

實驗九 以電子槍熱蒸鍍二氧化鈦(TiO₂)

一.實驗目的

認識二氧化鈦之材料特性，並學習其鍍法。

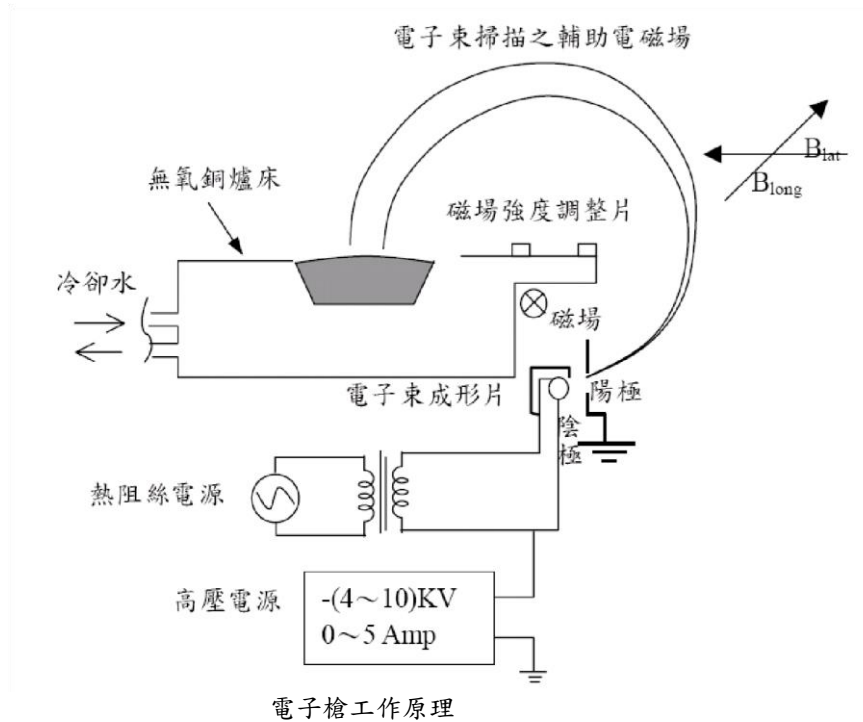
二.實驗儀器

真空鍍膜系統、電子槍、氣流量控制系統、氧氣、三氧化二鈦適量三.材料特性
二氧化鈦薄膜在可見光波段，是常被用於光學多層膜設計的高折射率薄膜(折射率 2.2~2.5)，而二氧化鈦本身是一種良好的光觸媒，在清淨消毒方面有好的效果，近年來又由於二氧化鈦薄膜的多孔性與結構性，也常被用於太陽能電池的研究中。

四.實驗原理

1.電子束產生：當陰級燈絲被施以低壓電流而達到白熱化時，電子將從燈絲表面釋出而向四方發射，而隨燈絲溫度提升而增加其釋放量，此為熱電子。非射向正前方的電子則會受接負電位的燈絲背檔板排斥而反彈向前，然後再與原本射向前方之電子一起被接地電位的陽極所加速。

2.電子束加速：由於電子帶有電荷，所以可以施以電場加速，亦即施以 V 電位差，則電子束所擁有的動能為 $1/2 m_e V^2 = eV$ ， m_e 為電子質量。設 V 為 7KV，則電子速度可高達 6×10^4 km/sec，如此高速電子撞擊在膜材料上將轉換成熱能，溫度可高達數千度而把膜材料蒸發成氣體。



3.優點：一般裝膜材料鍋之鎗座都有水冷卻，因此比起熱電阻加熱法污染較少，膜品質較高。電子束可加速到很高能量，一些膜性良好的氧化膜在熱電阻加熱法中不能蒸鍍的，在此皆可。若膜層甚多需要很多材料則做半徑很大的坩鍋或上升型圓柱狀的設計。可以作成許多個坩鍋裝放不同膜材料排成一圈，要鍍時就轉到電子束打擊位置，因此鍍多層膜相當方便。若擴大電子束之掃描範圍，亦即增大蒸發源面積，有助於提高鍍膜厚度分佈的均勻性。

五.實驗步驟

1. 一開始要先清理真空腔的 O-ring 的部份，用無塵紙加酒精把原來的真空膏擦拭乾淨在均勻的塗上新的真空膏，真空膏的量要儘可能的減少。最好是讓 O-ring 的表面看起來亮亮的，摸起來不會感覺到油的存在。
2. 把適量的三氧化二鈦放在坩鍋上。
3. 玻璃基板要用標準的清潔程序清潔。(先以拋光粉清理基板表面，再用稀釋過的沙拉脫以脫脂棉清洗，最後用清水沖洗，並以無塵紙吸乾水分)
4. 基板放好後，蓋上真空腔開始抽氣，抽氣須照標準程序。
5. 抽氣完成後通入氧氣，讓氣壓值在 2×10^{-4} torr，打開電子槍的開關，須等約 5~10 分鐘待電子槍熱機。一開始將電子槍電流緩緩的上升，等到材料融解後，再依欲蒸鍍的速率調控電子槍電流。達到目標厚度再把電流降下來，關掉電子槍，再將氧氣關掉使氣壓回到蒸鍍前的狀態。

6. 蒸鍍完成後再等一段時間，讓材料分子稍微冷卻，再破真空。

實驗要領

1. 為了避免氣管中殘留空氣，在通入氣體後，會先將氣流量開大或是等待一段時間。
2. 蒸鍍的速率通常不可太快，為了使三氧化二鈦可以完全氧化。
3. 在材料預熱的過程中，應緩緩上升電子槍電流，觀察溶解情形，電流也不宜過大，以免能量太強而造成噴藥的現象。
4. 材料坩鍋面積太的情況，電子槍通常使用掃描的方式，以增加膜質的均勻性，也避免打壞坩鍋。
5. 此實驗的材料為三氧化二鈦，而不是以二氧化鈦去鍍製，是因為以次氧化物來鍍製氧化物，次氧化物搶氧的能力強，易形成氧化物，如果以完全氧化物來鍍製，過程反而可能失氧，而鍍製出次氧化物。

六. 問題與討論

1. 電子槍系統中，為何電子槍座位於下方，使電子束轉一個角度才打上坩鍋？
2. 二氧化鈦薄膜為何要以電子槍蒸鍍，用熱蒸鍍來鍍製會有何影響？
3. 氧化完全與氧化不完全的二氧化鈦薄膜有甚麼差別？觀察實驗中鍍製出的二氧化鈦薄膜，記錄下來，並說明原因。
4. 除了以降低鍍率來使二氧化鈦薄膜完全氧化之外，還有甚麼方法可以達到？兩者的二氧化鈦薄膜有何差別？

七. 參考資料

1. 薄膜製程上課講義