

薄膜应力的测定

李懋廉 顾惠廉

摘要: 本文介绍一种利用长焦距显微镜观察玻璃薄片由镀膜淀积引起的形变来测量薄膜应力的方法。对于该实验装置的几个主要结构部份、测量的原理及方法和提高测量精度所采取的主要措施作了较详细的描述。最后给出了在不同真空度和蒸发速率时硫化锌膜、氟化镁膜及硫化锌—氟化镁多层膜的应力分别随薄膜几何厚度而变化的实验结果。

一、引 言

随着薄膜技术的发展,要求对薄膜的基本性质进行深入的观察研究。薄膜应力是薄膜的一种基本性质,对薄膜应力的测量研究也就成为薄膜研究的课题之一。很久以来,人们了解到在基底上真空蒸发生长的薄膜,由于它从气相分子骤冷而凝聚成固相状态,以及薄膜在生长过程中各种外界因素(如热缺陷、杂质分子引入等)的影响,其分子离开了应处的稳定平衡位置,因此,分子层之间处在受力的状态,这种力称之为内应力。但是,这些分子总是力图趋向于稳定平衡位置,这样就迫使基底发生形变,并使薄膜产生裂纹(由张应力造成)或产生皱折(由压应力所造成),从而使薄膜遭到破坏。因此测量和研究薄膜的应力,弄清其产生与发展变化的规律,对于了解薄膜微观结构,改进薄膜的机械性能和其它性能,都具有很重要的意义。

二、原 理

薄膜的应力以其淀积的基片所产生的形变表现得最为明显。测量这种形变,也就成为测量薄膜应力的一种有效的方法。测量弯曲形变最普通的装置是将一个细长条玻璃基片,紧固地夹住其一端,形成一个悬臂,当薄膜淀积在它上面时,由于应力迫使悬臂发生弯曲,自由端产生偏移如图1所示。我们使用长焦距的测微显微镜对自由端的偏移 δ 进行直接的光学观察和测量。按下式即可计算出应力 S 。

$$S = \frac{ED^2\delta}{3L^2d}$$

D : 薄片的厚度

E : 薄片的杨氏模量

L : 薄片悬臂(即镀膜部份)长度

d : 薄膜的几何厚度



应力的方向可根据基片弯曲方向来定,图1所示为张应力方向,反之为压应力的方向。

图 1

三、实验装置和测量方法

实验装置如图 2 所示。由长焦距显微镜、试片（长薄片）夹具、膜厚控制和校正系统及蒸发源等几部份组成。

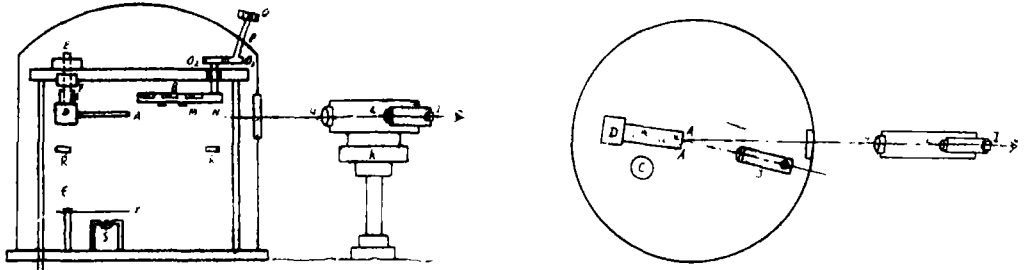


图 2 测应力实验装置示意图（左—侧视图，右—俯视图）

A—测应力试片(长薄片) B—测厚片 C—石英晶体振荡片 D—试片夹具 E—夹具小轴 F—夹具定位螺帽 G—成像透镜 L—显微镜物镜 I—显微镜目镜 J—照明系统 M—遮片 K—显微镜支架 N—齿条 O—齿轮 Q—手轮 T—挡板 P—转动密封轴 R—高压离子轰击圈 S—蒸发源

1. 长焦距显微镜

它是利用一个二块双胶合透镜组成的成像透镜 ($f_1 = 300\text{mm}$, $f_2 = 175\text{mm}$) 和一个显微镜组成。成像透镜首先将真空室内长薄片的自由端端面 A 成像在真空罩外面, 然后通过显微镜进行测量。显微镜由显微目镜 I (一个测微目镜 $15\times$) 和物镜 L (放大倍数 $3\times \sim 25\times$) 组成。当使用 $10\times$ 的物镜和 $15\times$ 的测微目镜时, 整个长焦距显微镜的放大倍数约为 $50\times$, 可以测量出长薄片自由端端面 0.003mm 的偏移量。通过更换物镜可以测得不同大小的偏移量。

整个长焦距显微镜安放在一个可调节的支架 K 上, 通过这个支架的前后、左右和上下的调节机构, 可以很方便地将长薄片自由端端面的像清晰地成在测微目镜 I 带有叉丝的分划板上。

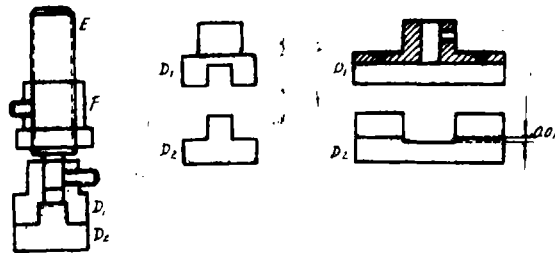


图 3 试片夹具 (左), (中), (右),

由于显微镜的通光孔径很小，特别是使用高倍率的物镜时，为了提高观测像的清晰度，必须提高基片端面的亮度，因此对基片需要良好的照明。经过我们多次实验，认为采用端面为镜面的镜反射照明比较好。为此，在真空室内安装了一个带有短焦距透镜的照明系统 J ，将长薄片自由端端面 AA' 抛亮。并且如下进行安装，见图 2 (右)，使从照明系统入射到 AA' 面的光线经反射后，刚好落在长焦距显微镜的光轴上。这样就可以比较准确的测定出自由端端面 AA' 的弯曲偏移量。

2. 试片夹具

我们选用 $70\text{mm} \times 10\text{mm} \times 0.017\text{mm}$ 的薄玻璃片作为试验片。通过试片夹具将其一端紧紧地夹住并固定在镀膜室的支架上，试片夹具的示意图如图 3 所示。夹具夹住的长度为 15mm ，悬臂部份的长度为 55mm 。由于长薄片既薄又脆，非常容易夹碎，因此上下夹片块 D_1D_2 采用如图 3 (中) 所示的凹凸形结构，下夹片块 D_2 中间铣出 0.01mm 的平槽，用以安放所要测的薄试片。通过上夹片块 D_1 上的小轴 F 和定位螺帽 E 可以很方便地调节试片的高低和方位。

由于 AA' 镜反射后，光线和显微镜共轴的要求，因此对试片夹具在高低和方位调节好后必须紧紧固定住，并且在每次安装试片时还必须使试片悬臂的长度和方位严格保持不变。否则在显微镜中就会观察不到自由端端面 AA' 的像。

3. 膜厚控制和校正系统

为了得到薄膜应力和几何厚度的关系曲线，就必须精确地控制和测量薄膜的几何厚度。为此首先在长薄试片旁边安放几个测厚片 B ，每个测厚片下面都放一薄刀片挡住其一半，使其只能在未挡住的那部份镀上膜层，然后再在整个测厚片表面镀上一层铝全反射膜，这样在测厚片上产生一个台阶，台阶的深度即为薄膜的几何厚度。通过等色序干涉仪就可精确地测出薄膜的几何厚度。厚度测量误差在 $\pm 1.5\text{nm}$ 范围内。

要想作出一条薄膜应力随膜厚度变化的曲线，至少需要十个以上的实验点。但是在装置中安装十个以上的测厚片是很困难的，而用几次实验的测厚片则又因为不同蒸发实验条件的误差很难得出可靠的结论，为此我们采用石英振荡膜厚控制系统进行膜厚控制，用三块测厚片来找寻出石英晶体振荡频率 (Δf) 和膜厚 (d) 的关系曲线，然后在曲线上分别找到十个以上的 Δf 和 d 的对应值，最后求出十个以上 Δf 值时的相应 S 值，就可描画出应力和膜厚的关系曲线。

三块测厚片 B 是通过一个带有开口的遮片 M 和一套可以在真空室外操纵的换片机构，使这些测厚件分别依次暴露在蒸涂材料的蒸汽束中，它们就分别涂上了不同厚度的膜层。

4. 蒸发源

我们现在测量的是热蒸发的硫化锌和氟化镁薄膜的应力。氟化镁烧结后压碎成粉末，放在通用的钨舟蒸发源中。硫化锌则是采用热压块状料放在抽屉式的蒸发源中进行蒸发。由于试片、测厚片等不好转动，因此要求蒸发源的大小在保证材料够用的前提下尽量做得小些，并直接安放在试片底下，使镀在试片和测厚片上的膜层尽可能的均匀。在我们的实验条件下，蒸发源 S 到试片距离约 25cm ，在安放试片和测厚片等直径约 70mm 的范围内，对硫化锌不均匀性约 12% ，对氟化镁约 7% 。

此外为了防止震动影响测量精度，我们将机械泵移出于镀膜机之外，并将机械泵的真空橡皮管拖地减震，或中间加金属弹簧软管。同时整个镀膜机和机械泵都安上了减震器。

四、实验结果

我们对热蒸发的硫化锌和氟化镁薄膜，测量了在不同真空度和蒸发速率下的应力和几何厚度的关系。由于采取了上述一系列措施，提高了测量精度，因而实验所得的结果规律性比较好。

1. 氟化镁膜

它显示出非常高的张应力。从图4、图5可以看出，薄膜应力随着厚度的增加都有一个从小到大的变大过程。在大约四分之一波长(120nm左右)的厚度时达一最大值(平均值约3800kg/cm²)，随后随着薄膜厚度的增加而逐渐缓慢的减少。在淀积停止后，应力稍微增加，当膜层暴露于大气时，应力有较大的下降(从3600降低到2200kg/cm²)。

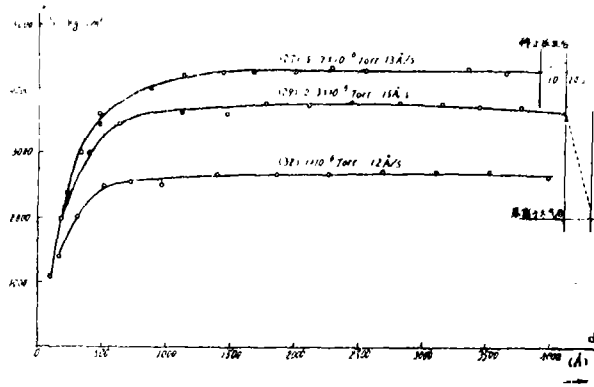


图4 MgF₂膜在不同真空条件下应力和膜几何厚度关系

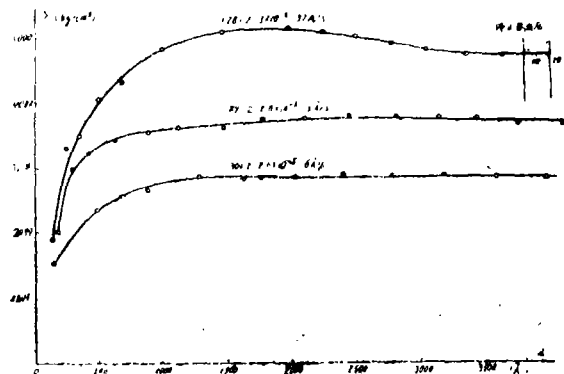


图5 MgF₂膜在不同蒸发速率时应力和膜几何厚度关系

随着真空度的提高和蒸发速率的加快，应力建立过程更快，数值更大。

2. 硫化锌膜

它呈现出压应力。如图 6、图 7 所示。随着厚度的增加同样显示出一个由小到大逐渐变大的过程。在大约 100nm 厚度时, 达到最大值 (平均值约 2000kg/cm²), 以后随着厚度的增加基本上保持不变。在不同真空度和蒸发速率时, 薄膜应力所呈现出的差别不如氟化镁那样显著。但从图 6、图 7 可以看出, 真空度越高和蒸发速率越慢时, 应力建立过程更为迅速, 数值也稍微大些。停止蒸发后和暴露于大气时, 应力看不出有什么变化。

在我们的实验中也多次观测到硫化锌膜初始阶段张应力的存在如图 8 所示, 并在大约 10nm 左右厚度时才开始转变为压应力。由于那时的薄膜厚度很薄, 由应力所引起的长薄片

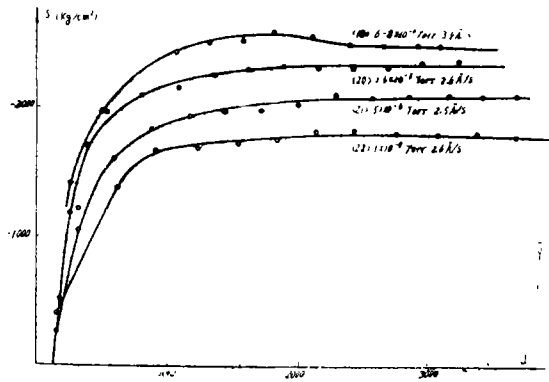


图 6 ZnS膜在不同真空条件下应力和膜几何厚度关系

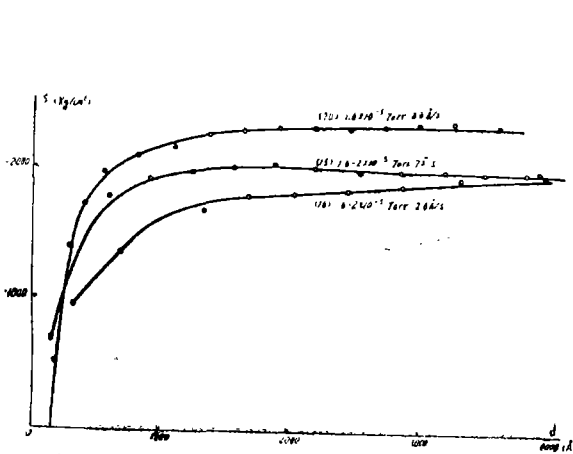


图 7 ZnS膜不同蒸发速率时应力和几何厚度关系

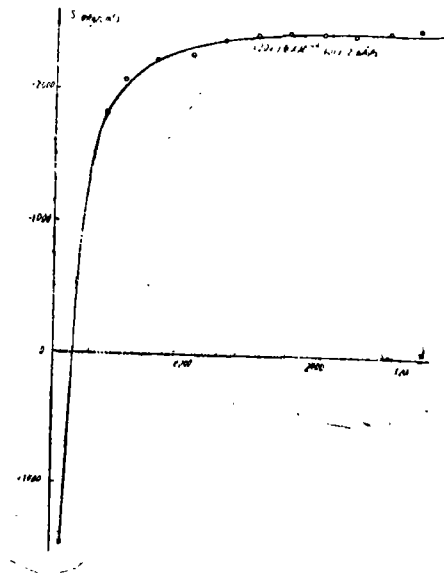


图 8 ZnS膜在最初厚度很薄时出现张应力, 在10nm厚度时开始转变为压应力

自由端的偏移量很小 (约0.005mm)，因此我们还不是每次都能清楚的观测到这种变化。

3. 硫化锌和氟化镁多层膜

硫化锌和氟化镁多层膜系是最常用的，测量它们的应力对于研究膜系机械强度、粘附性和抗大气破坏的能力是有很大作用的。

图9表示9层膜系的应力。圆圈代表每镀 $\lambda/4$ 膜层后应力的最后值。因氟化镁的张应力数值比硫化锌压应力数值大得多，因此整个膜系张应力占优势。可以看出对于最初的膜层应力起伏很大，随着层数的增加，起伏逐渐减少并趋向于 $\sim 1800\text{kg/cm}^2$ 的恒定值。当整个膜系暴露于大气后，应力稍有减少。

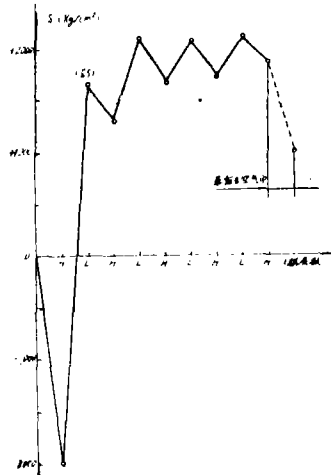


图9 ZnS-MgF₂多层反射膜系应力和膜层层数关系

由于硫化锌和氟化镁具有相反的应力性质，因此它们的应力可以部份抵消，这对于减少膜系应力是大有好处的。由此也可看出，在膜系设计时，如何选择适当的材料加以匹配，使整个膜系具有尽可能小的应力值，是一个值得考虑并有意义的工作。

五、存在问题

1. 此处所测量的应力是指薄膜的内应力，对于薄膜的热应力是没有加以考虑的。但是实际测量中热应力必然产生并包括在内。虽然在我们的测量中由于基底未加温，因而热应力的影响比较小，但对高温基底必须把热应力考虑进去。

为了尽量减少热应力的影响，同时减少弹性阻滞或老化效应，基底最好采用熔石英玻璃薄片为宜。

2. 长焦距透镜的成像透镜焦距还不够长，成像质量还不太好。这样直接影响测量精度，特别是当显微镜采用 $20\times$ 以上的高倍率物镜时更为突出。因此今后必须进一步改进。

3. 为了进一步提高测量精度还必须将震动进一步减少。最好采用具有防震装置的机械泵和将机械泵、整个镀膜机安装在特殊构造的防震地基上。

4. 为了消除长薄试片本身存在的应力对于测量的影响，应事先对试片进行仔细认真的退火，消除其内部存在的应力。

5. 蒸发速率的控制问题必须设法解决。现在我们靠手工操作来控制蒸发速率，很难保持完全可靠。这样就影响了测量的准确性。尤其在研究不同蒸发速率对应力的影响时，必须应用蒸发速率控制装置。

参加此项工作的还有贾淑芝同志，在此表示感谢。

Measurement of Stress of Thin Film

Li Maolian Gu Huilian

Abstract

This paper introduces a method for the measurement of stress of thin film. In this method a long focal distance microscope is used and deformation of the thin film on thin glass sheet is observed. Basic structures of a practical device, measuring principle and main means for improving the measurement accuracy are described in detail. Finally, experimental results showing changes of the stresses for ZnS, MgF₂ and ZnS-MgF₂ films along with film thicknesses in various vacuum and evaporation velocity rates have been gain.