

doi: 10.3788/lop47.032401

# 光学元件镀膜前高洁净度清洗工艺研究

胡江川 刘夏来 邱服民 郭波 鄢定尧 杨李茗

(成都精密光学工程研究中心, 四川 成都 610041)

**摘要** 研究了光学元件镀膜前超高洁净度要求的超声清洗工艺, 在超声波清洗机的频率和功率一定的情况下, 通过研究超声清洗剂、清洗温度、清洗时间等对光学元件超声清洗效果的影响, 研制出有效清洗光学元件的清洗工艺, 并保障超声清洗工艺对光学元件的表面状况无损伤。同时发现光学元件的放置时间会影响元件的清洗效果。超声清洗刚加工好的光学元件洁净效果较好, 清洗时间较短; 有6个月存放期的光学元件, 表面颗粒污染很难洗净清洗。

**关键词** 光学元件; 超声清洗; 清洗效果; 放置时间

中图分类号 O485 OCIS 240.6700 220.4610 文献标识码 A

## High Cleanliness Ultrasonic Cleaning Technics of Optics before Coating

Hu Jiangchuan Liu Xialai Qiu Fuming Guo Bo Yan Dingyao Yang Liming

(Chengdu Fine Optic Engineering Research Center, Chengdu, Sichuan 610041, China)

**Abstract** The ultrasonic cleaning technology of uncoated optics with high cleanliness requirement is studied. The effects of ultrasonic cleaner, cleaning temperature, cleaning time and other parameters on optics have been carried out. An effective ultrasonic cleaning technology without damage to the surface of optics is achieved. It is found that the standing time of the optics will affect the cleanliness; the freshly polished optics has better cleanliness and shorter cleaning time.

**Key words** optics; ultrasonic cleaning; cleanliness; placed time

### 1 引言

高通量激光装置高通量运行时, 如果光学元件表面留有任何污物, 吸收激光后会发生爆炸性蒸发, 导致玻璃或镀膜表面损伤, 降低光学元件的损伤阈值, 这要求光学元件具有很高的洁净度。对于镀膜元件来说, 保障元件镀膜前表面高洁净度, 降低薄膜内的杂质污染物, 提高薄膜元件抗激光损伤能力尤为重要。要保障元件镀膜前的高洁净度, 镀膜前元件的洗净清洗至关重要。光学元件清洗后洁净指标要求: 颗粒物污染无大于  $1\ \mu\text{m}$  的颗粒污染, 不挥发剩余物(NVR)的质量浓度小于  $1\ \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。为了保证清洗手段对光学元件有高效的洗净能力又不损坏光学元件, 多采用超声波清洗光学元件的方法。超声波清洗是用超声波促进清洗液的化学、物理反应效果和超声波空穴效应产生的机械力作用去除污染物。

影响光学元件超声清洗效果的因素很多<sup>[1~5]</sup>, 涉及超声波清洗机的超声频率、超声功率、清洗剂的选择、清洗温度的设定、干燥方式的选择、光学元件加工后放置到镀膜前清洗时间的长短(简称元件存放期)等。本文主要针对在超声波清洗机的频率和功率一定的情况下, 研究超声清洗剂、浸泡时间、清洗温度、清洗时间、元件存放期等对光学元件超声清洗效果的影响, 力图找到有效清洗光学元件的清洗工艺, 而且

收稿日期: 2008-12-29; 收到修改稿日期: 2009-06-03

作者简介: 胡江川(1980—), 女, 硕士研究生, 主要从事高功率激光薄膜方面的研究。E-mail: toyle@163.com

导师简介: 杨李茗(1967—), 男, 研究员, 博士生导师, 主要从事大口径高精度高损伤阈值元件制造及工艺等方面的研究。E-mail: lmyang@vip.sina.com

要保障超声清洗工艺不能损伤光学元件的表面状况。

## 2 实 验

待清洗的光学元件尺寸为 200 mm×170 mm×30 mm，口径  $\Phi$  为 40 mm。光学元件镀膜前超声清洗采用美国 Blackstone 双扫频、复频超声清洗机，功率 500 W，频率分别为 40, 80, 120, 140, 170, 220 和 270 kHz，功率可调。干燥方式为慢提拉干燥。清洗剂选用 3 家清洗公司生产的用作光学元件清洗的清洗剂，代号分别为洗剂 A, B, C，超纯水为 18 M $\Omega$  去离子(DI)水，清洗剂体积分数为超纯水的 2.5%。超声清洗光学元件的试验参数见表 1。

表 1 超声清洗光学元件的试验参数  
Table 1 Experimental parameters of ultrasonic cleaning

Cleaning temperature / $^{\circ}$ C	40	50	60	80
Cleaning time /min	1	2	3	5
Dipping time /min	5	10	15	20
Cleaner	A	B	C	
Standing time	Without standing	6 months		

光学元件清洗前后的洁净度检查：采用暗室下 100 W 强光灯观察、光学显微镜(1 mm×1 mm)和原子力显微镜(测量范围 10  $\mu$ m×10  $\mu$ m)相结合的方式检查元件表面颗粒污染物，采用接触角仪测量元件表面有机污染物。原子力显微镜能测量的元件高度最高只能达到 20 mm，因此由测量  $\Phi$ 40 的陪洗件(陪洗件是指和较大口径光学元件采用相同清洗工艺，同时清洗的小口径元件)表征 200 mm×170 mm×30 mm 尺寸的光学元件表面状况。

## 3 实验结果与讨论

### 3.1 光学元件的超声清洗工艺研究

#### 3.1.1 超声清洗剂的选择

在相同超声清洗工艺条件下，通过对 3 种清洗剂清洗效果的研究，发现清洗剂 C 的清洗效果最好。图 1 是元件采用 3 种清洗剂清洗后的接触角，清洗前接触角为 42 $^{\circ}$ ，洗剂 A 清洗后接触角为 30 $^{\circ}$ ，洗剂 B 清洗后接触角为 11.5 $^{\circ}$ ，洗剂 C 清洗后接触角为 6.5 $^{\circ}$ 。这表明用洗剂 C 作为清洗剂能有效去除光学元件表面的有机污染。在每种清洗工艺完成后，取下光学元件，在暗室用 100 W 强光灯观察。洗剂 A 洗后的元件表面有一层雾状物，用洁净布蘸乙醇擦拭，能去除表面附着物，雾状物疑是清洗剂；洗剂 B 洗后的元件表面局部地方有少量的附着颗粒物；洗剂 C 清洗后的元件表面透光率好、无明显的颗粒污染物。洗剂 C 适合光学元件的清洗。

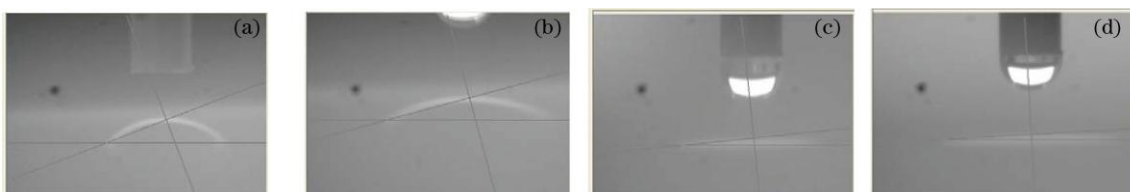


图 1 采用三种清洗剂清洗后光学元件的接触角  
Fig.1 Contact angles of optics cleaned by three types of cleaning lotion

#### 3.1.2 超声清洗工艺的研究

选用洗剂 C 作为光学元件的超声清洗剂，研究光学元件在不同的清洗温度、清洗时间下的超声清洗效果。图 2 为光学元件在 50  $^{\circ}$ C 温度、不同时间下浸泡后的表面状况，元件浸泡前在强光灯下用肉眼观察不到划痕、道子。图 2(a)~(d)分别为元件浸泡时间 5, 10, 15 和 20 min 后元件表面的状况。从图 2 可以看出，

元件浸泡 10 min 后开始出现亮纹和道子；浸泡 15 min 后道子增多，形成明显划痕，浸泡 20 min 后光学元件整个表面布满划痕和道子。这说明在 50 °C 温度下浸泡元件时间不宜超过 10 min。同样在温度为 40 °C，60 °C 下浸泡光学元件，也出现与 50 °C 温度下浸泡类似的结果，40 °C 浸泡温度下出现亮纹、划痕的时间比 50 °C 温度下较长，60 °C 浸泡温度下出现亮纹、划痕的时间比 50 °C 温度下较短。

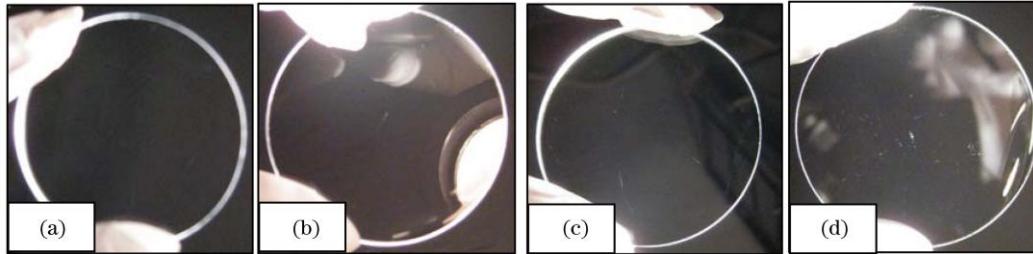


图 2 光学元件在不同时间下浸泡后表面状况  
Fig.2 Surface status of optics after being dipped in different times

通过对光学元件超声清洗时间的研究发现，超声清洗过程中清洗时间过长（5 min）有浸泡累计效应，元件表面出现如图 2(b)~(d) 中的状况，因此清洗时间应小于 5 min；超声清洗时间为 1 min，2 min 时，改变其他的超声清洗条件，光学元件仍然没有办法洁净清洗，这说明光学元件洁净清洗是清洗剂浸泡和水基超声波的共同作用。经过反复试验后发现：改变其他清洗条件时，超声清洗时间选用 3 min，光学元件能洁净清洗。

图 3 是光学元件在不同清洗温度下，清洗后表面状况图。图 3(a) 是元件清洗前的表面图，图 3(b)~(d) 分别是清洗温度为 40，50 和 60 °C 时，元件清洗后的表面状况图。从图 3 可以看出，光学元件在 40 °C 的清洗温度条件下超声清洗后，显微镜观察(100×)元件表面仍残留有少量颗粒污染物；光学元件在 50 °C，60 °C 的清洗温度条件下超声清洗后，显微镜观察(100×)元件表面无污染物。这说明采用超声清洗工艺流程，选用清洗剂 C 在 50 °C，60 °C 清洗温度的情况下，光学元件都能被洁净清洗，从节约能源、时间上考虑，清洗温度为 50 °C 时，清洗工艺更优。

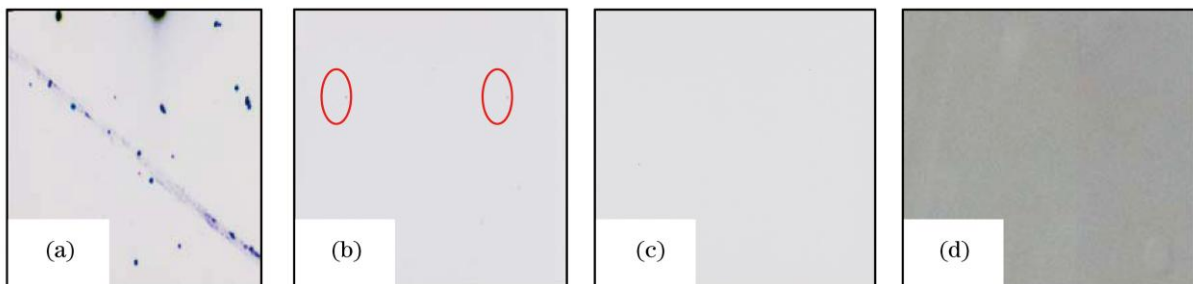


图 3 光学元件在不同清洗温度下，清洗前(a)后(b)~(d)表面状况图  
Fig.3 (a) Optics figure before being cleaned; (b)~(d) optics surface after being cleaned in three different temperatures

通过多次实验组合验证得到了适用于光学元件洁净清洗的超声清洗工艺流程，如图 4 所示。本文中超声清洗工艺过程是水基超声清洗、超纯水喷淋、漂洗共同作用的工艺过程。

### 3.2 超声清洗工艺对元件表面状况的影响

图 5 是尺寸为 200 mm×170 mm×30 mm 的光学元件在一定温度的水中浸泡前后和超声清洗后的面形图。其中图 5(a) 是光学元件清洗前的面形，面形值为 0.186 WV(波长为 632.8 nm)；图 5(b) 是光学元件在各温度、清洗剂 C 下浸泡后的面形，面形值为 0.17 WV；图 5(c) 是元件超声清洗后的面形，面形值为 0.185 WV。从清洗前、浸泡后和超声清洗后的面形值看，光学元件面形值无变化(考虑到干涉仪检测精度和检测环境温度等的影响，面形值变化小于 0.1 WV 认为元件面形无变化)。光学元件浸泡和超声清洗后，在暗室用强光灯观察，表面没有裂纹、凹坑等损伤。

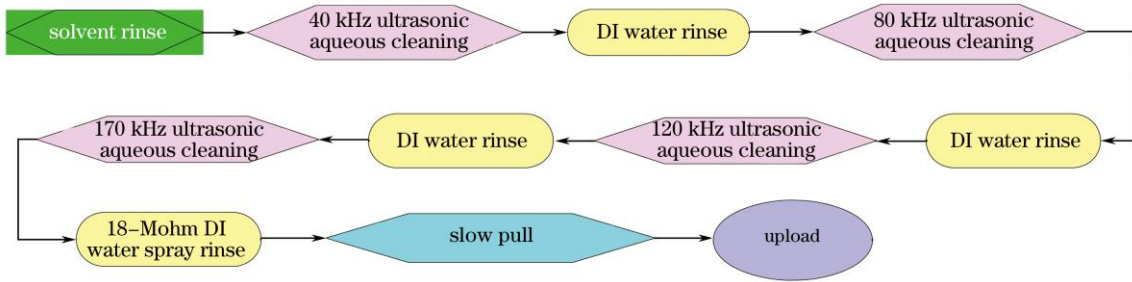


图 4 超声清洗工艺流程  
Fig.4 Technical process of ultrasonic cleaning

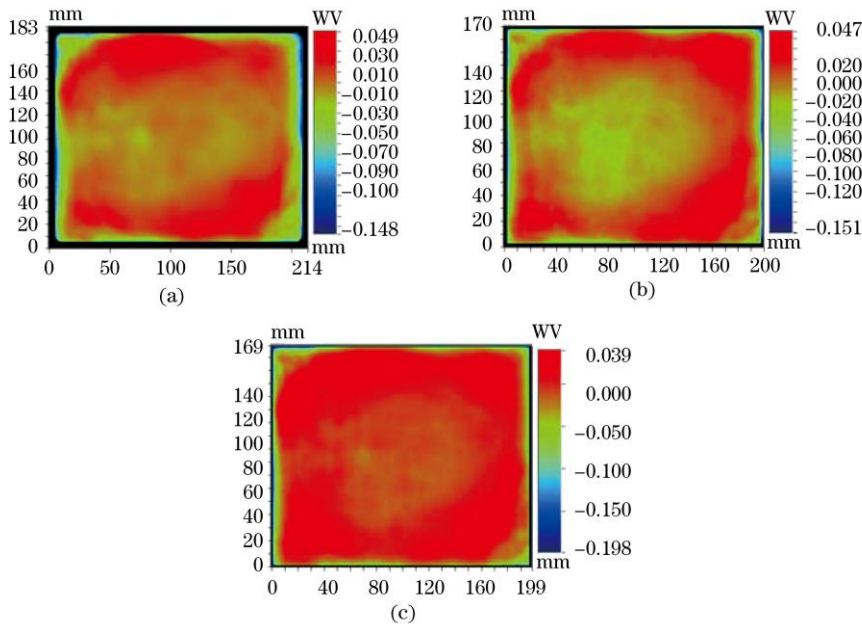


图 5 (a)元件清洗前的面形; (b)各温度下浸泡后的面形; (c)超声清洗后面形  
Fig.5 (a)Optics figure before cleaning; (b) optics figure after being dipped in water with different temperatures; (c) optics figure after cleaning

图 6 是超声清洗过程中有 $\pm 10^\circ\text{C}$ 温差的情况下光学元件清洗前后的面形图。光学元件在高达 $10^\circ\text{C}$ 清洗温差的情况下超声清洗后面形没有变化。从图 6 可以看出，超声清洗工艺不会影响光学元件的面形，不会对光学元件表面产生损伤。

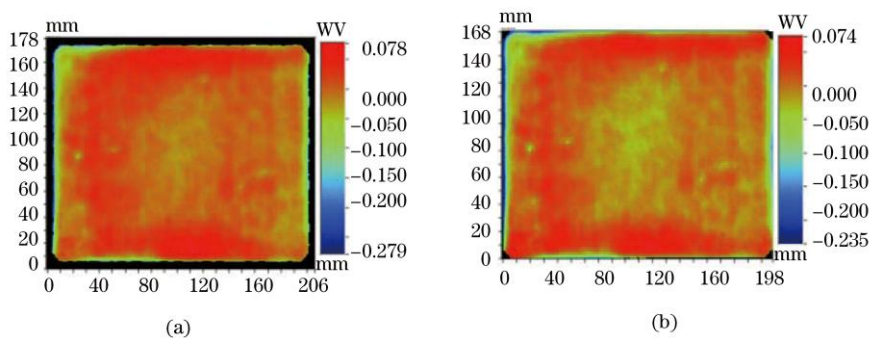


图 6 在清洗过程有温差的情况下光学元件清洗前(a)和后(b)的面形  
Fig.6 (a)Optics figure before cleaning; (b) optics figure after cleaned with temperature error in cleaning process

图 7 是在清洗温度 $50^\circ\text{C}$ 时，利用清洗剂 C，且每个超声频率清洗时间 3 min 时，光学元件清洗前后和浸泡后表面原子力显微镜图。从图 7 可以看出，光学元件在浸泡清洗前表面覆盖了一层薄薄的颗粒物。在浸泡后元件表面原有的部分颗粒物质已经被浸润离开了元件表面，露出了部分大的、粘附性强的颗粒物。

清洗后的光学元件表面，颗粒物已经基本去除，表面洁净无大于  $1\ \mu\text{m}$  的污染颗粒。光学元件清洗后的接触角为  $6.5^\circ$ ，说明元件表面亲水性好，油污已经被去除。

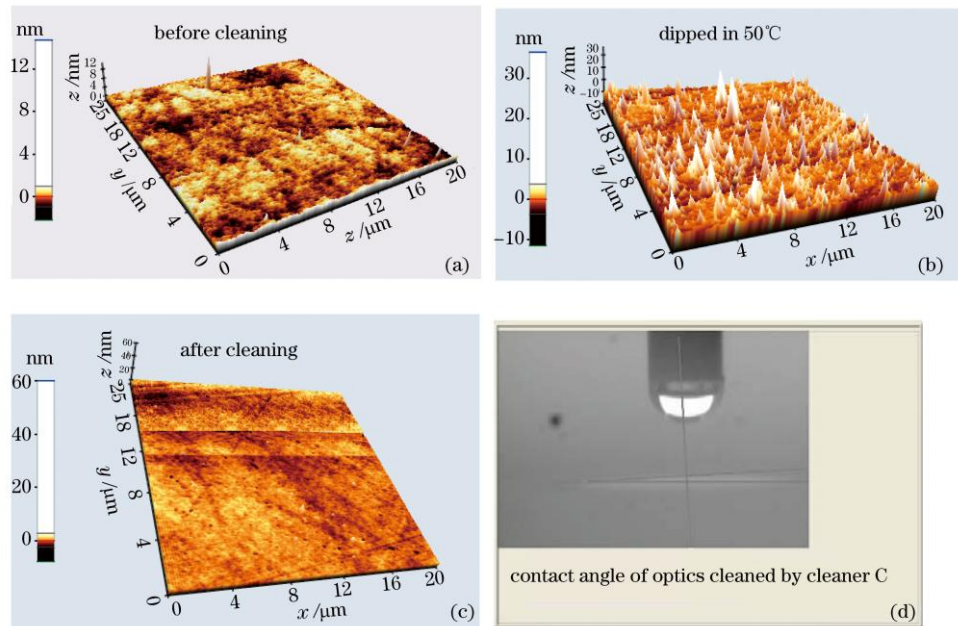


图 7 光学元件清洗前后和浸泡后表面图

Fig.7 Optics surface conditions before and after cleaning, and after being dipped in lotions

### 3.3 光学元件镀膜前高效清洗的有效期研究

在研究光学元件超声清洗工艺过程中发现，光学元件加工后的放置时间会影响元件的超声清洗效果，图 8 是加工后立即超声清洗和放置 6 个月后再超声清洗的光学元件表面的原子力显微镜图和接触角。从图 8(a)和(b)可以看出元件加工后立即清洗洁净效果好，能有效去除光学元件表面的颗粒污染和有机污染；从图 8(c)和(d)可以看出元件放置 6 个月后再清洗洁净效果较差，表面仍残留有颗粒污染和有机污染。这说明光学元件的洁净清洗效果受放置时间的影响，具有清洗有效期。

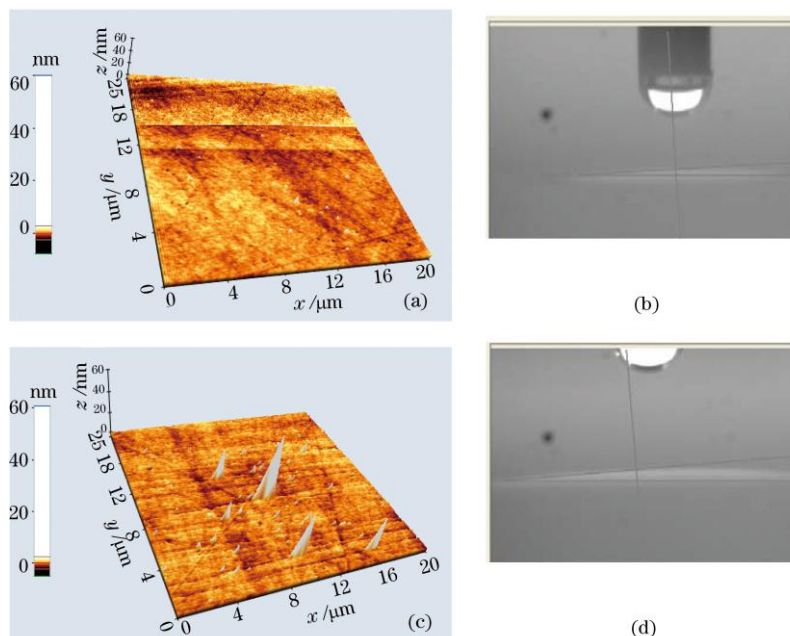


图 8 元件加工后放置不同时间再清洗的表面原子力显微镜图和接触角  
Fig.8 Optics surface conditions after being cleaned in different standing times

## 4 结 论

通过研究超声清洗剂、浸泡时间、清洗温度、清洗时间等对光学元件超声清洗效果的影响,找到了有效清洗光学元件的清洗工艺和清洗参数,并保障超声清洗工艺对光学元件的表面状况无损伤。通过研究光学元件加工后存放期超声清洗洁净效果的影响,发现刚加工好的光学元件超声清洗洁净效果较好,清洗时间较短;有6个月存放期的光学元件,表面颗粒污染很难洗净清洗。确认各类光学元件在不同加工方式后能被洗净清洗放置的最长时间即光学元件有效洗净清洗的有效期、光学元件洗净清洗后的损伤阈值和洗净清洗对光学元件镀膜后薄膜结构、力学性质和光学性质的影响需要进一步研究。

## 参 考 文 献

- 1 E. Maisonhaute, C. Prado, P. C. White *et al.*. Surface acoustic cavitation understood via nanosecond electrochemistry. Part III: shear stress in ultrasonic cleaning[J]. *Ultrason. Sonochem.*, 2003, **9**(6): 297~303
- 2 Q. Qi, G. J. Brereton. Mechanisms of removal of micron-sized particles by high-frequency ultrasonic waves[J]. *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectrics Freq. Contr.*, 1995, **42**(4): 619~629
- 3 S. Shwartzman, A. Mayer, W. Kem. Megasonic partical removal from solid-state wafers[J]. *RCA Rev*, 1985, **46**(1): 81~105
- 4 Jin O. Kim, S. Choi, J. Ho Kim. Vibroacoustic characteristics of ultrasonic cleaners[J]. *Appl. Acoust.*, 1999, **58**(2): 211~228
- 5 Fang Qiping, Lin Zhongmao. Megasonic cleaning—a new technology of ultrasonic cleaning[J]. *Chemical Cleaning*, 1998, **14**(2): 31~32  
方启平, 林仲茂. 超声清洗的新技术——兆赫超声清洗[J]. 化学清洗, 1998, **14**(2): 31~32