

基片清洗对旋转涂膜的影响

旋转涂膜机，又称匀胶机、甩胶机等，目前可应用的领域很广主要涉及微加工、生物、材料、半导体、制版、新能源、薄膜、光学及表面涂覆等领域。旋转涂膜机的基本原理是在高速旋转的基片上，滴注各类胶体或溶液，利用离心力使滴在基片上的胶液均匀地涂覆在基片上，但涂后薄膜的质量除与胶体或溶液的粘稠度、胶液与基片间的粘滞系数、转数、旋涂时间有关外，与基片清洗的质量也密切相关。本实验主要研究在基片、溶液、旋涂参数相同的情况下基片的清洗对旋转涂膜后的薄膜质量的影响。

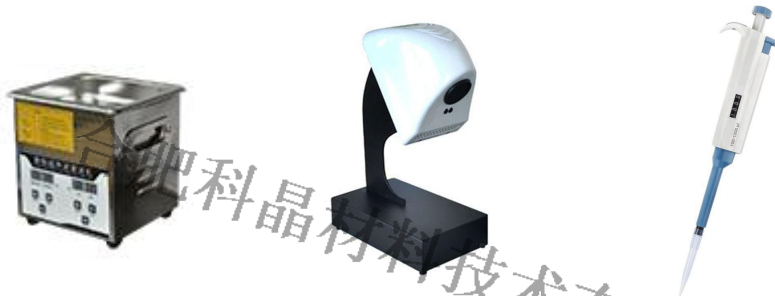
实验材料： $\phi 50 \times 1$ mm的玻璃片，高锰酸钾溶液，酒精溶液，去离子水

实验目的： 在相同转速下对不同清洗方式的玻璃片进行旋转涂膜，观察基片的清洗对薄膜形貌的影响。

实验设备： 科晶制造 VGT-1620QTD 超声波清洗机、SKCS-1 吹干机、PCE-6 小型等离子清洗机、VTC-100 真空旋转涂膜机；单道连续可调微量移液枪，设备形貌如图一所示。

超声波清洗是为了去除基片表面分子级别的大的脏物和油污，使基片表面达到洁净的状态，有利于下一步的进行。

等离子清洗是使电离产生的离子轰击样品表面，在完成清洗去污的同时，还可以改善材料本身的表面性能。如提高表面的润湿性能、改善膜在样品表面的黏着力等^[1]。等离子体清洗时等离子产生的热量极低，不会影响材料的性能，因此可以处理各种各样的材质，如金属、半导体、氧化物、高分子材料（如聚丙烯、聚氯乙烯、聚四氟乙烯、聚酰亚胺、聚酯、环氧树脂等高聚物）等。



VGT-1620QTD 超声波清洗机

SKCS-1 吹干机

移液枪



PCE-6 小型等离子清洗机

VTC-100 真空旋转涂膜机

图一 本实验所使用设备形貌图

实验过程：

首先取 8 片 $\phi 50 \times 1$ mm 的玻璃片，放到 8 个干净的杯子中，并做好编号，8 个编号分别为：未进行任何处理、清水超声振动清洗、酒精超声振动清洗、清水

超声振动清洗+等离子清洗、酒精超声振动清洗+等离子清洗、洗洁精清洗+清水超声振动清洗+等离子清洗、洗洁精清洗+酒精超声振动清洗+等离子清洗、洗洁精清洗+酒精超声振动清洗+去离子水清洗+等离子清洗。在进行超声清洗时水的温度都为 50℃。在 VTC-100 真空旋转涂膜机上设定涂膜程序为: Step1, 在 500rpm 的转速下运行 5s; Step2, 在 2500rpm 的转速下运行 50s。进行基片涂覆时每次用移液枪取 120 μ l 的高锰酸钾溶液。



实验一、基片未进行任何处理

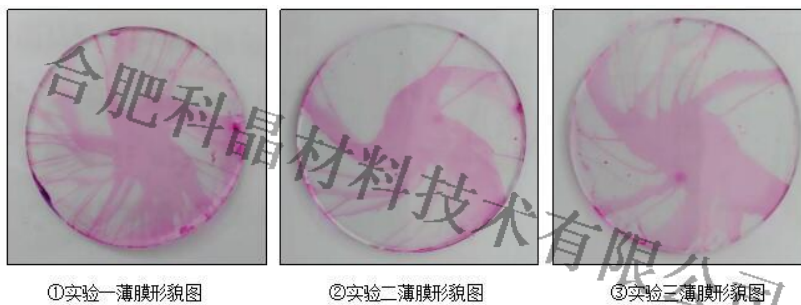
将未经任何处理的玻璃基片放到旋转涂膜机的真空吸盘上, 开启控制面板上 pump 键, 使旋转涂膜机的真空泵开始工作, 将基片吸附在真空吸盘上, 样品固定后如图二所示, 盖上旋转涂膜机上盖, 防止旋转过程中飞片后伤人。将移液枪插入旋转涂膜机上盖的对心工具中, 准备涂膜。按控制面板上 Run 键, 使设备开始运行, 当真空吸盘旋转起来时将高锰酸钾溶液滴加一次在基片上, 使溶液在 500rpm 时在基片上进行一定的铺展, 当 Step1 结束, 浸入 Step 阶段时转速达到 2500rpm, 此时将剩余的溶液全部滴加到基片表面, 整个注液过程结束, 待机器停止运转后整个涂膜过程结束。关闭真空泵, 取下涂后的基片观察基片表面的薄膜形貌, 从图三①可见, 玻璃基片表面只有中心和周围少部分面积上有薄膜存在, 其余部位只零星覆盖少量的薄膜。说明未经处理的基片表面对液体的附着能力弱, 致使高锰酸钾溶液很难附着在玻璃基片表面。这是因为, 未经处理的玻璃基片表面会残留有脏物, 油污及离子等污染, 有这些污染物的存在就使薄膜溶液和基片很难直接接触, 这样就降低溶液的附着性, 使涂后的薄膜质量大大降低。

实验二、清水超声振动清洗

将杯中倒入一定量的清水, 水将玻璃片全部淹没, 然后将杯子放入 VGT-1620QTD 超声波清洗机中超声清洗 10min, 水温加热到 50℃。超声清洗结束后将玻璃片取出, 表面用酒精冲淋, 然后用 SKCS-1 吹干机将玻璃片吹干, 吹干后的玻璃片放到 VTC-100 真空旋转涂膜机的真空吸盘上, 开启真空泵将玻璃基片固定, 然后重复实验一的操作过程, 涂膜过程结束后观察涂后的薄膜, 从图三②可见, 与未经任何处理的基片涂后的薄膜相比, 经过清水处理的基片表面的薄膜状态并没有太多改善。

实验三、酒精超声振动清洗

将清水换成酒精溶液再对基片进行超声清洗 10min, 温度为 50℃。超声清洗结束后将玻璃片取出, 表面用酒精冲淋, 然后用 SKCS-1 吹干机将玻璃片吹干, 吹干后的玻璃片放到 VTC-100 真空旋转涂膜机的真空吸盘上, 开启真空泵将玻璃基片固定, 重复实验一的操作步骤, 旋涂结束后观察基片表面的薄膜形貌, 从图三③可见与实验一和实验二相比实验三涂后的薄膜表面状况改善状况亦不明显。



图三 未经等离子清洗的基片上的薄膜形貌图

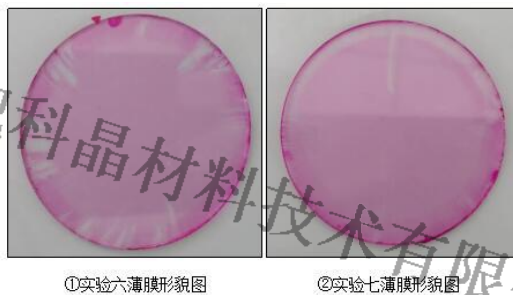
通过以上三个实验可见,进行旋转涂膜前若不进行处理或只进行简单的超声清洗,不能在基片表面涂出完整的均匀的薄膜。因此应对基片表面进行更深层次的清洗。

实验四、清水超声振动清洗—等离子清洗

将基片在 50℃ 清水中用超声清洗 10min 后用酒精冲淋,再用 SKCS-1 吹干机将玻璃片吹干,吹干后将基片放入 PCE-6 等离子清洗仪中再清洗 10min,从而清除样品表面残留的离子级别的污物,并改善玻璃片表面的亲水性。将经等离子清洗后的基片固定到 VTC-100 真空旋转涂膜机上进行涂膜,涂后的薄膜如图四①所示,与前三个实验相比经等离子清洗后的玻璃基片表面旋涂的薄膜质量有了明显的提高,基片表面绝大多数面积都涂上了一层薄膜,但用肉眼观察,薄膜的均匀性欠佳,说明薄膜表面虽然亲水性有了明显的改善,但是洁净程度还不达标。

实验五、酒精超声振动清洗—等离子清洗

将实验四中的清水换成酒精之后,其它的处理方式与实验四相同,涂后的薄膜如图四②所示,可见,虽然整个玻璃片表面未完全涂上薄膜,但薄膜厚度均匀性有了明显的改善。说明用酒精超声清洗+等离子清洗的玻璃基片表面的洁净程度相比与用水超声波清洗+等离子清洗的基片要高一些。



图四 经等离子清洗的基片表面薄膜形貌图

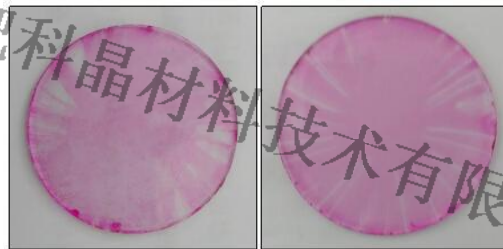
实验六、洗洁精清洗—清水超声振动清洗—等离子清洗

在实验四的实验过程的基础上,在进行清水超声清洗前用洗洁精先对玻璃基片表面进行脏物和油污的清洗,清洗干净后用清水将基片表面的洗洁精冲洗干净,然后按实验四的步骤进行实验。实验结束后观察玻璃基片表面的薄膜状态,从图五①可见,薄膜的面积有小幅度的增加,薄膜厚度均匀性也较好。说明最开始的洗洁精清洗能去除绝大多数肉眼可见的脏物和油污,该清洗过程十分必要。

实验七、洗洁精清洗—酒精超声振动清洗—等离子清洗

将实验六中的清水换成酒精后,再按实验六的实验步骤进行实验,旋转涂膜后的玻璃基片表面的薄膜形貌如图五②所示,可见,整个玻璃基片表面几乎全部覆盖上薄膜,肉眼观察玻璃片边缘处薄膜厚度不均匀,中心位置薄膜均匀性很好,

与以上实验进行对比可见，用洗洁精清洗干净的玻璃基片，再用酒精进行超声清洗，酒精可溶解玻璃基片表面残留的有机物分子，且能去除基片表面的分子级别的残留物，再经等离子清洗去除玻璃基片表面离子级别的污物，同时改善基片表面的亲水性，因此可以涂出相对较好的薄膜。



图五 经洗洁精清洗后的基片表面的薄膜形貌图

实验八、洗洁精清洗—酒精超声振动清洗—去离子水超声振动清洗—等离子清洗

与实验七相比实验八主要步骤是先用洗洁精清洗基片，去除基片表面的大块脏物和油污，由于洗洁精属于有机溶剂，因此再用酒精超声波清洗，使玻璃基片表面残留的有机溶剂溶解在酒精当中，超声清洗后用酒精冲淋基片表面，再用去离子水冲淋基片表面，然后将基片放入去离子水中再进行 10min 的超声振动清洗，使基片表面残留的离子污染物部分溶解到去离子水当中，去离子水超声清洗后再用酒精冲淋样品表面，然后用 SKCS-1 吹干机将玻璃片吹干，放到 PCE-6 等离子清洗仪中进行等离子清洗，清洗后的玻璃基片再固定到 VTC-100 真空旋转涂膜机上进行涂膜，从图六可见玻璃基片表面旋涂上一层完整均匀的薄膜，说明实验八中的 4 步清洗对玻璃基片表面的大分子污染物清洗，小分子残留物，离子残留物清洗的较彻底，对旋涂后薄膜的质量起到决定性的作用。



图六 经去离子水清洗后的基片表面薄膜形貌图

需要注意的是每次超声清洗后取出的样品都要用酒精冲淋一下，去除玻璃基片表面的杂物，然后再进行下一步处理。

实验结论：

通过将实验一至实验八进行对比可以得出结论，在进行旋转涂膜时，基片清洗的好坏直接影响涂后薄膜的质量。在进行清洗时只清洗表面的污物和油脂是远远不够的，还应去除表面残留的离子污染物，并改善基片表面的亲水性，改善薄膜材料在基片表面的粘附性，这样才能得到质量较好的薄膜。

针对不同的薄膜样品需使用不同的工艺进行清洗，可以在等离子清洗机中通入不同的气体进行清洗。本实验较彻底的清洗玻璃基片的步骤为：洗洁精清洗+酒精超声振动清洗+去离子水超声清洗+等离子清洗。