

## 退火温度对Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub>多层反射膜结构和应力特性的影响

刘保剑 段微波 李大琪 余德明 陈刚 王天洪 刘定权

### Effect of annealing temperature on structure and stress properties of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings

Liu Bao-Jian Duan Wei-Bo Li Da-Qi Yu De-Ming Chen Gang Wang Tian-Hong Liu Ding-Quan

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 68, 114208 (2019) DOI: 10.7498/aps.68.20182247

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.68.20182247>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

#### 您可能感兴趣的其他文章

##### Articles you may be interested in

低温退火的X射线W/Si多层膜应力和结构性能

Stress and structure properties of X-ray W/Si multilayer under low temperature annealing

物理学报. 2016, 65(8): 086101 <https://doi.org/10.7498/aps.65.086101>

退火温度对电子束蒸发沉积Cu<sub>2</sub>O薄膜性能的影响

Influence of annealing temperature on properties of Cu<sub>2</sub>O thin films deposited by electron beam evaporation

物理学报. 2018, 67(5): 053301 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172463>

SiO<sub>2</sub>固态电解质中的质子特性对氧化物双电层薄膜晶体管性能的影响

Effects of protons within SiO<sub>2</sub> solid-state electrolyte on performances of oxide electric-double-layer thin film transistor

物理学报. 2015, 64(7): 077302 <https://doi.org/10.7498/aps.64.077302>

SiO<sub>2</sub>薄膜红外波段介电常数谱的高斯振子模型研究

Gaussian oscillator model of the dielectric constant of SiO<sub>2</sub> thin film in infrared range

物理学报. 2017, 66(5): 054211 <https://doi.org/10.7498/aps.66.054211>

SiO<sub>2</sub>对Yb<sup>3+</sup>离子在磷酸盐玻璃中扩大Stark分裂的作用

Effect of SiO<sub>2</sub> on the Stark splitting enlargement of Yb<sup>3+</sup> in phosphate glass

物理学报. 2016, 65(5): 057801 <https://doi.org/10.7498/aps.65.057801>

浓悬浮液中纳米SiO<sub>2</sub>团聚体的渗透率

Permeability of nano SiO<sub>2</sub> aggregates in concentrated suspension

物理学报. 2016, 65(14): 144203 <https://doi.org/10.7498/aps.65.144203>

# 退火温度对 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜结构和应力特性的影响\*

刘保剑 段微波<sup>†</sup> 李大琪 余德明 陈刚 王天洪 刘定权

(中国科学院上海技术物理研究所, 上海 200083)

(2018 年 12 月 21 日收到; 2019 年 4 月 8 日收到修改稿)

介质膜反射镜是星载激光测高仪系统中不可缺少的薄膜元件, 其面形质量直接影响探测系统测距的分辨率和精度. 本文采用离子束辅助电子束蒸发工艺在石英基底上沉积 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜, 并在 200—600 °C 的空气中做退火处理. 通过 X 射线衍射、原子力显微镜、分光光度计及激光干涉仪等测试手段, 系统研究了退火温度对 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜结构、光学性能以及应力特性的影响. 结果表明: Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜退火后, 膜层结构保持稳定, 膜层表面粗糙度得到有效改善; 反射膜在 500—600 °C 退火后, 残余应力由压应力向张应力转变; 采用合适的退火温度可以有效释放 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 薄膜的残余应力, 使薄膜与基底构成的介质膜反射镜具有较好的面形精度. 本文的实验结果对退火工艺在介质膜反射镜面形控制技术方面的应用具有重要意义.

**关键词:** 光学薄膜, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜, 退火, 应力特性

**PACS:** 42.79.Wc, 68.55.-a

**DOI:** 10.7498/aps.68.20182247

## 1 引言

随着航天遥感技术的不断发展, 星载激光测高仪以其测量分辨率高、多功能的优势, 在对地观测、深空探测以及大气探测等领域获得了广泛的应用<sup>[1-3]</sup>. 介质膜反射镜是激光测高仪光学系统中不可缺少的光学薄膜元件, 主要功能是实现光信号高效传递, 是系统中需要做精确控制的环节之一. 五氧化二钽 (Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) 和二氧化硅 (SiO<sub>2</sub>) 是介质反射膜镀制时两种常用的高、低折射率材料. Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 光谱透过范围宽 (0.3—10.0 μm), 具有较低的光学吸收, 同时具有较高的折射率, 被广泛地应用于各种光学器件<sup>[4-7]</sup>. 一般情况下, 介质反射膜要达到反射率 99% 以上的要求, 高、低折射率材料往往需要

镀制十多层甚至几十层, 膜层中的应力会使基底产生弯曲, 进而影响反射镜面形. 当反射镜的面形精度较低时, 将会使传输的波前畸变, 导致输出光束质量显著下降, 直接影响探测系统测速测距的分辨率和精度<sup>[8,9]</sup>. 因此, 开展介质膜反射镜面形控制相关技术的研究, 以消除或减小膜层应力对镜面面形的影响显得迫切和必要.

热处理是最常用的薄膜后处理工艺之一, 薄膜在退火后可以改变其微观结构、光学性能和应力特性. 当前, 已有不少学者对光学薄膜热退火处理进行了研究<sup>[10-15]</sup>. 季一勤等<sup>[16,17]</sup>分析了热处理对离子束溅射 SiO<sub>2</sub> 薄膜结构与力学特性的影响, 结果表明当退火温度为 550 °C, 离子束溅射 SiO<sub>2</sub> 薄膜的短程有序范围最大, 结构稳定, 并且热处理有助于改善 SiO<sub>2</sub> 薄膜内应力. Shen 等<sup>[18]</sup>研究了退火

\* 国家自然科学基金青年科学基金 (批准号: 61605229) 和中国科学院上海技术物理研究所创新专项基金 (批准号: CX-129) 资助的课题.

<sup>†</sup> 通信作者. E-mail: duanweibo@mail.sitp.ac.cn

对电子束蒸发制备  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  多层膜残余应力的影响, 结果表明当退火温度为  $200\text{ }^\circ\text{C}$  时,  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  多层膜由压应力转变为张应力, 并且随着退火温度的升高而增大. 但是, 目前的研究主要集中于退火对光学材料单层膜以及  $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2$  多层膜的影响研究. 而针对不同退火温度对  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜应力特性以及反射镜面形影响的研究, 尚未见相关的报道. 反射膜膜层结构和应力特性是影响介质膜反射镜面形状的关键因素. 因此, 有必要研究不同退火温度对  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜结构和应力特性的影响.

本文通过离子束辅助电子束蒸发工艺在石英基底上沉积了  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜, 然后对薄膜样品在  $200\text{--}600\text{ }^\circ\text{C}$  的温度下进行了退火处理, 研究了不同退火温度对  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜结构、光学性能和应力特性的影响. 本文的研究内容对退火工艺在  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  介质膜反射镜面形控制技术方面的应用具有重要意义.

## 2 实验

### 2.1 样品制备

$\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜膜系结构为  $(\text{HL})^{12}\text{H}$ , 其中, H 为光学厚度为  $\lambda/4$  高折射率材料  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  膜层, L 为光学厚度为  $\lambda/4$  低折射率材料  $\text{SiO}_2$  膜层, 工作角度为  $17^\circ$ , 设计波长  $\lambda$  为  $1100\text{ nm}$ . 基底为  $\Phi 30\text{ mm} \times 3\text{ mm}$  的 JGS-1 石英基片. 基片经过抛光, 面形精度均方根粗糙度 (RMS) 优于  $1/(50\lambda)$  ( $\lambda = 632.8\text{ nm}$ ).  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜的制备在德国 Leybold 公司生产的 LAB900 型真空镀膜机上进行. 该设备的极限真空可达  $5 \times 10^{-5}\text{ Pa}$ . 蒸发源为: 两把 e 型电子枪, 高压均为  $10\text{ kV}$ , 可根据需要自由选择环形或多穴坩埚. 膜厚监控采用 4 探头石英晶振 + OMS5100 光学自动控制系统. 辅助源为: RF 射频离子源, 栅网口径  $12\text{ cm}$ , 最大束流可达  $500\text{ mA}$ . 当真空室真空达到  $1 \times 10^{-3}\text{ Pa}$  时, 打开工件转动, 转速设定为  $50\text{ r/min}$ , 打开离子源对基片进行清洁  $5\text{ min}$ .  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$  膜层的沉积采用电子束蒸发加离子辅助的方式沉积, 离子源通入  $28\text{ sccm O}_2$  和  $3\text{ sccm Ar}$  ( $1\text{ sccm} = 1\text{ mL/min}$ ), 真空室压强约为  $2.8 \times 10^{-2}\text{ Pa}$ , 离子源的束流设置为  $250\text{ mA}$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  和  $\text{SiO}_2$  两种材料的沉积速率分别为  $0.20\text{ nm/s}$  和  $0.8\text{ nm/s}$ . 沉积结束后, 将薄

膜样品放入自动控温石英管式炉中, 分别在  $200, 300, 400, 500$  和  $600\text{ }^\circ\text{C}$  的空气中退火, 保温时间  $2\text{ h}$ , 保温时间达到后随炉冷却, 保温时的温度误差最大为  $\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ .

### 2.2 样品表征

采用德国布鲁克公司的 X 射线衍射仪 (XRD, Cu-K $\alpha$ ) 研究样品微观结构, 测量角度为  $20^\circ\text{--}80^\circ$ , 采用的步进尺度 ( $2\theta$ ) 为  $0.02^\circ$ . 采用 Veeco 公司的 Nanoscope Multimode IV 型原子力显微镜 (AFM) 测量样品的表面形貌并测量反射膜表面粗糙度. 为了减少测量误差, 每个样品选取 3 个不同区域进行测量, 计算平均值作为样品的最终表面粗糙度. 通过使用美国 Perkin Elmer 公司的 Lambda900 型分光光度计测量薄膜样品的反射率 (扫描波长范围为  $800\text{--}1400\text{ nm}$ ). 通过使用 ZYGO 公司的 GPI-HS 型激光干涉仪分别测量镀膜前后基片的曲率半径, 计算出基片曲率的改变量, 并由 Stoney 公式<sup>[19]</sup> 可得到  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜的残余应力 ( $\sigma$ )

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

其中  $E_s$  为基片杨氏模量,  $\nu_s$  为基片泊松比,  $t_f$  为薄膜厚度,  $t_s$  为基片厚度,  $R_1$  与  $R_2$  分别为镀膜前后基片的曲率半径. 石英基片的杨氏模量和泊松比分别为  $72\text{ GPa}$  和  $0.17$ .

## 3 结果与讨论

### 3.1 结构特性

为了研究退火温度对  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜结构的影响, 对所得样品进行了 XRD 测试.  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜在不同温度退火后的 XRD 衍射谱如图 1 所示, 可以看出, 图谱中没有出现尖锐的衍射峰, 说明所制备的薄膜并没有结晶, 同时, 在衍射谱  $2\theta$  为  $27^\circ$  附近存在一定宽度的弥散峰, 说明膜层结构存在短程有序. 由此表明, 经过  $200\text{ }^\circ\text{C}$  到  $600\text{ }^\circ\text{C}$  退火处理,  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜结构没有发生明显改变, 均为非晶态结构.

薄膜的表面形貌是光学薄膜的重要特性之一, 粗糙的表面会使薄膜表面的散射变大, 从而影响光学损耗. 图 2 为原子力显微镜 (AFM) 观测样品的表面形貌测量结果, 扫描范围为  $5\text{ }\mu\text{m} \times 5\text{ }\mu\text{m}$ . 通过对测量的表面形貌图进行分析, 获得了不同温度

退火后  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜的 RMS 如图 3 所示. 从图中可以看出, 沉积态的  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜表面粗糙度较大, RMS 为 0.916 nm. 随着退火温度的升高, 表面形貌得到很大程度的改善, 样品的表面颗粒尺寸逐渐减小, 膜层变得致密、平整, 当退火温度为 400 °C 时 RMS 值达到最小, 为 0.368 nm; 当继续增加退火温度,  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜的表面粗糙度逐渐变大, 同时可以看到样品表面存在较大颗粒的聚集, 导致表面粗糙度变

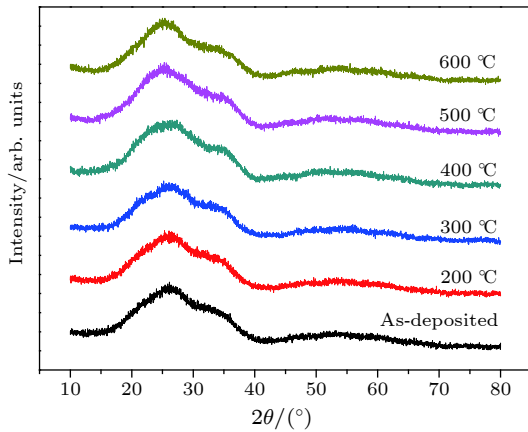


图 1  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜在不同温度下退火后的 XRD 谱图

Fig. 1. XRD patterns of  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  multilayer reflective coatings annealed at different temperatures.

大, 但是仍比沉积态的薄膜表面粗糙度小.

### 3.2 光学性能

退火温度对  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜反射率的影响如图 4 所示, 可以看出随着退火温度的升高, 反射率曲线整体向长波方向移动. 当退火温度达到 600 °C 时, 反射率光谱大约往长波方向移动了 12 nm. 退火后  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜光谱漂移的原因与薄膜光学厚度的变化有关. 膜层光学厚度为薄膜物理厚度与折射率的乘积, 退火后薄膜的聚集密度和折射率均发生了变化. 若膜层光学厚度大于退火前, 则光谱曲线向长波方向漂移, 反之则向短波方向漂移. 同时, 退火后  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜在 1064 nm 处的反射率, 相比沉积态均有略微升高, 反射率由沉积态时的 99.5% 变为 300 °C 退火后的 99.8%. 反射率变化的原因一方面是由于在大气中退火可以有效消除薄膜中存在的氧空位, 降低膜层的吸收; 另一方面, 退火后  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  膜层折射率变大<sup>[20]</sup>, 进而  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  折射率比值增大, 使得多层反射膜反射率升高.

### 3.3 应力特性

表 1 给出了  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜经不同温

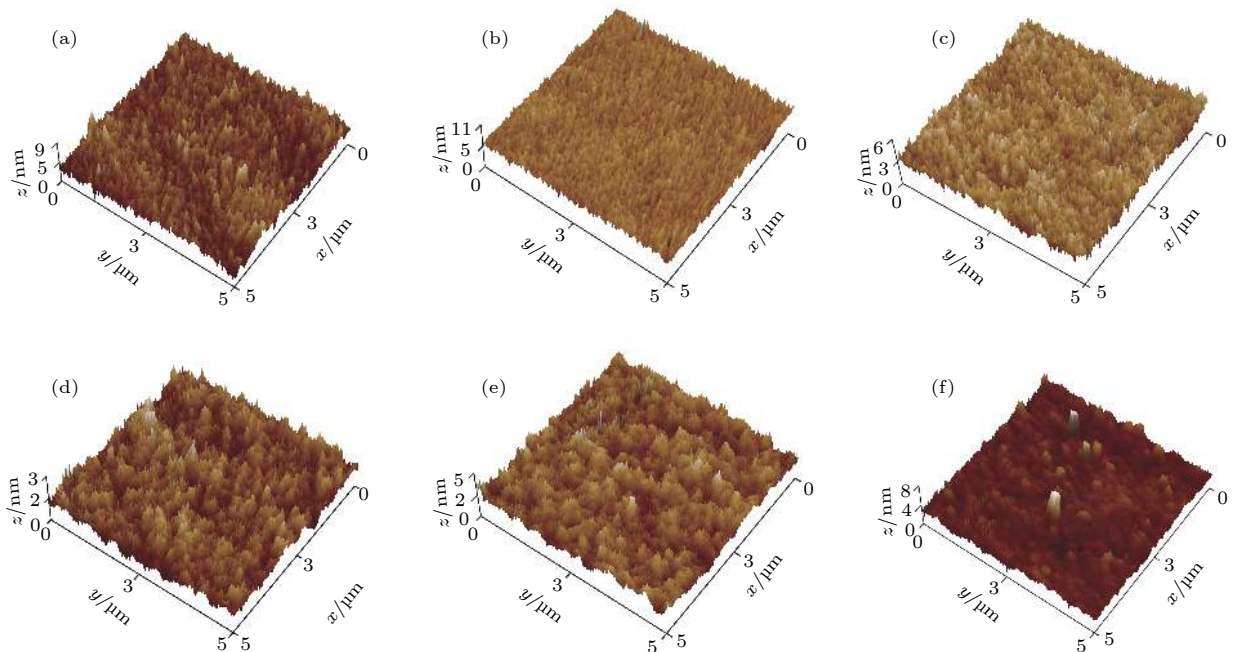


图 2 经不同温度退火后  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  多层反射膜表面形貌 AFM 测试图 (a) 沉积态; (b) 200 °C; (c) 300 °C; (d) 400 °C; (e) 500 °C; (f) 600 °C

Fig. 2. AFM images of  $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$  multilayer reflective coatings annealed at different temperatures: (a) As-deposited; (b) 200 °C; (c) 300 °C; (d) 400 °C; (e) 500 °C; (f) 600 °C.



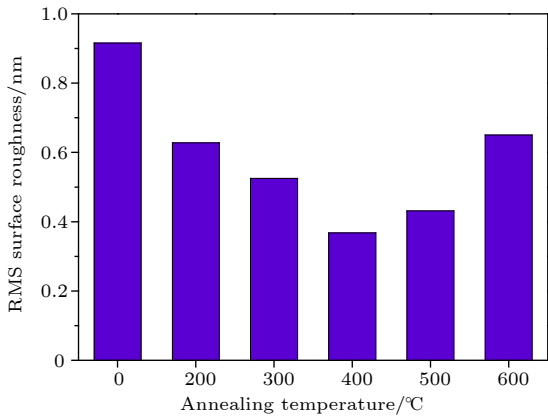


图3 经不同温度退火后 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜表面 RMS

Fig. 3. Surface RMS of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings annealed at different temperatures.

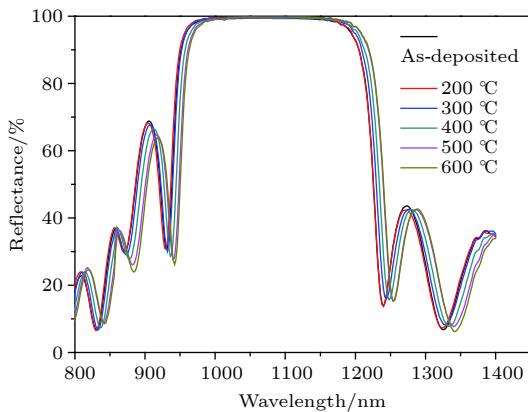


图4 经不同温度退火后 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜反射率光谱曲线

Fig. 4. Reflectance spectra of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings annealed at different temperatures.

度退火后基片变形以及膜层残余应力值。表中应力值为正时,表示薄膜受到张应力作用,基片变形为正值,镀膜面呈凹形;反之,若应力值为负时,表示薄膜受到压应力作用,基片变形为负值,镀膜面呈凸形。从表中可以看出,退火前 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层

反射膜具有较高的压应力,其值约为-90 MPa,由膜层应力引起的基片变形在-282 nm 左右。随着退火温度的增加,压应力呈现出先增大后减小的趋势。反射膜经 200 °C 退火后,膜层压应力最大,其值高达-117.0 MPa,基片变形为-375.3 nm。退火温度在 200—400 °C 时,膜层压应力有轻微下降,但变化不明显。当退火温度为 500 °C 时,反射膜残余应力有了明显释放,降低到了-28.6 MPa,基片变形变为-67.1 nm。当退火温度进一步升高到 600 °C 时,反射膜残余应力转变为张应力,其值为 52.9 MPa,基片变形变为 213.3 nm。Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜样品在高温退火后,残余应力呈现出由压应力向张应力转变的趋势,使基片变形由上凸向下凹方向转变。可能的原因是,退火消除了薄膜中存在的微孔和缺陷,薄膜体积发生收缩,从而使反射膜残余应力向张应力转变<sup>[21]</sup>。另外,退火排除了薄膜中的一些吸附水,也有利于残余应力向张应力发展。

Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜退火后,由反射膜与基底构成的介质膜反射镜面形状状态如图 5 所示。沉积态的介质膜反射镜由于膜层压应力的作用,表面呈凸形,镜面面形参数峰谷 (PV) 值为 0.470λ (λ = 632.8 nm); 当退火温度低于 400 °C 时,介质膜反射镜面形 PV 值略有升高,最高值达到了 0.731λ; 当退火温度继续升高到 500 °C,介质膜反射镜镜面面形有了明显改善, PV 值减小到了 0.177λ; 当退火温度为 600 °C 时,反射膜应力由于转变为了张应力,反射镜面形呈现了凹形, PV 值增大到了 0.372λ。

为了进一步研究 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜在 500—600 °C 退火温度范围内膜层应力的转变过程,分别对反射膜在 525, 550 °C 及 575 °C 温度下进行了退火处理。表 2 给出了 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反

表 1 经不同温度退火后 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜基片变形和残余应力值  
Table 1. Substrate deflection and residual stress of annealed Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings.

Annealing temperature/°C	Substrate deflection/nm			Residual stress/MPa	
	Before coating	After coating	After annealing	After coating	After annealing
As-deposited	31.6	-282.8	-282.8	-90.9	-90.9
200	29.5	-281.6	-375.3	-89.9	-117.0
300	31.4	-278.4	-363.9	-89.5	-114.3
400	30.2	-282.8	-320.2	-90.5	-101.3
500	31.8	-284.1	-67.1	-92.3	-28.6
600	30.5	-280.3	213.3	-89.8	52.9

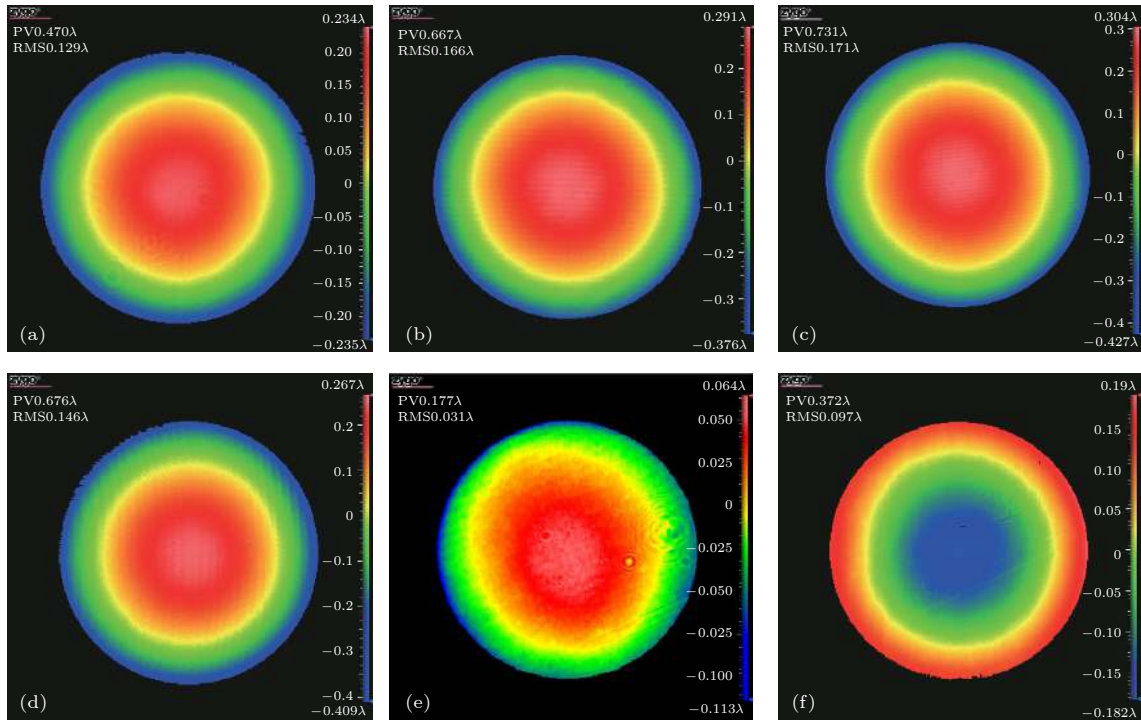


图 5 经不同温度退火后介质膜反射镜面形图 (a) 沉积态; (b) 200 °C; (c) 300 °C; (d) 400 °C; (e) 500 °C; (f) 600 °C  
 Fig. 5. Surface figures of dielectric mirrors annealed at different temperatures: (a) As-deposited; (b) 200 °C; (c) 300 °C; (d) 400 °C; (e) 500 °C; (f) 600 °C.

表 2  $Ta_2O_5/SiO_2$  多层反射膜在 500—600 °C 退火后基片变形和残余应力值

Table 2. Substrate deflection and residual stress of  $Ta_2O_5/SiO_2$  multilayer reflective coatings annealed at the temperature range from 500 to 600 °C.

Annealing temperature/°C	Substrate deflection/nm			Residual stress/MPa	
	Before coating	After coating	After annealing	After coating	After annealing
525	31.2	-279.8	16.4	-89.9	-4.3
550	29.6	-283.6	60.1	-90.5	8.8
575	30.8	-281.5	112.6	-90.3	23.6

射膜在 500—600 °C 退火后基片变形以及膜层残余应力值, 图 6 给出了  $Ta_2O_5/SiO_2$  多层反射膜在 500—600 °C 退火后介质膜反射镜面形状态. 实验结果表明, 当退火温度在 525 °C 时, 反射膜残余应

力得到了有效释放, 应力值降到了最小, 为-4.3 MPa. 同时, 膜层应力导致的反射镜面形变化得到了有效改善, 使介质膜反射镜具有了较好的面形状态, PV 值优于 0.1λ, RMS 值优于 0.02λ.

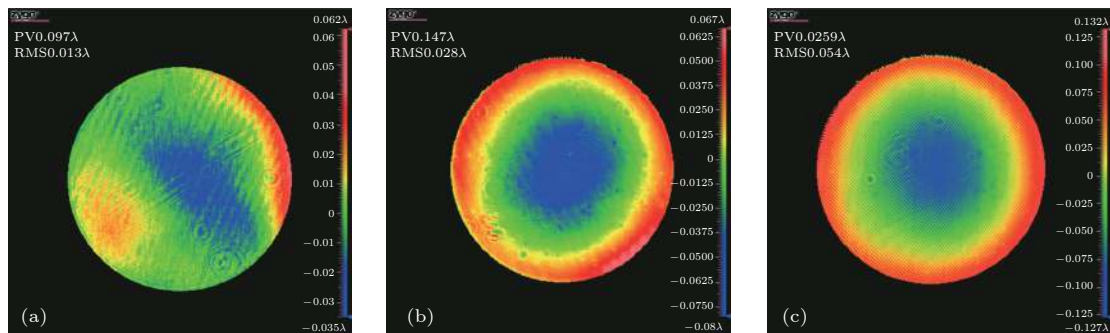


图 6 经 500—600 °C 退火后介质膜反射镜面形图 (a) 525 °C; (b) 550 °C; (c) 575 °C  
 Fig. 6. Surface figures of dielectric mirrors annealed at the temperature range from 500 to 600 °C: (a) 525 °C; (b) 550 °C; (c) 575 °C.

## 4 结 论

采用离子束辅助电子束蒸发工艺在石英基底上沉积 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜,并在 200—600 °C 的空气中做退火处理,系统研究了退火温度对 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜结构、光学性能以及应力特性的影响. 研究结果如下: Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜在 200—600 °C 范围退火后,膜层均为非晶态结构;退火温度对 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜表面粗糙度影响较大,随着退火温度的升高,膜层表面粗糙度先减小后逐渐增大,但均小于沉积态; Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 多层反射膜退火后,反射光谱略向长波方向漂移,反射率略微升高,光谱性能整体稳定;反射镜在 500—600 °C 退火后,残余应力由压应力向张应力转变,镜面面形由凸形向凹形转变. 结果表明:采用合适的温度退火可以有效释放 Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> 薄膜的残余应力,消除膜层应力造成的基片变形,进而改善介质膜反射镜面形状态,同时退火后反射膜层结构与光谱性能稳定,可使介质膜反射镜能够满足星载激光测高仪应用要求.

## 参考文献

- [1] Tang X M, Xie J F, Fu X K, Mo F, Li S N, Dou X H 2017 *Acta Geod. Cartogr. Sin.* **46** 714 (in Chinese) [唐新明, 谢俊峰, 付兴科, 莫凡, 李少宁, 窦显辉 2017 *测绘学报* **46** 714]
- [2] Liu B, Zhang J, Lu M, Teng S H, Ma Y X, Zhang W G 2015 *Laser Infr.* **54** 5104 (in Chinese) [刘斌, 张军, 鲁敏, 滕书华, 马燕新, 张文广 2015 *激光与红外* **54** 5104]
- [3] Liu H, Shu R, Hong G L, Zheng L, Ge Y, Hu Y H 2014 *Acta Phys. Sin.* **63** 104214 (in Chinese) [刘豪, 舒嵘, 洪光烈, 郑龙, 葛焯, 胡以华 2014 *物理学报* **63** 104214]
- [4] Schiltz D, Patel D, Baumgarten C, Reagan B A, Rocca J J, Menoni C S 2017 *Appl. Opt.* **5** 6
- [5] Kumar S, Shankar A, Kishore N, Mukherjee C, Kamparath R, Thakur S 2019 *Optik* **176** 438
- [6] Qiao Z, Pu Y T, Liu H, Luo K, Wang G, Liu Z C, Ma P 2015 *Thin Solid Films* **592** 221
- [7] Ailloud Q, Zerrad M, Amra C 2018 *Opt. Express* **26** 13264
- [8] Ma Y, Yang F L, Yi H, Li S 2015 *Infrar. Laser Eng.* **44** 2401 (in Chinese) [马跃, 阳凡林, 易洪, 李松 2015 *红外与激光工程* **44** 2401]
- [9] Pang Z H, Fan X W, Chen Q F, Ma Z, Zou G Y 2013 *Acta Opt. Sin.* **33** 186 (in Chinese) [庞志海, 樊学武, 陈钦芳, 马臻, 邹刚毅 2013 *光学学报* **33** 186]
- [10] Wang L S, Liu H S, Jiang Y G, Yang X, Liu D D, Ji Y Q, Zhang F, Chen D Y 2017 *Optik* **142** 33
- [11] Sertel T, Sonmez N A, Cetin S S, Ozcelik S 2019 *Ceram. Int.* **45** 11
- [12] Li S D, Liu H S, Jiang Y G, He J H, Wang L S, Ji Y Q 2019 *Optik* **181** 695
- [13] Bischoff M, Nowitzki T, Voß O, Wilbrandt S, Stenzel O 2014 *Appl. Opt.* **5** 3
- [14] Jena S, Tokas R B, Rao K D, Thakur S, Sahoo N K 2016 *Appl. Opt.* **55** 6108
- [15] Çetinörgü-Goldenberg E, Klemberg-Sapieha J E, Martinu L 2012 *Appl. Opt.* **51** 6498
- [16] Ji Y Q, Jiang Y G, Liu H S, Wang L S, Liu D D, Jiang C H, Yang Y P, Fan R W, Chen D Y 2013 *Infrar. Laser Eng.* **42** 418 (in Chinese) [季一勤, 姜玉刚, 刘华松, 王利栓, 刘丹丹, 姜承慧, 羊亚平, 樊荣伟, 陈德应 2013 *红外与激光工程* **42** 418]
- [17] Leng J, Ji Y Q, Liu H S, Zhuang K W, Liu D D 2018 *Infrar. Laser Eng.* **47** 196 (in Chinese) [冷健, 季一勤, 刘华松, 庄克文, 刘丹丹 2018 *红外与激光工程* **47** 196]
- [18] Shen Y M, Han Z X, Shao J D, Shao S Y, He H B 2008 *Chin. Opt. Lett.* **6** 225
- [19] Stoney G G 1909 *Proc. R. Soc. London Ser. A* **82** 172
- [20] Huang C H, Xue Y Y, Peng H, Xia Z L, Guo P T 2009 *Chin. J. Lasers* **36** 364 (in Chinese) [黄才华, 薛亦渝, 彭桦, 夏志林, 郭培涛 2009 *中国激光* **36** 364]
- [21] Shen Y M 2008 *Ph. D. Dissertation* (Shanghai: Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences) (in Chinese) [申雁鸣 2008 博士学位论文(上海: 中国科学院上海光学精密机械研究所)]

# Effect of annealing temperature on structure and stress properties of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings\*

Liu Bao-Jian    Duan Wei-Bo<sup>†</sup>    Li Da-Qi    Yu De-Ming    Chen Gang  
Wang Tian-Hong    Liu Ding-Quan

(*Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 200083, China*)

( Received 21 December 2018; revised manuscript received 8 April 2019 )

## Abstract

In the optical system of spaceborne laser altimeter, dielectric mirror is an indispensable optical film element. Its surface shape quality directly affects the resolution and accuracy of distance measurement of the detection system. It is pressing and necessary to carry out research on the surface shape control technology of dielectric mirror to eliminate or reduce the effect of film stress on surface shape. The Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings are deposited on quartz substrates by using the ion beam assisted electron beam evaporation (IBE), and then annealed in air in a temperature range from 200 to 600 °C. The effect of annealing temperature on the structure, optical and stress properties of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings are systemically investigated by using x-ray diffraction, atomic force microscope, spectrophotometer and laser interferometer. The results show that all the Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings, after being annealed, are amorphous in structure. The annealing temperature has a great influence on the surface roughness of reflective coating. With the increase of annealing temperature, the surface roughness of reflective coating first decreases and then gradually increases, but is still smaller than that of as-deposited sample. After being annealed, the reflectance spectrum of reflective coating shifts slightly toward the long-wave direction, and the reflectivity increases a little. When being annealed at 500–600 °C, the compressive stress of reflective coating could be transformed into tensile stress, and the surface is changed from convex to concave shape. It can be concluded that annealing at an appropriate temperature can effectively release residual stress of Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coating and eliminate the deformation of substrate caused by film stress, and thus improving the surface shape quality of dielectric mirror. After being annealed, the reflective coating still possesses the stable structure and spectral properties, so that dielectric mirror can meet the application requirements of spaceborne laser altimeter. In this paper, the experimental results are of great significance for applying the annealing technology to the surface shape control technology of dielectric mirrors.

**Keywords:** optical thin films, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/SiO<sub>2</sub> multilayer reflective coatings, annealing, residual stress

**PACS:** 42.79.Wc, 68.55.-a

**DOI:** [10.7498/aps.68.20182247](https://doi.org/10.7498/aps.68.20182247)

\* Project supported by the Young Scientists Fund of the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 61605229) and the Innovation Program of Shanghai Institute of Technical Physics, Chinese Academy of Sciences (Grant No. CX-129).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: [duanweibo@mail.sitp.ac.cn](mailto:duanweibo@mail.sitp.ac.cn)