,功率与沉积速率关系曲线如图 1 所示。薄膜厚度由 GIXRR 曲线拟合的

结果如表 1 所示,在研究超薄薄膜领域,GIXRR 是一种测试超薄薄膜厚度的有效方法^[16]。相比传统的台阶仪测试,该方法为无损测量,GIXRR 避免了超薄的薄膜样品台阶制备困难以及因台阶制备不准确带来的测量误差。该方法在软 X 射线薄膜器件领域被广泛用于描述纳米厚度薄膜的周期厚度。从功率与沉积速率关系曲线可以得到随着溅射功率的增加,薄膜的沉积速率变快,沉积速率随溅射功率的增长呈单调增加趋势。当功率为 60 W 的时候,沉积速率为 0.250 nm/s,当功率为 120 W 的时候,沉积速率为 0.625 nm/s;功率超过 120 W 后,薄膜沉积速率继续增长,但是增长的幅度略微变缓慢。

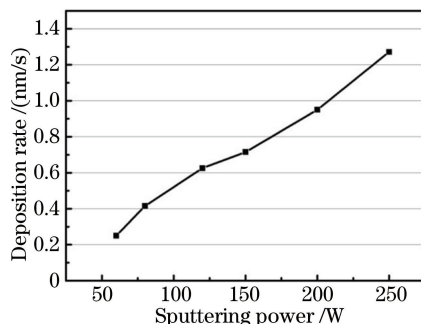


图 1 溅射功率与沉积速率的关系曲线

Fig. 1 Relation curve of deposition rate and sputtering power

3.2 不同沉积速率下 Mo 薄膜的微观结构

对不同沉积速率下的薄膜进行掠入射 XRD 扫描,扫描步长 0.05° ,实验结果如图 2 所示。XRD 结果显示 Mo 薄膜呈多晶状态,对照标准粉末衍射文件(PDF)卡片 42-1120,属于体心立方,空间点群 $Im\bar{3}m$ 。大多数实验样品的厚度均在 62 nm 上下,属于 100 nm 范围以内的薄膜,其垂直晶面的纳米晶粒平均颗粒大小用 Scherrer 公式可以较为精确得到。Scherrer 公式表达式为

$$D = k\lambda / (\beta \cos \theta), \quad (1)$$

式中, $\lambda = 0.154$ nm; k 是形状因子(这里为 0.89); θ 为衍射角, β 是半峰全宽(FWHM)。利用 Scherrer 公式可以得到 Mo 薄膜(110)和(211)面薄膜平均晶粒尺寸,如表 2 所示。薄膜整体平均晶粒尺寸是将 XRD 图谱全谱拟合,用 Constant FWHM 拟合得到的。沉积速率太低时,薄膜疏松多孔,结晶程度弱,表现为 XRD 衍射峰微弱,背景噪声大,基底的衍射峰出现,晶粒尺寸无法精确拟合。

从图 2 可以明显看出,在单晶硅片上生长的 Mo 薄膜的晶面主要有(110)、(200)、(211)和(220),随着沉积速率增加薄膜呈(110)面择优取向。薄膜的晶粒尺寸大概在 10~15 nm 之间。当沉积速率较低时(小于 0.505 nm/s),XRD 衍射峰强度低,出现了微弱的基底 Si(110)衍射峰,并且未出现 Mo(200)衍射峰。随着沉积速率的增大,薄膜变致密,Mo(110)面的衍射峰强度逐渐增大,基底 Si(110)衍射峰强度相对于 Mo(200)可以忽略,在衍射图中表现为 Si(110)衍射峰消失;同时平均晶粒尺寸增大。当沉积速率为 0.950 nm/s 时,Mo(110)衍射峰最强。薄膜沉积速率为 1.271 nm/s 时,Mo(110)面晶粒尺寸和平均晶粒尺寸继续增大,但

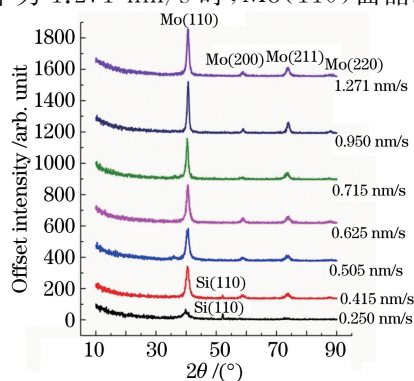


图 2 不同沉积速率下薄膜的 XRD 图谱

Fig. 2 XRD patterns of thin films under different deposition rates

是 Mo(110)面衍射强度降低。

表 2 不同沉积速率下的平均晶粒尺寸

Table 2 Average grain size under different deposition rates

Deposition rate /(nm/s)	Average grain size of different crystal plane /nm		Average grain size of thin film /nm
	Mo (110)	Mo (211)	
0.415	10.5	7.9	7.3
0.505	10.8	9.6	8.0
0.625	11.7	9.8	10.0
0.715	14.2	11.7	12.4
0.950	15.1	14.8	14.8
1.271	15.8	13.4	15.9

3.3 Mo 薄膜的表面形貌

Mo 薄膜在场发射扫描电镜下的表面形貌如图 3 所示,脉冲磁控溅射下的 Mo 薄膜结构致密,表面粗糙度低。这是因为在离子化磁控溅射过程,脉冲直流溅射的脉冲峰值功率约为普通磁控溅射的 100 倍,在脉冲期间起辉溅射,在脉冲间隙自然灭辉,具有较好的抑制打火能力,从而能显著提高膜层的致密度并降低表面粗糙度^[15]。在不同沉积速率下,薄膜的表面形貌有一定的差异。当沉积速率为 0.250 nm/s[图 3(a)]和 0.415 nm/s[图 3(b)]时,薄膜呈现均匀分布纳米颗粒,颗粒边界不明显,表面相对粗糙。当沉积速率为 0.625 nm/s[图 3(c)]和 0.715 nm/s 时,薄膜表面较为平整,结构致密,晶粒尺寸小且均一分布。图 3(d)中显示在速率增长达到 0.625 nm/s 时,晶粒边界出现,薄膜表面出现较多的坑点。当薄膜沉积速率大于 0.950 nm/s 时,薄膜表面存在大量蠕虫状晶粒,晶界清晰可见。由 SEM 图明显可见薄膜表面形貌差异受溅射功率和沉积速率的影响显著。溅射功率小,沉积粒子的初始能量低,沉积速率低,沉积粒子到达薄膜表面能量低,导致沉积粒子在基片表面迁移能力降低,原子不能聚集成晶粒,晶粒边界较为疏松。溅射功率增大,沉积粒子初始能量增大,沉积粒子到达薄膜表面能量变大,薄膜结构致密。当功率进一步增大,沉积速率过快,到达基片表面的沉积粒子来不及扩散,容易形成团簇,此外,初始能量增大使得沉积粒子对已形成的 Mo 薄膜产生“刻蚀”作用^[16],导致薄膜表面粗糙。

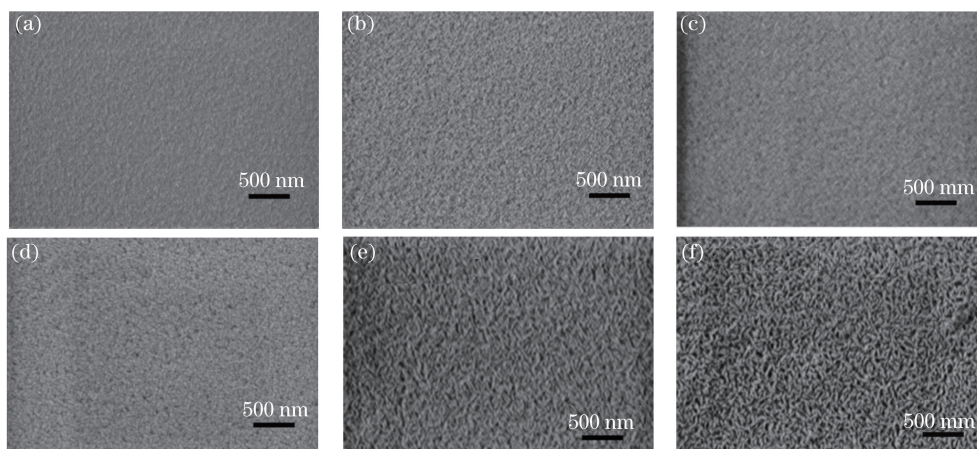


图 3 不同沉积速率下 Mo 薄膜的表面 SEM 图。(a) 0.250 nm/s; (b) 0.415 nm/s;
(c) 0.625 nm/s; (d) 0.715 nm/s; (e) 0.950 nm/s; (f) 1.271 nm/s

Fig. 3 SEM morphologies of Mo thin films under different deposition rates. (a) 0.250 nm/s; (b) 0.415 nm/s;
(c) 0.625 nm/s; (d) 0.715 nm/s; (e) 0.950 nm/s; (f) 1.271 nm/s

沉积速率是影响薄膜生长过程的一个很重要因素,引用热力学界面理论分析^[17]薄膜形核过程的热力学变化,对本实验中不同沉积速率导致的薄膜表面形貌演化进行讨论。薄膜自发成核过程考虑为从过饱和气相中凝结出 1 个球形的固相,设新相的核心半径为 r ,形成 1 个新相核心时体自由能变化 $(4/3)\pi r^3 \Delta G_V$, ΔG_V 是单位体积的固相在凝结过程中的相变自由能之差,表达式为

$$\Delta G_v = -\frac{kT}{\Omega} \ln \frac{p_v}{p_s}, \quad (2)$$

式中 p_s 和 p_v 分别是固相的平衡蒸汽压和气相实际的过饱和蒸汽压, Ω 为原子体积。系统的自由能变化可表示为

$$\Delta G = \frac{4}{3}\pi r^3 l \Delta G_v + 4\pi r^2 \gamma, \quad (3)$$

式中 γ 是单位面积的界面能, $4\pi r^2 \gamma$ 是新固-气相界面相应的界面能增加数值。将(3)式对 r 进行微分, 求出 ΔG 为 0 的条件

$$r^* = -\frac{2\gamma}{\Delta G_v}, \quad (4)$$

它是能够平衡存在的最小的固相核心半径, 也称为临界核心半径。因此, 可以求出形成临界核心时系统的自由能变化

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3\Delta G_v^2}, \quad (5)$$

在薄膜生长过程中, 根据(3)式可以得到固相从气相凝结出来时的相变自由能

$$\Delta G = -\frac{kT}{\Omega} \ln \frac{R}{R_e}, \quad (6)$$

式中, R_e 是凝结核心在温度 T 时的平衡蒸发速率, 而 R 为实际沉积速率, 当沉积速率与蒸发速率相等, 气相和固相处于平衡状态, 此时 $\Delta G = 0$; 当 $R_e > R$, 即薄膜沉积时, $\Delta G < 0$ 。利用(5)、(6)式, 可以得出

$$\left(\frac{\partial r^*}{\partial R}\right)_T = \left(\frac{\partial r^*}{\partial \Delta G_v}\right) \left(\frac{\partial \Delta G_v}{\partial R}\right) = \frac{r^*}{\Delta G_v} \frac{kT}{\Omega R} < 0, \quad (7)$$

同理可得

$$\left(\frac{\partial \Delta G_v^*}{\partial R}\right)_T = \left(\frac{\partial \Delta G^*}{\partial \Delta G_v}\right) \left(\frac{\partial \Delta G_v}{\partial R}\right) = \frac{2\Delta G_v^*}{\Delta G_v} \frac{kT}{\Omega R} < 0, \quad (8)$$

由此可见, 随着薄膜沉积速率 R 的提高, 薄膜临界核心半径和临界形核自由能均降低。因而, 较高的沉积速率会导致高的形核速率和细密的薄膜组织, 这与实验结果相吻合。然而, 沉积速率过高, 薄膜表面出现坑洞, 薄膜表面变得粗糙, 这与氩(Ar)离子增多有关系。实验中沉积速率由溅射功率控制, Mo 原子溅射产额随功率增大, 沉积速率加快, 溅射出来的靶材原子或者分子与 Ar 离子的碰撞几率也相应增大。沉积粒子在入射到基底的过程中受到 Ar 离子碰撞频繁, 从而降低沉积粒子的能量, 导致沉积到基底上的 Mo 原子扩散能力降低, 晶粒内缺陷密度很高, 晶粒之间存在空洞。因此, 只有在一定的沉积速率范围内才能获得最佳的薄膜状态。

选取 3 个样品进行 AFM 扫面, 得到微区高分辨形貌, 如图 4 所示。AFM 微区高分辨图是对场发射扫描电镜图的补充, 从图中可观察到 Mo 薄膜的晶粒随着沉积速率的增加由细小的蠕虫状逐渐生长成大的蠕虫状颗粒。沉积速率继续增大, 局部有团簇现象, 颗粒大小不均匀。在样品上按照米字型取 9 处进行 AFM 扫描, 测量范围 $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$, 取 9 个点表面均方根(RMS)粗糙度的平均作为样品最终表面粗糙度值。AFM

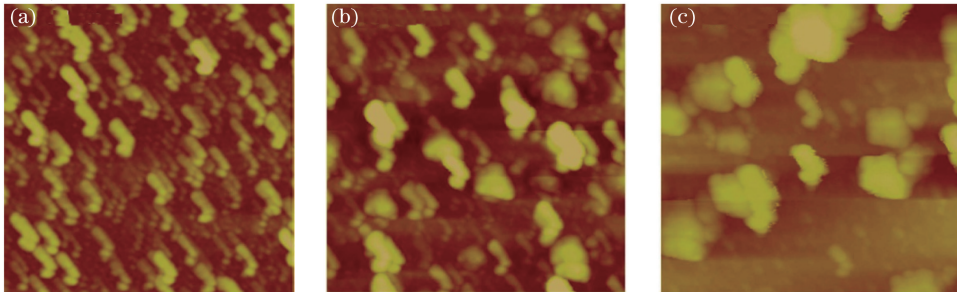


图 4 不同沉积速率下 Mo 薄膜的 AFM 形貌。(a) 0.415 nm/s; (b) 0.715 nm/s; (c) 1.271 nm/s

Fig. 4 AFM morphologies of Mo thin films under different deposition rates.

(a) 0.415 nm/s; (b) 0.715 nm/s; (c) 1.271 nm/s

测试的结果显示,随着沉积速率的增大,样品表面的粗糙度先降低后升高,粗糙度值列于表 3。

表 3 不同沉积速率下的 Mo 薄膜光学常数和表面粗糙度 RMS 值

Table 3 Optical constant and surface roughness RMS value of Mo thin films under different deposition rates

Deposition rate / (nm/s)	Density / (g/cm ³)	σ / nm	δ / (10 ⁻⁶)	β / (10 ⁻⁶)	V_{RMS} / nm
0.250	9.048	1.056	25.74758	1.7969340	1.577
0.415	9.215	1.030	25.741799	1.8301380	1.513
0.625	9.981	0.685	27.68703	1.9684360	0.930
0.715	9.837	0.998	27.480112	1.9537250	1.310
0.95	10.119	1.99	28.66752	2.0096520	2.218
1.271	9.783	2.402	27.327815	1.9428980	2.233

3.4 Mo 薄膜的光学常数和表面粗糙度

结合 X'pert Reflectivity 软件对 GIXRR 曲线进行优化拟合(如图 5 所示),得到 Mo 薄膜的密度、表面粗糙度和光学常数(折射率 $n=1-\delta-i\beta$)。如表 3 所示,GIXRR 拟合出的薄膜光学常数没有太大的变化,但是拟合的密度有一定变化。根据拟合结果,制备的 Mo 薄膜的密度比体材料低(Mo 体材料的密度为 10.2 g/cm³),随着沉积速率变大,薄膜的密度增大,在沉积速率为 0.950 nm/s 时,薄膜密度最大。改变溅射功率控制沉积速率变化,实际是改变到达基底表面的溅射粒子的数量和能量,随着溅射功率的提高,溅射粒子的数量和能量增大,使得基片上生成的 Mo 薄膜更加致密^[18]。X 射线波段材料的折射率实部非常接近于 1,数据库中显示 Mo 薄膜在 0.154 nm 的折射率 $n = 0.99997127 + 1.8885396 \times 10^{-6} i$ ($\delta = 28.7300000 \times 10^{-6}$)。拟合出的不同沉积速率制备的 Mo 薄膜的光学常数与数据库中的光学常数较为接近,说明本实验制备的 Mo 薄膜工艺合理,薄膜质量佳,拟合参数设置合理。当沉积速率增加时,薄膜表面粗糙度先减小后增大。当沉积速率为 0.505 nm/s 时,薄膜的表面粗糙度最小。GIXRR 拟合得到的薄膜表面粗糙度变化趋势与原子力显微镜表面粗糙度的测量值变化趋势一致。GIXRR 和 AFM 对表面粗糙度的分析数值结果不一样,是因为 2 种方法的本质理论不同,只是作为粗糙度变化趋势的依据。

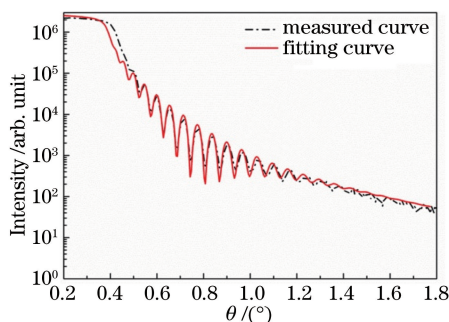


图 5 GIXRR 拟合和实验结果曲线

Fig. 5 Fitting and experimental results of GIXRR

3.5 Mo 薄膜的反射光谱

图 6 为分光光度计测得的不同沉积速率下 Mo 薄膜的反射谱。图中显示不同沉积速率的 Mo 薄膜在可

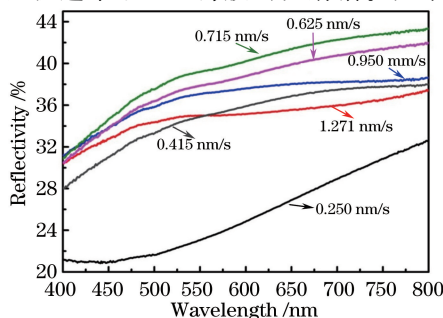


图 6 不同溅射功率下 Mo 薄膜的反射光谱图

Fig. 6 Reflective spectra of Mo thin films under different deposition powers

见光波段反射率变化趋势相同。波长小于 500 nm 时,反射率增加的幅度大,波长大于 500 nm 时,反射率增长缓慢,在 550~800 nm 波段趋于宽带反射,沉积速率对反射率的影响与粗糙度变化曲线的变化趋势一致。其中沉积速率为 0.715 nm/s 时,反射率最高,这与薄膜平整晶粒均一的微结构有关。

4 结 论

在脉冲磁控溅射镀膜过程中沉积速率对金属 Mo 薄膜的微观结构、表面形貌和光学性能有很大的影响。通过 GIXRR 测试反演出薄膜的厚度、光学常数和表面粗糙度是一种有效的方法,拟合出的 Mo 薄膜在 0.154 nm 的光学常数与数据库中的光学常数较为接近,说明本实验制备的 Mo 薄膜工艺合理,薄膜质量佳,拟合模型选择和参数设置合理。沉积速率通过影响薄膜生长模式和薄膜形核率,使 Mo 薄膜表面形貌发生变化。随着沉积速率的增大,薄膜越来越致密,薄膜的表面粗糙度随沉积速率的增长先降低后增加。Mo (110)面的衍射峰强度随沉积速率的增大而增大,平均晶粒尺寸增大。

参 考 文 献

- Ma Guozheng, Xu Binshi, Wang Haidou, *et al.* Optimal process, microstructure and properties of Mo films deposited by magnetron sputtering[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2014, 43(9): 2221-2226.
马国政, 徐滨士, 王海斗, 等. 磁控溅射制备 Mo 薄膜的优化工艺和组织及性能研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(9): 2221-2226.
- Luo Zhenzhong. Application and development of molybdenum[J]. *China Molybdenum Industry*, 2003, 27(2): 7-10.
罗振中. 钼的应用及其发展[J]. *中国钼业*, 2003, 27(2): 7-10.
- Yang Jiaoxi, Chang Wanqing, Miao Xuanhe, *et al.* Influence of Mn, Mo, Ti additions on microstructure and magnetic properties of WC-FeNiCr composite coatings[J]. *Chinese J Lasers*, 2015, 42(10): 1006001.
杨胶溪, 常万庆, 缪宣和, 等. 添加 Mn、Mo、Ti 合金元素对激光熔覆 WC-FeNiCr 复合涂层组织及磁性能的影响[J]. *中国激光*, 2015, 42(10): 1006001.
- Spiller E. *Soft X-ray optics*[M]. Bellingham: SPIE Optical Engineering Press, 1994.
- Wang Xun, Jin Chunshui, Li Chun, *et al.* Preparation and characteristic of oxide capping-layer on extreme ultraviolet reflective mirrors[J]. *Acta Optica Sinica*, 2015, 35(3): 0331001.
王 珣, 金春水, 李 春, 等. 极紫外反射镜氧化物保护层的制备与表征[J]. *光学学报*, 2015, 35(3): 0331001.
- Vandekrujns R W E, Zoethout E, Yakshin A E, *et al.* Nano-size crystallites in Mo/Si multilayer optics[J]. *Thin Solid Films*, 2006, 515(2): 430-433.
- Kamikawa Y, Nishinaga J, Ishizuka S, *et al.* Effects of Mo surface oxidation on Cu (In, Ga) Se₂ solar cells fabricated by three-stage process with KF postdeposition treatment[J]. *Japanese Journal of Applied Physics*, 2016, 55(2): 022304.
- Tian Jing, Yang Xin, Liu Shangjun, *et al.* Effect of thickness on the properties of Cu (In_x, Ga_{1-x}) Se₂ back conduct Mo thin films prepared by DC sputtering[J]. *Acta Phys Sin*, 2013, 62(11): 116801.
田 晶, 杨 鑫, 刘尚军, 等. 直流磁控溅射厚度对 Cu (In_x, Ga_{1-x}) Se₂ 背接触 Mo 薄膜性能的影响[J]. *物理学报*, 2013, 62(11): 116801.
- Du X K, Wang C, Wang T M, *et al.* Microstructure and spectral selectivity of Mo-Al₂O₃ solar selective absorbing coatings after annealing[J]. *Thin Solid Films*, 2008, 516(12): 3971-3977.
- Lei Jiehong, Xing Pifeng, Tang Yongjian, *et al.* Effect of substrate temperature on structure and surface morphology of Mo films deposited by pulsed laser technique[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2009, 21(3): 377-380.
雷洁红, 邢丕峰, 唐永建, 等. 衬底温度对 PLD 制备的 Mo 薄膜结构及表面形貌的影响[J]. *强激光与粒子束*, 2009, 21(3): 377-380.
- Qin Junling, Shao Jianda, Yi Kui. Mo/Si multilayers prepared with different sputtering power of Mo target[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2007, 19(1): 67-70.
秦俊岭, 邵建达, 易 葵. 用不同的 Mo 靶溅射功率制备 Mo/Si 多层膜[J]. *强激光与粒子束*, 2007, 19(1): 67-70.
- 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.
- Fan Zhengxiu. Development and recent progress of optical thin films[J]. *Acta Optica Sinica*, 2011, 31(9): 0900131.
范正修. 光学薄膜及其进展[J]. *光学学报*, 2011, 31(9): 0900131.

- 14 Zhao J L, Yi K, Wang H, *et al.* Influence of deposition rate on interface width of Mo/Si multilayers[J]. Thin Solid Film, 2015, 592: 256-261.
- 15 Zhu J, Ding Wanyu, Wang H, *et al.* Effects of argon pressure on properties of Mo films prepared by direct current pulse magnetron[J]. Microfabrication Technology, 2008, 4: 35-38.
朱继国, 丁万昱, 王华林, 等. Ar 气压对直流脉冲磁控溅射制备 Mo 薄膜性能的影响[J]. 微细加工技术, 2008, 4: 35-38.
- 16 Dane A D, Veldhuis A, Boer D K G, *et al.* Application of genetic algorithms for characterization of thin layered materials by glancing incidence X-ray reflectometry[J]. Physica B: Physics of Condensed Matter, 1998, 253(3-4): 254-268.
- 17 Tian Minbo. Thin film technologies and materials[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2006.
田民波. 薄膜技术与薄膜材料[M]. 北京: 清华大学出版社, 2006.
- 18 Zhang Jianpeng, Huang Meidong, Li Yuan, *et al.* Effects of RF magnetron sputtering power on structure and properties of the optical vanadium oxide films[J]. Chinese J Lasers, 2015, 42(8): 0807001.
张建鹏, 黄美东, 李 园, 等. 磁控溅射功率对光学氧化钒薄膜结构和性能的影响[J]. 中国激光, 2015, 42(8): 0807001.