

一氧化硅薄膜剩余应力的退火

郝兰(Holland)等(1960)曾经在对这个杂志的通讯备忘录中提出过,如果(1)薄膜在 700°C 或以上的温度退火,或(2)当淀积时基底温度是 200°C 或更高,那么淀积在碳酸钠石灰玻璃上的一氧化硅薄膜的内应力能够被消除。我们曾经对于一氧化硅的应力进行过研究(1961年真空讨论汇编),同时在这个备忘录中我们将描述退火过程的一些细节。

一氧化硅薄膜是在少于 5×10^{-6} 毫米汞柱的压力下淀积在一个纯镍基底上,这基底被夹住一端形成悬臂梁。薄膜的应力是从要使悬臂梁自由端恢复到没有应力时的位置所需要的力的数据所决定〔史脱立(story)和霍夫曼(Hoffman)1957〕。这个基底维持在室温,蒸发源由一个嵌入粒状一氧化硅的平面螺旋状钨丝所组成,当源到基底距离 $8 \frac{1}{4}$ 吋时,淀积速率变化从4到450埃/秒。对于蒸发源的温度低于 1250°C 时得到的淀积速率少于10埃/秒。结果薄膜处于高的应力状态,例如在蒸发速率为5埃/秒时张应力为 1.6 达因/厘米²。对于三个薄膜(开始处于高张力状态)各种退火过程的结果表示在图中。正如所看到的那样在 200 到 280°C 下真空中热处理2小时,没有产生能觉察出来的应力变化。类似,在 4×10^{-6} 到 1×10^{-4} 托压力下氧和水蒸汽的大气中处理同样没有产生能觉察出来的应力变化。然而如果氧或水蒸汽的局部压力增加到托范围,应力大大减少。同时在水蒸汽30托的情形在 160°C 下退火30分钟后应力实际上变为压应力。虽然氧和水蒸汽两者都产生应力起伏,水蒸汽是更显著有效的,并在稍微低的温度下将引起起伏。

众所周知,碳酸钠石灰玻璃含有大量的

水。在真空中在提高温度(锡德尔 Siddal 1959, 托德 Todd 1955)以后,特别是在 200°C 以上时,它被退吸出来。郝兰结果的一个可能解释是,当从碳酸钠石灰玻璃出来的水和一氧化硅在提高温度起反应时应力起伏发生〔在基底与一氧化硅之间存在一铝膜不能排除这种反应的可能性。例如最近(大锡尔瓦 Dasilva 和怀特 White 1961)关于 $\text{Al}-\text{Al}_2\text{O}_3$ 电容器的工作指出可以通过一个蒸发铝膜迅速扩散〕。这是被这样的事实所证实,即当在水蒸汽部分压力 10^{-6} 托以上以低速淀积所制备出来的一氧化硅膜具有很小或没有应力。比如,在水蒸汽部分压力为 7×10^{-6} 托和淀积速率为10埃/秒(源温度 1183°C)时没有应力。

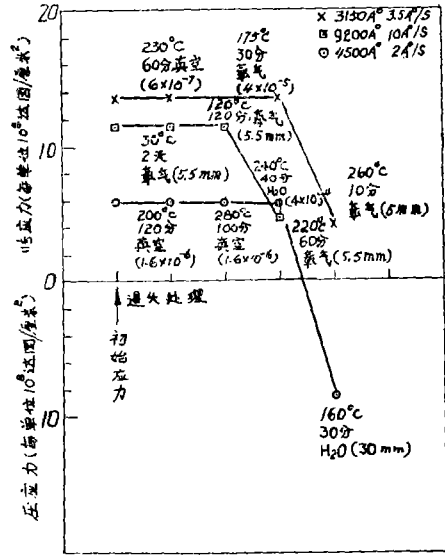
* * *

勃立斯特(Priest)和卡斯威尔(Caswell)上述关于氧化硅薄膜应力的性质仅对我们是感兴趣的。除了关于消除在铝前表面镜上一氧化硅膜的应力工作之外,我们也简单地研究过淀积在退火的铝箔上的一氧化硅膜的内应力的性质。这后面的工作没有发表,但是它表明一氧化硅膜的应力可以是张应力或者是压应力依赖于它们生长的方法。我们观察到一氧化硅在高压下($1-2 \times 10^{-4}$ 托)以慢速($1-2$ 埃/秒)淀积时是压应力,而薄膜在 10^{-6} 托凝聚时是张应力,后种薄膜的张应力在暴露大气一个时期后很慢地变化成压应力。

从上所述我们得出结论,在很低压力下所淀积的一氧化硅薄膜是不完全氧化,正如我们从其光学性质所能看到的那样,薄膜在高压下淀积时更加倾向于硅土化合物,同时当生长时含有被吸附的过量气体。在真空

系统中被退吸的水蒸汽可以与正在生长的淀积物进行化学反应所以氢是被吸附在薄膜中。当我们不低估这个可能性时（即烘烤时玻璃所退吸的水蒸汽就与一氧化硅薄膜起反应），在硅土中应力起伏如同在高压下所淀积的薄膜一样更像是由于被淀积时所退吸的气体所引起的。而且像我们在铝膜上的一氧化硅膜层一样，能够期望从玻璃所退吸的水蒸汽与铝反应比与一氧化硅要少。

勃立斯特和卡斯威尔所研究的一氧化硅薄膜是在低压力下淀积的同时通常比我们所用的有更快的蒸发速率，因此薄膜通常是氧化不完全的，同时期望由于相对于基底晶格紊乱和不同的膨胀系数，显示出张应力。勃立斯特和卡斯威尔的结果表明，在 7×10^{-6} 托水蒸汽和 10 埃/秒的蒸发速率下张应力消失，如果蒸发速率是更低同时压力上升，那末可能发现最初的应力变成为压应力。



一译自“Brit. J. Appl. Phys.”
 Vol 112, (1961) P580.
 (李懋廉译 施评治校)