

实验 35 真空热蒸发镀膜

真空镀膜技术广泛应用于生产和科研工作中,在现代高科技中的位置越来越重要。本实验通过利用电阻加热蒸发的方法镀高反射三层介质膜 $\text{ZnS}/\text{MgF}_2/\text{ZnS}$, 让学生了解真空热蒸发镀膜的基本原理和方法。

【思考题】

1. 机械泵能抽到的极限真空是多少?
2. 油扩散泵工作时对真空度有要求吗?

【引言】

100 多年前,人们在辉光放电管壁上首先观察到了溅射的金属薄膜。根据这一现象,人们后来逐步发展起一种制备薄膜的方法,即真空镀膜,包括热蒸发镀膜和溅射镀膜。1877 年,人们已把真空溅射镀膜技术用于镜子的生产。1939 年,德国肖特(O. Schott)等人用真空热蒸发方法淀积出第一个窄带 Fabry-perot 型介质薄膜干涉滤光片。目前,真空镀膜技术已经广泛应用于光学、磁学、半导体物理学、微电子学以及激光技术等领域。在光学方面,高反膜、增透膜以及介质薄膜滤光等的研究与应用,已使薄膜光学成为近代光学的一个重要分支;在微电子学方面,电子器件中用的薄膜电阻,特别是平面型晶体管和超大规模集成电路,也有赖于薄膜技术来制造;硬质保护膜可使各种经常磨损的器件表面硬化,大大增强耐磨程度;磁性薄膜在信息存储领域占有重要地位。因此,真空镀膜技术广泛应用于工业生产和科学研究中,在现代高科技中的位置越来越重要。本实验通过利用电阻加热蒸发镀高反射三层介质膜 $\text{ZnS}/\text{MgF}_2/\text{ZnS}$, 让学生了解真空镀膜的基本原理和方法。

【实验原理】

真空镀膜中常用的方法是真空热蒸发和离子溅射。真空热蒸发镀膜是在真空度不低于 10^{-2} Pa 的环境中,把要蒸发的材料用电阻加热或电子轰击加热等方法加热到一定温度,使材料中分子或原子的热振动能量有可能超过表面的束缚能,从而使大量分子或原子蒸发或升华,并直接淀积在基片上形成薄膜。离子溅射镀膜是利用气体放电产生的正离子在电场的作用下高速轰击作为阴极的靶,使靶材中的原子或分子逸出而淀积到基片的表面,形成所需要的薄膜。

真空热蒸发镀膜中最常用的是电阻加热法。其优点是加热源的结构简单,造价低廉,操作方便,缺点是不适用于难熔金属和耐高温的介质材料。电子束加热和激光加热则能克服

电阻加热的缺点。电子束加热是利用聚焦电子束直接对材料加热,电子束的动能变成热能,使材料蒸发。激光加热是利用大功率的激光作为加热源。由于大功率激光器的造价很高,目前只能在少数研究实验室使用。

溅射技术与真空热蒸发技术有所不同。“溅射”是指带电荷的有一定能量的粒子轰击固体表面(靶),使固体原子或分子从表面射出的现象。射出的粒子大多呈原子状态,常称为溅射原子。用于轰击靶的溅射粒子可以是离子或中性粒子。因为离子在电场下易于加速获得所需动能,因此大都采用离子作为轰击粒子。溅射过程建立在辉光放电的基础之上,即溅射离子都来源于气体放电。不同的溅射技术所采用的辉光放电方式有所不同。直流二极溅射利用的是直流辉光放电;三极溅射是利用热阴极支持的辉光放电;射频溅射是利用射频辉光放电;磁控溅射是利用环状磁场控制下的辉光放电。

溅射镀膜与真空热蒸发镀膜相比,有许多优点。例如,几乎任何固体物质均可以溅射,尤其是高熔点、低蒸气压元素和化合物;溅射膜与基板之间的附着性好;薄膜密度高;膜厚可控性和重复性好等。缺点是设备比较复杂,需要氩气和其他气体装置。此外,将热蒸发法与溅射法相结合,即为离子镀。这种方法的优点是,得到的膜与基板间有极强的附着力,有较高的淀积速率,膜的密度高。有关电子束蒸发、激光加热蒸发及磁控溅射镀膜的原理,可以参考真空科学与技术方面的书籍。

本实验采用真空热蒸发镀膜。在真空热蒸发镀膜中,为了使薄膜有较高的质量,必须考虑如下因素。

1. 真空度对热蒸发的影响

为了使已蒸发分子顺利到达基片表面,必须尽可能减少与气体分子碰撞的机会,即应增大真空室中气体分子的平均自由程 L ,其表达式为

$$L = kT / (2^{1/2} \pi \sigma^2 p) \quad (35.1)$$

式中, k 是玻耳兹曼常数, T 为绝对温度, σ 为气体分子的有效直径, p 为气体压强。由此可知,压强 p 越小,气体分子的平均自由程越大。空气分子的有效直径为 3.7 \AA ,温度为 20°C 时,按上式可得

$$L = 5 \times 10^{-3} / p \quad (35.2)$$

式中, p 的单位是 Torr, L 的单位是 cm。当 $p = 10^{-3} \text{ Torr}$ 时, $L = 5 \text{ cm}$; 当 $p = 10^{-5} \text{ Torr}$ 时, $L = 500 \text{ cm}$ 。图 35.1 表示分子在迁移途中发生碰撞的百分数与实际路程对平均自由程之比的关系曲线。由图可看出,当平均自由程等于蒸发源到基片的距离 h 时, $L = h$, 有 63% 的分子在途中发生碰撞; 当平均自由程 10 倍于蒸发源到基片的距离时, $L = 10h$, 只有 9% 的分子发生了碰撞。一般蒸发源到基片的距离是 30 cm 左右, $h \approx 30 \text{ cm}$, 而常用的蒸发压强为 10^{-5} Torr , $L = 500 \text{ cm}$, 这时平均自由程与蒸发源到基片的距离相比大得多。

2. 蒸发物质和基片的放置

在制备薄膜时,一般要求在基片上形成一个分布均匀的膜层,均匀性不好会造成膜的某些特征随表面位置而变化。在实验中,使用平面钨舟蒸发源,其布置如图 35.2 所示。当载盘绕轴 OO' 旋转时,置于盘上点 P 处的基片上所形成的膜厚,等于静止时的载盘上沿以旋转轴为中心的相应圆环上各处膜层厚度的平均值。当蒸发源离转轴 OO' 的距离 $R = 15.24 \text{ cm}$,

蒸发源离基片的距离 $h = 28.96 \text{ cm}$ 时, 在中心 O' 处, $r = 0$, 相对膜厚 $t/t_0 = 1$ 。 t 为以 r 为半径的圆上任一点的膜厚, 而 t_0 为转盘中心处的膜厚。当 $r = 4 \text{ cm}$ 时, $t/t_0 = 0.98$; 当 $r = 8 \text{ cm}$ 时, $t/t_0 = 0.95$; 当 $r = 12 \text{ cm}$ 时, $t/t_0 = 0.88$; r 越大, t/t_0 就越小。由此可知, 整个载盘中心部分的膜厚分布比较均匀。因此, 在实验中同一批试件应尽可能靠近中央, 这样试件的均匀性就比较一致。

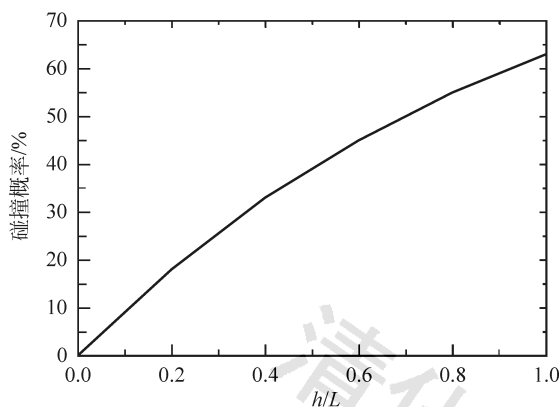


图 35.1 分子在运动过程中发生的碰撞概率与 h/L 的关系

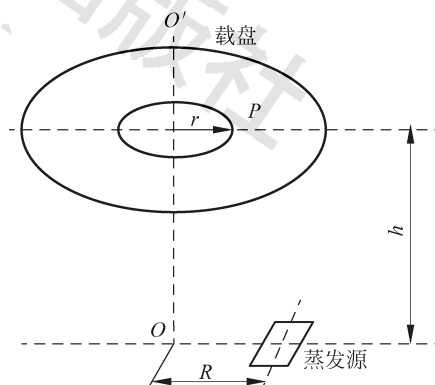


图 35.2 蒸发源与基片的几何位置

3. 蒸发物质的加热

如果蒸发物质的分子在蒸发后立即飞出去, 并不回到原来的物质上, 那么蒸发的速率 G (单位面积、单位时间飞出去的蒸发物质) 可由下式决定

$$G = 0.058p \left(\frac{M}{T} \right)^{1/2} (\text{g} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}) \quad (35.3)$$

式中, p 为蒸发物质在温度 T 时的气压, 单位为 Torr; M 为蒸发物质的克分子量; T 为蒸发物质温度, 单位为 K。由上式可知, 蒸发物质的温度决定着蒸发速率的大小。虽然蒸发速率对镀膜层晶粒大小的影响不是很显著, 但固体物质受热过程中将发生的放气现象会造成镀膜室内的压强上升, 并且使膜层粗糙, 牢固性差, 且含有较多杂质。因此, 要把蒸发物质加热的过程分成两段进行, 先在一定的真空度下使蒸发物质温度略高于熔点做“预熔释气”。从开始加热至“预熔释气”过程要用挡板将待镀基片与蒸发源隔开, 待真空度达到要求后移开挡板, 再提高蒸发物质的加热温度, 做正式蒸镀。

4. 基片的表面清洁度和温度

这是影响膜层结构和牢固性的重要因素, 即使最微量的沾污也可能完全改变薄膜的特性, 因此镀膜前的基片必须经过严格的清洗、烘干方能使用。操作过程要戴手套, 用不锈钢镊子夹放。基片放入镀膜室以后, 在蒸镀之前还要进行离子轰击, 进行最后一次清洗。为了提高基片与蒸镀膜之间的结合力, 并改善薄膜的结构与性质, 一般要将基片加热, 使薄膜蒸镀在一定温度的热基片上。

5. 介质膜的光学性质

首先研究一下光在两种介质交界面上反射的特点。如图 35.3 所示,入射光和反射光的电矢量分别为 E 和 E' ,表示为 $E = A \cos(\omega t + \delta)$, $E' = A' \cos(\omega + \delta')$ 。由菲涅尔公式很容易求出光垂直于介质界面入射时,光的反射率与两种介质折射率的关系。先讨论入射光的电矢量垂直于入射面的情况。根据菲涅尔公式有

$$\frac{A'}{A} = -\frac{\sin(\varphi_1 - \varphi_2)}{\sin(\varphi_1 + \varphi_2)} \quad (35.4)$$

反射率为

$$R = \left(\frac{A'}{A}\right)^2 = \frac{\sin^2(\varphi_1 - \varphi_2)}{\sin^2(\varphi_1 + \varphi_2)} \quad (35.5)$$

已知入射光方向垂直于交界面, $\varphi_1 = \varphi_2 = 0$,可考虑 φ_1, φ_2 趋近于零的情况, $\sin(\varphi_1 + \varphi_2) = \varphi_1 + \varphi_2$ 代入式(35.5),有

$$R = \left(\frac{n_2 - n_1}{n_2 + n_1}\right)^2 \quad (35.6)$$

式中, n_1, n_2 分别为介质 1、介质 2 的折射率。对于入射光线的电矢量平行于入射面的情况,以及一般自然光的情况,利用菲涅尔公式也可得到与式(35.6)相同的结果。

表 35.1 几种常用介质的折射率 n

介质	空气	玻璃	水	ZnS	MgF ₂	SiO ₂
n	1	1.5	1.3	2.4	1.35	1.46

如表 35.1 所示,当光从空气射到玻璃上时, $n_1 = 1, n_2 = 1.5, R = 4\%$; 而光在水的表面反射时, $R = 1.7\%$,所以光在玻璃表面反射成像时比在水面上的清晰。由此也可看出,要镀制反射率为 98% 以上的反射镜,只要找到一种 n 很大的材料即可。但是,实际上对非金属材料来说,在可见光范围内折射率没有大于 3 的,所以单纯利用介质的光学性质,要达到高反射率是不可能的。

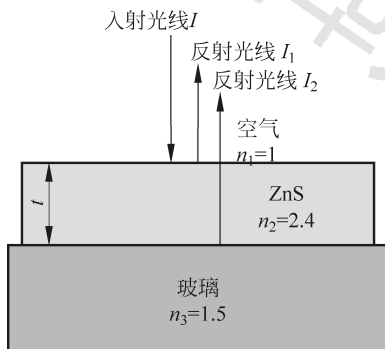


图 35.4 光在镀有 ZnS 薄膜的玻璃表面上的反射

5.1 单层膜对光的反射和透射

由于不能利用介质本身光学性质获得高反射率,促使人们进一步研究,并发现光的波动性可以改变光在介质表面的反射情况,即选用光的薄膜干涉特点来制作高反射镜。如果在玻璃片上镀一层厚度为 t 的硫化锌薄膜,由于硫化锌对可见光是透明的,当波长为 λ 的光线 I 垂直入射时,将在两个交界面上分别产生反射光 I_1 和 I_2 ,如图 35.4 所示。由于硫化锌薄膜很薄(一般在几百埃或一千多埃), I_1 和 I_2 之间要发生干涉,即当二者之间相位差 $\Delta a = 2m\pi (m = 0, 1, 2, \dots)$ 时,总的反射光最强。当相位差 $\Delta a = 2(m + 1)\pi (m =$

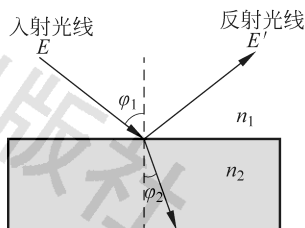


图 35.3 光的反射与折射

0, 1, 2, ...) 时, 总的反射光最弱。造成二者之间位相差的因素有两个: 一是在交界面上, 光由光疏介质进入光密介质时, 反射光要产生半波损失。 I_1 是在空气($n_1=1$)与硫化锌($n_2=2.4$)交界面上的反射, 有半波损失 $\Delta a_1=\pi$; 二是光在介质中所走距离不同, 造成二者的光程差为 $2n_2t$ (t 为薄膜厚度), 相应的相位差为

$$\Delta a_2 = \frac{2\pi}{\lambda} \times 2n_2t \quad (35.7)$$

当设法使硫化锌的厚度 t 满足 $n_2t=\lambda/4$ 时, 因 I_1 在界面上有半波损失, $\Delta a_1=\pi$, 而 I_2 无半波损失, 但多走了 $2\times\lambda/4$ 的光程, 根据式(35.7), $\Delta a_2=\pi$ 。所以二者正好相位相同, 因而反射最大, 透射最小。当使硫化锌的厚度 t 满足 $n_2t=\lambda/2$ 时, I_1 有半波损失, 而 $\Delta a_2=2\pi$, 所以二者的相位差为 π , 故反射光最弱, 透射光最强。膜层光学厚度从 $\lambda/4$ 变为 $\lambda/2$ 时, 反射光强度从最强变为最弱。以上讨论说明: 膜层光学厚度不同, 反射光(或透射光)的强度也不同。当膜层光学厚度为 $0, \lambda/4, 2\lambda/4, 3\lambda/4, \dots$ 时, 光强出现极值。

前面讨论的是硫化锌薄膜。实际上这个结论可推广到一般光学薄膜。同时考虑到折射率和位相差的影响, 可以画出一组反射率与薄膜光学厚度的关系曲线, 如图 35.5 所示。从图中可以看出:

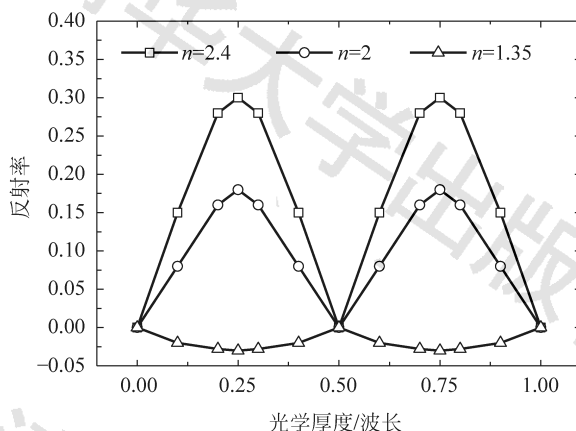


图 35.5 在玻璃衬底上生长的单层薄膜的反射率与薄膜光学厚度的关系

(1) 无论折射率 n_2 是多大, 当光学厚度是 $\lambda/4$ 的整数倍时, 反射率出现极值。极值的大小与折射率有关。对于同样的 n_1 和 n_3 , 例如在玻璃上镀以 n_2 的介质膜, 且另一侧是空气, 则 n_2 越大, $\lambda/4$ 厚度时的反射率也越大。所以要制作高反射率的镜子应选择折射率大的介质。

(2) 随着 n_2 减小, 极值的峰值下降。在 $n_2=1.5$ 时, 反射率成一恒量。当薄膜的折射率与玻璃的折射率相近时, 例如石英(SiO_2)薄膜, 不能用该方法原位检测薄膜厚度的变化。 n_2 再减小, 则反射率极值由极大变为极小, 这就是增透膜。例如在玻璃上镀一层氟化镁($n_2=1.35$, 比玻璃的小), 则反射率下降, 即氟化镁薄膜起了增透作用。增透膜在光学仪器中有广泛应用, 例如, 在照相机镜头和潜望镜的镜头上都镀有增透膜。

5.2 多层介质膜原理

实验表明, 即使利用干涉现象, 镀单层介质膜, 例如在玻璃上镀一层光学厚度为 $\lambda/4$ 的硫化锌, 反射率只能达到 30% 左右, 如图 35.5 所示, 仍然满足不了高反射率的要求。为了

实现更高的反射率,可以采用镀多层介质膜的方法。例如,在玻璃基片上先镀上一层硫化锌(n_2),再镀上一层氟化镁(n_3),使它们的光学厚度各为 $\lambda/4$,反复交替地镀,就可以使镜面的反射率达到一定的要求。

以一个三层膜系来分析多层膜的性质,如图 35.6 所示。设三层膜中每层的光学厚度为 $\lambda/4$,入射光的波长为 λ ,在界面 1、2、3、4 上均有反射光,分别设为 I_1 、 I_2 、 I_3 、 I_4 。在界面 1 上,由于 $n_1 < n_2$, I_1 有半波损失。在界面 2 上, $n_2 > n_3$,没有半波损失,但 I_2 比 I_1 多走了 $\lambda/2$ 的光程。在界面 3 上, $n_3 < n_2$,有半波损失,同时 I_3 比 I_1 多走了 λ 的光程。在界面 4 上, $n_2 > n_4$,没有半波损失,但 I_4 比 I_1 多走了 $3\lambda/2$ 的光程。这样, $I_1 \sim I_4$ 都是同相位的,所以它们互相加强,增加了反射率, R 可达到 63.2%。如果是 5 层,则 $R = 83\%$,13 层可达 99.6%,这样透射光就极其微弱了。

关于多层介质膜原理,可以归纳为如下几点:

(1) 由于没有 $n > 3$ 的介质,可利用光的干涉来增加反射率。用多层膜增加反射率的原理在于制造多个反射面,使每个面反射的光都有相同相位,总反射光因此而加强,透射光也就减弱了。为了简单表示,以 H 代表高折射率层,L 代表低折射率层,一个多层介质膜组合可以用下面的符号代表

$$A/H L H L H L H L H L H L H/G \quad (35.8)$$

此符号代表一个 13 层的多层介质膜,A 代表空气,G 代表玻璃。每层介质膜光学厚度均为 $\lambda/4$ 。

(2) 根据透射光强弱的变化,可以原位监测镀膜过程中的膜层厚度。例如,要使膜层的光学厚度为 $\lambda/4$,只要使透射光出现第一个极值即可。

(3) 多层介质膜反射率的计算较为复杂,只写出它的近似结果。在式(35.8)表示的多层膜系的情况下,如用 N 表示 HL 的组数,那么 $2N+1$ 层多层介质膜在波长 λ 处的反射率为

$$\begin{cases} R_{2N+1} = [(1-X)/(1+X)]^2 \\ X = (n_2/n_1)(n_2/n_0)(n_2/n_3)^{2N} \end{cases} \quad (35.9)$$

其中, n_1 为空气折射率, n_2 为高折射率层的折射率, n_3 为低折射率层的折射率, n_0 为基片折射率。注意层数与 HL 的组数 N 之间的关系,如 13 层时, $N=6$ 。

由式(35.9)可见, N 越大,反射率越大,要得到高反射率,应增加膜层数目。另外,两种介质折射率差值越大, R 也越大。这主要是因为折射率差值大,每个界面的反射率就大,所以总的反射率也增大。目前,用硫化锌、氟化镁多层膜作为氦-氖激光器的全反射镜时,一般是 17 层,也有用 19 层的。

在实际应用中,往往要求膜系在一定的波长范围内具有高反射特性。图 35.7 表示硫化锌/氟化镁多层膜的透射率与波长的关系。样品的总膜层数为 11 层,薄膜的制备是在绿光

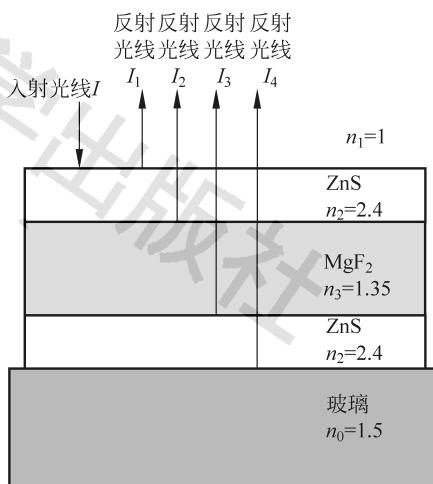


图 35.6 光在镀有 ZnS/MgF₂/ZnS 三层薄膜的玻璃表面上的反射

(波长 $\lambda = 546 \text{ nm}$) 检测下完成的。由图 35.7 可见, 在波长 546 nm 附近的一定波长范围内有一高反射率带, 带中心在 546 nm 。

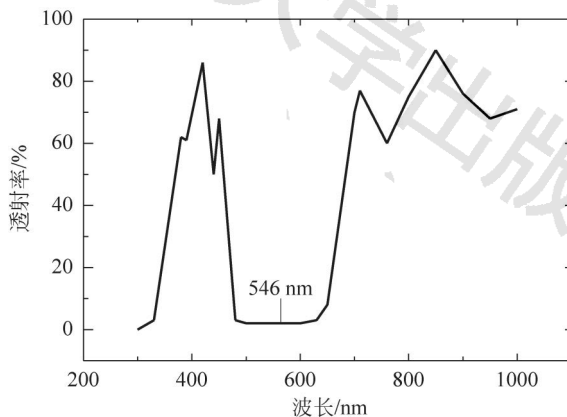


图 35.7 ZnS/MgF₂ 多层膜的透射率与波长的关系

5.3 膜厚的监测

准确地控制膜厚是制备多层介质膜的关键。一般膜层厚度的允许误差最好是小于 2%, 偶尔允许到 5%。本实验采用极值法进行膜厚监控, 监控片(比较片)置于可旋转的基片载盘中央。根据图 35.5 所示, 当薄膜的光学厚度依次为 $\lambda/4$ 的整数倍时, 薄膜的反射率(或透射率)出现极值, 即薄膜的反射率与透射率随膜厚呈周期性变化。利用单色仪将控制波长选定后, 将通过比较片的光信号用光电倍增管检测, 并用放大器放大, 再用微安表显示出来。显然, 接收的电信号正比于光强, 因而电信号的大小将随膜厚的变化呈正弦规律改变。电信号从每个极大变到极小所对应的光学膜厚变化为 $\lambda/4$, 实际薄膜厚度为 $\lambda/4n$, n 为薄膜材料的折射率。反之, 电信号从每个极小变到极大所对应的光学膜厚变化也是 $\lambda/4$ 。

5.4 镀膜材料的性质

在镀介质膜时, 常用的材料有硫化锌、氟化镁、冰晶石、氧化锆、二氧化硅等, 这里只介绍前两种。

(1) 硫化锌: 折射率为 2.35, 熔点为 1830°C , 升华温度为 1000°C 。可用钼舟蒸发, 因为金属 Mo 的熔点为 2610°C 。硫化锌常被用来镀制多层滤光片, 缺点是膜不很牢固。在实际工作中, 为了增加硫化锌的硬度及增加与基底的结合力, 在镀制时可将基片加热到 150°C , 同时用离子轰击清洗基片。

(2) 氟化镁: 折射率为 1.35, 熔点为 1263°C , 被广泛用来镀制增透膜。氟化镁可用钼舟蒸发。为了使氟化镁薄膜具有耐久性, 蒸发时要将基片加热至 200°C 左右。在蒸发氟化镁时, 可能遇到的困难是膜料从舟中飞喷出来, 所以要选用纯度高的膜料。同时在加热过程中先预热几分钟让钼舟微红, 然后再加大电流使膜料开始蒸发, 这样可减少氟化镁颗粒爆溅。

【实验仪器】

1. 高真空镀膜机

高真空镀膜机一般由以下几部分组成: 高真空镀膜工作室; 真空系统; 提升机构; 光

学测量系统；电气控制与安全保护系统。图 35.8 为一种高真空镀膜机的工作室与高真空系统示意图。

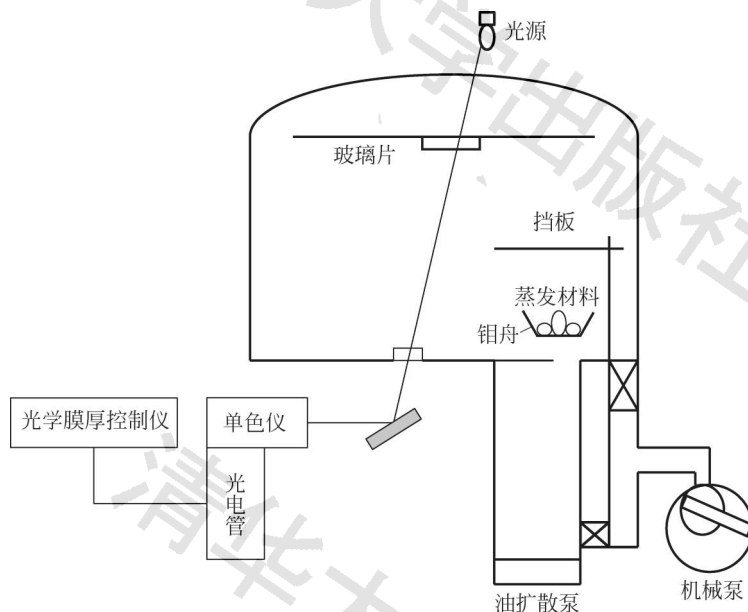


图 35.8 高真空镀膜机示意图

1.1 高真空镀膜工作室

(1) 离子轰击电极。当真空度达到 10 Pa 时,要用离子轰击(辉光放电)对基片表面做最后一次清洗,离子轰击的时间为 $5\sim 10\text{ min}$,使基片表面上少许残留污物被轰击去掉,增加膜层与基片表面的附着力,提高膜层的机械强度。

(2) 电阻加热电极。可加热蒸发各种非难熔的金属与非金属材料。电极用橡胶圈与真空室底板密封,为了防止在蒸发时电极过热致使密封破坏,对电极通水冷却。电阻加热元件用高熔点的金属钨片制成舟状,蒸发材料 MgF_2 和 ZnS 置于舟内。

(3) 转动挡板。当被蒸发的金属或非金属加热预熔时,可将挡板置于蒸发源上方,以防止材料中的杂质淀积到基片表面。另外当薄膜达到所需厚度时,也可使用挡板,以控制膜层厚度。挡板是通过台面上的手轮来操纵的。

(4) 旋转工件架。为了获得厚度均匀分布的膜层,工件架可以做 $20\sim 80\text{ r/min}$ 的转动,由调压器实现调速。

(5) 烘烤热源。用于真空室内的烘烤除气及基片加热。本实验中采用碘钨灯加热,温度由调压器控制,烘烤温度一般控制在 200°C 左右。

1.2 提升机构

钟罩的升降采用电动机拖动来实现。钟罩升起后可绕立柱旋转,以方便操作。钟罩与底板的相对位置在立柱与转轴上有刻线指示,钟罩下降前必须将刻线对准,以免钟罩下降时位置不正,与镀膜室零件相碰而损坏机件,甚至钟罩被顶住而脱落,造成重大事故。

2. 膜厚控制仪

蒸镀时薄膜的厚度通过膜厚控制仪用极值法监测,如图 35.8 所示。使用时应注意:

①开机后预热 20min,然后先开灯泡电源开关,镀膜机顶部灯变亮,再开光电倍增管电源开关。②蒸发开始,先蒸镀第一层硫化锌,当膜层的光学厚度达到四分之一波长时,信号将达到最小。这时,在发现指针停止和回升的一瞬间,立即把电流调至 0,停止蒸发。在蒸发第二层氟化镁时,信号增大,在发现指针停止和下降的一瞬间,把电流调至 0,即停止蒸发。镀第三层硫化锌,与镀第一层硫化锌类似。

【实验方法】

用给定的材料 ZnS 和 MgF_2 制备 546 nm 3 层($\text{ZnS}/\text{MgF}_2/\text{ZnS}$)高反膜。

1. 动手操作之前,必须反复参照讲义及有关资料,熟悉镀膜机和有关仪器设备的各主要部件的位置及功能,了解它们的操作步骤与注意事项等。拟出实验方案和实验步骤要点,说明哪些地方应特别小心。实验过程中以列表形式详细记录每一操作的时间、操作内容、观察到的现象以及对现象的合理解释。

2. 清洗基片。戴上手套,用镊子夹住小块纱布,用酒精(乙醇)擦洗基片。用洗耳球吹干,盖在皿内备用。整个过程中不能用手和基片直接接触。

3. 镀膜工作室的清理与准备。钟罩内先通大气,注意充气时间必须足够长(大于 2 min)。然后升起钟罩,用吸尘器清理内部,必要时用纱布和酒精擦洗。用镊子将基片放好,放入适量的蒸发材料。用纱布认真擦干净钟罩底座上的橡皮垫圈,然后降下钟罩。注意,凡是真空室内的一切物件,不要用手直接触摸,应该戴上干净手套操作。

4. 开机械泵,分别对油扩散泵和镀膜工作室(钟罩)抽低真空。

5. 接通冷却水,接通油扩散泵加热电源。对油扩散泵加热 40 min 后,开“高真空阀”,对镀膜工作室进行高真空抽气。

6. 当真空度达 3×10^{-3} Pa 时,即可对蒸发材料进行预熔。转动挡板移至蒸发源上方。硫化锌和氟化镁用电阻加热蒸发。预熔后继续抽去预熔时放出的气体,待真空回到原来的状态后移开遮板,进行蒸发。膜厚通过膜厚控制仪用极值法监测。每层膜镀完后将电流调回零。

7. 全部镀完后,系统须在高真空下保持 10 min,然后关高真空阀,断开油扩散泵加热电源,维持机械泵对油扩散泵的抽气约 40 min。再对钟罩充气,取出样品薄膜。用机械泵对镀膜工作室抽低真空,最后关机械泵、冷却水及总电源。

8. 对样品的镀膜质量,如表面情况、均匀性、反射光和透射光的颜色等作出定性判断,并联系操作过程进行分析讨论。

9. 估算薄膜的厚度($d = \lambda/4n$, $\lambda = 546$ nm)。

【参考文献】

- [1] 程守洙,江之永. 普通物理学(第3册)[M]. 3版. 北京:人民教育出版社,1979.
- [2] 母国光,战元令. 光学[M]. 北京:人民教育出版社,1978.
- [3] 普尔克尔 H K. 玻璃镀膜[M]. 仲永安,等译. 北京:科学出版社,1988.
- [4] 林木欣,熊予莹,高长连,等. 近代物理实验教程[M]. 北京:科学出版社,1999.
- [5] 曲敬信,汪泓宏. 表面工程手册[M]. 北京:化学工业出版社,1998.

【附录】

真空热蒸发镀膜实验操作步骤

不同的真空镀膜机有不同的操作步骤。下面介绍的是北京仪器厂生的 DMD-450 型镀膜机的操作步骤。本仪器的操作步骤可分为 5 大部分,即准备样品、抽真空、热蒸发、膜厚监测、取样品。

1. 准备样品

1.1 准备基片

戴上手套,用镊子夹住小块纱布(或棉花),往上面滴几滴酒精(乙醇),擦洗玻璃基片的两面,用干纱布(或棉花)擦干,盖在皿内备用。整个过程中不能用手直接接触基片。

1.2 装样品

开总电源,低阀拉出,充气,钟罩内先通大气,充气时间必须足够长(大于 2 min)。听不到充气声音后钟罩升,用吸尘器清理内部,必要时用纱布酒精擦洗。用镊子将基片放到基片架上。放入适量的蒸发材料,要求分清 ZnS 和 MgF_2 各放在哪一个钼舟内。用纱布酒精认真擦干净钟罩底座上的橡皮垫圈,钟罩降,注意钟罩不能错位,立柱上的刻线务必要对准。

2. 抽真空

开机械泵,低阀推进抽油扩散泵 5 min,低阀拉出抽钟罩,开复合真空计电源。当钟罩内真空度为几帕时,低阀再次推进去,抽油扩散泵。开冷却水,开油扩散泵(油扩散泵红灯亮)等待 40 min。40 min 后,开高阀,开光源 1 和光源 2 开关,开光电流放大器电源,此时会有光电流显示。当真空度为 3×10^{-3} Pa 左右时,即可对蒸发材料进行预熔放气,转动挡板至蒸发源上方,共有蒸发电极为 10 V,确定要对哪种蒸发材料去气。对于 MgF_2 去气,调压器缓慢旋至 53 V,此时电流为 200 A,蒸发舟发红。

预熔去气时真空度会变差,待真空回升后,把调压器电压调至 0 V。把挡板移至 ZnS 上方,更换电极,对 ZnS 预熔气,调压器电压旋至 70 V,此时电流为 200 A,蒸发舟发红,待真空变好后,将挡板移开准备蒸发。

3. 热蒸发

共有电极为 10 V 挡,电极放在 ZnS 位置。把真空室内 ZnS 上方的挡板移开,逐渐增大调压器的电压,当电流表示显示的电流为 270 A 时, ZnS 开始蒸发出来,放大器电流读数逐渐减小,当 ZnS 光学膜厚达到 $\lambda/4$ 时,信号将达到最小。这时在发现指针停止和回升的一瞬间,把电流降至 0。把电极放在 MgF_2 位置,逐渐增大调压器电压,当电流是 270 A 时,开始蒸发 MgF_2 ,放大器信号增大,当 MgF_2 光学膜厚达 $\lambda/4$ 时,光电流将达最大。这时在发现指针停止和下降的一瞬间,把电流降至 0。如此反复下去,一直镀到设计的膜层数为止(一般镀 3 层, $\text{ZnS}/\text{MgF}_2/\text{ZnS}$)。

4. 膜厚监测

在镀膜机后面有灯泡电源和光电倍增管工作电源,把它们的电源打开后,钟罩上方的灯

泡亮。把光电流放大器前面板上的开关打开,电流表指针指示为 $90\ \mu\text{A}$ 。当基片上镀 ZnS 时,电流表指针会减小,当镀上 $\lambda/4$ 光学厚度的 ZnS 时,电流表示数最小。当接着镀上 MgF_2 时,电流表指针变大,当镀上 $\lambda/4$ 光学厚度的 MgF_2 时,电流表示数最大。依次镀下去,一直镀到设计的膜层数为止。

5. 取样品与关机

蒸镀结束后,等待 10 min,让钼舟的温度降下来。关油扩散泵(机械泵不能关),关光电流放大器电源,关灯泡电源和光电倍增管电源(光源 1 和光源 2),关高阀,再等待 40 min,让油扩散泵的温度降下来。低阀拉出,关机械泵,关复合真空计电源,再对钟罩充气 2 min,听不到充气声音后钟罩升,取出样品。钟罩降(注意钟罩不能错位),开机械泵抽 5 min,低阀推进,抽油扩散泵 5 min,拉出低阀,关机械泵,关总电源。

(侯清润)