

# 薄 Si 膜对基底表面粗糙度的影响

邵建达 范正修 易葵 王润文

(中国科学院上海光机所, 上海 201800)

**提要** 利用 ZYGO 光学干涉测量仪, 散射积分测量法观测了光学元件表面均方根粗糙度, 详细分析了薄 Si 膜对基底均方根粗糙度的影响, 由此认为薄膜并不总是复制基底表面的粗糙度, 结果出现了薄膜降低表面粗糙度的现象。提出了一定厚度范围的薄 Si 膜的表面粗糙度存在着一个稳定值的新设想。

**关键词** 均方根粗糙度, ZYGO 光学干涉测量, Si 膜

## 1 引言

在光学薄膜元件中, 基底表面的微观轮廓特性, 即其均方根粗糙度值的大小对光学薄膜元件的光学特性与物理特性, 如反射率、散射损耗、薄膜形成、薄膜的表面破坏阈值等有十分重要的影响。尤其对软 X 光激光与光学的薄膜元件往往起着决定性的作用<sup>[1]</sup>。

对光学薄膜元件表面粗糙度的讨论可包括基底的抛光水平与薄膜的沉积工艺水平的两方面内容。依赖于高分辨率的各种表面粗糙度测量方法, 我们尽可能对粗糙度作出定量的检测与分析。在这些检测方法中<sup>[2]</sup>, 有接触式的触针式表面轮廓仪(如 Alpha-Step, Talystep 等型号的仪器), 非接触式的光学干涉轮廓仪(如 WYKO, ZYGO 等)、散射积分测量法及测试范围较小的各种原子探针法(如扫描隧道显微镜、原子力显微镜)等。

本文利用散射法和 ZYGO 对基底(K9 玻璃和 Si 片)在镀膜(很薄的 Si 膜)前后的粗糙度变化进行了定量分析, 以期能对基底的原有粗糙度与薄膜对它的影响这两者之间的关系有一量化的认识。本文目的是在该研究的基础上, 在努力提高基底的抛光水平的同时, 寻找获得超光滑镜面的光学薄膜元件可能存在的其他途径。

## 2 实验过程

### 2.1 基底的获得与清洗

在实验中, 经研磨抛光的单晶硅片(20 mm×10 mm)、K9 平板玻璃作为本文实验样品的基底。其中单晶硅片由一直径为  $\phi 80$  mm 的单晶硅棒切割而成。其晶面取向不详。K9 平板玻璃由本实验室自行抛制。单晶硅片抛光为一般商业研磨物理抛光。所有测试与镀膜前的光基底均由超声波清洗完成, 其步骤如下:

(1) 将基片放入洗洁液(实验纯 12 烷基苯磺酸钠 1: 20 去离子水稀释液)中清洗 15 min, 以去除基片抛光与传递过程中带来的油脂污染。

(2) 取出基片用大量去离子水漂洗, 以去除残留的洗洁液材料。

(3) 用大量去离子水超声清洗 15 min 以彻底去除残留的洗洁液材料。

(4) 用酒精、乙醚混合液(1: 1)超声清洗 10 min。

(5) 用高压氮气吹干基片, 清洗即告完成。在整个操作中完全避免直接用手接触基片。最后吹干时基片在超净室里进行。如基片是用于镀膜则马上放入真空室中, 以尽量避免空气中灰尘的可能污染。

## 2.2 薄膜的淀积

薄 Si 膜是在一台平面磁控溅射镀膜机上完成的。两平面磁控溅射枪自行安装, 靶面直径为 75 mm。Si 靶用射频电源驱动。系统的详细描述在早期工作中已有报道<sup>[3]</sup>。改进的地方是 Si 靶用锡焊焊在衬底铜片上, 大大提高了溅射稳定性、降低了溅射气压。其淀积过程的全部参数如下: 本底真空  $3 \times 10^{-3}$  Pa。溅射时充纯度为 99.99% 的氩气, 其气压为 0.35 Pa。基底在溅镀过程中转动, 转速显示为测速电流 50 mA。

在进行一半镀膜一半不镀膜时, 对不镀膜半面仔细地用非接触的掩板挡住, 以避免因为这一步的操作对基片表面带进机械损伤。本实验镀制了厚度分别为 25.0 nm, 5.0 nm, 2.3 nm 的三组超薄膜样品, 对应编号分别为 A, B, C。其中每组样品由直径为  $\Phi 20$  mm 的 K9 平板基片与尺寸为 20 mm  $\times$  10 mm 的单晶 Si 片组成。溅射时前两组样品所用的溅射功率均为 400 W, 偏压为 440 V, A 组的厚度简单的是 B 组的 5 倍, C 组所用功率为 200 W, 偏压为 260 V。

## 2.3 粗糙度的测量

在本研究中被用来检测基底与膜面的粗糙度有两种方法: 散射积分法与 ZYGO 光学干涉仪(型号为 Maxim 3D 5700)法。这两种方法均为非接触式测量方法, 这一点可以保证所测样品不会由于测量过程而带进表面的损伤。

散射积分测量法是采用了本实验室研制的设备, 其纵向分辨率为 0.5 nm, 测试范围为  $\Phi 0.5$  mm。ZYGO 为本所高功率激光物理联合实验室引进的, 纵向分辨率可达 0.1 nm, 测试范围为 0.43 mm  $\times$  0.48 mm。ZYGO 的测试结果采用了 2~3 点测量值的算术平均值, 并且在测量过程中避免明显的大缺陷, 而散射法的测量所得的每个结果为至少 6 点测量点的平均值。

## 3 结 果

表 1、表 2 分别给出了上述二种测量方法给出的测试结果。

**Table 1 RMS surface roughness of three sets of samples measured by a scattering method**

Samples	A		B		C	
Film thickness (nm)	25		5.0		2.3	
Substrate materials	K9	Si	K9	Si	K9	Si
RMS roughness of substrates	2.210	7.852	1.015	2.351	2.151	1.167
RMS roughness of films (nm)	1.392	5.314	1.481	2.443	1.381	1.481

作为例子, 图 1 与图 2 分别给出了对 B 组样品 K9 玻璃片与 Si 片测量所得的其中一个测

试点的基底表面三维表面形貌图及其剖面的轮廓曲线。

**Table 2 RMS surface roughness of three sets of samples measured by a ZYGO method**

Samples	A		B		C	
Film thickness (nm)	25		5.0		2.3	
Substrate materials	K9	Si	K9	Si	K9	Si
RMS roughness of substrates	2.090	8.033	1.138	2.071	2.039	1.276
RMS roughness of films (nm)	1.467	4.590	1.477	2.682	1.588	1.467

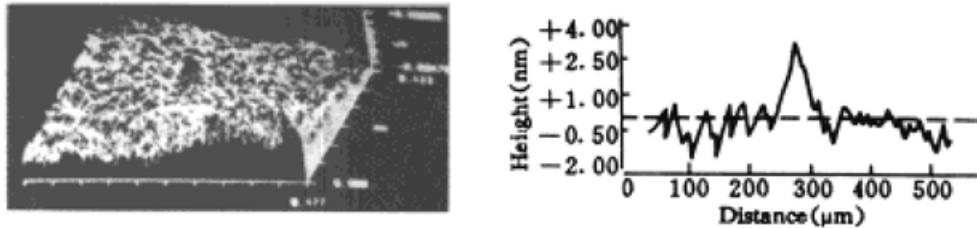


Fig. 1 Surface-height data measured by ZYGO for a K9 glass substrate

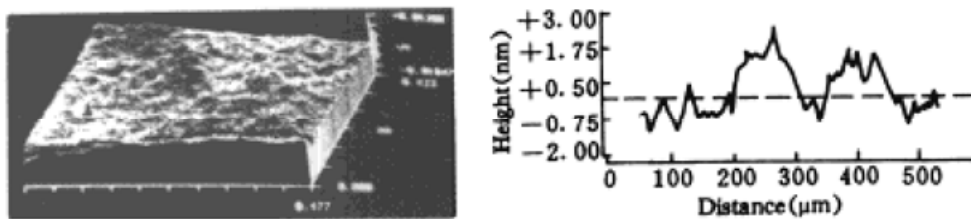


Fig. 2 Surface-height data measured by ZYGO for a Si wafer substrate

## 4 讨 论

作为两种不同类型的表面粗糙度测量方法,我们发现其结果是互相吻合的,其差别可能体现在取样点的变化上,因为对同一基片的不同取样点同一种方法给出的仍有差别。但 ZYGO 给出的表面轮廓图像很直观地显示了表面缺陷的类型和频度,对分析与改进抛光水平是一个十分有效的测试工具。

本文在清洗样品时采用了超声清洗方法,由于超声波是一种有较强去污能力的清洁方法,其对基片表面的清洗比传统纱布擦洗法更能清洁表面,去除外附物,而且操作过程中手不接触样品,人为污染因素降低。我们选用了较短的超声波清洗时间,以避免强力超声波对表面的破坏,实际观测结果表明表面是清洁的,也未见有超声波的破坏痕迹。由于清洗操作与测试在较干净的环境中进行的,所以测试中很少能发现灰尘的吸附。故所得的结果能较准确地反映实际表面的粗糙度水平。由表 1 与表 2 可以发现对 K9 玻璃基片样品而言,镀上薄 Si 膜后,其表面粗糙度趋向一致。即 A, C 组样品的原有粗糙度分别为 2.09 nm 与 2.039 nm,其水平相当,但薄膜的厚度是不一致的,分别为 25.0 nm 和 2.3 nm, B 组样品的粗糙度为 1.138 nm,与上述两组样品的粗糙度有较大的不同,而且薄硅膜的厚度也是不同的,为 5.0 nm。但三者的镀膜面的粗糙度均为 1.5 nm 左右。这是否意味着在一定的薄膜厚度及一定的粗糙度水平上,而且在较为一致的薄膜淀积工艺条件下,其薄膜的粗糙度存在有一个相对的稳定值呢?本文认为上述的实验结果正是证实了这一点。本文认为这是由于有较为一致的沉积工艺参数,而导致其薄膜的

微观结构较为一致所带来的结果。因为薄膜的粗糙度归根结底是薄膜的结构特性的体现,薄膜的结构特性才是决定其粗糙度的最主要因子,基底的原始粗糙度只要不超出薄膜成膜所能承受的范围,只能起一个外因的作用。另外一般认为薄膜总是首先复制基底表面原始粗糙度,并且随薄膜的厚度增加,其粗糙度将有所上升。但表 1、表 2 的结果则显示本文的结果不支持这样的结论,因为对 A 组的两个样品和 C 组的 K9 基底样品而言,粗糙度经镀膜后在不同程度上有所下降。这就意味着,在试图获得超光滑薄膜的表面结构的过程中存在着两个思路:一是改进基底的超精抛光工艺,尽量降低基底的原始粗糙度。而且从一定意义上,零点几纳米的(比如说粗糙度小于 0.5 nm)粗糙度与一点儿纳米的粗糙度对超薄膜的成膜机理影响将有很大的差别,这是考虑到超薄膜的厚度往往也在一点儿纳米或稍大于此值。二是在基底粗糙度一定的情况下,优化沉积参数将是超光滑表面薄膜获得的另一途径。这些工艺参数包括真空室中的本底真空度、溅射气压、偏压、靶与基底之间的距离、溅射功率、基底的温度等等。

但从硅基底的测试结果来看,有别于 K9 基片的结果,虽然 C 组样品也给出了 1.5 nm 左右的粗糙度,但是其他两组样品未能给出一致的结果。对 A 组样品而言,25.0 nm 的硅膜有助于降低很高的基底表面原始粗糙度值,可从 8.0 nm 降低到 5.0 nm 左右,说明有明显的光滑作用。但对 B 组与 C 组样品而言,薄膜面的粗糙度反而有所升高。这里要说明的是, A 组样品的粗糙度值可能由于其基片表面大量存在的晶格缺陷才导致高达 8.0 nm 的均方根粗糙度,这些缺陷来自晶界和很大的凹洞。本文认为 Si 基底与 K9 玻璃基底的结果的差别可能是由于薄膜材料与基底完全一致,导致薄膜生长的机理不同。更进一步的分析有待进行

## 5 结 论

1) 对 K9 玻璃基片而言,一定范围的薄膜厚度(25~ 2.3 nm)与一定范围的基底均方根粗糙度( $\sim 2.0$  nm— $\sim 1.0$  nm),在薄 Si 膜的沉积工艺较为一致的情况下,将给出一定的薄膜表面粗糙度( $\sim 1.5$  nm),除了上述的三组样品以外,经测试的其他样品也给出了同样的结果,由此我们认为这个粗糙度与其基底原始表面粗糙度关系不大。

2) 对单晶 Si 基片而言,本文未能发现上述现象。

3) 实验结果表明薄 Si 膜的表面粗糙度在一定情况下有改善光学元件表面粗糙度的作用。

4) 作为测量表面粗糙度的两种不同类型的方法: 散射法与光学干涉法,所得的结果较为一致。作为粗糙度的两种测量方法,其对粗糙度的空间频率分布的响应有不同的敏感区域,但在本文所测量的光学抛光片的大量结果来看,未能发现明显的差别。

本文的工作为初步研究结果,系统的薄膜对基底粗糙度的影响一般规律的研究将在不同材料、不同基底、不同厚度与不同沉积参数的组合的大量实验结果中进行总结后才能获得,这将是本文的后续工作内容。

致谢 十分感谢中国科学院上海光机所高功率激光实验室徐德衍、沈卫星两位同志在 ZYGO 测量中给予的大力帮助。

## 参 考 文 献

- 1 D. L. Windt, W. K. Waskiewicz, J. E. Griffith. Surface finish requirements for soft X-ray mirrors. *Appl. Opt.*, 1994, **33**(10): 2025
- 2 J. M. Bennet, L. Mattsson. Introduction to surface roughness and scattering. Optical Society of American, Washington, D. C., 1989. Chap. 3
- 3 邵建达, 范正修, 金 磊 等. 制备软 X 光多层膜的转速控厚法. 中国激光, 1991, **18**(3): 171

## The Roughness of the Very Thin Si Films

Shao Jianda Fan Zhengxiu Yi Kui Wang Runwen

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800)

**Abstract** The surface roughness of the very thin Si films deposited on the K9 glass and the silicon wafer using planar magnetron sputtering has been measured by ZYGO and scattering methods. A saturated value of the roughness of the very thin Si films on the K9 glass is illustrated.

**Key words** surface RMS roughness, ZYGO, thin Si film