

真空镀膜技术制备半导体功能器件

（OLED、OSC）虚拟仿真实验

有机半导体材料和薄膜光电子学的发展，引起了人们对有机半导体器件的广泛关注。以有机电致发光器件（Organic Light-Emitting Device, OLED）和有机太阳能电池（Organic Solar Cells, OSC）为代表的有机半导体器件的研究在近二十年中取得了令人瞩目的成果。

有机半导体技术目前在信息显示领域率先崛起。相对于液晶（Liquid Crystal Display, LCD）显示器件，有机电致发光器件（OLED）具有主动发光、亮度更高、制造工艺更简单、视角范围更广、制成尺寸更大、还可实现柔性显示等突出优点。目前，三星、京东方等公司已建成多条 OLED 生产线，OLED 已经在电视、手机、数码相机、汽车仪表盘等设备中广泛应用。

相较于硅基太阳能电池，有机太阳能电池具有质量轻、易制备、成本低、污染少、可大面积制备和可柔性等优点，从而在近年来得到了广泛的关注和长足的发展。如果能进一步提升器件的光电转化效率和器件的稳定性，有机太阳能电池必定在市场化进程上取得突破，为经济社会的发展注入新的活力。

[实验目的]

- 1.理解有机发光二极管器件、有机光伏器件工作的基本原理，巩固半导体物理理论相关知识。
- 2.使学生掌握设计多层结构有机发光二极管、体异质结有机光伏电池的基本原则，学生能够根据要求设计复杂结构的功能器件。
- 3.通过实验操作，掌握薄膜制备技术，熟悉制备有机发光二极管器件、有机光伏器件的制备流程。学生能够根据功能器件结构选择合适的实验方法、实验工艺完成器件制备。
- 4.掌握磁控溅射镀膜、热蒸发镀膜的基本原理，熟悉磁控溅射实验装置、热蒸发实验装置的构造及操作规范。通过训练能够设计工艺参数利用仪器制备各种功能薄膜。

[实验仪器]

磁控溅射镀膜装置、热蒸发镀膜装置、旋涂仪、电子秤、紫外臭氧处理、超声清洗仪、Keithley 电源、四探针电阻测试仪、亮度计、太阳能电池测试系统

[实验原理]

1 有机发光二极管

1.1 有机电致发光器件结构及发光机理

原子核外的电子是按照特定轨道围绕原子核运动的，不同轨道上的电子有着不同的能量。靠近原子核轨道上的电子能量较低，远离原子核轨道上的电子能量较高，电子从一个较低的轨道跃迁到一个较高的轨道，需要吸收能量；反之，电子从高轨道跌落到更低轨道时就要释放能量。这种能量是以“光子”的形式释放，这就是我们见到的发光现象。释放能量的多少决定了光子的数量和光子的频率，从而决定了发光强度及其颜色。OLED 是基于有机材料的一种电流型半导体发光器件。它是用表面粗糙度小的高质量玻璃作为基板，用铟锡氧化物（ITO）导电玻璃作为阳极，在阳极上制作一层几十纳米厚的有机发光材料作发光层，发光层上方再用一层低功函数金属覆盖作为阴极。当两电极上加有电压时，阳极提供空穴，阴极提供电子，空穴和电子在发光层的有机物中复合，就可以释放能量，产生光辐射。

OLED的器件结构与其发光机理有着密不可分的联系，一般认为，有机EL器件属载流子注入型发光器件，其发光过程可分为以下五个阶段：

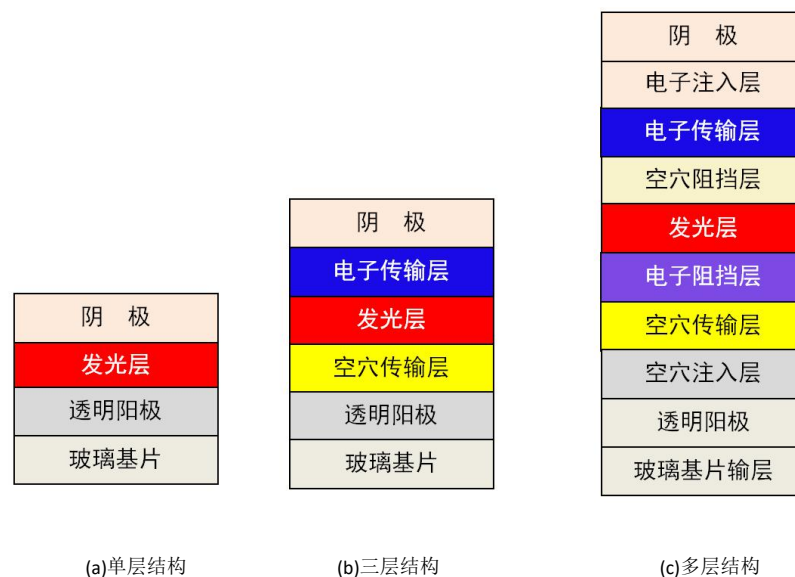


图 1.1 常见有机发光二极管（OLED）器件的结构

(1)电子和空穴分别从阴极和阳极注入有机层

由于 OLED 器件的有机层的厚度很薄，所以很小的电压便可在有机发光层中产生高电场。在电场作用下，空穴会越过 ITO 和有机层中的 HOMO 之间的势垒，电子越过金属电极的费米能级和有机层的 LUMO 之间的势垒而注入到有机层中。使用功函数较低的金属可以有效地提高器件的发光效率就是因为降低了电子的注入势垒。

(2)电子和空穴在有机层中传输

当载流子(电子和空穴)一旦从电极注入到有机薄膜中，有机分子就处于离子自由基状态，由于这种离子基与近邻的有机分子有部分的电子云交迭，因而在电场的作用下，这种离子自由基能通过电子的传递向对面电极运动。但是，由于分子之间的电子云交叠较弱，不能像无机半导体晶体中那样形成能带。因此，载流子在有机固体中的运动往往被看作是从一个分子向另一个分子的跳跃(hopping)运动。

(3)电子和空穴形成激子

在外场作用下，注入的电子和空穴相遇配对，形成“电子空穴对”。它具有一定的寿命，约在皮秒至纳秒数量级。这样的“电子-空穴对”被称为“激子”(Exciton)。根据电子和空穴距离的远近和相互作用的强弱，可以分为 Frankel 激子和 Wannier 激子。当电子和空穴束缚在一个分子上时，相互作用较强，这种激子叫做 Frankel 激子。这时，电子和空穴作为一个整体在有机半导体内移动。

(4)激子传输

产生的激子在以辐射或非辐射的形式退激发之前，能够以自发扩散的方式在有机固体中不停地运动，其平均扩散长度视材料不同而不同。

(5)激子辐射复合导致发光

激子处于激发态，经过衰减跃迁以光的形式释放能量出来，这是 OLED 器件实现发光的最后一步，称之为载流子复合发光。

激子的自旋由两电子电荷自旋构成，可以是能量不同的单重态(singlet, 总自旋 $S=0$)或三重态(triplet, $S=1$)。一般来说，允许的辐射跃迁(radiative emission)只发生在单重态之间。电致发光器件的内部量子效率为 $\eta = \eta_{int} = \gamma r q$ ， γ 是激子形成机率， r 是单重态激子形成机率， q 是单重态激子辐射跃迁(发光)机率(决定于器件的结构)。为了达到高效发光，要求空穴、电子注入平衡，有效形成单重态激子(但 r 存在上限25%，这可由单重态激子与三重态激子数之比1: 3得到)和提高激子的辐射跃迁几率。

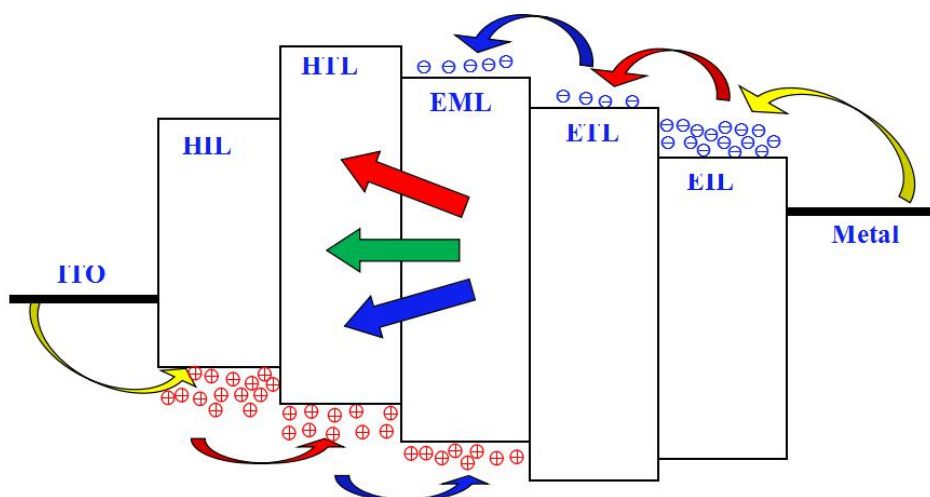


图 1.2 有机发光二极管（ OLED）工作原理图

简单地说，有机电致发光的过程就是载流子(空穴与电子)注入—迁移—复合—发光的过程。因此，理想的 OLED 器件应该具有如下几个特点：

- 1)两个电极与和其相邻的层之间的注入势垒比较低，空穴和电子的注入能力强，并且两者之间比较均衡；
- 2)空穴传输层和电子传输层的传导能力强；
- 3)发光层中的非辐射复合中心少，激发态分子大部分以辐射发光的形式去激发；
- 4)发光区域离金属电极比较远，激子猝灭的几率比较小；
- 5)电子和空穴运动到发光层后尽可能被约束在发光层中。

1.2 OLED 器件材料

1.2.1 阴极材料

采用低功函数材料，有利于在较低的电压下电子的注入，适当的阴极材料还应当在空气中具有较好的稳定性。可用的阴极材料如：In、Cu、Au、Mg、Ag 等金属及合金，目前采用较多的是 Mg/Ag 合金和 Al。另外碱金属化合物，如 LiF、MgF₂ 与 Al 组合的阴极材料用的较多。

1.2.2 阳极材料

阳极材料一般选择高功函数的材料以便于空穴的注入，需要电阻小、光透过率高的材料。氧化铟锡是目前最常用的材料，因为 ITO 有约 4.7eV 的高功函数，并且是一种透明度高的半导体材料。

1.2.3 电子传输材料

电子传输材料应满足以下要求：(1)具有较高的电子迁移率，易于传输电子；(2)具有较低的 LUMO 能级，易于由阴极注入电子；(3)较大 HOMO 能级，对空穴有阻挡作用；(4)激发能量高于发光层的激发能量；(5)不能与发光层形成激基复合物；(6)成膜性和化学稳定性良好，适合真空蒸镀，能形成均匀致密无孔的薄膜，不易结晶。

电子传输材料：8-羟基喹啉铝(Alq₃)、1, 2, 4-三唑衍生物(1, 2, 4-Triazoles, TAZ)、PBD、Beq2、DPVBi、PFTAZ、PPQ、PPOPH、PPOOPH、PBD: PMMA

1.2.4 空穴传输材料

空穴传输材料应满足以下要求：(1)具有较高的空穴迁移率；(2)具有较低的 HOMO 能级，易于由阳极注入空穴；(3)LUMO 能级高于发光层的激发能量；(4)不能与发光层形成激基复合物；(5)具有良好的成膜性和较高的玻璃化温度，热稳定性好，可以用真空蒸镀法形成致密的薄膜，且不易结晶。

空穴传输材料：TPD、m-MTADATA、TPTE、CuPu、PVK、PRDOT；PSS

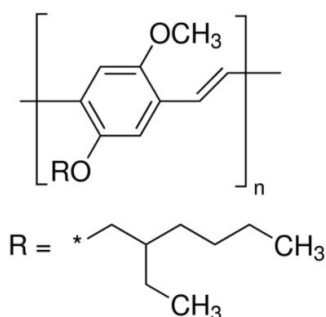
1.2.5 发光材料

有机电致发光器件的每一个工作过程都与器件所用材料的电子结构密切相关，研究这些材料的电子结构对理解发光机理、提高器件性能及设计新型发光层材料都有重要意义。在制备 EL 器件中，OLED 材料的选择至关重要。用于 OLED 器件的发光材料首先要满足以下五点要求：(1)材料要具有高效率的固态荧光，无明显的浓度猝灭现象；(2)具有良好的化学稳定性和热稳定性，不与电极和载流子传输材料发生反应；(3)材料易形成致密的非晶态膜且不易结晶；(4)具有适当的发光波长；(5)具有良好的电导特性及一定的载流子传输能力。

发光材料：Alq3、Gaq3、Beq3、Znq2、Bepq、ZnPBO、ZnPBT、Bphen、TmPyPB、TPBi、聚苯乙烯撑 PPV、聚噻吩 PTh、聚对苯撑 PPP、聚烷基苄 PAF

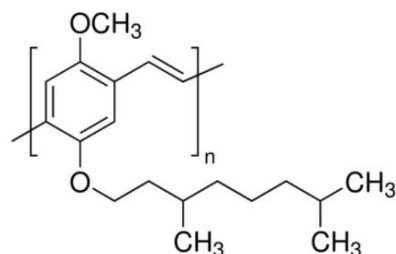
1.2.6 主要材料结构

表 1.1 几种有机物的分子式及主要结构



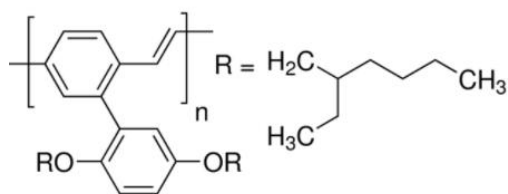
MEH: PPV

Poly[2-methoxy-5-(2-ethylhexyloxy)-1,4-phenylenevinylene]



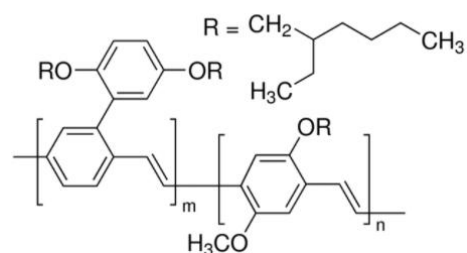
MDMO-PPV

Poly[2-methoxy-5-(3',7'-dimethyloctyloxy)-1,4-phenylenevinylene]



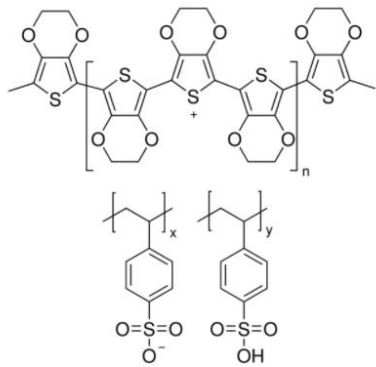
BEHP-PPV

Poly[2-(2',5'-bis(2"-ethylhexyloxy)phenyl)-1,4-phenylenevinylene]



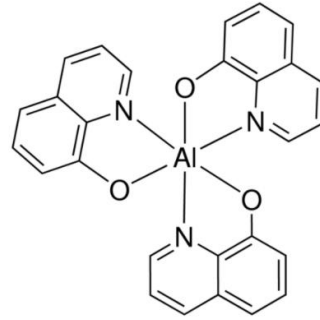
BEHP-co-MEH-PPV

Poly{[2-[2',5'-bis(2-ethylhexyloxy)phenyl]-1,4-phenylenevinylene]-co-[2-methoxy-5-(2'-ethylhexyloxy)-1,4-phenylenevinylene]}



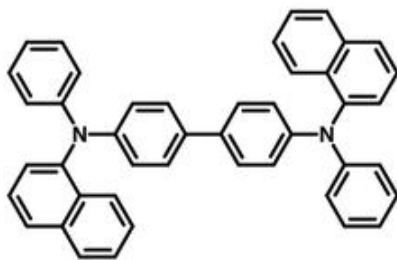
PEDOT:PSS

Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-poly(styrenesulfonate) dry re-dispersible pellets]



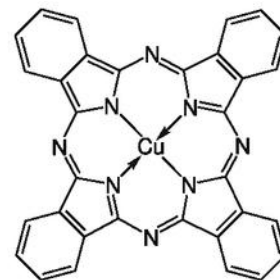
Alq₃

8-Hydroxyquinoline aluminum salt



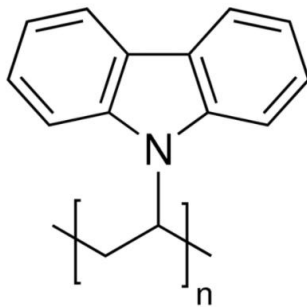
NPB

N,N'-Di(1-naphthyl)-N,N'-diphenyl-(1,1'-biphenyl)-4,4'-diamine



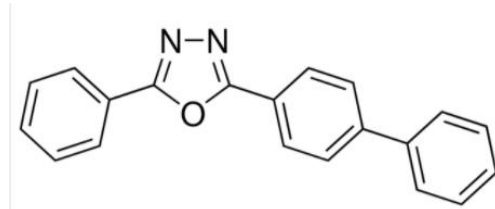
CuPc

Copper(II) phthalocyanine



PVK

Poly(9-vinylcarbazole)



PBD

2-(4-Biphenyl)-5-phenyl-1,3,4-oxadiazole

1.3 光电特性

有机发光二极管的基本特性是如同二极管一般，在施以一顺向直流偏压时，开始有电流流经器件。当电压达到器件起始电压后，器件开始发光。当施加为逆向偏压时，几乎不会有电流通过，器件也不发光。

一般探讨 OLED 效率的规格有两种。一种是从工程的角度，把 OLED 当作一种显示装置，利用现有技术，如液晶显示器的测量装置与比较参数来讨论，这有助于 OLED 技术的系统整合并考虑与其他技术的比较，但这往往会忽略技术背后原理的差异性；另外一种是属于物理的测量与定义，较无统一性。显示装置所要注意的是，要考虚人的眼睛视觉感受，因而使用的是光度学 (photometry) 的定义，而物理的定义往往是要了解光源实际发出的能量，因此采用放射学 (radiometry) 单位，表 1.2 列出了二者的差异性。

如果应用在显示技术上，发光效率又称电流效率 (current efficiency)。它和发光功

率效率(luminous power efficiency, η_p)是常被使用的,前者注重发光材料特性的考量,为材料与化学家常引用,而后者则注重面板耗电和能量系统设计的考量,为光电工程师常用单位。其计算方法和换算法可参考表 1.3。

表 1.2 光度学与放射学的对应名称与单位			
放射学 (radiometry)		光度学 (photometry)	
名称	单位	名称	单位
辐射通量 (radiant flux)	W	光通量 (luminous flux)	lm
辐射度 (irradiance)	W/m ²	照度 (illuminance)	Lm/m ² 、lux
辐射强度 (radiant intensity)	W/sr	发光强度 (luminous intensity)	cd、lm/sr
辐射率 (radiance)	W/ (sr·m ²)	光强度 (亮度) (luminance)	cd/m ² 、lm/ (sr·m ²)
辐射效率 (radiant efficiency)	W/ (sr·A)	发光效率 (luminance efficiency)	cd/A
功率效率 (power efficiency)	W/W	发光功率效率 (luminous power efficiency)	lm/W

表 1.3 OLED 各种发光效率的定义与表示			
OLED 效率	符号	单位	表达式
外部量子效率 (external quantum)	η_{ext}	-	$\frac{q \int \lambda I_{det}(\lambda) d\lambda}{hcf I_{OLED} \int R(\lambda) d\lambda} = \frac{\int \lambda I_{det}(\lambda) d\lambda}{f I_{OLED} \int \lambda \eta_{det}(\lambda) d\lambda}$
内部量子效率 (internal quantum)	η_{int}	-	$\frac{\eta_{ext}}{\eta_c}$
功率效率 (power)	$\eta_{w,w}$	-	$\frac{P_{OLED}}{I_{OLED} V}$
发光功率效率 (luminous power)	η_P	lm/W	$\frac{L_P}{I_{OLED} V} = \frac{\Phi_0 \int g(\lambda) I_{det}(\lambda) / R(\lambda) d\lambda}{f I_{OLED} V}$
发光效率 (luminance)	η_l	cd/A	AL / I_{OLED}
λ为波长; $I_{det}(\lambda)$为相应于波长在λ和$\lambda+d\lambda$之间的入射光所探测到的光电流; $R(\lambda)$为相应于波长在λ和$\lambda+d\lambda$之间的探测器递增的响应度 ; q为电子电量; h普朗克常数; c为真空中光速; f为 OLED 与探测器的耦合系数(<1); P_{OLED}为由 OLED 发射的总的光功率; I_{OLED}为 OLED 电流; Φ_0为人眼的峰值响应系数; $g(\lambda)$为光响应曲线形状函数; V为 OLED 获得 I_{OLED}的驱动电压; L_P为 OLED 的发光功率(lm); L为 OLED 的光强度(亮度)[cd/m²];A			

为 OLED 器件的有效面积。

2 有机太阳能电池

2.1 有机太阳能电池器件的结构

一般地,有机太阳能器件具有平面层状结构,有机光吸收层夹于两个电极之间,其中一个电极必须是半透明的,常常采用的氧化铟锡(ITO),其它薄的金属层也可用于半透明电极。另一个电极常常采用的是金属铝(钙、铝、镁、金及其他的一些金属)。根本上讲,有机太阳能电池器件的基本原理与光发射二极管(Light-Emitting Diode,LED)

正相反。在 LED 中,电子和空穴分别从低功函数的

电极(阴极)和高功函数的电极(阳极)平衡地注入。在发光层的某个位置,注入的电子和空穴相遇并复合发光。在 PV 器件中,发生的是相反的过程。当吸收光子后,电子从最高被占分子轨道 HOMO(highest occupied molecular orbital)跃迁到最低未占分子轨道 LUMO(lowest unoccupied molecular orbital),不能直接形成自由的电子和空穴,而是产生有库伦紧密束缚的空穴-电子对,即激子(exciton),其束缚能为 0.3~1eV。随后发生的是激子离化。离化后的电子传输到一个电极,而空穴则必须到达另一个电极,以形成电流。一般普遍认为需要给、受体材料的 LUMO 能级差($LUMO_D - LUMO_A$)大于激子的束缚能才能提供足够的驱动力使其分离。

有机太阳能电池根据结构的不同,主要可以分为单层肖特基结构有机太阳能电池、双层 D/A 异质结结构(D: donor电子给体, A: acceptor电子受体)有机太阳能电池、D/A 本体异质结结构有机太阳能电池、叠层结构有机太阳能电池,相应的器件结构见图 2.2。有机太阳能电池活性层内激子扩散长度仅有 10~20 nm,这导致在上图 2.2 (a)、(b)两种器件结构下,大多数激子无法扩散到异质结表面实现载流子分离,从而导致效率较低。结构(c)是目前应用最广泛的有机太阳能电池结构,在这种器件结构下,给体与受体材料可以实现在活性层内的充分共混,因此在活性层内可以形成无数个给受体界面,使有机太阳能电池激子的分离可以发生在整个活性层内,因此与上面的单层肖特基结构与双层 D/A 异质结结构相比较,极大的提高了激子的解离率,使器件的效率和性能大大提高。最后一种叠层器件结构是两个或者多个本体异质结太阳能电池通过串联或者并联方式制备的,这种结构的太阳能电池可以最大限度的吸收太阳光谱,提高对太阳光的利用率;而且串联结构下叠层太阳能电池可以实现前后子电池电压的叠加,极大的提高器件的开路电压,从而获得较高的光电转化效率,不过这种结构存在制备工艺复杂的缺点。

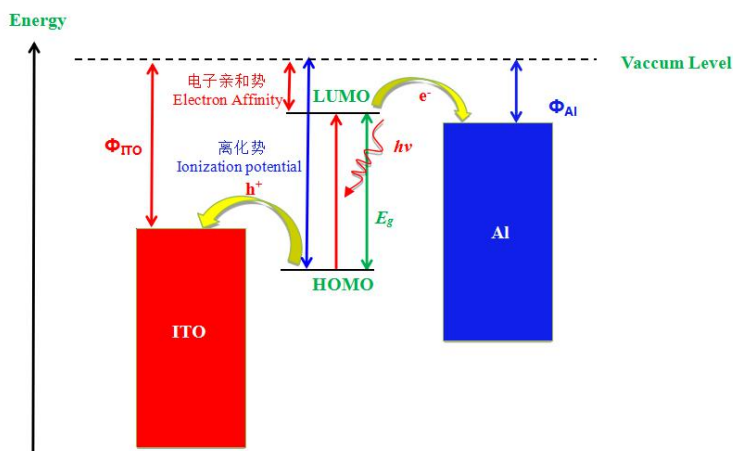


图 2.1 光伏器件能级图

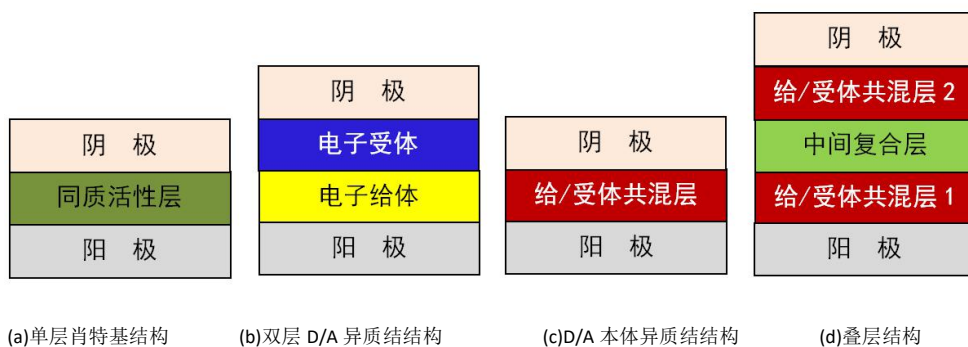


图 2.2 常见有机太阳能电池器件的结构

2.2 有机太阳能电池器件的工作过程

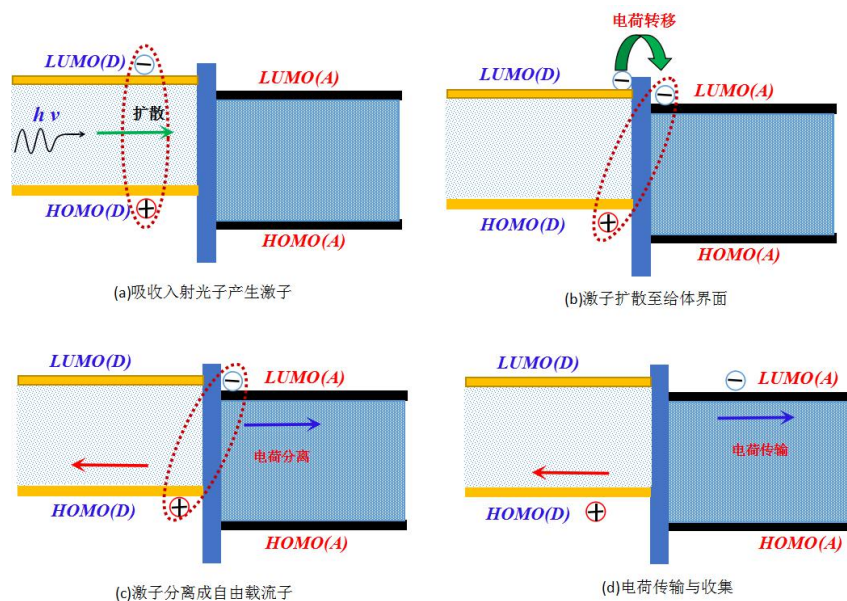


图2.3 太阳能电池光电转换过程

(1) 光子吸收

在大部分有机太阳能电池中，只有小部分入射光被吸收，因为材料的带隙过高。带隙为1.1eV(1100nm)的材料可以吸收77%的太阳辐射，然而大部分半导体聚合物的带隙都高于2.0eV(600nm)，这使得吸收只能达到30%。由于有机材料较低的电荷迁移率，一般要求有机材料层的厚度为100nm左右。有机材料的吸收系数通常要比硅的高很多，因此100nm的厚度对于吸收60%~90%的光是必要的，不过此时要使用一个反射背电极。反射损失是比较重要的参数。对于无机器件，反射涂层对于减少效率损失也是有帮助的。

(2) 激子扩散

理想状态下所有的光激发激子都应该到达一个离化的位置。由于这样一个位置有可能在半导体层的另一侧，所以激子的扩散长度应该至少等于薄膜的厚度(满足足够的吸收)，否则激子就会发生复合，造成吸收光子的浪费。在聚合物和染料中，激子的扩散长度通常只有10nm。但是上面提到，为了保证足够的吸收需要100 nm的厚度，此时激子就可能以复合等方式损失掉。

(3) 激子离化

激子的离化发生在半导体/金属界面处、杂质处(氧)、或在两种具有足够不同电子亲合势和离化势的材料之间，此时一种材料作为电子受主，另一种材料作为电子施主保留正电荷。如果电子亲合势和离化势之差不足，激子有可能只是跳跃到具有较低带隙的材料上而没有离化。最终，它可能会复合，对光电流没有贡献。结是激子离化的一个位置。对于单层器件，在其中一个电极处形成肖脱基结，激子在电极与有机半导体界面处离化。对于双层器件，激子在施主-受主界面处形成PN结离化，结由两种不同材料的电子化学势的平衡得来，在无

机半导体材料中是由其费米能级的平衡得来。本体异质结结构器件的活性层由给/受体共混而成，电子给体和电子受体相互混合成穿插的网状薄膜的结构，从而大大增加了激子的分解界面，减少激子扩散距离，增加激子分解的效率。

(4)电荷传输

在电荷向电极的传输途中，电荷有可能会受到复合的影响，尤其是电子和空穴在同一材料中传输时。而且，电荷与原子或其他电荷相互作用可能会降低传输速度，因而限制电流的产生。载流子在传输过程中可能发生三种情况：(a)两种载流子相遇；(b)两种载流子不相遇；(c)载流子被杂质或缺陷俘获。显然，(a)和(c)两种情况都有可能造成载流子的损失。有机光伏器件和无机光伏器件存在一些根本的不同。

在具有三维晶格的晶体无机半导体中，独立的LUMO和HOMO构成了贯穿整个材料的导带和价带。这与大部分的有机染料半导体存在根本的不同，后者由于分子间的力太弱无法形成三维晶格结构。因此，有机分子的LUMOs和HOMOs之间的相互作用不够强，不能形成导带和价带。所以，在有机材料中，电荷的传输是定域态间的跳跃，而不是能带内的传输。这意味着有机材料和聚合物材料中载流子的迁移率通常都比无机半导体材料的低。在大多数的无机半导体材料中，光子吸收产生的是自由的电子和空穴，然而在有机半导体中激发的电子与空穴束缚在一起(室温)，以激子形式存在。

(5)电荷收集

在内建电场的作用下，被解离的空穴会沿着电子给体材料中形成的通道向阳极运输，而被解离的电子会沿着电子受体材料中形成的通道向阴极运输，并非所有的空穴和电子最终都会分别到达阳极和阴极，这是因为部分空穴和电子在运输过程中会发生复合。因此在电子给体和电子受体中需要形成独立的空穴和电子运输通道，提高空穴和电子传输到电极的效率。

2.3 有机光伏器件的光伏特性

聚合物太阳能电池的电流-电压 (I-V) 特性曲线是表征器件光伏性能的重要手段。聚合物太阳能电池的性能参数主要包括：开路电压 (Voc)、短路电流 (Isc)、填充因子 (FF)、能量转换效率 (PCE)、内量子效率 (IQE) 和外量子效率 (EQE)。聚合物太阳能电池在光照及暗态下的光伏特性曲线如图2.4所示，是典型的OPV器件的电流-电压(I-V)特性。纵轴与实线的交点表示器件的短路电流(Isc)，横轴与实线的交点表示器件的开路电压(Voc)。

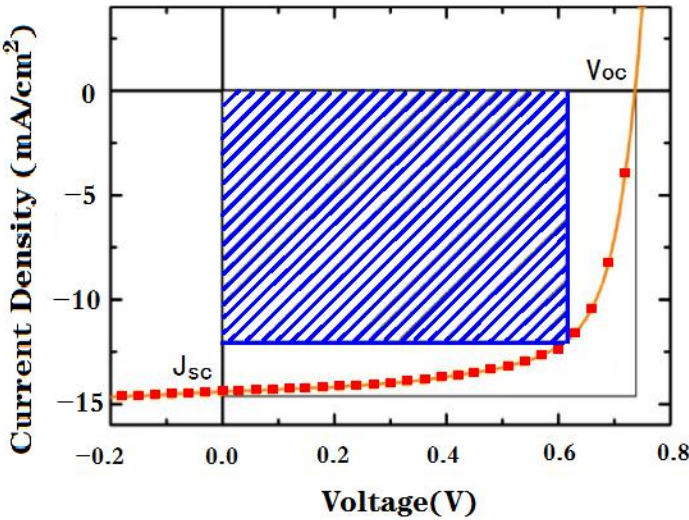


图 2.4 OSC 器件在有光时的电流密度—电压特性曲线

(1)开路电压

开路电压 V_{oc} （Open Circuit Voltage）：在光照情况下，有机太阳能电池的外电路处于开路状态，测得输出电压的最大值。

研究表明开路电压与给体的HOMO能级、受体的LUMO能级相关，可通过经验公式估算

$$V_{oc} = \frac{1}{e} (|E_{HOMO}^D| - |E_{LUMO}^A|) - 0.3$$

(2) 短路电流密度

短路电流密度 J_{sc} （Short-circuit Current Density）：在标准光源照射条件下，电池两级处于短路时的输出电流密度称为短路电流密度，单位为 mA/cm^2 。

器件中最大的光电流由 I_{sc} 决定。由 I_{sc} 可以得到器件中电荷分离和传输效率的信息，以及载流子迁移率和寿命等信息。 I_{sc} 的大小与光照强度有关，在强度为 $100 \text{ mW}/\text{cm}^2$ (AM1.5) 的光激发下， J_{sc} 一般在 $0.2 \sim 80 \text{ mA}/\text{cm}^2$ 。

(3) 填充因子

填充因子 FF （Fill Factor）：它是指器件最大输出功率与开路电压和短路电流乘积的比值。是衡量太阳能电池输出特性好坏的一个参数。

$$FF = \frac{P_{\max}}{J_{sc} \times V_{oc}} = \frac{J_{mp} \times V_{mp}}{J_{sc} \times V_{oc}}$$

图2.4实线中方形的面积 $P_{\max} = J_{mp} \times V_{mp}$ 是器件能达到的最大功率。通常，较大的串联电阻和过小的并联电阻会降低 FF 。对于实际的PV器件，理想的等效电路要由两电极处的欧姆损失造成的串联电阻和由漏电流造成的并联电阻来修正。图2.5、图2.6所示是理想、实际太阳能器件的等效电路图。

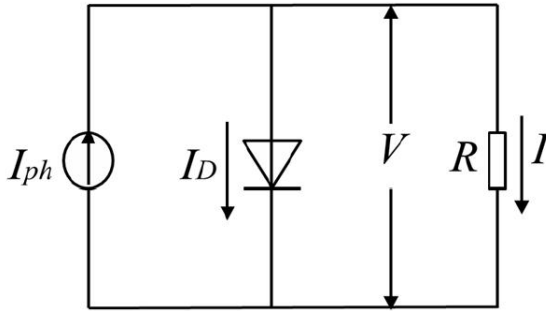


图2.5 理想太阳能电池等效电路图

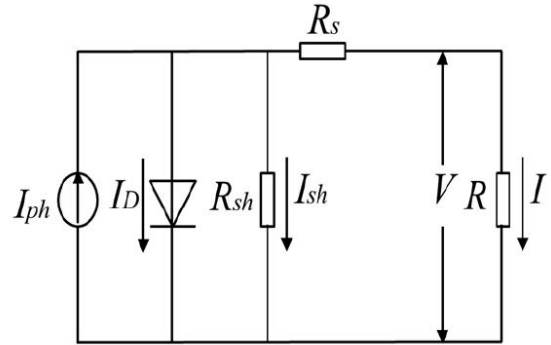


图2.6 实际太阳能电池等效电路图

此时，实际二极管中的电流可以表示为：

$$I = I_{ph} - I_D - I_{sh} = I_{ph} - I_0 \left(e^{\frac{q(V+IR_s)}{nKT}} - 1 \right) - \frac{V + IR_s}{R_{sh}}$$

式中 R_s 和 R_{sh} 分别表示串联电阻和并联电阻， I_0 表示反向电压饱和电流， I_{ph} 表示光照时产生的光电流， q 是电子电量， n 是理想因子， K 是玻尔兹曼常数， T 是绝对温度。可以看出， R_s 和 R_{sh} 对 FF 都会造成影响。串联电阻主要由材料之间以及材料与电极间的接触电阻构成一般较小。并联电阻(几千欧)对应器件中的漏点和坏点。根据图2.4的 J - V 曲线中， J_{sc} 与 Y 轴交点处斜率的倒数即为并联电阻 R_{sh} ， V_{oc} 与 X 轴的交点处的斜率的倒数即为串联电阻 R_s 。较为难以确定的是反向饱和电流与理想因子的影响，因为它们需要修正的是器件在非光照时的状态。

(4) 能量转换效率

能量转换效率PCE（Power Conversion Efficiency）：有机光伏器件吸收太阳光，太阳能经过光伏电池转化为电能，光电转换效率时光伏器件性能的重要参数。

$$PCE = \frac{P_{\max}}{P_{in}} = \frac{V_{mp} \cdot I_{mp}}{P_{in}} = \frac{V_{oc} \cdot J_{sc} \cdot FF}{P_{in}}$$

Pin指的在测试条件下（AM1.5，100mW/cm²）的入射太阳光功率。

2.4有机太阳能电池器件材料

(1)玻璃/ITO衬底

有机太阳能电池器件常用的衬底有玻璃和聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）。普通器件中使用的都是浮法制备的透明玻璃，厚度为1-3 mm。为了有效地吸收入射光，通常要求其可见光透过率不低于 90%。PET 衬底常用于柔性器件中，其透光性优良、力学性能良好，具有较高的冲击强度和耐腐蚀性，且能长期耐 120 ℃高温，是一种理想的柔性太阳能的衬底。在衬底上制备的电极以氧化铟锡（ITO）透明导电薄膜应用最为广泛。实验室内最常用的是在浮法玻璃上使用低温溅射法制备的ITO薄膜。

(2)电子受体材料

富勒烯是一类由碳原子组成的球形分子，根据组成球形分子的碳原子数目可以分为C60、C70等。富勒烯独特的分子结构决定了其独特的物理化学性质，富勒烯的p轨道构成的球形大π键共轭体系，具有较高的电子亲和势和电子迁移率。富勒烯以及其衍生物PCBM是应用比较多的电子受体材料。具有良好的电子亲和性和高的电子迁移率，独特的球形结构有利于电子的传输，与给体材料良好的混溶性有利于获得良好的活性层形貌。

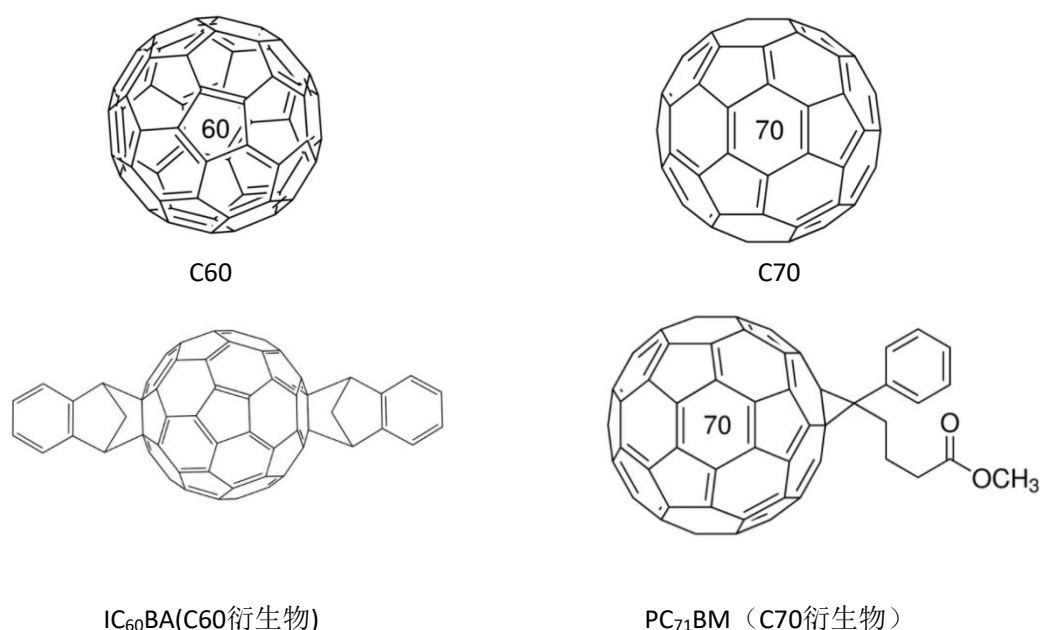


图2.7 富勒烯及其衍生物分子结构

(3)电子给体材料

在确保给体材料满足吸光范围的条件下，给受体能级的匹配很重要。首先为了确保激子能在给/受体界面分离，给/受体LUMO能级之差要满足0.3eV的要求。适当降低给体材料的HOMO能级，提升受体材料的LUMO能级，可以提高器件的开路电压。给受体分别起到传输

空穴、电子的作用，给体材料要有高的空穴迁移率，受体材料需要高的电子迁移率，空穴、电子迁移率的平衡也很重要。研究较多的聚合物材料是聚对苯撑乙烯类（PPV）衍生物和聚噻吩类（PT）衍生物。

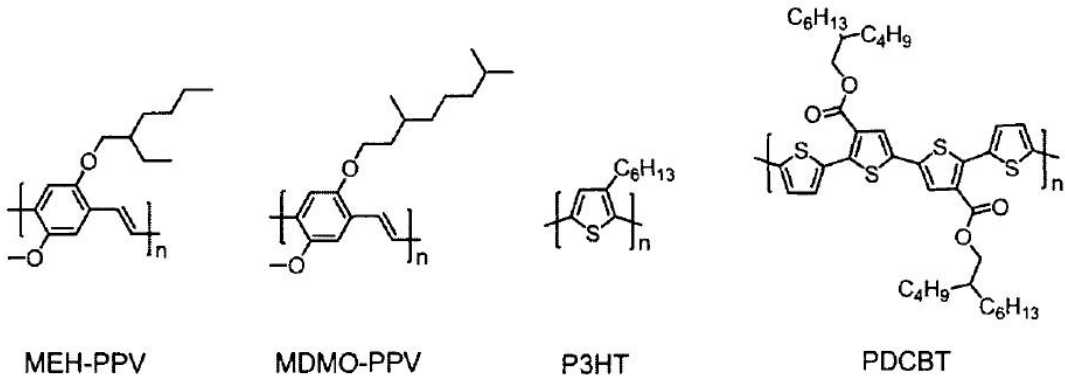


图2.8 PPV衍生物、PT衍生物的分子结构

(4)阳极界面材料

目前应用最广泛的共聚物阳极界面材料有PEDOT: PSS，它是聚（3，4-乙撑二氧噻吩）PEDOT和聚4-苯乙烯磺酸PSS的复合物，其的功函~5.1eV。PEDOT: PSS作为阳极界面层主要优点有：1）PEDOT: PSS是水溶液，可以通过溶液旋涂成膜，同时PEDOT: PSS可以改善ITO表面粗糙度。2）PEDOT: PSS的功函数较高，可以调节ITO的功函数使其与给体材料的HOMO能级匹配，形成良好的欧姆接触，有利于空穴的收集。PEDOT: PSS具有优良的透光性，在整个可见光区，透光性大于95%。PEDOT: PSS具有良好的普适性，几乎适用于各种类型的聚合物给体材料。除了PEDOT: PSS外，还有一些氧化物如MoO₃、V₂O₅、NiO_x、WO₃等。

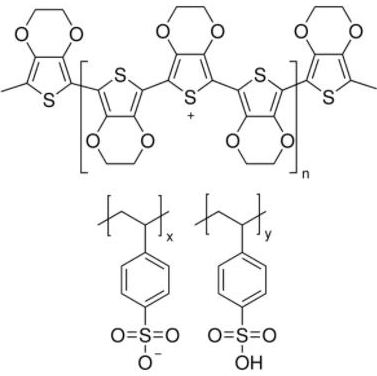


图2.9 PEDOT: PSS分子结构式

(5)阴极材料

通常使用热蒸发的Al作为阴极，通过Ca或LiF修饰Al电极实现有效的空穴阻挡和电子收集。Ca的引入可以有效地提高器件的性能，因为Ca具有较低的功函数，可降低电极和活性层的接触势垒，单其化学性质很活泼，在空气中会很快被氧化。LiF提高器件性能的原因主要认为有两种：1）超薄的LiF通过在电极上形成界面偶极作用，降低电极的功函数，使有机/金属界面能级更加匹配，从而有利于电子的抽取。2) LiF在进行热蒸镀的时候发生化学分解，对活性层进行掺杂，使得电极与活性层的接触势垒降低。然而，低功函数的金属容易被氧化，影响器件的稳定性，同时不利于大批量生产的卷对卷工艺，除LiF外后续研究者尝试将NaF、KF、CsF以及Cs₂CO₃等分别引入作为阴极界面材料，器件性能也得到提升。另外还有ZnO、

SnO_x、CeO_x、BCP等功函数较低的材料作为阴极缓冲层。

表2.1 一些常用金属的功函数

金属	Na	Al	Cu	Co	Au	Zn	Ag	Pt	Mg	Pb	Ca	Yb	Cs
功函数 (eV)	2.8	4.3	4.5	3.9	4.7	4.3	4.3	6.4	3.5	4.1	2.9	2.6	2.2

3 磁控溅射镀膜

用高能粒子（通常是由电场加速的正离子）轰击固体表面的原子、分子与入射的高能粒子交换动能后从固体表面飞溅出来的现象称为溅射。溅射出来的原子（或原子团）具有一定的能量，它们可以重新沉积凝聚在固体基片表面上形成薄膜，称为溅射镀膜。通常是利用气体放电产生气体电离，其正离子在电场作用下高速轰击阴极靶材，击出阴极靶材的原子或分子，飞向被镀基片表面沉积成薄膜。

3.1 溅射镀膜原理

具有一定能量的离子入射到靶材表面时，入射离子与靶材中的原子和电子相互作用，可能发生如图 3.1 所示的一系列物理现象，其一是引起靶材表面的粒子发射，包括溅射原子或分子、二次电子发射、正负离子发射、吸附杂质解吸和分解、光子辐射等；其二是在靶材表面产生一系列的物理化学效应，有表面加热、表面清洗、表面刻蚀、表面物质的化学反应或分解；其三是一部分入射离子进入到靶材的表面层里，成为注入离子，在表面层中产生包括级联碰撞、晶格损伤及晶态与无定形态的相互转化、亚稳态的形成和退火、由表面物质传输而引起的表面形貌变化、组分及组织结构变化等现象。

被荷能粒子轰击的靶材处于负电位，所以也称溅射为阴极溅射。将物体置于等离子体中，当其表面具有一定的负电位时，就会发生溅射现象，只需要调整其相对等离子体的电位，就可以获得不同程度的溅射效应，从而实现溅射镀膜、溅射清洗或溅射刻蚀以及辅助沉积过程。溅射镀膜、离子镀和离子注入过程中都利用了离子与材料的这些作用，但侧重点不同。溅射镀膜中注重靶材原子被溅射的速率；离子镀着重利用荷能离子轰击基片表层和薄膜生长面中的混合作用，以提高薄膜附着力和膜层质量；而离子注入则是利用注入元素的掺杂、强化作用，以及辐照损伤引起的材料表面的组织结构与性能的变化。

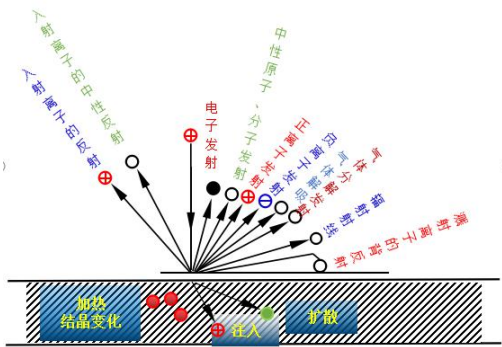


图 3.1 入射荷能离子与靶材表面的相互作用

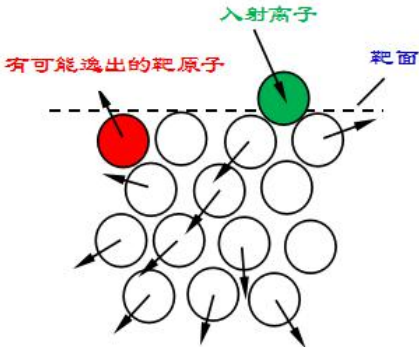


图 3.2 固体溅射过程级联

3.2 直流二极溅射

普通直流二极溅射是在溅射靶材上施加直流负电位（称阴极靶），把阳极作为放置被镀工件的基片架。在真空镀膜室中设置相距 5~10 cm 的两个平面电极，一个为阴极，装有 Φ10~30 cm 的靶材，阴极需有冷却结构，而且可附有加热功能；另一个为阳极，放置被镀基片，通常连接真空室壳体并接地。

镀膜时，先将镀膜室预抽至 10⁻³~10⁻⁴ Pa，然后通入溅射工作气体（氩气），当气压升至 1~10 Pa 时，在阴极和阳极间施加数千伏直流电压（500-5000V），引起气体“击穿着

火”，使其间产生辉光放电形成等离子体，其中的正离子 (Ar^+) 在电场中加速飞向阴极 (靶)，并轰击阴极靶，从而使靶材产生溅射。而其中的电子则继续与 Ar 气体原子发生电离碰撞，产生新的正离子和二次电子，以维持放电。最终，电子在电场作用下以较高的能量碰撞阳极。由阴极靶溅射出来的靶材原子飞向基片，最终沉积到基片上形成薄膜。

在溅射过程中氩气体放电通常处于异常辉光放电状态，放电辉光覆盖整个阴极靶面，使溅射和成膜都均匀。同时，在异常辉光放电状态，可通过调节溅射电压、改变溅射电流，最终改变沉积速率。在溅射镀膜中，电离效应是条件、溅射效应是手段、沉积效应是目的。

3.3 射频(RF)溅射

由于直流溅射和直流磁控溅射镀膜装置都需要在溅射靶上加上一负电位，因而只能溅射良导体，而不能制备绝缘介质膜。对于绝缘材料的靶材，若采用直流二极溅射，正离子轰击靶的电荷不能导走，造成正电荷积累，靶面正电位不断上升，最后正离子不能到达靶面进行溅射，因此对绝缘靶材需要采用射频(高频)溅射技术。图 3.3 是射频装置

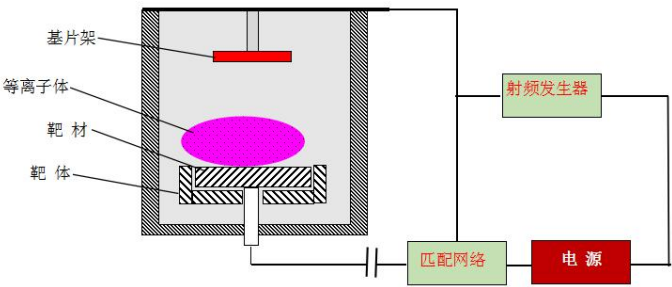


图 3.3 射频溅射镀膜装置

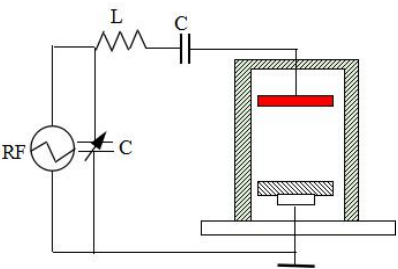


图 3.4 射频电源原理示意图

的结构简图。射频溅射装置与直流溅射装置类似，只是电源换成了射频电源。为使溅射功率有效地传输到靶-基板间，还有一套专门的功率匹配网络。在靶极和基体之间射频等离子体中的正离子和电子交替轰击绝缘靶而产生溅射，才能满足正常薄膜沉积的需要。

射频溅射频率的极性转换可利用射频发生器完成，射频发生器实际上就是一个 LC 振荡电路，如图 3.4 所示。在射频溅射镀膜装置的两极之间加上高频电场后(国内射频电源的频率多采用 13.56 MHz)，电子在振荡作用下的运动也是振荡式的，利用电子在射频电场中的振荡，电子吸收射频电场的能量，与氩原子产生碰撞电离而获得等离子体。等离子体内电子容易在射频电场中吸收能量并在电场中振荡，因此电子与气体粒子碰撞的几率大大增加，气体的电离几率也相应提高，使射频溅射的击穿电压和放电电压显著降低，其值只有直流溅射装置的十分之一左右。由于电子与气体分子碰撞几率增大，从而使气体电离率变大，因此射频溅射可以在 0.1 Pa 甚至更低的气压下进行。

3.4 磁控溅射

图 3.5 所示为磁控溅射工作原理。磁控溅射是在二极溅射的阴极靶面上建立一个环形的封闭磁场，它具有平行于靶面的横向磁场分量，磁场由靶体内的磁体产生。该横向磁场与垂直于靶面的电场构成正交的电磁场，成为一个平行于靶面的约束二次电子的电子捕集阱。电子 e 在电场 E 作用下被加速，在飞向基体的过程中与氩原子发生碰撞，若电子具有足够的能量 (约 30 eV)，则电离出 Ar^+ 和一个电子 e ，电子飞向基片， Ar^+ 在电场 E 作用下加速飞向阴极靶并以高能量轰击靶表面，使靶材产生溅射。在溅射粒子中，中性的靶原子 (或分子) 沉积在基片上形成薄膜。同时被溅射出的二次

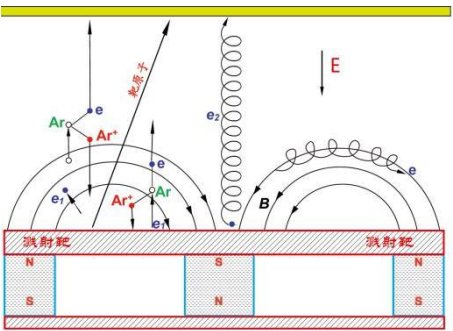


图 3.5 磁控溅射工作原理

电子在阴极暗区被加速，在飞向基片的过程中，落入正交电磁场的电子阱中，不能直接被阳极接收，而是利用磁场的洛伦兹力束缚，其受到磁场 B 的洛伦兹力作用，以旋轮线和螺旋线的复合形式在靶表面附近做回旋运动。电子 e_1 的运动被电磁场束缚在靠近靶表面的等离子区域内，使其到达阳极前的行程大大增长，大大增加碰撞电离几率，使得该区域内气体原子的离化率增加，轰击靶材的高能 Ar^+ 离子增多，从而实现了磁控溅射高速沉积特点。部分磁场束缚电子经过多次碰撞，能量逐渐降低，耗失能量成为低能电子（慢电子）。这部分低能电子在电场 E 作用下远离靶面最终到达基片。它传给基片的能量很小，致使基片温度很低。在磁极轴线处电场与磁场平行，电子 e_2 将直接飞向基片。通常此处离子密度很低，故 e_2 电子很少，对基体温升作用不大。因此，磁控溅射又具有“低温”的特点。在磁控溅射系统中，提高电离效率、增加薄膜沉积速度的关键是磁场的运用，正是磁场将从靶面发射的二次电子约束起来，从而提高了电子和气体的碰撞几率。

4 真空蒸发镀膜原理

4.1 真空蒸发镀膜的物理过程

在高真空条件下，将膜材置于蒸发源中，通过蒸发源加热使其蒸发，膜材蒸气的原子和分子从蒸发源表面逸出后，且当蒸气分子的平均自由程大于真空室的线性尺寸以后，很少受到其他分子或原子的冲击与阻碍，可直接到达被镀的基片表面上，由于基片温度较低，便凝结其上而成膜，其原理图如图 4.1 所示。为了提高蒸发分子与基片的附着力，对基片进行适当的加热或离子清洗使其活化是必要的。

真空蒸发镀膜从物料蒸发输运到沉积成膜，经历的物理过程为：

- (1) 采用各种能源方式转换成热能，加热膜材使之蒸发或升华，成为具有一定能量 ($0.1\sim 0.3\text{eV}$) 的气态粒子 (原子、分子或原子团)；
- (2) 离开膜材表面，具有相当运动速度的气态粒子以基本上无碰撞的直线飞行输运到基片表面；
- (3) 到达基片表面的气态粒子凝聚形核后生长成固相薄膜；
- (4) 组成薄膜的原子重组排列或产生化学键合。为使蒸发镀膜顺利进行，应具备两个条件：蒸发过程中的真空条件和镀膜过程中的蒸发条件。

4.2 蒸发过程中的真空条件

蒸发镀膜过程中，从膜材表面蒸发的粒子以一定的速度在空间沿直线运动，直到与其他粒子碰撞为止。在真空室内，当气相中的粒子浓度和残余气体的压力足够低时，这些粒子从蒸发源到基片之间可以保持直线飞行，否则，就会产生碰撞而改变运动方向。为此，增加残余气体的平均自由程，借以减少其与蒸气分子的碰撞几率，把真空室内抽成高真空是必要的。当真空容器内蒸气分子的平均自由程大于蒸发源与基片的距离（以下称蒸距）时，就会获得充分的真空条件。

设蒸距（蒸发源与基片的距离）为 L ，把 L 看成是蒸气分子已知的实际行程， λ 为气体分子的平均自由程，设从蒸发源蒸发出来的蒸气分子数为 N_0 ，在相距为 L 的蒸发源与基片之间发生碰撞而散射的蒸气分子数为 N_1 ，而且假设蒸发粒子主要与残余气体的原子或分子碰撞而散射，则有

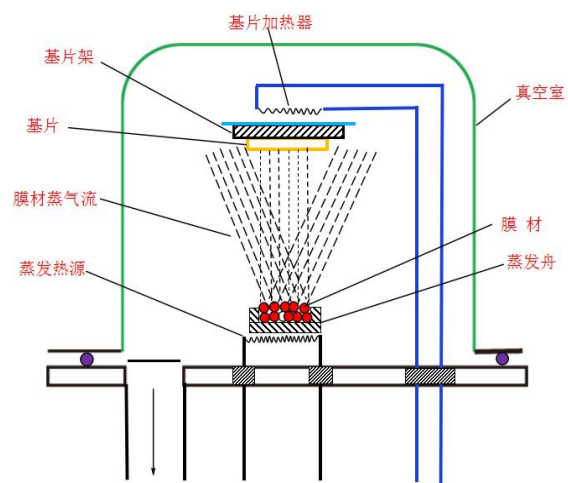


图 4.1 真空蒸发镀膜原理图

$$\frac{N_1}{N_0} = 1 - \exp\left(-\frac{L}{\lambda}\right) \quad (1)$$

在室温 25°C 和气体压力为 p (Pa) 的条件下, 残余气体分子的平均自由程 λ (cm)

$$\lambda = \frac{6.65 \times 10^{-1}}{p} \quad (2)$$

由式(2)计算可知, 在室温下, $p = 10^{-2} \text{ Pa}$ 时, $\lambda = 66.5 \text{ cm}$, 即一个分子在与其他分子发生两次碰撞之间约飞行 66.5 cm。

当 $\lambda = L$ 时, 有 63% 的蒸气分子会发生碰撞。如果平均自由程增加 10 倍, 则散射的粒子数减少到 9%。因此, 平均自由程必须远远大于蒸距才能避免蒸气分子在向基片迁移过程中与残余气体分子发生碰撞, 从而有效地减少蒸气粒子的散射现象。目前常用的蒸发镀膜机的蒸距均不大于 50 cm, 因此, 如果要防止蒸气粒子的大量散射, 在真空蒸发镀膜设备中, 真空镀膜室的起始真空度必须高于 10^{-2} Pa 。

真空室中残余气体分子的来源主要是真空镀膜室表面上的解吸放气、蒸发源释放的气体、抽气系统的返流以及设备的漏气等。若镀膜设备的结构设计良好, 则真空抽气系统的返流及设备的漏气并不会造成严重的影响。通常, 在常用的高真空系统中, 其内表面上所吸附的单层分子数远远超过气相中的分子数, 因此, 除了蒸发源在蒸镀过程中所释放的气体外, 在密封和抽气系统性能均良好和清洁的真空系统中, 若气压处于 10^{-4} Pa 时, 从真空室壁表面上解吸出来的气体分子就是真空系统内的主要气体来源。

在 $10^{-2} \sim 10^{-4} \text{ Pa}$ 压力下蒸发时, 膜材蒸气分子与残余气体分子到达基片上的数量大致相等, 这必将影响制备的膜层质量。因此, 需要合理设计镀膜设备的抽气系统, 保证膜材蒸气分子到达基片表面的速率高于残余气体分子到达的速率, 以减少残余气体分子对膜层的撞击和污染, 提高膜层的纯度。为了减少残余气体中的水分, 可以提高真空室内的温度, 使水分解, 这也是提高膜层质量的一种有效办法。还应注意蒸发源在高温下的放气, 可先用挡板挡住基片, 然后对膜材加热去气, 在正式镀膜开始时再移开挡板。利用该方法可有效提高膜层的质量。

4.3 蒸发源

蒸发源是用来加热膜材使之汽化蒸发的装置。目前所用的蒸发源主要有电阻加热、电子束加热、感应加热、电弧加热和激光加热等多种形式。

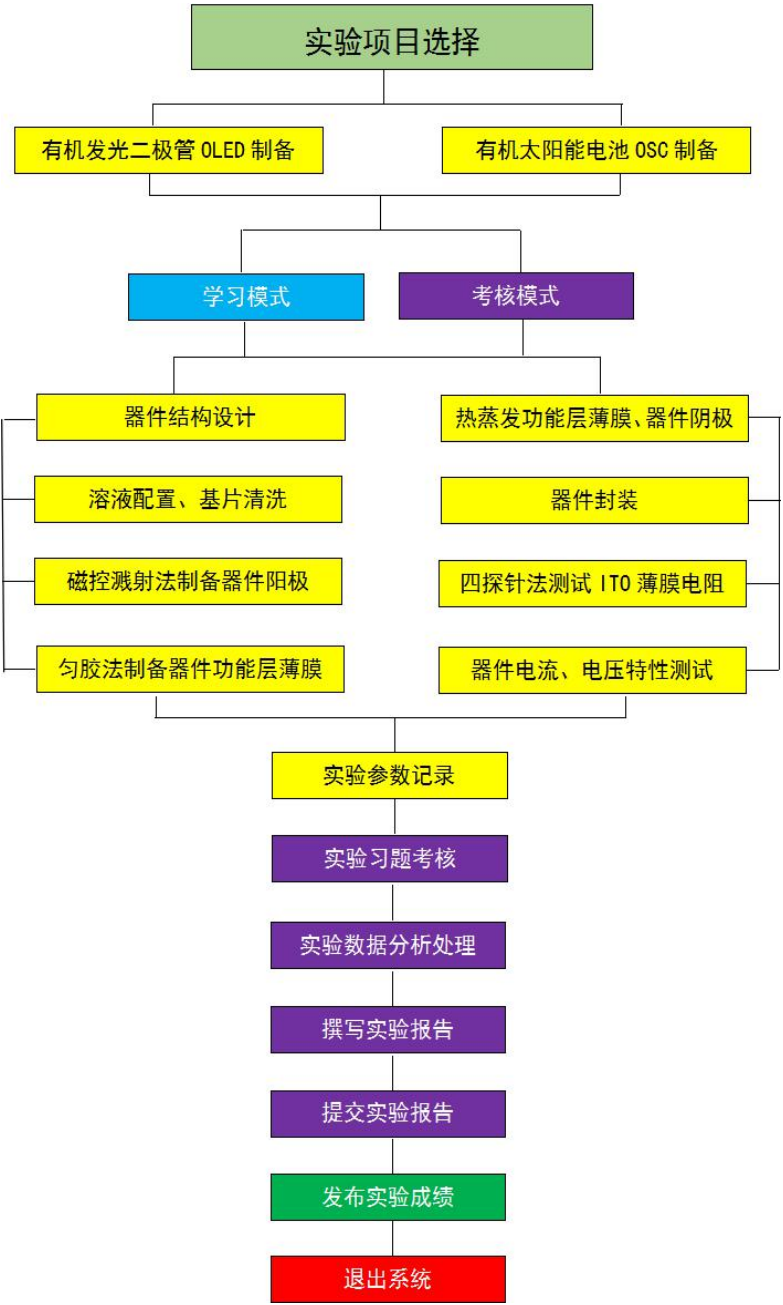
电阻式蒸发源简单、经济、可靠, 可以做成不同的容量、形状并具有不同的电特性。电阻加热式蒸发源的发热材料一般选用 W、Mo、T 等高熔点金属及 Ni 和 Ni-Cr 合金。根据膜材的性质、蒸发量以及它与蒸发源材料的湿润性, 电阻加热蒸发源可以制成筐状或舟状等不同的结构形式, 一般采用大电流通过蒸发源使之发热再对膜材直接加热蒸发。对于蒸发温度不是很高, 但与蒸发源材料容易发生反应的材料, 可把膜材放入坩埚 (石英、玻璃、氧化铝、石墨、氧化铍、氧化锆等) 中, 采用间接加热方式蒸镀。电阻加热蒸发装置结构简单、成本低、操作简便, 被广泛应用。

电阻加热蒸发源材料需具有以下特点:

- (1) 高熔点。必须高于待蒸发膜材的熔点 (常用膜材熔点为 $1000 \sim 2000^\circ \text{C}$)。
- (2) 低的饱和蒸气压。保证足够低的自蒸发量, 不至于影响系统真空度和污染膜层。
- (3) 化学性能稳定。在高温下不应与膜材发生化学反应生成化合物或合金化。

[实验流程]

实验项目选择、器件结构设计（有机发光二极管/有机太阳能电池结构设计）、材料称量并配置溶液、超声清洗基片、磁控溅射法制备透明阳极薄膜 ITO、高温热处理并紫外臭氧处理 ITO 薄膜、匀胶机制备功能层薄膜、热蒸发法制备功能层及阴极薄膜、对器件在手套箱进行封装、对器件性能进行测试。



虚拟实验流程图

[实验内容]

- 1. 完成有机半导体器件 OLED/OSC 的结构设计；
- 2. 根据设计的器件结构完成对器件的制备；
- 3. 功能薄膜、功能器件基本性能完成测试并分析结果；
- 4. 基本习题测试；
- 5. 完成、提交实验报告。

[操作步骤及操作规范]

真空镀膜技术制备 OLED 器件操作步骤及操作规范

步骤 1：根据所给出材料设计 OLED 器件的基本结构

1 阳极/空穴传输层(阳极修饰层) /发光层/电子传输层/阴极修饰层/阴极



图 1 OLED 器件结构设计

步骤 2：根据所选器件结构称量材料、配置所需溶液，并清洗基片。

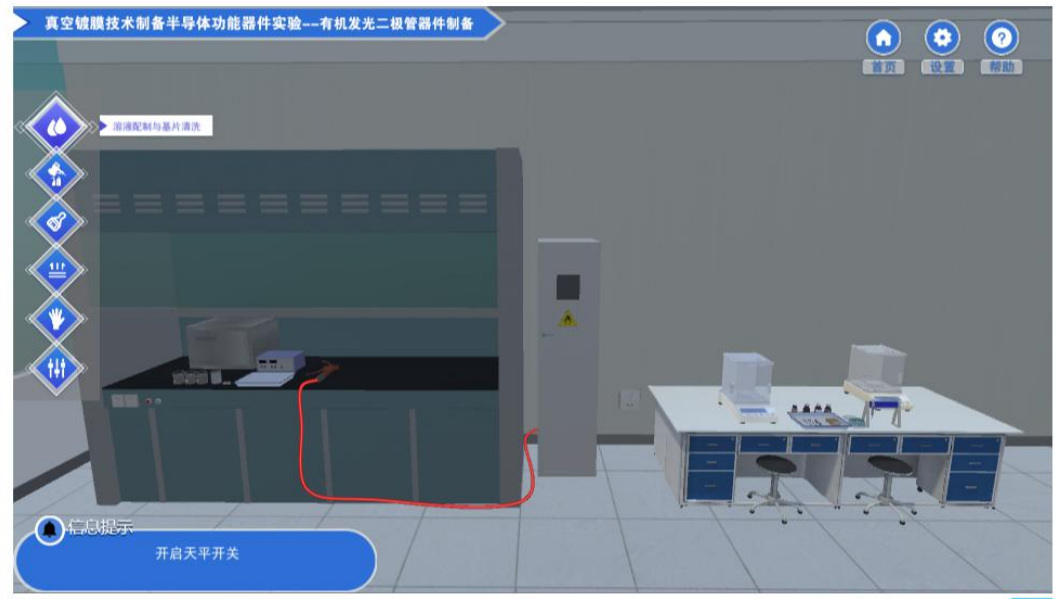


图 2 溶液配置、基片清洗室



图 3 天平精确称量材料



图 4 基片的清洗

- 2 称量材料 MEH-PPV（镊子夹取称量纸，在天平上先放置一张称量纸，去掉称量纸重量，用钥匙盛取材料放在称量纸上），称取质量 50mg。
- 3 把称好的材料放入 5ml 棕色试剂瓶中，用移液器把甲苯溶剂移至试剂瓶中。在安装移液器头时，拿捏子夹取，移液前把移液器的容量调好。（移取 5ml 溶液可以用 200ul-1000ul 的移液器调至 1000ul 后，移液 5 次；也可用 1000-5000ul 的移液器调至 5000ul 移液一次）。
- 4 MEH-PPV 较难溶解，对试剂瓶做好密封后，可放入超声仪中超声溶解（加热至 50℃）。移取液体时在通风橱内完成。
- 5 把基片分别用丙酮、无水乙醇、去离子水超声 20 分钟，并用氮气吹干待用。

步骤 3：磁控溅射技术制备薄膜前准备及高真空获取



图 5 磁控溅射制备 ITO 薄膜

6 打开水冷循环，打开磁控溅射仪器电源。

7 检查镀膜室是否有真空度（如何检查：①打开低真空计，查看真空计示数；②打开充气阀门，当存在压力差时-有明显的声音），有一定真空度时，应该打开氮气瓶总阀门，打开氮气减压器阀门，打开仪器充气阀阀门 V4，冲入氮气。镀膜室内压强与外界大气压平衡后（判断与检查真空度相同），关闭氮气瓶总阀门，氮气减压阀示数为零时，关闭减压阀门，关闭仪器充气阀 V4。



图 6 仪器开腔时对腔内充入氮气时的阀门



图 7 向腔内充入氮气的高压气瓶以及减压阀门

8 打开仪器上盖，安装要溅射的磁控靶材 ITO（ITO 属于陶瓷类材料比较脆，一般 ITO 靶材绑定在同样形状的薄铜板上利于散热和保护靶材开裂）。安装靶材后，用靶材压片把靶材固定好（带有螺纹旋转），要放置好靶的屏蔽罩。把基片放置带掩膜的基板上，再把基板安装在仪器基片位置上，关闭器件上盖。

9 打开 V1 阀门（机械泵与镀膜室连接阀，阀门开口大小需多圈旋转），打开机械泵开关，对镀膜室进行粗抽，打开低真空计（电阻真空计），此时注意机械泵工作状态以及镀膜室气压变化。

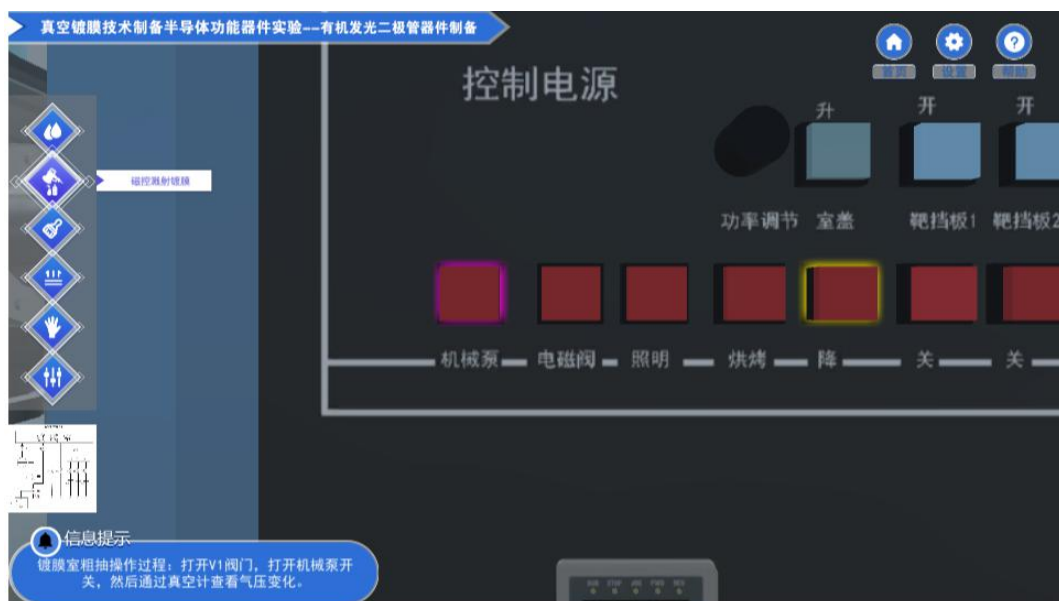


图 8 开启机械泵及对应阀门获取低真空

10 正常情况下，机械泵工作约 3 分钟，真空室压强下降至 10Pa 左右。此时可对后面镀膜用到的气路清洗（预设后面用到氦气+氧气）。清洗步骤：打开氦气、氧气对应气路阀门 V5、

V6、V2，气路对应的质量流量计开关 1、2，并切换到“清洗”档，真空室压强会因为气路打开而骤增，观察质量流量计变化，一段时间后质量流量计流量示数为 0，随即镀膜室压强逐渐减小至 10Pa 以下。关闭 V2，打开氩气瓶总阀门，氩气减压阀阀门，减压阀流量计阀门，打开氧气瓶总阀门，氧气减压阀阀门。冲入一段时间氩气、氧气后，关闭氩气瓶总阀门，关闭氩气减压阀阀门，关闭氩气减压阀流量计。关闭氧气瓶总阀门，关闭氧气减压阀阀门。打开 V2 阀门，镀膜室压强骤增后逐渐减小，质量流量计流量示数为 0，后压强降至 10Pa 下，关闭 V2、V5、V6，关闭质量流量计。必要时可重复以上过程 2-3 次。



图 9 对实验气路进行工作气体清洗



图 10 打开气路流量控制清洗气路

11 镀膜室气压低于 10Pa 时，打开分子泵电磁阀，压强稳定在 10Pa 以下时打开分子泵电源开关，再按下“运行”键（或“RUN”键），分子泵开始正常工作时，关闭 V1 阀门，打开 G 阀门（G 阀门是多圈旋转，控制阀门打开的大小）。此时，机械泵和分子泵共同工作来获取高真空。



图 11 机械泵与分子泵联合工作获取高真空

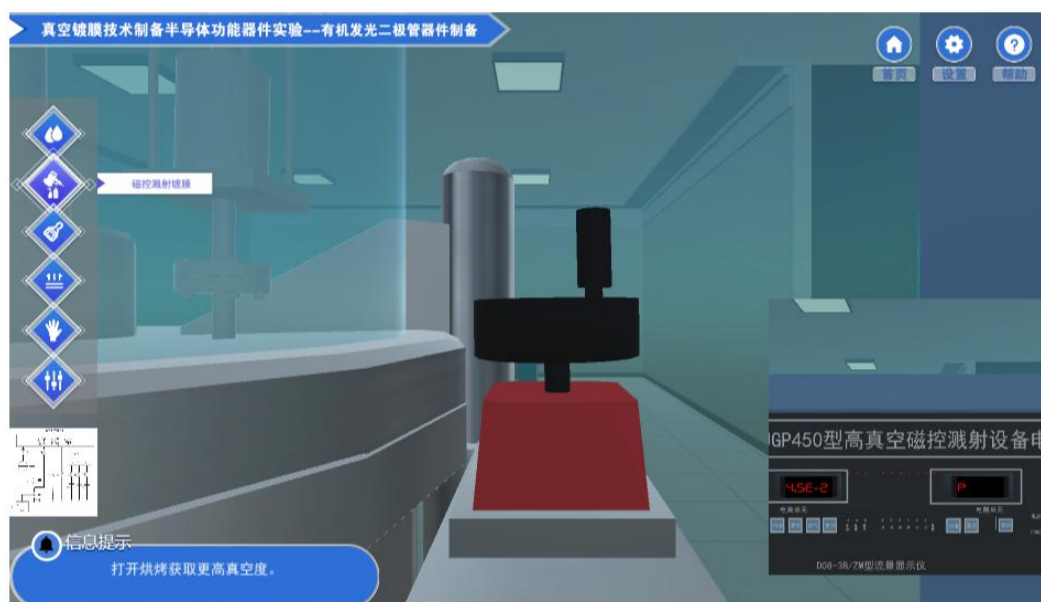


图 12 开启高真空阀门

12 打开分子泵、G 阀后约 60 分钟后真空度可达 $2 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 左右，要获取更高真空度，打开烘烤，30-60 分钟后，真空度可达 $5 \times 10^{-4} \text{Pa}$ ，达到所需压强后关闭烘烤。

13 真空度达到优于 $5 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 时，打开射频电源预热，打开基片架加热电源，设置为 200°C 。几分钟后基片架温度达到 200°C （打开加热电源时应检查电热功率旋钮是否最小，逆时针到头，镀膜结束后关闭加热电源前，应把功率旋钮调回最小）。打开氩气气瓶总开关、氩气流量计开关，打开氧气瓶总开关、氧气减压阀阀门，打开 V2、V5、V6 阀门，打开质量流量计 1、2 开关，质量流量计控制打到“阀控”，质量流量计 1 对应氩气，把流量调至“ 100ml/min ”，质量流量计 2 对应氧气，把流量调至“ 0.4ml/min ”（流量计的值为预设值），通过 G 阀门把镀膜室内压强调至 1Pa （压强为预设值）。



图 13 用加热装置给基体加热

步骤 4 射频磁控溅射 ITO 薄膜以及薄膜的处理



图 14 调整工作压强、工作气体流量镀膜参数

14 射频源增加一定的电压（刚开始 50-100V 左右），调节阻抗匹配器（驻波比最小值即入射功率与反射功率指针交叉值最小），使反射功率最小，直到靶材上方出现辉光，在较小的功率下给靶材预热以及等离子体对靶材表面清洗（预设功率在 60W 左右，预热时间在 30 分钟，预热不充分 ITO 靶材容易开裂）。如果不出现辉光，可调节 G 阀，使压强在 0.5-10Pa 范围变化，再调节阻抗匹配器，辉光后可调节压强至 1Pa。也可短暂适当增加射频源功率，调节阻抗匹配器，产生辉光后迅速把功率调小以免损坏靶材。

15 对 ITO 靶材预热、清洗后，增加射频源功率到设定值（预设值为 60-300W），打开靶材挡板，打开基片挡板，打开基片架旋转。镀膜 20 分钟-60 分钟。

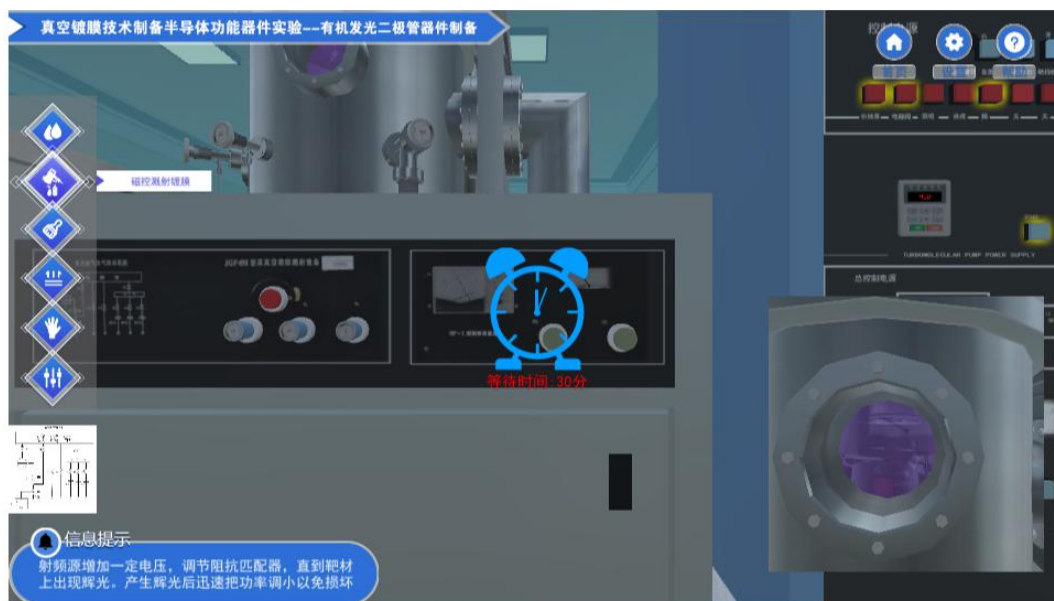


图 15 调节射频源阻抗匹配器使产生正常辉光



图 16 调节设备源功率、打开基片及靶材挡板

16 镀膜完成后，关闭靶材挡板，关闭基片挡板、基片旋转，关闭基片加热。射频源电压调至最小，关闭射频源。关闭氩气瓶、氧气瓶总阀门，待气体减压阀内无余压后，关闭减压阀门，关闭 V2、V5、V6 阀门。基片温度降至 60℃ 以下时，关闭 G 阀门，“停止”（或“stop”）分子泵开关，待分子泵停转后，关闭分子泵电源。关闭机械泵电源。打开放气阀门 V4，打开氮气瓶总阀门、氮气减压阀阀门。待镀膜室内压强与室外平衡时，打开室门，取出样品。



图 17 镀膜结束、开真空腔、取出基片样品

17 对 ITO 薄膜样品进行退火处理（预设值 400℃，30 分钟）。



图 18 对 ITO 薄膜进行热处理

18 对 ITO 薄膜进行紫外臭氧清洗（约 10 分钟）。

步骤 5 用旋涂仪制备器件空穴传输层（或称阳极修饰层）

旋涂制备过程：

把制备好的带有 ITO 薄膜的基片拿至通风橱内，用匀胶机甩膜。（请参考匀胶机使用说明，匀胶机中间有载物台，载物台中间有一个通气圆孔，孔的另外一端连接有一个机械泵，机械泵打开时可以把样片吸附在载物台上，当转速很高时也可把样片紧紧吸附在载物台上。匀胶机可以调节速度和时间。不同的转速薄膜的均匀度、厚度是不同的。）

19 打开通风橱排风开关。打开匀胶机，调节好匀胶机转速时间（预设低速 1000 转/分，9 秒，高速 3000 转/分，30 秒），把基片放置在载物台中央（ITO 薄膜向上），打开机械泵，按下“吸片”按键，把基片吸附在载物台子上，把移液器调至 200u1，移取 200u1 PEDOT:PSS（黑色较稀液体），按下匀胶机“启动”开关，手持移液器竖直逼近基片中央，待转速稳定后，把液体迅速从移液器挤压出吸管，注意手持移液器手不能抖动，否则薄膜会出现喷洒状，不

均匀，关闭匀胶机上盖，直到匀胶机停转（在匀胶过程中按下“控制”键可在未到设定匀胶时间而立即停止）。旋涂好 PEDOT: PSS 薄膜后，把基片放置在加热台上，在 80℃ 温度下处理 10 分钟。



图 19 移液器移取 PEDOT: PSS 溶液

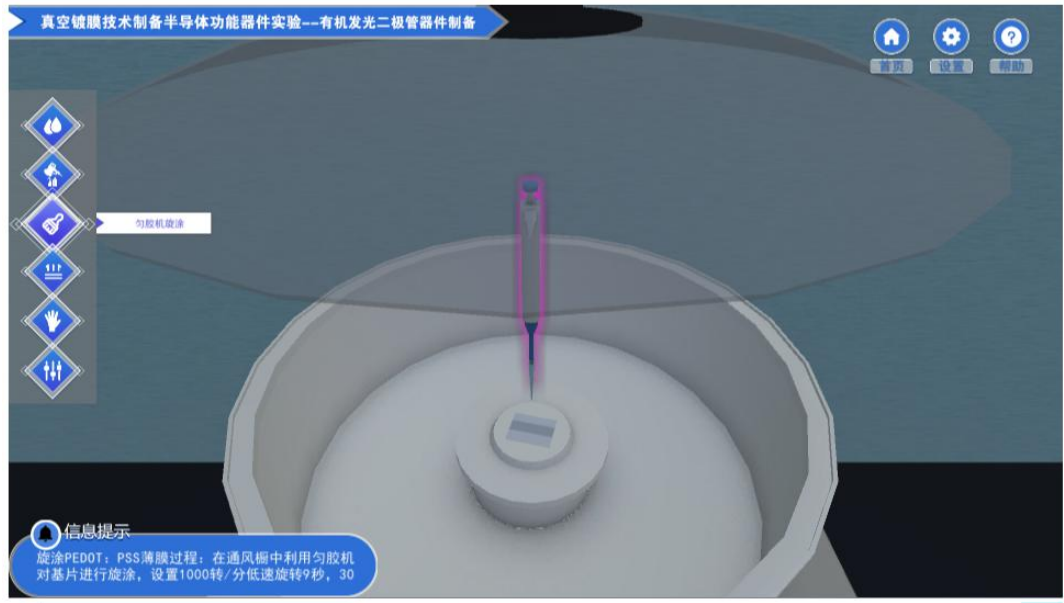


图 20 旋涂仪旋涂 PEDOT: PSS

步骤 6 在手套箱内制备易受水、氧影响的器件发光层薄膜

*这一步骤的实验目的是模拟研究影响薄膜厚度的因素，模拟计算旋涂时的转速，完成薄膜的旋涂。（计算模型请参考文献：钟志有等，聚合物发光器件的旋涂膜厚模型研究[J] 半导体光电,2004）

20 把制备好 PEDOT:PSS 薄膜的基片拿至手套箱里，制备 MEH-PPV 薄膜。用镊子更换移液器吸管。打开机械泵，按下“吸片”按键，把基片吸附在载物台子上，吸取 200u1 配置好的 MEH-PPV 溶液（红色较粘稠液体，浓度预设值 10mg/ml），在 PEDOT:PSS 薄膜上方制备 MEH-PPV 薄膜（匀胶机预设值不变）。按下匀胶机“启动”开关，手持移液器竖直逼近基片中央，待转速稳定后，把液体迅速从移液器挤压出吸管，注意手持移液器手不能抖动，否则薄膜会出现喷洒状，不均匀，关闭匀胶机上盖，直到匀胶机停转（在匀胶过程中按下“控制”键可在

未到设定匀胶时间而立即停止。)

步骤 7 利用热蒸发设备制备功能层薄膜真空环境的获取



图 21 热蒸发镀膜装置

21 打开水冷循环, 打开仪器总电源, 打开仪器前门, 把基片固定在基片架上, 把 Alq_3 (绿色粉末) 放置在坩埚中 (常用 Al_2O_3 的坩埚, 白色, 5ml 左右), 把坩埚放置在仪器内蒸镀有机材料的束源炉内 (有机材料用束源炉蒸镀)。把钨舟 (或钼舟) 固定在电阻蒸发源的两电极上, 把少量 LiF 放置在钨舟内 (无机材料用无机电源蒸镀)。



图 22 机械泵获取低真空



图 23 机械泵和分子泵联合获取高真空

22 打开仪器机械泵，打开 V1 阀门，打开真空计监测镀膜室内压强变化，压强为 10Pa 以下时，打开分子泵电磁阀，压强无明显上升或有上升，待压强在 10Pa 以下时，打开分子泵电源开关并运行分子泵，关闭 V1 阀门，打开 G 阀门（闸板阀）。此时机械泵、分子泵共同工作，一段时间后可以打开室内烘烤，室内强压降至 5×10^{-4} Pa 以下时，关闭烘烤，开始蒸镀。

步骤 8 热蒸发设备制备功能层 Alq3 、LiF 薄膜



图 24 有机束源炉热蒸发有机功能层材料



图 25 用膜厚测量仪监测薄膜厚度

23 首先蒸镀 Alq₃, (坩埚放在螺旋线圈中央, 线圈和坩埚不接触, 在线圈中通以高频感应电流, 膜材在高频电磁场感应下产生强大的涡流电流和磁滞效应, 致使膜材升温, 直至汽化蒸发。) 打开束源炉电源, 缓慢增加功率, (约 200~300℃蒸发, 约 231℃) 到一定温度时, 打开束源炉挡板, 打开晶振测厚仪, 当晶振测厚仪厚度值有变化时, 并且速率稳定, 打开基片旋转以及基片挡板 (蒸发速率约 0.2nm/s, 厚度 40nm)。蒸镀完毕后, 关闭有机源挡板, 关闭基片挡板、基片旋转, 把功率降到最小, 关闭束源炉蒸发电源。



图 26 无机蒸发源热蒸发无机功能层材料

24 打开无机电阻蒸发电源, 给钨舟两端缓慢通以一定电压, 产生一定电流。待钨舟明显发热后 (蒸发舟两端大约 8V、80A 左右), 打开钨舟上方挡板, 打开膜厚测量仪, 观察测厚仪厚度变化, 当变化稳定 (预设值 0.05nm/s) 时, 打开基片旋转, 打开基片挡板, 开始蒸镀 (预设蒸镀 0.5nm), 到达预设厚度时, 关闭蒸发舟上方挡板, 关闭基片挡板、基片旋转, 蒸发电流调至最小, 关闭蒸发电源, 关闭测厚仪电源。

25 蒸镀完毕后，保持一段时间高真空度，待蒸发舟温度下降至一定温度时。关闭 G 阀门，停止分子泵，须当分子泵转速为“0”时关闭分子泵，关闭分子泵电源，关闭分子泵电磁阀，关闭机械泵。打开充气阀 V2，打开氮气瓶总阀，打开氮气瓶减压阀，待压力平衡时，打开仪器前门。

26 取出装有 Alq3 和 LiF 的坩埚和钨舟，取出样品基片，在基片上放置带掩模板的基板架上，把要镀制的铝丝放置在钨舟（双绞丝或三绞丝）内，关闭仪器门。

步骤 9 热蒸发设备制备器件电极（阴极）



图 27 放置热蒸发电极材料、钨舟及掩模板

27 打开 V1 阀门，打开仪器机械泵，打开真空计监测镀膜室内压强变化，压强为 10Pa 以下时，打开分子泵电磁阀，压强无明显上升或有上升，待压强在 10Pa 以下时，打开分子泵开关并运行分子泵，关闭 V1 阀门，打开 G 阀门（闸板阀）。此时机械泵、分子泵共同工作，室内压强降至 5×10^{-3} Pa 以下时（镀电极铝不用过高的真空度），开始蒸镀。

28 打开无机电阻蒸发电源，给钨舟两端缓慢通以一定电流 (15V, 60A 左右吧)，待钨舟明显发热后，铝丝熔化吸附在钨丝上，打开钨舟上方挡板，打开基片旋转、基片挡板。待把铝丝蒸完后，关闭蒸发舟上方挡板，关闭基片挡板、基片旋转，蒸发电流调至最小，关闭蒸发电源。保持一段时间高真空度，待蒸发舟降至一定温度。关闭 G 阀门，停止分子泵至转速为“0”，关闭分子泵电源，关闭机械泵，打开充气阀，打开氮气瓶总阀，打开氮气瓶减压阀，待压力平衡时，打开仪器前门。

步骤 10 在手套箱内用环氧树脂胶、玻璃对器件进行封装

29 在手套箱内给器件用树脂胶和玻璃片对器件有效部分做封装，隔绝空气中水、氧对器件材料的影响。

步骤 11 用四探针电阻测试仪测试 ITO 薄膜方块电阻阻值。

30 用四探针电阻测试仪测试 ITO 薄膜方块电阻阻值。



图 28 四探针电阻测试仪测试 ITO 表面电阻

步骤 12 测试 OLED 功能器件的电流-电压等特性

31 用 Keithley2400 源表、亮度计测试封装后器件的 I-V 特性 ($0\sim 15\text{V}$, 0.02V 间隔)、B-V 特性, 观察器件是否点亮, 记录 I-V、B-V 特性曲线。

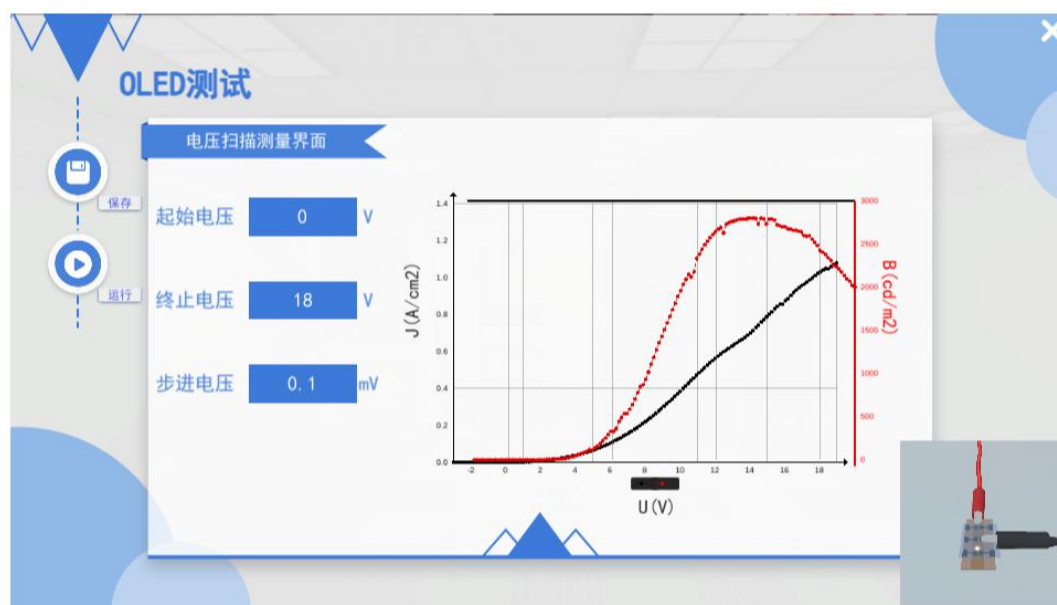


图 29 测试 OLED 器件 IVL 特性曲线

步骤 13 完成实验的习题考核

步骤 14 数据分析, 撰写、提交实验报告

真空镀膜技术制备 OSC 器件操作步骤及操作规范

步骤 1: 根据所给出材料设计 OSC 器件的基本结构

1 阳极/空穴传输层(阳极修饰层) /本体异质结/阴极修饰层/阴极

步骤 2: 根据所选器件结构称量材料、配置所需溶液, 并清洗基片。

器件本体异质结选择 MEH-PPV: C60 或 MEH-PPV: PC61BM

- 2 称量材料 MEH-PPV（镊子夹取称量纸，在天平上先放置一张称量纸，去掉称量纸重量，用钥匙盛取材料放在称量纸上），称取质量 16.67mg；同样方法称量 C60 或 PC61BM 3.33mg。
- 3 把称好的材料放入 5ml 棕色试剂瓶中，用移液器把甲苯溶剂移至试剂瓶中。在安装移液器头时，拿捏子夹取，移液前把移液器的容量调好。（移取 4ml 溶液可以用 200ul-1000ul 的移液器调至 1000ul 后，移液 4 次；也可用 1000-5000ul 的移液器调至 4000ul 移液一次）。

【器件本体异质结选择 MDMO-PPV: PC61BM

- 2 称量材料 MDMO-PPV（镊子夹取称量纸，在天平上先放置一张称量纸，去掉称量纸重量，用钥匙盛取材料放在称量纸上），称取质量 20mg；同样方法称量 PC61BM 5mg。
- 3 把称好的材料放入 5ml 棕色试剂瓶中，用移液器把氯苯溶剂移至试剂瓶中。在安装移液器头时，拿捏子夹取，移液前把移液器的容量调好。（移取 5ml 溶液可以用 200ul-1000ul 的移液器调至 1000ul 后，移液 5 次；也可用 1000-5000ul 的移液器调至 5000ul 移液一次）。

器件本体异质结选择 P3HT: PC61BM

- 2 称量材料 P3HT（镊子夹取称量纸，在天平上先放置一张称量纸，去掉称量纸重量，用钥匙盛取材料放在称量纸上），称取质量 20mg；同样方法称量 PC61BM 20mg。
- 3 把称好的材料放入 4ml 棕色试剂瓶中，用移液器把氯苯溶剂移至试剂瓶中。在安装移液器头时，拿捏子夹取，移液前把移液器的容量调好。（移取 4ml 溶液可以用 200ul-1000ul 的移液器调至 1000ul 后，移液 4 次；也可用 1000-5000ul 的移液器调至 4000ul 移液一次）。】
- 4 MEH-PPV 较难溶解，对试剂瓶做好密封后，可放入超声仪中超声溶解（加热至 50℃）。移取液体时在通风橱内完成。（P3HT: PC61BM 结构器件略去此步）。
- 5 把基片分别用丙酮、无水乙醇、去离子水超声 20 分钟，并用氮气吹干待用。

步骤 3：磁控溅射技术制备薄膜前准备及高真空获取

- 6 打开水冷循环，打开磁控溅射仪器电源。
- 7 检查镀膜室是否有真空度（如何检查：①打开低真空计，查看真空计示数；②打开充气阀门，当存在压力差时有明显的声音），有一定真空度时，应该打开氮气瓶总阀门，打开氮气减压阀阀门，打开仪器充气阀阀门 V4，冲入氮气。镀膜室内压强与外界大气压平衡后（判断与检查真空度相同），关闭氮气瓶总阀门，氮气减压阀示数为零时，关闭减压阀门，关闭仪器充气阀 V4。
- 8 打开仪器上盖，安装要溅射的磁控靶材 ITO（ITO 属于陶瓷类材料比较脆，一般 ITO 靶材绑定在同样形状的薄铜板上利于散热和保护靶材开裂）。安装靶材后，用靶材压片把靶材固定好（带有螺纹旋转），要放置好靶的屏蔽罩。把基片放置带掩膜的基板上，再把基板安装在仪器基片位置上，关闭器件上盖。
- 9 打开 V1 阀门（机械泵与镀膜室连接阀，阀门开口大小需多圈旋转），打开机械泵开关，对镀膜室进行粗抽，打开低真空计（电阻真空计），此时注意机械泵工作状态以及镀膜室气压变化。
- 10 正常情况下，机械泵工作约 3 分钟，真空室压强下降至 10Pa 左右。此时可对后面镀膜用到的气路清洗（预设后面用到氩气+氧气）。清洗步骤：打开氩气、氧气对应气路阀门 V5、V6、V2，气路对应的质量流量计开关 1、2，并切换到“清洗”档，真空室压强会因为气路打开而骤增，观察质量流量计变化，一段时间后质量流量计流量示数为 0，随即镀膜室压强逐渐减小至 10Pa 以下。关闭 V2，打开氩气瓶总阀门，氩气减压阀阀门，减压阀流量计阀门，打开氧气瓶总阀门，氧气减压阀阀门。冲入一段时间氩气、氧气后，关闭氩气瓶总阀门，关闭氩气减压阀阀门，关闭氩气减压阀流量计。关闭氧气瓶总阀门，关闭氧气减压阀阀门。打开 V2 阀门，镀膜室压强骤增后逐渐减小，质量流量计流量示数为 0，后压强降至 10Pa 下，关闭 V2、V5、V6，关闭质量流量计。必要时可重复以上过程 2-3 次。

11 镀膜室气压低于 10Pa 时，打开分子泵电磁阀，压强稳定在 10Pa 以下时打开分子泵电源开关，再按下“运行”键（或“RUN”键），分子泵开始正常工作时，关闭 V1 阀门，打开 G 阀门（G 阀门是多圈旋转，控制阀门打开的大小）。此时，机械泵和分子泵共同工作来获取高真空。

12 打开分子泵、G 阀后约 60 分钟后真空度可达 2×10^{-3} Pa 左右，要获取更高真空度，打开烘烤，30-60 分钟后，真空度可达 5×10^{-4} Pa，达到所需压强后关闭烘烤。

13 真空度达到优于 5×10^{-4} Pa 时，打开射频电源预热，打开基片架加热电源，设置为 200℃。几分钟后基片架温度达到 200℃（打开加热电源时应检查电热功率旋钮是否最小，逆时针到头，镀膜结束后关闭加热电源前，应把功率旋钮调回最小）。打开氩气气瓶总开关、氩气流量计开关，打开氧气瓶总开关、氧气减压阀阀门，打开 V2、V5、V6 阀门，打开质量流量计 1、2 开关，质量流量计控制打到“阀控”，质量流量计 1 对应氩气，把流量调至“100ml/min”，质量流量计 2 对应氧气，把流量调至“0.4ml/min”（流量计的值为预设值），通过 G 阀门把镀膜室内压强调至 1Pa（压强为预设值）。

步骤 4 射频磁控溅射 ITO 薄膜以及薄膜的处理

14 射频源增加一定的电压（刚开始 50-100V 左右），调节阻抗匹配器（驻波比最小值即入射功率与反射功率指针交叉值最小），使反射功率最小，直到靶材上方出现辉光，在较小的功率下给靶材预热以及等离子体对靶材表面清洗（预设功率在 60W 左右，预热时间在 30 分钟，预热不充分 ITO 靶材容易开裂）。如果不出现辉光，可调节 G 阀，使压强在 0.5-10Pa 范围变化，再调节阻抗匹配器，辉光后可调节压强至 1Pa。也可短暂适当增加射频源功率，调节阻抗匹配器，产生辉光后迅速把功率调小以免损坏靶材。

15 对 ITO 靶材预热、清洗后，增加射频源功率到设定值（预设值为 60-300W），打开靶材挡板，打开基片挡板，打开基片架旋转。镀膜 20 分钟-60 分钟。

16 镀膜完成后，关闭靶材挡板，关闭基片挡板、基片旋转，关闭基片加热。射频源电压调至最小，关闭射频源。关闭氩气瓶、氧气瓶总阀门，待气体减压阀内无余压后，关闭减压阀门，关闭 V2、V5、V6 阀门。基片温度降至 60℃ 以下时，关闭 G 阀门，“停止”（或“stop”）分子泵开关，待分子泵停转后，关闭分子泵电源。关闭机械泵电源。打开放气阀门 V4，打开氮气瓶总阀门、氮气减压阀阀门。待镀膜室内压强与室外平衡时，打开室门，取出样品。

17 对 ITO 薄膜样品进行退火处理（预设值 400℃，30 分钟）。

18. 对 ITO 薄膜进行紫外臭氧清洗（约 10 分钟）。

步骤 5 用旋涂仪制备器件空穴传输层（或称阳极修饰层）

旋涂制备过程：

把制备好的带有 ITO 薄膜的基片拿至通风橱内，用匀胶机甩膜。（请参考匀胶机使用说明，匀胶机中间有载物台，载物台中间有一个通气圆孔，孔的另外一端连接有一个机械泵，机械泵打开时可以把样片吸附在载物台上，当转速很高时也可把样片紧紧吸附在载物台上。匀胶机可以调节速度和时间。不同的转速薄膜的均匀度、厚度是不同的。）

19 打开通风橱排风开关。打开匀胶机，调节好匀胶机转速时间（预设低速 1000 转/分，9 秒，高速 3000 转/分，30 秒），把基片放置在载物台中央（ITO 薄膜向上），打开机械泵，按下“吸片”按键，把基片吸附在载物台子上，把移液器调至 200ul，移取 200ul PEDOT:PSS（黑色较稀液体），按下匀胶机“启动”开关，手持移液器竖直逼近基片中央，待转速稳定后，把液体迅速从移液器挤压出吸管，注意手持移液器手不能抖动，否则薄膜会出现喷洒状，不均匀，关闭匀胶机上盖，直到匀胶机停转（在匀胶过程中按下“控制”键可在未到设定匀胶时间而立即停止）。旋涂好 PEDOT:PSS 薄膜后，把基片放置在加热台上，在 80℃ 温度下处理 10 分钟。

步骤6 在手套箱内制备易受水、氧影响的器件功能层薄膜（器件给 / 受体共混层薄膜）

*这一步骤的实验目的是模拟研究影响薄膜厚度的因素，模拟计算旋涂时的转速，完成薄膜的旋涂。（计算模型请参考文献：钟志有等，聚合物发光器件的旋涂膜厚模型研究[J] 半导体光电,2004）

20 把制备好 PEDOT:PSS 薄膜的基片拿至手套箱里，制备 MEH-PPV: C60 薄膜层（或 MEH-PPV: PC61BM、MDMO-PPV: PC61BM、P3HT: PC61BM）。用镊子更换移液器吸管。打开机械泵，按下“吸片”按键，把基片吸附在载物台子上，吸取 200 μ l 配置好的 MEH-PPV: C60 溶液（红色较粘稠液体），在 PEDOT: PSS 薄膜上方制备 MEH-PPV 薄膜（匀胶机预设值不变）。按下匀胶机“启动”开关，手持移液器竖直逼近基片中央，待转速稳定后，把液体迅速从移液器挤压出吸管，注意手持移液器手不能抖动，否则薄膜会出现喷洒状，不均匀，关闭匀胶机上盖，直到匀胶机停转（在匀胶过程中按下“控制”键可在未到设定匀胶时间而立即停止。）

步骤7 利用热蒸发设备制备功能层薄膜真空环境的获取

21 打开水冷循环，打开仪器总电源，打开仪器前门，把基片固定在基片架上。把钨舟（或钽舟）固定在电阻蒸发源的两电极上，把少量 LiF 放置在钨舟内（无机材料用无机电源蒸镀）。
22 打开仪器机械泵，打开 V1 阀门，打开真空计监测镀膜室内压强变化，压强为 10Pa 以下时，打开分子泵电磁阀，压强无明显上升或有上升，待压强在 10Pa 以下时，打开分子泵电源开关并运行分子泵，关闭 V1 阀门，打开 G 阀门（闸板阀）。此时机械泵、分子泵共同工作，一段时间后打开室内烘烤，室内强压降至 5×10^{-4} Pa 以下时，关闭烘烤，开始蒸镀。

步骤8 热蒸发设备制备功能层 LiF 薄膜（制备 OSC 器件时只蒸镀 LiF）

23 打开无机电阻蒸发电源，给钨舟两端缓慢通以一定电压，产生一定电流。待钨舟明显发热后（蒸发舟两端大约 8V、80A 左右），打开钨舟上方挡板，打开膜厚测量仪，观察测厚仪厚度变化，当变化稳定（约 0.05nm/s）时，打开基片旋转，打开基片挡板，开始蒸镀（预设蒸镀 0.5nm），到达预设厚度时，关闭蒸发舟上方挡板，关闭基片挡板、基片旋转，蒸发电流调至最小，关闭蒸发电源，关闭测厚仪电源。

24 蒸镀完毕后，保持一段时间高真空度，待蒸发舟温度下降至一定温度时。关闭 G 阀门，停止分子泵，须当分子泵转速为“0”时关闭分子泵，关闭分子泵电源，关闭分子泵电磁阀，关闭机械泵。打开充气阀 V2，打开氮气瓶总阀，打开氮气瓶减压阀，待压力平衡时，打开仪器前门。

25 取出装有和 LiF 的钨舟，取出样品基片，在基片上放置带掩模板的基板架上，把要镀制的铝丝放置在钨舟（双绞丝或三绞丝）内，关闭仪器门。

步骤9 热蒸发设备制备器件电极（阴极）

26 打开 V1 阀门，打开仪器机械泵，打开真空计监测镀膜室内压强变化，压强为 10Pa 以下时，打开分子泵电磁阀，压强无明显上升或有上升，待压强在 10Pa 以下时，打开分子泵开关并运行分子泵，关闭 V1 阀门，打开 G 阀门（闸板阀）。此时机械泵、分子泵共同工作，室内强压降至 5×10^{-3} Pa 以下时（镀电极铝不用过高的真空度），开始蒸镀。

27 打开无机电阻蒸发电源，给钨舟两端缓慢通以一定电流，待钨舟明显发热后，铝丝熔化吸附在钨丝上，打开钨舟上方挡板，打开基片旋转、基片挡板。待把铝丝蒸完后，关闭蒸发舟上方挡板，关闭基片挡板、基片旋转，蒸发电流调至最小，关闭蒸发电源。保持一段时间高真空度，待蒸发舟降至一定温度。关闭 G 阀门，停止分子泵至转速为“0”，关闭分子泵电源，关闭机械泵，打开充气阀，打开氮气瓶总阀，打开氮气瓶减压阀，待压力平衡时，打开仪器前门。

步骤 10 在手套箱内用环氧树脂胶、玻璃对器件进行封装

28 在手套箱内给器件用树脂胶和玻璃片对器件有效部分做封装，隔绝空气中水、氧对器件材料的影响。

步骤 11 用四探针电阻测试仪测试 ITO 薄膜方块电阻阻值。

29 用四探针电阻测试仪测试 ITO 薄膜方块电阻阻值。

步骤 12 测试 OSC 功能器件的电流-电压等特性

30 用 Keithley2400、太阳模拟器测试封装后器件的 I-V 特性，记录 I-V 特性曲线。

步骤 13 完成实验的习题考核

步骤 14 数据分析，撰写、提交实验报告

[参考文献]

[1]OLED 有机电致发光材料与器件[M],陈金鑫,黄孝文著,清华大学出版社,2007.

[2]有机小分子太阳能电池材料与器件[M],陈永胜,万相见等编著,科学出版社,2017.

[3]真空镀膜技术[M],张以忱等编著,冶金出版社,2011.

[4]真空镀膜[M],李云奇,化学工业出版社,2012.

[5]真空镀膜原理与技术[M],方应翠,科学出版社,2018.