

文章编号: 0258-7025(2009)06-1559-04

利用总积分散射仪研究不同清洗技术下的 基片表面粗糙度

侯海虹¹ 沈 健² 张大伟² 范正修²

(¹常熟理工学院物理系, 江苏 常熟 215500; ²中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

摘要 为了探讨不同清洗工艺对基片表面微观粗糙度的影响,利用总积分散射(TIS)仪分别对不同条件下超声清洗的 K9 玻璃基片,End-hall 离子源清洗的 K9 玻璃基片和 Kaufmann 离子源清洗的熔石英基片的表面均方根(RMS)粗糙度进行了系统表征。结果表明,K9 玻璃基片经不同条件下的超声波清洗后,由于清洗过程中表面受到损伤,其 RMS 粗糙度均有所增加;而对于 End-hall 离子源和 Kaufmann 离子源清洗的基片,其表面 RMS 粗糙度的变化受清洗过程中离子束流、清洗时间和离子束能量等实验参量的影响较为明显,选择合适的实验参量可以降低基片表面粗糙度。

关键词 薄膜; 基片; 表面粗糙度; 清洗; 散射仪

中图分类号 O485 文献标识码 A doi: 10.3788/CJL20093606.1559

Study on Surface Roughness of Substrates under Different Cleaning Techniques by Total Integrated Scatter

Hou Haihong¹ Shen Jian² Zhang Dawei² Fan Zhengxiu²

(¹Department of Physics, Changshu Institute of Technology, Changshu, Jiangsu 215500, China
²Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

Abstract Total integrated scatter (TIS) is used to measure the root mean square (RMS) roughness of the fused quartz substrates cleaned by Kaufmann ion source and the K9 glass substrates cleaned by ultrasonic and End-hall ion source, respectively, to study the influence of the above cleaning methods on the surface micro-roughness of substrates. It is found that the RMS roughness of the K9 glass substrates cleaned by ultrasonic under different conditions all increases due to the damnification of the substrate surfaces, while the surface RMS roughness of the samples cleaned by End-hall ion source and Kaufmann ion source is significantly affected by the experiment parameters, such as the beam current, the cleaning time, and the energy of the ion beam. The RMS roughness of the samples can be decreased under appropriate experiment conditions.

Key words thin films; substrate; surface roughness; cleaning; scatter

1 引 言

研究表明,在光学薄膜制备过程中,基片表面的微粗糙度是影响薄膜生长行为的重要因素,它决定着薄膜的结晶质量和物理性能^[1~6]。一般而言,影响基片表面微粗糙度的因素很多,如基片加工过程、薄膜制备时的基片加热过程等。由于基片在加工过程中要经过切割、抛光、磨边等多道工序,这样会在其表面留下如抛光粉、抛光细屑、上盘胶等抛光辅

料。如果这些污染物不经过清洗而直接用来镀膜,薄膜沉积过程中基片将会受到基片加热过程、加热环境等一些初始过程的影响,从而为薄膜中微缺陷的产生提供机会,最终导致薄膜性能的下降。因此,研究不同清洗工艺对基片表面粗糙度的影响,对于改善薄膜元件的性能具有十分重要的意义^[7]。

另一方面,在测量基片表面微观粗糙度的过程中,为了防止基片的表面划伤和实现纳米级测量,需

收稿日期: 2008-07-08; 收到修改稿日期: 2008-09-18

基金项目: 江苏省高校自然科学基金项目(ky200684)和江苏省高校“青蓝工程”资助课题。

导师简介: 侯海虹(1976—),女,讲师,博士,主要从事光学薄膜表面散射方面的研究。E-mail: haihonghou@siom.ac.cn

要高分辨率和高灵敏度的光学检测技术。总积分散射(Total Integrated Scattering, TIS)作为非接触性和非破坏式的散射测量技术,在粗糙表面散射特性的研究中得到了广泛的应用^[8, 9]。本文利用自行设计的总积分散射仪对样品表面均方根(RMS)微粗糙度进行测量,该仪器的结构原理及测量方法详见文献[10~12]。对超声清洗的 K9 玻璃基片,End-hall 离子源清洗的 K9 玻璃基片和 Kaufmann 离子源清洗的熔石英基片的表面 RMS 粗糙度分别进行了研究,进而探讨了不同清洗工艺对基片表面微观粗糙度的影响。

表 1 超声清洗工艺 1 的操作过程

Table 1 Operating procedure of the first ultrasonic cleaning technique

Cleaning procedure	1	2	3	4	5
	ultrasonic cleaning	rinse	ultrasonic cleaning	rinse	unwatering
Cleaning solution	acetone	de-ionized water	acetic+ hydrogen peroxide (5 : 1)	de-ionized water	isopropanol
Cleaning time /min	3	2	3	2	2

表 2 超声清洗工艺 2 的操作过程

Table 2 Operating procedure of the second ultrasonic cleaning technique

Cleaning procedure	1	2	3	4	5
	ultrasonic cleaning	rinse	ultrasonic cleaning	rinse	unwatering
Cleaning solution	acetone	de-ionized water	acetic+ hydrogen peroxide (5 : 1)	de-ionized water	isopropanol
Cleaning time /min	5	2	5	2	3

表 3 超声清洗前后 K9 玻璃基片的表面 RMS 粗糙度

Table 3 Surface RMS roughness of K9 substrates before and after cleaned

R_{RMS}	first method		second method	
	Before cleaned /nm	0.66	0.66	0.70
After cleaned /nm	0.93	0.93	0.97	1.02

从表 3 可以看出,样品表面的 RMS 值在超声清洗处理前后发生了明显的变化,初始 RMS 值均为 0.66 的两个样品经超声清洗工艺 1 处理后其 RMS 值都成为 0.93,而初始 RMS 值为 0.70 和 0.78 的两个样品经超声清洗工艺 2 处理后其 RMS 值分别变成 0.97 和 1.02。这表明超声清洗后,K9 玻璃表面 RMS 粗糙度均变大。这是由于超声清洗过程会将玻璃表层微坑里的一些敷料(抛光过程的碎料)或多或少地清除掉了,使得表面粗糙度变大,如图 1 所示。

3 离子清洗对基片表面粗糙度的影响

离子清洗是指基片放入真空室并抽取真空后,在薄膜沉积之前,以一定能量和束流轰击基片表面一定时间,去除表面污染层。分别采用 End-hall 离

2 超声清洗对 K9 玻璃基片表面粗糙度的影响

超声清洗工艺的机理是利用超声场强大的作用力,促使物质发生一系列物理和化学变化而达到清洗的目的。采用两种不同条件下的超声清洗工艺对 K9 玻璃基片进行了清洗,具体操作过程分别由表 1 和表 2 给出。总积分散射仪对基片表面粗糙度的测量结果见表 3,其中 R_{RMS} 表示样品的 RMS 值。

子束和 Kaufmann 离子束对 K9 玻璃和石英基片进行清洗。



图 1 超声清洗前后 K9 玻璃的表面轮廓示意图

Fig. 1 Surface profile schematic of K9 substrates

before and after cleaned

3.1 End-hall 离子源清洗 K9 玻璃基片

实验中使用国产 End-hall 离子源,每个样品的离子束清洗条件如表 4 所示。

表 4 样品的 End-hall 离子源清洗条件

Table 4 Cleaning conditions of the End-hall ion source

Samples	Voltage of the ion beam /V	Current of the ion beam /A	Cleaning time /min
A	300	2	5
B	300	2	10
C	300	2	20
D	300	2	30
E	300	2	10
F	250	2	10
G	200	2	10
H	100	2	10

图 2 为基片在离子清洗前后表面 RMS 粗糙度的直观比较图。图中同一编号(例如 A)的左右两个柱状高度分别代表基片清洗前和清洗后的 RMS 粗

糙度。可以看出,经过不同条件的离子清洗后,基片的 RMS 粗糙度均发生了改变,具体的数值变化如表 5 所示。

表 5 End-hall 离子源清洗前后样品 RMS 粗糙度的变化

Table 5 RMS roughness of the samples before and after cleaned by the End-hall ion source

Samples	A	B	C	D	E	F	G	H
$\Delta R_{RMS}/nm$	0.422	0.469	0.381	0.029	0.376	-0.239	0.192	1.407

表 5 中 ΔR_{RMS} 表示基片清洗后和清洗前的 RMS 粗糙度差值。清洗样品 A,B,C 和 D 的离子束电压和电流条件是相同的,分别为 300 V 和 2 A,清洗时间各不相同。可以发现,随着清洗时间的逐渐增加, ΔR_{RMS} 呈现出下降的趋势(B 样品可认为是偶然现象)。这表明当离子束电压和电流保持不变时,清洗时间的长短会明显影响基片表面的粗糙度变化。E,F,G,H 样品的清洗时间和离子束电流相同,分别为 10 min 和 2 A,离子束电压则由 300 V 逐渐降低到 100 V。由表 5 可以看出,样品 E 的 RMS 值增加了 0.376 nm,这是由于在 300 V 的较高离子束电压条件下,离子束清洗不但将其表面吸附的杂质除掉,还把用以填平其表面的抛光粉打掉,从而使样品的 RMS 粗糙度值变大。当离子束电压为 250 V 时,F 样品的 RMS 粗糙度减小了 0.239 nm,这表明在此合适的离子清洗条件下可以降低基片表面粗糙度。随着离子束电流的逐渐减小,样品 G 和 H 的 RMS 粗糙度值又呈现出增大的趋势,是因为在离子束电压较低条件下,当清洗完毕关闭等离子体工作机后,等离子体杂质很容易残留于基片表面,造成二次污染,导致样品表面粗糙度增大。

表 6 Kaufmann 离子源清洗熔石英的实验条件

Table 6 Experiment conditions of the Kaufmann ion cleaning

Samples	Energy of the ion beam /eV	Current of the ion beam /A	Cleaning time /min
A	200	0.04	15
B	300	0.04	15
C	400	0.04	15
D	400	0.04	15
E	200	0.03	15
F	200	0.05	15

对样品 RMS 粗糙度的测量结果如图 3 所示。可以看出:

1) 相同离子束电流下(40 mA),清洗时间均为 15 min 时,样品 A 采用较低的离子束能量 200 eV,而样品 B 和 C 分别采用较高的离子束能量 300 eV,400 eV,比较后可知,A 样品清洗后的表面 RMS 粗糙度变小,而 B 和 C 的表面 RMS 粗糙度相对于清洗前的变大。表明当离子束电流和清洗时间固定,选择合适的离子束能量能够降低基片的表面 RMS 值。

2) 相同离子束能量(200 eV)下,清洗时间均为 15 min 时,样品 A 和 E 分别采用较低的离子束电流 40 mA 和 30 mA,样品 F 则采用较高的离子束电流 50 mA,清洗后 A 和 E 两个样品的表面 RMS 粗糙

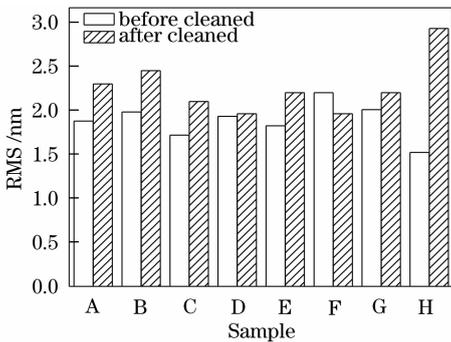


图 2 End-hall 离子源清洗前后 K9 玻璃基片的 RMS 粗糙度
Fig. 2 RMS roughness of the K9 substrates before and after cleaned by the End-hall ion source

3.2 Kaufmann 离子源清洗石英玻璃基片

采用国产 LKJ-1C 型离子束刻蚀机,对熔石英基片进行清洗。不同样品的清洗条件如表 6 所示。

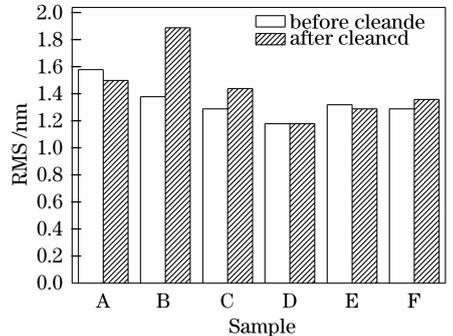


图 3 Kaufmann 离子源清洗前后熔石英基底的表面 RMS 粗糙度

Fig. 3 RMS roughness of the fused quartz substrates before and after cleaned by the Kaufmann ion source

度均有减小,表明表面质量得以改善,而样品 F 的表面 RMS 粗糙度有所增加,表面质量下降。样品 D 清洗前后的 RMS 粗糙度无变化。表明在同样的离子束能量和清洗时间条件下,选择合适的离子束电流,同样能够降低样品的表面 RMS 值。

可见,无论是 End-hall 离子束还是 Kaufmann 离子束,只要选择控制得当的清洗参量,都能够降低基片表面粗糙度,从而对表面起到抛光的作用。在高功率激光系统中,尽可能地减少光学元件的散射损耗极有必要,为此必须尽可能使表面 RMS 值变小,研究证明,采用合适的离子束清洗技术是可以达到此要求的。

4 结 论

探讨了超声波,End-hall 离子源和 Kaufmann 离子源等不同清洗工艺对基片表面微观 RMS 粗糙度的影响。结果表明,K9 玻璃基片经超声清洗后,其表面 RMS 粗糙度变大。主要原因是玻璃表层微坑里的部分敷料在清洗过程中被清除。End-hall 离子源和 Kaufmann 离子源清洗基片的表面 RMS 粗糙度受清洗过程中离子束流、清洗时间和离子束能量等实验参量的影响较为明显。

参 考 文 献

- 1 Liu Ming, Liu Zhiwen, Gu Jianfeng *et al.*. Effect of sapphire substrate pre-treatment on the growth of ZnO films[J]. *Acta Physica Sinica*, 2008, **57**(2): 1133~1140
刘 明,刘志文,谷建峰等. 蓝宝石基片的处理方法对 ZnO 薄膜生长行为的影响[J]. *物理学报*, 2008, **57**(2): 1133~1140
- 2 Pan Yongqiang, Wu Zhensen, Hang Lingxia. Optical thin films interfaces roughness cross-correlated properties and light scattering[J]. *Chinese J. Lasers*, 2008, **35**(6): 916~920
潘永强,吴振森,杭凌侠. 光学薄膜界面粗糙度互相关特性与光散射[J]. *中国激光*, 2008, **35**(6): 916~920

- 3 Liu Hengbiao, Chi Jingchun. Analysis of affecting factors on surface roughness measurement based on polychromatic speckle elongation[J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, **28**(2): 279~284
刘恒彪,池景春. 基于多色散斑延长效应的表面粗糙度测量及影响因素分析[J]. *光学学报*, 2008, **28**(2): 279~284
- 4 Gan Shuyi, Xu Xiangdong, Hong Yilin *et al.*. Reflectivity of Au film on K9 and quartz substrate in vacuum ultraviolet[J]. *Acta Optica Sinica*, 2007, **27**(8): 1529~1535
干蜀毅,徐向东,洪义麟等. K9 和石英玻璃基片上 Au 膜真空紫外反射特性研究[J]. *光学学报*, 2007, **27**(8): 1529~1535
- 5 Xie Qinglian, Yan Shaolin, Zhao Xinjie *et al.*. Effects of an annealing of r-cut sapphire substrate on its surface morphology and the growth of CeO₂ buffer layers and the Ti-2212 superconducting films[J]. *Acta Physica Sinica*, 2008, **57**(1): 519~525
谢清连,阎少林,赵新杰等. 高温退火对蓝宝石基片的表面形貌和对 CeO₂ 缓冲层以及 Ti-2212 超导薄膜生长的影响[J]. *物理学报*, 2008, **57**(1): 519~525
- 6 Yi Kui, Shao Jianda, Fan Zhnegxiu. Effects of roughness on characterization of soft X-ray multilayer coating[J]. *Acta Optica Sinica*, 1999, **19**(6): 800~804
易 葵,邵建达,范正修. 表面粗糙度对软 X 射线多层膜光学特性的影响[J]. *光学学报*, 1999, **19**(6): 800~804
- 7 Liu Jianhua, Liu Quan. Preliminary research of the laser cleaning technology application[J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(s1): 160~162
刘建华,柳 权. 激光清洗技术应用初探 [J]. *中国激光*, 2007, **34**(s1): 160~162
- 8 J. A. Detrio, S. M. Miner. Standardized total integrated scatter measurements of optical surfaces[J]. *Opt. Eng.*, 1985, **24**: 419~424
- 9 K. J. Stout, C. Obray, J. Jungles. Specification and control of surface finish: empiricism versus dogmatism[J]. *Opt. Eng.*, 1985, **24**: 414~419
- 10 Hou Haihong, Sun Xilian, Shen Yanming *et al.*. Roughness and light scattering of ZrO₂ thin films deposited by electron evaporation[J]. *Acta Physica Sinica*, 2006, **55**(6): 3124~3127
侯海虹,孙喜莲,申雁鸣等. 电子束蒸发氧化锆薄膜的粗糙度和光散射特性[J]. *物理学报*, 2006, **55**(6): 3124~3127
- 11 H. H. Hou, K. Yi, S. Z. Shang *et al.*. Measurements of light scattering from glass substrates by total integrated scattering [J]. *Appl. Opt.*, 2005, **44**(29): 6163~6166
- 12 Hou Haihong, Shen Jian, Shen Zicai *et al.*. Stratified-interface scattering model for multilayer optical coatings[J]. *Acta Optica Sinica*, 2006, **26**(7): 1102~1106
侯海虹,沈 健,沈自才等. 光学薄膜的分层界面散射模型[J]. *光学学报*, 2006, **26**(7): 1102~1106