

薄膜的基本技术

〔日〕金原 粲 著

科学出版社

薄膜的基本技术

〔日〕金原 梨 著

杨希光 译

王国强 校

科学出版社

1982

内 容 简 介

全书共分七章,比较通俗地介绍了薄膜的基本制作技术,重点阐述制作薄膜所需要的各种真空设备的基础知识、真空蒸镀方法、溅射方法、膜厚测量及制造薄膜有关的其他技术。书中附有许多图表,书末有两个附录。这是一本比较系统而又实用的薄膜工艺技术参考书。

本书可供光学、电学、磁学和材料学等方面的薄膜工作者、工程技术人员及大专院校有关专业师生参考。

金原 榮 著

薄膜の基本技術

東京大学出版会, 1976 年

薄膜の基本技術

〔日〕金原 榮 著

杨希光 译

王国强 校

责任编辑 陈德义

科学出版社出版

北京朝阳门内大街 137 号

中国科学院印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

1982 年 8 月第 一 版

开本: 787 × 1092 1/32

1982 年 8 月第一次印刷

印张: 5

印数: 0001—4,400

字数: 108,000

统一书号: 15031 · 426

本社书号: 2694 · 15—4

定价: 0.80 元

序 言

作者接触薄膜是十六、七年前的事,开始是在作者的大学指导教师莲沼宏教授指导下用银薄膜制作镜子,以后就一直搞薄膜工作,专心致志地进行薄膜研究。现在,有时发现自己不论看见什么材料就总想把它做成薄膜,心里确实感到好笑。

作者首次制作薄膜的真空蒸镀设备确实是简单的,底座是铁制的,钟罩是玻璃制的,排气系统采用油扩散泵系统,既没有捕集器也没有电离真空计,真空度只用盖斯勒管检查。用在肥皂水里浸泡过的纱布将棱镜和厚玻璃板之类的工件擦干净,然后装入真空蒸镀设备中,在擦干净的表面上真空镀银,当时凝视着镀银面明亮的光泽时的激动心情至今也没有忘记。

自那以来,有关薄膜的技术和研究获得了显著进展。超高真空镀膜设备和高频溅射设备的普及是引人注目的。在薄膜的核的形成与生长、薄膜的物理性质等方面,已积累了大量的资料。薄膜的应用,也已从镜子和透镜涂层扩展到电子回路,而且在表面波元件、集成光学等最新科学技术领域中占据了重要地位。

尽管从事薄膜研究的工作者在学术界中所占的比例,在这十年间有显著的增加,但在大学 and 高等专科学校的教育中却不太有机会提起薄膜,在许多大学 and 高等专科学校中,最多不过是学生实验的一个课题或者是讲义的附录。这只是所谓“薄膜”知识的普及而已,而“薄膜学”还很难说已被认为是科学的一个分科,这是非常遗憾的。我觉得对薄膜研究尚未正

确地进行评价，不能认为这只是作者的偏见。之所以造成这种情况，我觉得薄膜研究者也有责任。试想，在使用薄膜的同时，把薄膜只当作材料的一种形态而没有把薄膜的特有的性质作为本质的东西来掌握的研究者不是很多吗？

尽管薄膜在科学体系中是很小的一个分科，但是，为了摆正其位置，我倒很希望有更多的愿意研究薄膜特有性质和现象的同行。对于已经具有独立的一派理论的研究者，不能强制他们也具有这样的想法。作为作者，首先以某种形式帮助初学者系统地学习薄膜技术，从而使尽可能多的人来关心薄膜技术难道不好吗？学习薄膜技术的第一步不是在桌子上学习，而是先制作薄膜，在实际制作过程中体验薄膜性质的复杂性。也不能把初学者一下扔到实验室里就不培养了。当平时考虑有什么合适的入门书时，正好兵藤申一教授劝我执笔写一本，这就促使我自己写了这本书。

我本人既没有专门研究薄膜制作技术，也没有深入到薄膜的尖端技术中去，但始终感兴趣的是物质做成薄膜后其物理性质为什么会产生各种变化呢？我所追求的也只是这一点。不过，最初步、最基本的薄膜制作技术我是基本上都实践过的，因此本书试图以作者的经验为基础，比较系统地为初学者讲解薄膜制作的基本技术。

期待着读者的批评。

作者

1976年11月

目 录

序言	v
1. 开头语	1
2. 制作薄膜所必需的有关真空设备的基础知识	3
2.1 引言.....	3
2.2 典型的真空设备.....	4
2.3 真空设备操作的基本知识.....	5
2.4 真空泵的原理.....	7
2.5 气体压力的测量.....	12
3. 真空蒸镀法	18
3.1 引言.....	18
3.2 基本公式.....	19
A. 气体分子的算术平均速度.....	19
B. 气体的密度与压力	20
C. 气体分子的流量	21
D. 平均自由行程.....	22
E. 附着的分布.....	23
3.3 蒸发材料的基本加热装置——蒸发源.....	25
A. 电阻加热法.....	25
B. 电子轰击法.....	31
3.4 蒸镀薄膜的具体例子.....	33
3.5 合金、化合物等物质的蒸镀方法	35
3.5.1 合金的蒸镀——闪蒸蒸镀法和双蒸发源蒸镀法...	35
3.5.2 化合物的蒸镀方法.....	38
4. 溅射法	44
4.1 引言.....	44

4.2	溅射的基本理论	44
A.	辉光放电	44
B.	溅射率	46
C.	溅射原子的状态	48
4.3	基本溅射装置——两极直流溅射法	50
4.4	高频溅射法	53
4.5	特殊的溅射法	57
4.5.1	反应溅射法	57
4.5.2	离子镀膜法	59
4.5.3	用溅射法制作合金薄膜	60
5.	膜厚测量方法	62
5.1	引言	62
5.2	膜厚是什么	62
5.3	膜厚的分类	67
5.4	测量方法的分类	71
A.	形状膜厚测量方法	72
B.	质量膜厚测量方法	73
C.	物性膜厚测量方法	74
5.5	多光束干涉法 (MBI 法)	75
5.6	石英晶体振荡法 (QCO 法)	84
5.7	电阻法	90
5.8	其他的膜厚测量方法	98
6.	其他有关的技术	110
6.1	引言	110
6.2	基片的清洗方法	110
6.3	单晶薄膜的制作技术	113
6.4	非晶质薄膜的制作技术	117
6.5	电极的蒸镀	121
6.6	薄膜附着力的测量	124
7.	结束语	132

附录 1. 气体分子运动论的基础知识	133
附录 2. 金属薄膜的导电性	137
参考文献	145
索引	146

1. 开 头 语

薄膜制作技术是前世纪就有的技术，特别是最近已是很普通的技术，已经在大学、工厂、研究所等的研究室里普及起来了。现在，薄膜的制作以及与之相关的技术，作为物理学实验技术的一部分，已经占了相当大的比重，不过，事实上在大学和高等专科学校理工系的毕业生中，却有许多人完全没有接触过这种技术就毕业进入社会了。就是这些完全没接触过薄膜技术的人，在工厂和研究所中，有时也会遇到要直接制作薄膜的情况。本书写作的动机就是想写一本对于完全靠摸索来制作薄膜的人多少有一点用处的书。同时也想使本书写成一本对在校学生物理实验中第一次制作薄膜时也有用的书。

至于本书的使用方法，如果吸取同类书的优点，那我希望把这本书写成在实验室中可用脏手随手取用的书。但是，制作薄膜时必须慎重地对待清洁问题，不能把手弄脏。本书也同以往的实验书考虑得一样，在制作薄膜时，希望用干净的手，最好带上清洁的尼龙手套进行操作。

至于薄膜的制作方法，实际上是多种多样的，有切割、研磨、滚轧等机械方法，电镀等化学方法以及最近在半导体工业等方面大大发展起来的气相生长法和液相生长法等，要求不同所用的方法也不同。以上所列举的方法与工业的联系密切，因而得到了广泛应用。可是，这些方法在技术上都包含着专门技能，而且特别是对于深切关心物理方面问题的学生和研究员，要一开始就实施这些方法也存在不合适之处。要讲

解薄膜制作的所有方法,我是做不到的.对于一般所称为的物理方法,其制作薄膜时的现象等,比起其他方法来比较单纯,也容易分析,因此本书仅把真空蒸镀法、溅射法这些薄膜制造技术及其有关技术,从基本知识开始加以叙述,同时也叙述一下有关薄膜问题务必预先知道的物理方面的常识.

2. 制作薄膜所必需的有关真空设备的基础知识

2.1 引言

用物理方法制作薄膜，概括起来就是给制作薄膜的物质加上热能或动量，使它分解为原子、分子或少数几个原子、分子的集合体(从广义来说，就是使其蒸发)，并使它们在其他位置重新结合或凝聚。

在这个过程中，如果大气与蒸发中的物质同时存在，那就产生如下一些问题：

- (1) 蒸发物质的直线前进受妨碍而形成雾状微粒，难以制得均匀平整的薄膜；
- (2) 空气分子进入薄膜而形成杂质；
- (3) 空气中的活性分子与薄膜形成化合物；
- (4) 蒸发用的加热器及蒸发物质等与空气分子发生反应形成化合物，从而不能进行正常的蒸发等等。

因此，必须把空气分子从制作薄膜的设备中排除出去，这个过程称为抽气。空气压力低于一个大气压的状态称为真空，而把产生真空的装置叫做真空泵，抽成真空的容器叫做真空室，把包括真空泵和真空室在内的设备叫做真空设备。制作薄膜最重要的装备是真空设备。

2.2 典型的真空设备

制作薄膜所需的真空度为 10^{-4} 托左右或者更高些。真空设备大致可分为两类：高真空设备和超高真空设备。高真空设备经抽气能达到 10^{-4} — 10^{-7} 托左右的真空度，而超高真空设备经抽气能达到 10^{-7} — 10^{-10} 托左右的真空度。这两种真空设备的抽气系统基本上是相同的，但所用的真空泵和真空阀不同，而且用于真空室和抽气系统的材料也不同。

图2.1是最典型的高真空设备的原理图，制作薄膜所用的高真空设备可以说大多都属于这一类。

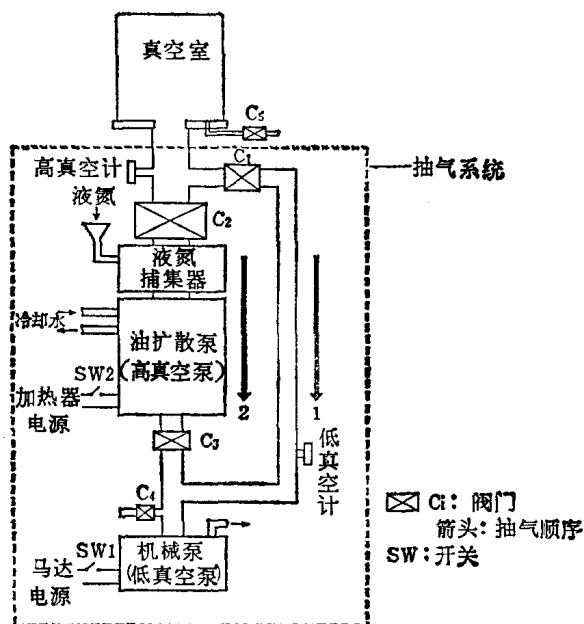


图 2.1 高真空设备的原理图

图2.2是一种超高真空设备的原理图，在原理上它与高真

空设备没有什么不同。但是，为了稍稍改善抽气时空气的流动性，超高真空设备不太使用管子，多数将超高真空用的真空泵直接与真空室连接，一般还要装上辅助真空泵（如钛吸气泵）来辅助超高真空泵。除了溅射离子泵外，超高真空泵还有分子泵（它用机械方法将空气排出）和低温泵（低温泵中装有冷却到与液氮沸点相接近的叶片来使气体分子冷凝）等，但溅射离子泵还是最常用的。在这种设备中，真空室和超高真空泵最高可加热到 400°C 左右。

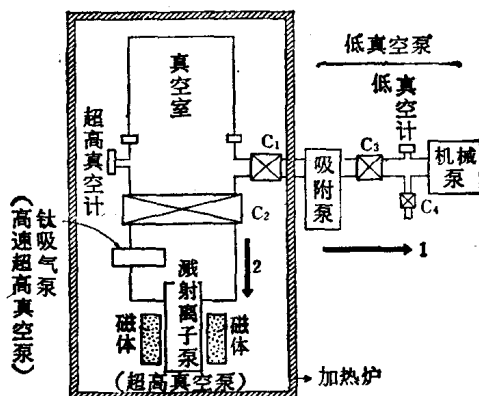


图 2.2 一种超高真空设备的原理图

2.3 真空设备操作的基本知识

我们根据图 2.1 来简单地叙述一下使用真空设备的基本知识。

抽气的基本操作有两种：

- (1) 只用低真空泵抽气(用箭头 1 表示)；
- (2) 用高真空泵—低真空泵系统抽气(用箭头 2 表示)。

表 2.1 使用油扩散系的真空设备的操作过程(小圆
圈中的数字表示各阶段操作的顺序)

阶段	阀门					开关		水	捕集器	真空室的真空度(托)	经过时间	
	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅	SW ₁	SW ₂					
0	闭	闭	闭	开	开	关	关	停止	空	760		停止状态
1	↓实验开始	”	”	”	①闭	②闭	③开	”	”	”	约1分钟	开始操作
2	”	”	开	”	”	”	”	”	”	”	约数分钟	用机械泵对扩散泵抽气
3	④开	”	③闭	”	”	”	②开	①流	⑤满	”	约数分钟	用机械泵开始对真空室抽气 油扩散泵开始加热
4	①闭	③开	②开	”	”	”	”	”	”	10 ⁻²	数十分钟	用油扩散泵开始对真空室抽气
5	”	”	”	”	”	”	”	”	”	10 ⁻⁴ 10 ⁻⁷	数小时	用油扩散泵对真空室抽气
6	↓在实验结束后的真空室中	”	①闭	”	”	③开	”	②关	”	尽量空	760	准备停止抽气
7	”	”	①闭	③开	”	②关	”	④停止	”	”	0.5—1小时	冷却油扩散泵 停止状态

先进行(1)然后进行(2)。采取上述步骤是必要的,因为所有的(超)高真空泵只有在真空室的压力降低到一定程度时才能进行工作,而且在高真空泵(如油扩散泵)中,要把空气之类的分子排出,就必须使排气口的气体压力降低到一定程度。在原理上只要操作阀门 C_1 就可以完成上述(1)→(2)的过程。

为了具体地掌握上述操作过程,下列几点是值得注意的:

(1) 机械泵停止运转时要通入一个大气压的空气,其目的是防止泵中的油返流进入抽气系统。

(2) 油扩散泵要加热泵中的扩散泵油*才开始作为高真空泵而工作,因此泵的周围必须冷却,大部分用流水冷却。

(3) 原则上要在油扩散泵中保持高真空。可是,长时间放置的油扩散泵会因漏气等原因而使空气进入泵内,当空气达到一定程度时就不能对油加热。

表2.1列出了用油扩散泵系统将真空室抽气的操作步骤,根据上述几点就会明白采取这种步骤的理由。

2.4 真空泵的原理

对于真空设备,真空泵是最重要的组成部分。下面说明一下我们必须掌握的有关真空泵的基本原理。

作为抽气达到真空度为 10^{-3} 托左右或者更高的低真空泵,现在最常用的是机械泵(在日本多称为回转泵),这种泵有固定叶片型、回转叶片型和回转活塞型等多种。下面以固定叶片型为例来说明这种泵的抽气原理,图2.3示出了它的主要结构和抽气原理。我们先来看它的结构。在空心圆筒上设有

* 原文是真空泵油,按我国的习惯真空泵油是指机械泵油,其实扩散泵中用的是扩散泵油。——译注

进气口和排气口，转子设在空心圆筒内，并与圆筒内壁相切，转子以圆筒的中心线为轴旋转，旋转时始终与圆筒内壁相切，

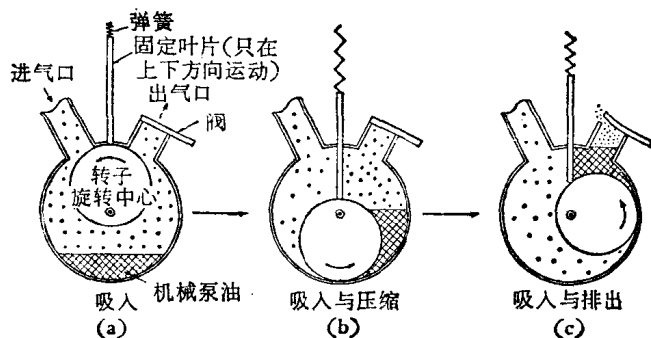


图 2.3 固定叶片型机械泵的抽气原理

旋转速度约为 500 转/分。只能在上下方向运动的固定叶片用弹簧控制从圆筒上部压入圆筒内，它与转子始终紧密接触，把吸入的气体与压缩了的气体分开。在出气口装有阀，筒内压力稍大于一个大气压时阀就打开。从进气口吸入的气体【图 2.3(a)】随着转子的旋转而被压缩，此时，进入筒内的机械泵油也一起向着出气口上升【图 2.3(b)】，当压力大于一个大气压时就顶开阀而被排出【图 2.3(c)】。

油的作用是重要的，当然它有润滑和密封的作用，但不能忘记它还有减小静容积、提高泵的压缩率的作用，也就是说，如果没有油，阀下部空间内的气体不能由转子来压缩，而导致压缩率下降，因此在阀下部空间内经常会残留着压力近似等于一个大气压的气体，这种残留气体随着转子的旋转而向泵内扩散，这就妨碍了气体从进气口吸入。

图 2.3 所示的部分全部浸在油中，由于这种状态会经常从固定叶片的滑动部分和转子的旋转轴部分之间微小的缝隙对

内部输油，因此，假如泵停止转动后就放着不动，油就会不断地进入内部，最后将上升到进气口而进入真空设备，所以，机械泵一停止转动，就要立即把一个大气压的空气放入泵中，使油不会从进气口上升。

下面来简单地说明一下另一种低真空泵：吸附泵。它的结构示于图 2.4。吸附泵利用气体低温时蒸气压就降低的性质，一般是将表面积很大的多孔吸附剂(如沸石等)冷却到液态氮的沸点附近来吸附真空室中的气体。这种泵适用于超高真空设备，因为对于超高真空设备，从真空泵逸出油蒸气进入

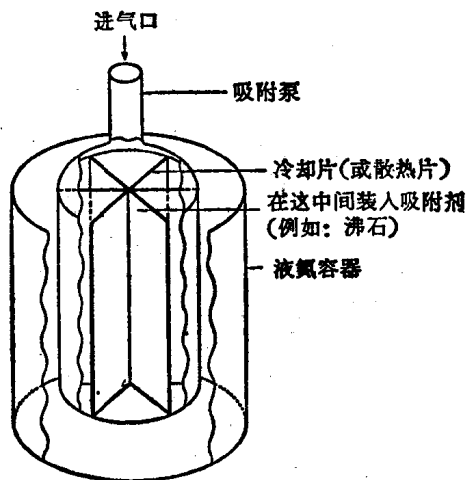


图 2.4 吸附泵的结构

真空室是极其麻烦的。但是，由于吸附泵的抽气速度慢，吸附量有限，所以经常用机械泵将真空度从 760 托抽到 1 托左右，然后再用吸附泵抽到 10^{-4} 托左右。由于使用后进行加热就可将吸附的气体驱除出去，所以吸附泵可以一直使用。

下面叙述典型的高真空泵——油扩散泵。其结构如图 2.5 所示，在圆柱状的筒内安装着三级喷嘴。圆筒下部的油用