

专题实验（二）：真空的获得和镀膜实验

真空镀膜，是指在真空中把蒸发源加热蒸发或用加速离子轰击溅射，沉积到基片固体表面形成单层或多层薄膜，使得固体表面具有耐磨损、耐高温、耐腐蚀、抗氧化、防辐射、导电、导磁、绝缘和装饰等许多优于固体材料本身的优越性能。

真空镀膜的历史最早可追溯到 19 世纪，1842 年英国的 Grove 和德国的 Plücker 相继在气体放电实验的辉光放电壁上观察到了溅射的金属薄膜，这就是真空镀膜的萌芽。但是，真正应用于研究的溅射设备直到 1877 年才初露端倪。迨后 70 年中，由于实验条件的限制，对溅射机理的认识长期处于模糊不清状态。所以，在 1950 年之前有关溅射薄膜特性的技术资料，多数是不可靠的。20 世纪中期，只是在化学活性极强的材料、贵金属材料、介质材料和难熔金属材料的薄膜制备工艺中采用溅射技术。1970 年后出现了磁控溅射技术，1975 年前后商品化的磁控溅射设备供应于世，大大地扩展了溅射技术应用的领域。到了 80 年代，真空镀膜技术方从实验室应用技术真正地步入实用化大量生产的应用领域。

目前，镀膜技术已在现代科学技术和工业生产中有着广泛的应用。例如，光学系统中使用的各种反射膜、增透膜、滤光片、分束镜、偏振镜等；电子器件中使用的薄膜电阻，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；在塑料、陶瓷、石膏和玻璃等非金属材料表面镀以金属膜具有良好的美化装饰效果，有些合金膜还起着保护层的作用；磁性薄膜具有记忆功能，在电子计算机中用作存储记录介质而占有重要地位。

【实验目的】

1. 了解真空技术的基本知识；
2. 掌握低、高真空的获得和测量的基本原理及方法；
3. 了解真空镀膜的基本知识；
4. 学习掌握蒸发镀膜的基本原理和方法；
5. 学习掌握利用椭圆偏振仪测量薄膜厚度。

【实验原理】

一、真空度与气体压强

压强低于一个标准大气压的稀薄气体空间称为真空。在真空状态下，由于气体稀薄，分子之间或分子与其它质点之间的碰撞次数减少，分子在一定时间内碰撞于固体表面上的次数亦相对减少，这导致其有一系列新的物化特性，诸如热传导与对流小，氧化作用少，气体污染小，汽化点低，高真空的绝缘性能好等诸多优点。真空技术是基本实验技术之一，真空技术在近代尖端科学领域，如表面科学、薄膜技术、空间科学、高能粒子加速器、微电子学、材料科学等工作中都占有关键地位，在工业生产也有着广泛的应用。

真空度是对气体稀薄程度的一种客观度量，单位体积中的气体分子数越少，表明真空度越高。由于气体分子密度不易度量，通常真空度用气体压强来表示，压强越低真空度越高。按照国际单位制(SI)，压强单位是牛顿/米²，称为帕斯卡，简称帕(Pa)。真空量度具备以下常用单位换算关系：

$$1 \text{ 标准大气压} = 760 \text{ mmHg} = 760 \text{ Torr}$$

$$1 \text{ 标准大气压} = 1.013 \times 10^5 \text{ Pa}$$

$$1 \text{ Torr} = 133.3 \text{ Pa}$$

按照气体空间的物理特性及真空技术应用特点，我们通常将真空划分为以下几个区域（见表1）：

表1 真空区域的划分及其特点和应用

真空区域	粗真空	低真空	高真空	超高真空	极高真空
范围 (Pa)	$10^5 \sim 10^3$	$10^3 \sim 10^{-1}$	$10^{-1} \sim 10^{-6}$	$10^{-6} \sim 10^{-12}$	$< 10^{-12}$
分子密度 (cm^{-3})	$10^{19} \sim 10^{17}$	$10^{17} \sim 10^{13}$	$10^{13} \sim 10^8$	$10^8 \sim 10^2$	$< 10^2$
平均自由层 (cm)	$10^{-5} \sim 10^{-3}$	$10^{-3} \sim 10$	$10 \sim 10^7$	$10^7 \sim 10^{12}$	$< 10^{12}$
距地高度 (Km)	14~30	30~90	90~440	440~20000	>20000
抽气系统	机械泵 吸附泵	机械泵 吸附泵	扩散泵 分子泵	分子泵 离子泵 低温泵	
测量仪器	U型管压差计	电阻真空计 热偶真空计	电离规 潘宁规	超高真空电离计	
应用举例	真空形成、真空浓缩、真空运输。	真空蒸馏、干燥、冷冻，真空焊接。	真空镀膜 、真空冶金、粒子加速器。	表面物理、热核反应、超导技术。	

二、真空的获得

用来获得真空的设备称为真空泵，真空泵按其工作机理可分为排气型和吸气型两大类。排气型真空泵是利用内部的各种压缩机构，将被抽容器中的气体压缩到排气口，而将气体排出泵体之外，如机械泵、扩散泵和分子泵等。吸气型真空泵则是在封闭的真空系统中，利用

各种表面（吸气剂）吸气的办法将被抽空间的气体分子长期吸着在吸气剂表面上，使被抽容器保持真空，如吸附泵、离子泵和低温泵等。真空泵的主要性能可由下列指标衡量：

- (1)、极限真空度：无负载（无被抽容器）时泵入口处可达到的最低压强（最高真空度）。
- (2)、抽气速率：在一定的温度与压力下，单位时间内泵从被抽容器抽出气体的体积，单位（升/秒）。
- (3)、启动压强：泵能够开始正常工作的最高压强。

1. 机械泵

机械泵是运用机械方法不断地改变泵内吸气空腔的容积，使被抽容器内气体的体积不断膨胀压缩从而获得真空的泵，机械泵的种类很多，目前常用的是旋片式机械泵。

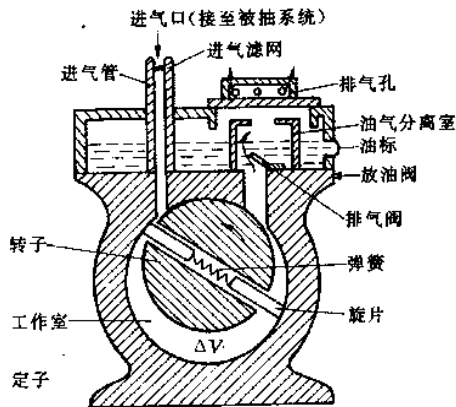


图 1. 旋片式机械泵结构

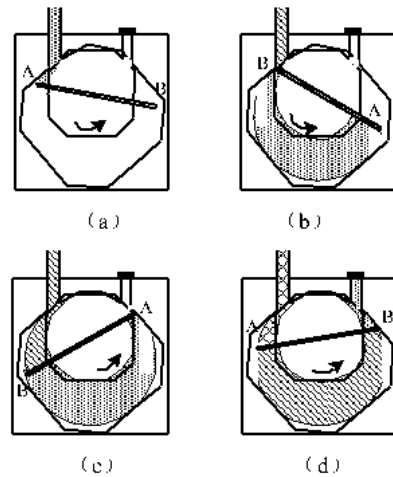


图 2. 旋片式机械泵工作原理

图 1 是旋片式机械泵的结构示意图，它是由一个定子和一个偏心转子构成。定子为一圆柱形空腔，空腔上装着进气管和出气阀门，转子顶端保持与空腔壁相接触，转子上开有槽，槽内安放了由弹簧连接的两个刮板。当转子旋转时，两刮板的顶端始终沿着空腔的内壁滑动。整个空腔放置在油箱内。工作时，转子带着旋片不断旋转，就有气体不断排出，完成抽气作用。旋片旋转时的几个典型位置如图 2 所示。当刮板 A 通过进气口（图 2 (a) 所示的位置）时开始吸气，随着刮板 A 的运动，吸气空间不断增大，到图 2 (b) 所示位置时达到最大。刮板继续运动，当刮板 A 运动到图 2 (c) 所示位置时，开始压缩气体，压缩到压强大于一个大气压时，排气阀门自动打开，气体被排到大气中，如图 2 (d) 所示。之后就进入下一个循环，整个泵体必须浸没在机械泵油中才能工作，泵油起着密封润滑和冷却的作用。

机械泵可在大气压下启动正常工作，其极限真空度可达 10^{-1}Pa ，它取决于：①定子空间中两空腔间的密封性，因为其中一空间为大气压，另一空间为极限压强，密封不好将直接影

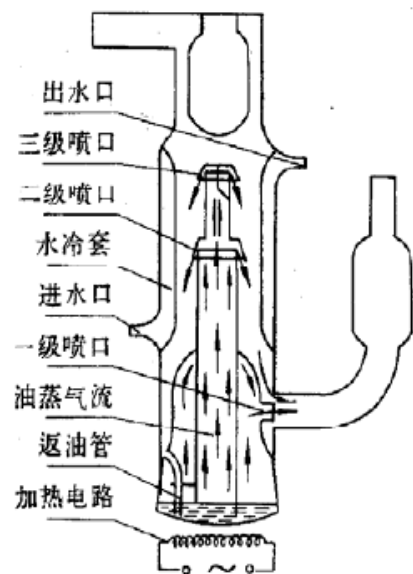
响极限压强；②排气口附近有一“死角”空间，在旋片移动时它不可能趋于无限小，因此不能有足够的压力去顶开排气阀门；③泵腔内密封油有一定的蒸汽压（室温时约为 10^{-1} Pa）。

旋片式机械泵使用时必须注意以下几点：

- (1)、启动前先检查油槽中的油液面是否达到规定的要求，机械泵转子转动方向与泵的规定方向是否符合（否则会把泵油压入真空系统）。
- (2)、机械泵停止工作时要立即让进气口与大气相通，以清除泵内外的压差，防止大气通过缝隙把泵内的油缓缓地倒压进被抽容器（“回油”现象）。这一操作一般都由与机械泵进气口上的电磁阀来完成，当泵停止工作时，电磁阀自动使泵的抽气口与真空系统隔绝，并使泵的抽气口接通大气。
- (3)、泵不宜长时间抽大气，否则因长时间大负荷工作会使泵体和电动机受损。

2. 扩散泵

扩散泵是利用气体扩散现象来抽气的，最早用来获得高真空的泵就是扩散泵，目前依然广泛使用。油扩散泵的工作原理不同于机械泵，其中没有转动和压缩部件。它的工作原理是通过电炉加热处于泵体下部的专用油，沸腾的油蒸汽沿着伞形喷口高速向上喷射，遇到顶部阻碍后沿着外周向下喷射，此过程中与气体分子发生碰撞，使得气体分子向泵体下部运动进入前级真空泵。扩散泵泵体通过冷却水降温，运动到下部的油蒸汽与冷的泵壁接触，又凝结为液体，循环蒸发。为了提高抽气效率，扩散泵通常由多级喷油口组成（3、4个），图3是一个具有三级喷嘴的扩散泵结构示意图，这样的泵也称为多级扩散泵。扩散泵具有极高的抽气速率，高速定向喷射



具有三级喷嘴的扩散泵结构示意图，这样的泵也称为多级扩散泵。扩散泵具有极高的抽气速率，高速定向喷射

图3. 油扩散泵结构示意图

的油分子在喷嘴出口处的蒸汽流中形成一低压，将扩散进入蒸汽流的气体分子带至泵口被前级泵抽走，而油蒸汽在到达泵壁后被冷却水套冷却后凝聚，返回泵底再被利用。由于射流具有工作过程高流速（200米/秒）、高密度、高分子量（300—500），故能有效地带走气体分子。

扩散泵不能单独使用，一般采用机械泵为前级泵，首先要利用机械泵将真空室的压强抽到小于1Pa后，方才启动扩散泵，因为在这一压强下，可以保证绝大部分气体分子以定向扩散形式进入高速蒸汽流。此外若扩散泵在较高空气压强下加热，会导致具有大分子结构的扩

散泵油分子的氧化或裂解，从而影响扩散泵的使用寿命。油扩散泵的极限真空度主要取决于油蒸气压和反扩散两部分，目前一般能达到 $10^{-5} \sim 10^{-7}$ Pa。

三、真空的测量

测量真空度的装置称为真空计。真空计的种类很多，根据气体产生的压强、气体的粘滞性、动量转换率、热导率、电离等原理可制成各种真空计。由于被测量的真空度范围很广，一般采用不同类型的真空计分别进行相应范围内真空度的测量。常用的有热耦真空计和电离真空计。

热耦真空计也叫热耦规，通常用来测量低真空，可测范围为 $10 \sim 10^{-1}$ Pa，它是利用低压下气体的热传导与压强成正比的特点制成的。电离真空计也叫电离规，是根据电子与气体分子碰撞产生电离电流随压强变化的原理制成的，测量范围为 $10^{-1} \sim 10^{-6}$ Pa。使用时特别注意，当压强高于 10^{-1} Pa 或系统突然漏气时，电离真空计中的灯丝会因高温很快被氧化烧毁，因此必须在真空度达到 10^{-1} Pa 以上时，才能开始使用电离真空计。

为了使用方便，常把热偶真空计和电离真空计组合成复合真空计。

四、蒸发镀膜

蒸发镀膜就是在真空中通过电流加热、电子束轰击加热和激光加热等方法，使薄膜材料蒸发成为原子或分子，它们随即以较大的自由程作直线运动，碰撞基片表面而凝结，形成一层薄膜。材料单位面积的质量蒸发速率由朗缪尔（Langmuir）导出的公式决定：

$$G \approx 4.37 \times 10^{-3} P_v \sqrt{\frac{M}{T}} (kg \cdot m^{-2} \cdot g^{-1}), \quad \backslash * MERGEFORMAT (1)$$

式中 M 为蒸发材料的摩尔质量， P_v 为蒸发材料的饱和蒸气压， T 为蒸发材料温度。材料的饱和蒸气压随温度的上升而迅速增大，温度变化 10%，饱和蒸气压就要变化约一个数量级。由此蒸发镀膜要求镀膜室内残余气体分子的平均自由程大于蒸发源到基片的距离，尽可能减少蒸发物的分子与气体分子碰撞的机会，这样才能保证薄膜纯净和牢固，蒸发物也不至于氧化。由分子动力学可知气体分子的平均自由程为：

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{\pi} \sigma^2 p}, \quad \backslash * MERGEFORMAT (2)$$

式中 k 为玻尔兹曼常量， T 为气体温度， σ 为气体分子有效直径， p 为气体压强。此式表明，气体分子的平均自由程与压强成反比，与温度成正比。在 25 °C 的空气情况下：

$$\lambda \approx \frac{6.6 \times 10^{-2}}{\rho} (m). \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT } (3)$$

对于蒸发源到基片的距离为 0.15~0.2 米的镀膜装置，镀膜室的真空度须在 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ 帕之间方能满足要求。蒸发镀膜时，薄膜材料被加热蒸发成为原子或分子，在一定的温度下，蒸发源温度的微小变化可引起蒸发速率的很大变化。因此，在蒸发镀膜过程中，要想控制蒸发速率，必须精确控制蒸发源的温度。

蒸发镀膜最常用的加热方法是电阻大电流加热，采用钨、钼、钽、铂等高熔点化学性能稳定的金属，做成适当形状的加热源，其上装入待蒸发材料，让电流通过，对蒸发材料进行直接加热蒸发，或者把待蒸发材料放入氧化铝、氮化硼或石墨等坩埚中进行间接加热蒸发。例如蒸镀铝膜，铝的熔点为 659°C ，到 1100°C 时开始迅速蒸发，常选用钨丝作为加热源，钨的熔化温度为 3380°C 。

在真空镀膜中，飞抵基片的气化原子或分子，除一部分被反射外，其余的被吸附在基片的表面上。被吸附的原子或分子在基片表面上进行扩散运动，一部分在运动中因相互碰撞而结聚成团，另一部分经过一段时间的滞留后，被蒸发而离开基片表面。聚团可能会与表面扩散原子或分子发生碰撞时捕获原子或分子而增大，也可能因单个原子或分子脱离而变小。当聚团增大到一定程度时，便会形成稳定的核，核再捕获到飞抵的原子或分子，或在基片表面进行扩散运动的原子或分子就会生长。在生长过程中核与核合成而形成网络结构，网络被填充即生成连续的薄膜。显然，基片的表面条件（例如清洁度和不完整性）、基片的温度以及薄膜的沉积速率都将影响薄膜的质量。

五、溅射镀膜

溅射技术与真空蒸发技术有所不同。“溅射”是指荷能粒子轰击固体表面（靶），使固体原子或分子从表面射出现象。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电子，离子或中性粒子，因为离子在电场下易于加速获得所需要动能，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。

溅射镀膜与真空蒸发镀膜相比，有许多优点。如任何物质均可以溅射，尤其是高熔点，低蒸气压的元素和化合物；溅射膜与基板之间的附着性好；薄膜密度高；膜厚可控制和重复

性好等。缺点是设备比较复杂，需要高压装置。

此外，将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，有较高的沉积速率，膜的密度高。

【实验仪器】

一、DH2010 型多功能真空实验仪

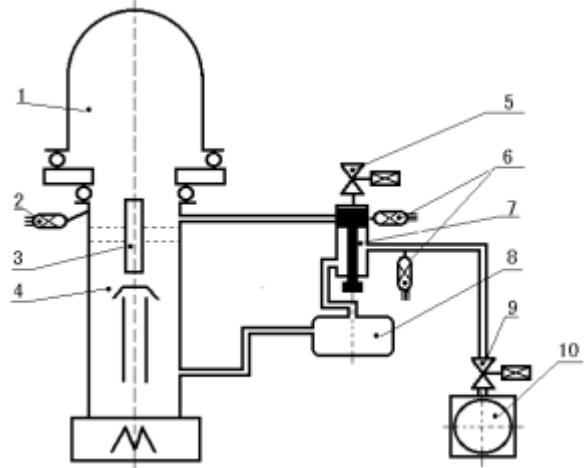
DH2010 型真空实验仪由真空镀膜室（钟罩）、真空系统以及镀膜时使用的蒸发电极等部分组成。

1. 真空系统

如图 4 所示，机械泵与油扩散泵都与真空镀膜室相连，机械泵为前级泵，真空系统工作时，首先打开机械泵对真空室进行粗抽真空，此时高真空蝶阀关闭，油扩散泵与外界隔离。

待真空室的真空度达到 10^{-1} Pa 数量级别时，高真空蝶阀打开，油扩散泵工作，维持此种状态工作直至真空度达到镀膜要求。

真空测量系统是 2DF-IB-2ED 型复合真空计，它是双热偶真空计和电离真空计的组合。在仪器面板上，有两个窗口各自显示热偶与电离的测量值，如图 5 所示，此两种真空计的结合使得本仪器具有较宽的测量范围。其中，



1.真空室；2.电离规管；3.高真空蝶阀；4.油扩散泵；5.磁力充气阀；6.热偶规管；7.前级阀；8.储气室；9.磁力充气截止阀；10.机械泵

图 4.真空系统

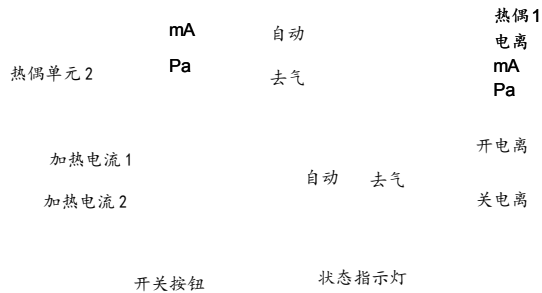


图 5.真空计指示与控制面板

图 5 左侧的热偶单元 2 所显示的是前级管道的压强，而右侧的热偶单元 1 显示的是真空的压强。仪器前面板设有“自动”按钮键，当处于“自动”位时，可实现热偶、电离规在同一系统内连续测量及控制，在系统真空度大于 1 Pa 时，热偶计自动开启电离规，电离计工作；小于 10 Pa 时，热偶计自动关闭电离规，使人的参与与降到最低限度，从而提高了仪器的可靠性。

2. 真空镀膜室

镀膜室为钟罩形（见图6），由透明玻璃制成，便于实时观察工作室内蒸发溅射等物理现象。镀膜室内装有二对电阻加热电极，可以选择使用，功率大小由电流调节实现，因需要很大的加热电流，为减小电阻，电极用紫铜制成。镀膜室装有离子轰击电极，当真空度达到若干帕时，交流电经升压整流后输送到真空室轰击电极上，稀薄气体发生辉光放电，产生大量离子，这些离子撞击基片表面与真空室壁，起到清洁表面、提高真空度的作用。镀膜室内备有直流溅射

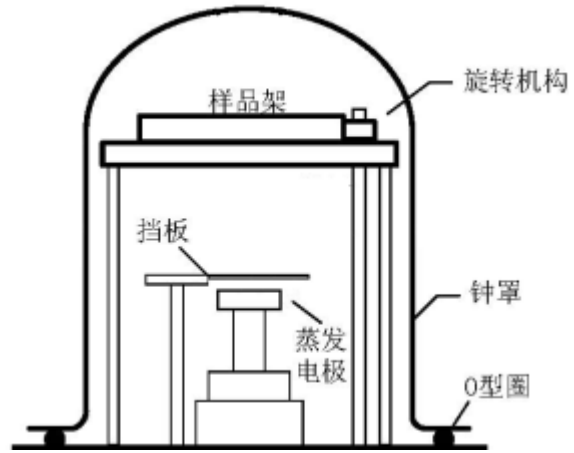


图6.真空室示意图

装置，高压由底板上通过高压电极引入，经接线柱与阴极联接，溅射功率通过电压调节实现。镀膜时样品架可通过电机减速实现低速转动，以使膜层达到均匀。金属或非金属在蒸发前均要进行预熔，以便清除材质内的杂质，真空室内有可转动的挡板，用于预熔时遮挡杂质。

【实验内容和步骤】

一、真空镀膜

1. 用酒精清洗衬底玻璃基板、钨丝和待蒸发的高纯铝丝，清洗完毕后用电吹风吹干。

2. 实验前仔细检查各开关的状态，接通电源。电源接通后打开水循环开关，观察扩散泵中水循环状况，确保水路通畅。完成此两步后，

打开仪器电源总开关，如右上角绿色指示灯亮表示系统正常工作。接着我们做如下操作：

(1) 按下充气按钮，系统将向真空室内送气，我们将听到“哧哧”声。待充气声结束后，可轻提玻璃钟罩并小心将其取下，内现圆柱形玻璃内衬，其亦可同理取出。

(2) 将待镀金属材料置入电极凹槽内，同时在真空室顶部装载玻璃基片，注意装载过程中确保玻璃面的整洁（注：装载时手指切勿触碰玻璃表面以免粘上杂质）。

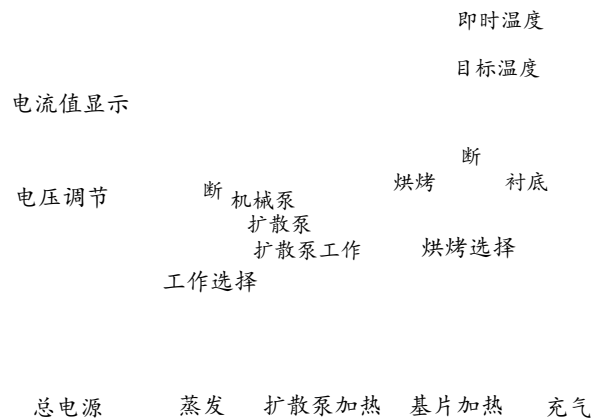


图7.工作面板开关档位分布示意图

(3) 置入内衬，同时盖上玻璃钟罩，钟罩底部黑色 O 形圈应处于钟罩底部玻璃边缘正中位置。同时关闭充气阀门（按下充气按钮即可）。

3. 将工作状态选择开关从“断开”打到“机械泵”工作档位，机械泵开始工作。开启复合真空计电源，此时热偶单元 II 显示的是前级管路的压强，而热偶单元 I 显示的则是真空室内的压强。

4. 观察热偶计示数的变化，待到测真空室的真空度达到 15Pa 时，将工作选择开关打至“扩散泵”档位，此时关闭了低抽阀，真空室被封闭，同时打开了前级阀，机械泵对扩散泵进行抽真空。

5. 当热偶单元 II 显示的压力达到 3Pa 时，将工作选择开关打到“扩散泵工作”档位，同时接通扩散泵加热电源（按下“扩散泵加热”按钮即可）。接通电源后，底部加热炉逐渐升温变红，加热硅油逐渐升温。当扩散泵正常工作，即油蒸汽沸腾喷射时，打开侧面的高真空阀（把手方向朝下为开），真空室压强将迅速下降，待到真空室压强小于 1Pa 时，电离规自动启动。

6. 当扩散泵正常工作约 50 分钟后，开启基片加热电源对真空室内进行烘烤除气，一般烘烤温度控制在 100℃ 达左右。与此同时可开启真空计面板上的“除气”按键，对电离规管进行除气，除气时间一般为 3min。待烘烤除气完成后，关闭烘烤电源，同时按“开电离规”按钮将面板切回压强显示。

7. 当真空室压强达到 10^{-3} Pa 时，打开“蒸发”按钮，调节电压调节旋钮调节蒸发电流。缓慢升高加热电流，使得加热电流保持在 20A 左右持续 3 分钟左右，此时观察电离规，会发现系统真空度要经历一个先下降再上升的过程。原因是吸附在蒸发物质和蒸发加热源物质上的气体分子和少量的有机物燃物被解吸附并被真空机组抽出真空室。进一步升高加热电流到 30~40A，仔细观察加热源物质，会发现在加热电流作用下其呈现暗红色，这是的温度大致有 450℃。继续缓慢升高加热电流，蒸发源物质和蒸发物质颜色逐渐呈现红色、明亮的红色，此时温度大致在 600~700℃，当加热电流达到 50A 左右，加热源物质和加热物质颜色呈现红白色，仔细观察蒸发源物质，其形态发生变化，表面出现软化情况，随着时间的持续，原本固态的蒸发物质熔化并在蒸发。增大加热电流到 75A 并移开蒸发挡板开始蒸发并计时。达到要求时间后迅速降低电流到 0，蒸发过程结束。

8. 关闭镀膜系统，需按以下步骤进行：

(1) 关闭高真空蝶阀。

(2) 将工作选择开关至“扩散泵”，同时切断扩散泵加热电源。

(3) 当扩散泵冷却到 50℃时, 将工作选择开关至“机械泵”, 接着关闭机械泵, 并立即向泵内充入大气(可通过电磁放气阀自动完成)。

(4) 关闭扩散泵冷却水。

9. 打开“充气”按钮, 向真空室内充气, 取出镀有金属薄膜的基片, 用酒精清洗玻璃内衬和钟罩上的金属薄膜, 清洗完毕用电吹风吹干。

在真空系统停止工作时, 如无特殊要求, 应将系统各元件保持在真空状态下封存。故需重新安装好仪器, 将工作选择开关打到“机械泵”档位, 对真空室进行粗抽真空, 待真空室压强达到 10Pa 左右时关闭机械泵, 同时关闭真空计, 最后关闭整个系统, 镀膜实验完成。

【附录】

一、椭偏仪测量薄膜厚度的原理

薄膜材料的厚度测量有许多方法, 大致可分为两大类: 光学方法和非光学方法。其中, 非光学方法一般只适用于较厚的薄膜的测量。在大学物理实验中, 测量膜厚通常采用光学干涉法, 但此法对所测厚度有限制, 当厚度(几百至几十埃)远远小于单色光波长时此法失效。采用另一类光学方法——椭偏仪法, 则可精确测定超薄薄膜的厚度。椭偏仪一般分为三种类型: 反射型、透射型和散射型。近代物理实验中, 通常采用反射椭偏仪测量薄膜材料的厚度。

空气
薄膜
衬底

图 8. 光波在单层膜上的反射与透射

单层膜表面光波的反射和折射情形如图 8 所示。通常定义电矢量 \vec{E} 在入射面上的分量为 P 波, \vec{E} 在垂直于入射面方向的分量为 S 波。根据菲涅耳公式, 在第一界面(空气-膜)处, 反射系数为

$$r_{1p} = \frac{n_2 \cos(\theta_1) - n_1 \cos(\theta_2)}{n_2 \cos(\theta_1) + n_1 \cos(\theta_2)},$$

$$r_{1s} = \frac{n_1 \cos(\theta_1) - n_2 \cos(\theta_2)}{n_1 \cos(\theta_1) + n_2 \cos(\theta_2)},$$

* MERGEFORMAT (4)

在第二界面(膜-衬底)处, 反射系数为

$$r_{1p} = \frac{n_3 \cos(\theta_2) - n_2 \cos(\theta_3)}{n_3 \cos(\theta_2) + n_2 \cos(\theta_3)}, \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT (5)}$$

$$r_{1s} = \frac{n_2 \cos(\theta_2) - n_3 \cos(\theta_3)}{n_2 \cos(\theta_2) + n_3 \cos(\theta_3)},$$

上述式中, n_1 为空气折射率 ($n_1 = 1.00$), n_2 为薄膜折射率, n_3 为衬底的折射率; θ_1 为光波在第一界面的入射角, θ_2 和 θ_3 见图 4 示。根据菲涅尔定律, 三个角间满足的关系为:

$$n_1 \sin(\theta_1) = n_2 \sin(\theta_2) = n_3 \sin(\theta_3). \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT (6)}$$

由图 4 的光路可看出, 由于薄膜二界面的多次反射, 实际总反射光是由许多反射光干涉的结果。各反射光束干涉叠加, 得到界面反射后的光为

$$E_{rp} = \frac{r_{1p} + r_{2p} e^{-i2\delta}}{1 + r_{1p} r_{2p} e^{-i2\delta}} E_{ip} = r_p \cdot e^{i\delta_p} E_{ip}, \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT (7)}$$

$$E_{rs} = \frac{r_{1s} + r_{2s} e^{-i2\delta}}{1 + r_{1s} r_{2s} e^{-i2\delta}} E_{is} = r_s \cdot e^{i\delta_s} E_{is}$$

其中 E_{rp} 和 E_{rs} 表示反射光波电矢量的 P 分量和 S 分量, E_{ip} 和 E_{is} 表示入射光波电矢量的 P 分量和 S 分量, 而 $\delta = 2\pi n_2 d \cos(\theta_2) / \lambda$, 这里 λ 为光在真空中传播的波长, d 为薄膜厚度, 即 2δ 表示相邻两束反射光束的相位差。通常, 光波的偏振状态由两个参数描述: 振幅和相位。为方便地描述光波反射时偏振态的变化, 我们定义反射系数比:

$$G = \frac{E_{rp} / E_{rs}}{E_{ip} / E_{is}} = \text{tg}\psi \cdot e^{\Delta}, \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT (8)}$$

其中 $\text{tg}\psi = r_p / r_s$ ($0 \leq \psi \leq \pi / 2$) 表示反射前后光波 P、S 分量的衰减比, 而 $\Delta = \delta_p - \delta_s$ ($0 \leq \Delta < 2\pi$) 表示光波 P、S 两分量因反射引起的相应变化。显然, ψ 和 Δ 直接反映出反射前后光波偏振状态的变化。在波长、入射角、衬底等确定的条件下, ψ 和 Δ 是膜厚 d 和薄膜折射率 n 的函数。所以, 如果能从实验测出 ψ 和 Δ 的话, 原则上即可解出 n 和 d 。此既是椭偏仪法测量薄膜厚度的基本原理。那么, 在实验中如何测定 ψ 和 Δ 呢? 现在我们用复数形式表示入射光和反射光:

$$\vec{E}_{ip} = |E_{ip}| e^{i\beta_{ip}}, \quad \vec{E}_{is} = |E_{is}| e^{i\beta_{is}}, \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT (9)}$$

$$\vec{E}_{rp} = |E_{rp}| e^{i\beta_{rp}}, \quad \vec{E}_{rs} = |E_{rs}| e^{i\beta_{rs}},$$

由 (8) 式的定义, 我们可得到

$$G = \text{tg}\psi e^{\Delta} = \frac{|E_{rp} / E_{rs}|}{|E_{ip} / E_{is}|} e^{i[(\beta_{rp} - \beta_{rs}) - (\beta_{ip} - \beta_{is})]}. \quad \backslash * \text{ MERGEFORMAT (10)}$$

显然, 这里欲得到 ψ 和 Δ 的值, 需测量四个量, 即入射光的两分量振幅比和相位差及反射光

的两分量振幅比和相位差。当然，如若我们选定特殊情况，即使入射光为等幅椭圆偏光， $E_{ip} / E_{is} = 1$ ，则 $tg\psi = |E_{rp} / E_{rs}|$ ，此时我们只需测量反射光振幅比即可得到 ψ 值。对于相位角 $\Delta + \beta_{ip} - \beta_{is} = \beta_{rp} - \beta_{rs}$ ，因为 $\beta_{ip} - \beta_{is}$ 连续可调（我们可通过调节起偏器相位角 P 进行调节），而对于特定的膜， Δ 是定值，故改变 $\beta_{ip} - \beta_{is}$ 定可找到特定值使的反射光为线偏振光，即 $\beta_{rp} - \beta_{rs} = 0$ 或 π 。此时入射光相位差与起偏器方位角存在关系：

$$\beta_{ip} - \beta_{is} = 2P - \frac{\pi}{2} \quad \backslash * \text{MERGEFORMAT (11)}$$

由此可见，测得起偏器相位角 P 即可测得 Δ 的值。此外在反射光是线偏振光的情况下，通过测量偏振方向角（实验上通过调节检偏器方位角 A 测得）即可得到 $|E_{rp} / E_{rs}|$ ，从而可最终确定 ψ 的值。

二、自动椭圆偏振测厚仪介绍（TPY-2 型）

本实验所采用的 TPY-2 型椭圆偏振测厚仪集光、机、电于一体。主要由光源机构、起偏机构、检偏机构、接收机构、主机机构和装卡机构共六部分组成。

1. 光源

光源机构主要由 150mm，功率 0.8mw，波长为 632.8nm 的氦氖激光器、调节套筒、光源外壳、起偏盘副尺等组成。

2. 起偏机构

起偏机构主要由步进电机、偏振片机构、1/4 波片机构等组成。步进电机采用步距角为 1.8° ，12v 的直流步进电机，它由 1/64 细分电路控制，故步进角最小可达 0.014° ，从而拖动

图 9. 精偏仪结构示意图

齿轮副回转，通过起偏机构可测得起偏角 P；偏振片置于偏振套筒中，通过从动齿轮的回转可以实现 $0^\circ - 180^\circ$ 范围内的转动，从而使入射到其上的自然光（非偏振激光）变成线偏振光出射；1/4 波片的调节是通过旋转波片镜筒组中的回转手轮实现，使射入其上的线偏振光变成椭圆偏振光（波片位置出厂时已调节好，用户无须调节）。

3. 检偏机构

检偏机构主要由步进电机、齿轮副及偏振片等组成，其结构形式作用等同于起偏机构，通过检偏机构可测出精度为 0.014° 的检偏角 A 。

4. 接收机构

接收机构主要由光电倍增管、支架、底板及检偏度盘副尺等组成。光电倍增管采用侧窗式，型号为 CR114。

5. 主体机构

主体机构主要由大刻度盘、上回转托盘、下回转托盘及箱体等组成。下回转托盘通过立轴下挡圈固定在大刻度盘上的下悬的立轴上。其上固定光源机构和起偏机构，故下回转托盘可绕大刻度盘上的下悬立轴回转。上回转托盘通过立轴上挡圈固定在大刻度盘上的下悬立轴上，其上固定检偏机构和接收机构，故上回转托盘可绕大刻度盘上的下悬立轴回转。大刻度盘通过三个大刻度盘支柱固定在箱体上，其上固定装卡机构以装卡被测样品。大刻度盘上表面的外边缘，刻有两段 $30^\circ - 90^\circ$ 的刻线，每刻度值为 1° ，两个起偏、检偏度盘副尺上，均匀刻有 20 格刻线，故入射角读数精度为 0.05° 。

6. 装卡机构

装卡机构主要由样品架、调整架、光阑机构等组成。样品架可以夹持直径 $\phi 10 - \phi 140\text{mm}$ ，厚度 $\leq 15\text{m}$ 的被测样品。调整架可对被夹持的样品作上下俯仰；左右偏摆；前后移动的三维调节（均以正对着被测样品表面方向观察）。

三、薄膜厚度测定

1. 开启椭圆偏仪主机电源，点亮氦氖激光器（预热 30 分钟后再测量为宜）。接着，将电控箱调节旋钮逆时针旋到，开启电控箱电源，最后启动计算机。

2. 双击 PC 机桌面上的“TPY 2 型自动椭圆偏振测厚仪”图标，运行程序。装卡被测样品（注意：①旋紧吸盘拉杆时要视被测样品直径和质地而适当调节，切记不可用力过大，使样品损坏；②装卡过程中定要注意光源激光束的出射方向，如激光射入眼睛将对眼睛产生损坏）。

3. 点击右下角的“进入”按钮，我们将进入实验界面。点击左上角快捷栏中的“实验”按钮，将弹出实验类型选择窗口，本实验选择“测量薄膜的折射率和厚度”选项，点击确定将进入下一级界面。点击左上角“实验”键，将弹出“参数设置”对话框，其中“样品编号”可自行随意填写，而“样品衬底折射率”选择“普通玻璃”，“薄膜折射率”选择“铝”，填

好后点击确定，回到“测量薄膜的折射率和厚度”界面。点击“测量”键，将弹出“测量设置”界面，在“入射角”项中填入“70”，填写完毕点击确定，进入测量主界面。

4. 调节起偏机构悬臂，使得入射角度读数为 70° ，同时调节检偏机构悬臂，使得经样品表面反射后的激光束刚好通过检偏器进入光口。调节完毕后，点击测量界面下方的“测量”键，开始实验。测量是实验框的左侧会显示仪器测量过程的步骤提示，同时在右侧的坐标栏中看到扫描曲线。

5. 等待测量结束，在界面右下角选择“最后几次平均”（选择原则：选择值相近的组数为宜），接着点击“平均”键，将回到进入主界面时的对话框，此时测量数据已自动填入参数栏内，点击“测量”旁边的“计算”按钮，即可计算出测量结果。点击“确定”，将保留数据点。

6. 样品的一组 (ψ, Δ) 只能求得一个膜厚周期内的厚度值，而要测量膜厚超过一个周期的真实厚度，常采用改变入射角得到多组 (ψ_i, Δ_i) 方能测得真实厚度 d 。于是，我们需重新设定“入射角”（即修改第一次的 70° 为另一角度，例如 60° ），同时调节起偏器和检偏器，重复以上过程，进行第二组数据的测量。得到两组数据后，点击“折射率拟合”按钮，将出现“折射率拟合”界面，点击“确定”，我们将最终得到所测量薄膜的厚度，实验结束。

【注意事项】

1. 注意基片表面保持良好的清洁度。被镀基片表面的清洁程度直接影响薄膜的牢固性和均匀性，基片表面的任何微粒、尘埃、油污及杂质都会大大降低薄膜的附着力。为了使薄膜有较好的反射光的性能，基片表面应平整光滑。镀膜前基片必须经过严格的清洗和烘干，以提高基片与膜的结合力。

2. 将材料中的杂质预先蒸发掉（“预熔”）。蒸发物质的纯度直接影响着薄膜的结构和光学性质，因此除了尽量提高蒸发物质的纯度外，还应设法把材料中蒸发温度低于蒸发物质的其它杂质预先蒸发掉，而不要使它蒸发到基片表面上。在预熔时用活动挡板挡住蒸发源，使蒸发材料中的杂质不能蒸发到基片表面。预熔时会有大量吸附在蒸发材料和电极上的气体放出，真空度会降低一些，故不能马上进行蒸发，应测量真空度并继续抽气，待真空度恢复到原来的状态后，方可移开挡板，加大蒸发电极的加热电流，进行蒸镀。（**注意：**只要真空室充过气，即使前次已“预熔”过或蒸发过的材料也必须重新预熔。）

3. 扩散泵连续工作时，落下钟罩后必须先对钟罩抽低真空，当达到 $6\sim 7\text{Pa}$ 后再开高阀，绝对不容许未对真空室粗抽真空时即打开高阀，以避免扩散泵油氧化。

4. 中途突然停电，应立即将工作先择开关至“断”切断高真空测量，关闭高真空蝶阀，来电后，待机械泵工作 2~3 分钟后，再恢复正常工作。

5. 镀膜工作进行 2~3 次后，必须及时镀膜室内零件，避免蒸发物质大量进入真空系统而损害真空性能。采用酒精清洗，清洗干净后用热吹风机将各零部件吹干，装配时应注意保持清洁。

6. 待椭偏仪激光光源点亮后会发出较强的激光，如激光射入人眼会对人眼造成伤害，故在使用中绝对禁止直视光源。

【思考题】

1. 机械泵的极限真空度是如何产生的？能否克服？
2. 油扩散泵的启动压强应为多少？为什么？
3. 用热耦计测高真空、用电离计测低真空行不行？如果不做成复合真空计，怎样避免电离计被烧坏？
4. 关机时为何要将大气放入机械泵？
5. 进行真空镀膜为什么要求有一定的真空度？
6. 为了使膜层比较牢固，怎样对基片进行处理？
7. 为什么椭偏法可以测量薄膜厚度？

【参考文献】

- [1] 王欲知，真空技术．成都：四川人民出版社，1981
- [2] 罗思．真空技术．北京：机械工业出版社，1980
- [3] 高本辉，崔素言．真空物理．北京：科学出版社，1983
- [4] 吴锡珑．大学物理．北京：高等教育出版社，1999
- [5] 陈国平，薄膜物理与技术，南京，东南大学出版社，1993
- [6] 杨邦朝等，薄膜物理与技术，成都，电子科技大学出版社，1994
- [7] 尚世铉等编，近代物理实验技术（II），北京，高等教育出版社，1993
- [8] 唐伟忠，薄膜材料制备原理、技术及应用，北京，冶金工业出版社，1999