

实验四 真空获得与真空镀膜

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等。真空技术是基本实验技术之一，真空技术在近代尖端科学技术，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的地位，在工业生产中也有日益广泛的应用。

薄膜技术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受磨损的器件表面硬化，大大增强表面耐磨程度；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。

薄膜制备的方法主要有真空蒸发、溅射、分子束外延、化学镀膜等。真空镀膜，是指在真空条件下采用蒸发和溅射等技术使镀膜材料气化，并在一定条件下使气化的原子或分子牢固地凝结在被镀的基片上形成薄膜。真空镀膜是目前用来制备薄膜最常用的方法，真空镀膜技术目前正在向各个重要的科学领域中延伸，引起了人们广泛的注意。

【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。

【实验原理】

1. 真空度与气体压强

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)。

通常按照气体空间的物理特性及真空技术应用特点，将真空划分为几个区域，见表 1。

2. 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有下列指标衡量：

- (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。

表 1 真空区域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（帕）	$10^5 \sim 10^3$	$10^3 \sim 10^{-1}$	$10^{-1} \sim 10^{-6}$	$10^{-6} \sim 10^{-12}$	$< 10^{-12}$
物理现象	能实现气体放电，以分子间相互碰撞为主。	能实现气体放电，分子间相互碰撞和分子与器壁碰撞不相上下。	主要是分子与器壁碰撞。	分子碰撞器壁的次数减少，形成一个单分子层的时间已达到数分钟以上。	分子数目极为稀少，以致统计涨落现象比较严重（大于 5%），经典统计规律产生了偏差。
分子密度（厘米 ⁻³ ）	$10^{19} \sim 10^{17}$	$10^{17} \sim 10^{13}$	$10^{13} \sim 10^8$	$10^8 \sim 10^2$	$< 10^2$
平均自由程（厘米）	$10^{-5} \sim 10^{-3}$	$10^{-3} \sim 10$	$10 \sim 10^7$	$10^7 \sim 10^{12}$	$> 10^{12}$
抽气系统	机械泵 吸附泵	机械泵 吸附泵	扩散泵 分子泵	超高真空机组 分子泵 离子泵 低温泵	
测量仪器	U 形管压差计 力真空表	麦克劳压强计 电阻真空计 热偶真空计	麦克劳压强计 电离真空计 潘宁规	超高真空电离计	
离地面高度（千米）	14~30	30~90	90~440	440~20000	> 20000
应用举例	真空成形、真空运输、真空浓缩。	真空蒸馏、干燥、冷冻，真空绝热，真空焊接。	真空冶金，真空镀膜，电真空器件，粒子加速器。	表面物理、热核反应、等离子体、物理、超导技术，宇航技术。	

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 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。

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。图 3 是一个具有三级喷嘴的扩散泵结构示意图

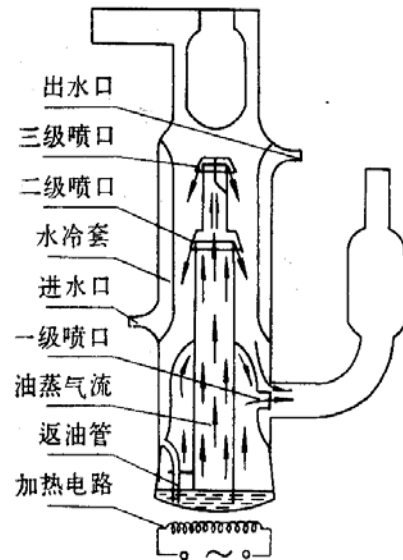


图 3 三级喷嘴油扩散泵

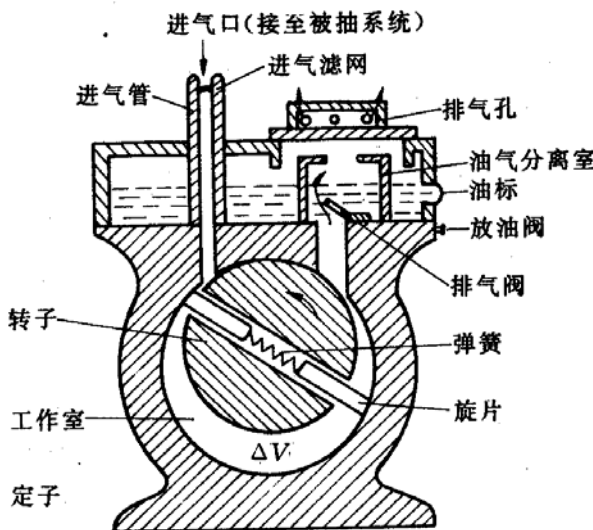


图 1 旋片式机械泵结构

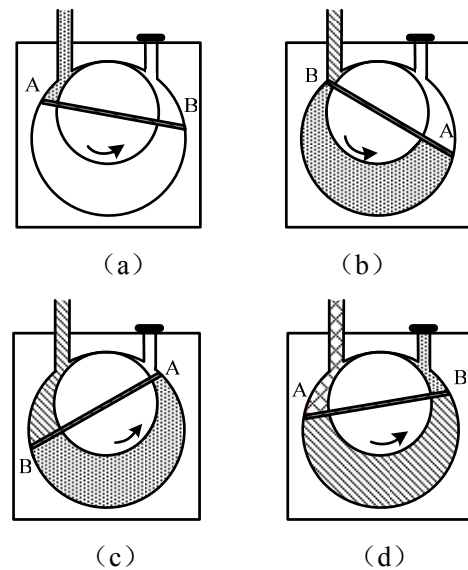


图 2 旋片式机械泵的工作原理

意图，底部为储油罐，当扩散泵油被加热后油蒸气可以沿蒸汽导流管上喷，然后被喷口帽阻挡后折反向下喷射，高速定向喷射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。

扩散泵的启动压强应小于 1 Pa，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。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。

3. 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。

4. 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。

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

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi\sigma^2 p} \quad (1)$$

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

$$\lambda \approx \frac{6.6 \times 10^{-3}}{p} \text{ (m)} \quad (2)$$

对于蒸发源到基片的距离为 0.15~0.25 米的镀膜装置，镀膜室的真空度须在 $10^{-2} \sim 10^{-4}$ 帕之间才能满足要求。

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，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

$$G \approx 4.37 \times 10^{-3} P_v \sqrt{\frac{M}{T}} \text{ (kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}) \quad (3)$$

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。由此可见，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，网络被填实即生成连续的薄膜。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。

5. 干涉法测量膜厚

干涉法测量膜厚的理论基础是光的干涉效应。对于 3~2000 nm 的膜厚，一般可采用干涉显微镜来测量。干涉显微镜可视为迈克尔逊干涉仪和显微镜的组合，其简化光路如图 4 所示。由光源发出的一束光经聚光镜和分光镜后分成强度相同的 B、C 两束光，分别经反射镜和样品反射后汇合发生干涉。两条光路光程基本相等，当它们间有一夹角时，就可能产生明暗相间的干涉条纹（等厚干涉）。将薄膜制成台阶状，则光束 C 中从薄膜反射和从基片表面反射的光程不同，它们和光束 B 干涉时，由于光程差而造成同一级次的干涉条纹平移，如图 5 所示。由此可求出台阶高度（即薄膜厚度）为

$$d = \frac{\Delta l}{l} \cdot \frac{\lambda}{2} \quad (4)$$

式中 Δl 为同一级次干涉条纹（要认准）的移动距离， l 为明暗条纹间距，它们由测微目镜测出， λ 为单色光源的波长。由于单色光形成的是亮暗干涉条纹，难以确定条纹移动距离，

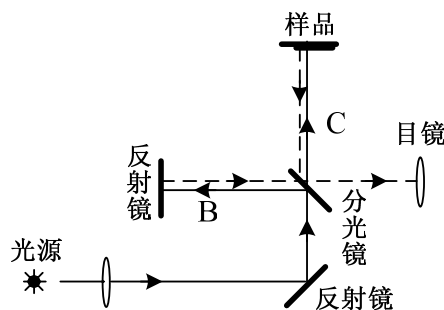


图 4 干涉显微镜光路图

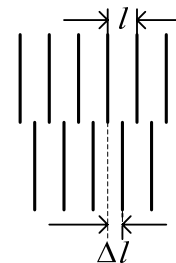
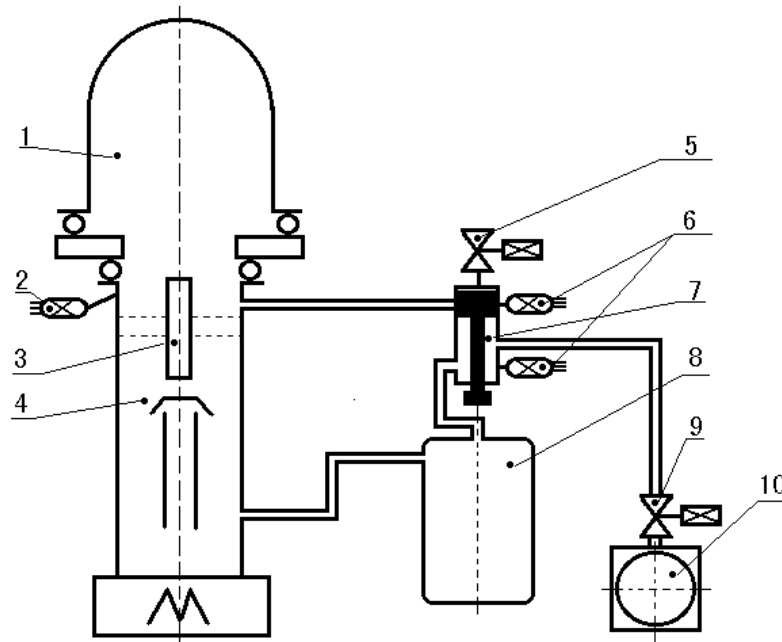


图 5 干涉条纹移动

故测量时必须选用白光光源，这样容易确定零级干涉条纹。其零级条纹两侧是彩色的，便可明确测定条纹移动距离，白光的平均波长取 $\lambda = 540 \text{ nm}$ 。



- | | | | |
|---------------|-------------|-------------|----------|
| 1. 真空室(被抽容器); | 2. 电离规管; | 3. 高阀; | 4. 油扩散泵; |
| 5. 磁力充气阀; | 6. 热偶规管; | 7. 低阀(前级阀); | 8. 储气桶; |
| | 9. 磁力充气截止阀; | 10. 机械泵 | |

图6 真空系统

【实验仪器】

1. 小型真空薄膜制备系统

小型真空薄膜制备系统由真空镀膜室（钟罩）、真空系统以及镀膜时使电极加热、工件回转、电离轰击的电器系统等部分组成。

(1) 真空系统

JK-100A型真空机组 如图6所示，高阀连接扩散泵和真空室，扩散泵的油被加热后，有三种情况下此阀不能打开：①真空度低于 10^{-1} Pa 时，②低阀位于抽出状态，③充气阀打开时。

真空测量系统是 HY9940-1B 双热偶复合真空计，它有两个热偶真空计和一个电离真空计，两个显示窗口。其中一个热偶真空计测量机械泵和扩散泵之间的真空度，由一个标志为“热偶计”的显示窗显示。另一个热偶真空计和电离真空计构成复合真空计测量真空室中的真空度，由另一个标志为“复合计”的显示窗显示。复合计的特点是由热偶计来控制电离计的启动，只要把控制开关放在自动启动，可保证电离计不被烧坏。

为防止扩散泵内返流的油蒸气分子跑到钟罩内造成污染，扩散泵上端一般装有用水冷却的挡油器。

(2) 真空镀膜室

镀膜室为钟罩形（见图7），一般用不锈钢制成，钟罩上有观察窗，便于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，功率大小由电压调节实现，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。

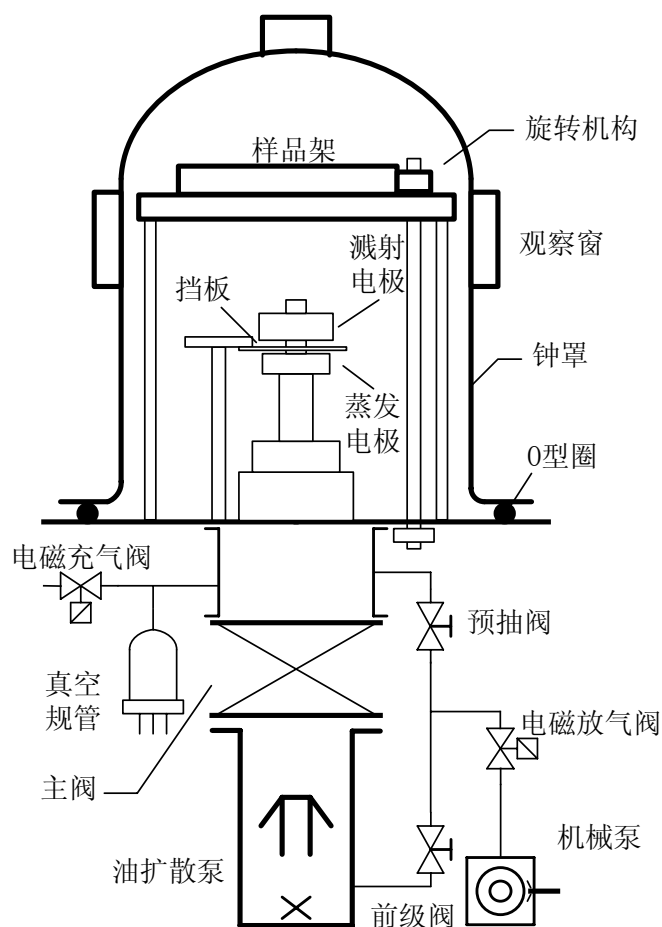


图7 小型真空薄膜制备系统

【实验内容】

1. 实验前请检查各阀门所处状态
 低阀：推进 高阀：关 双热偶程控复合真空计：自动启动
2. 准备

(1) 清洗衬底玻璃基板、钨丝和待蒸发的高纯铝丝；

(2) 清洗镀膜工作室；

(3) 将洗净的基片和铝丝放置在指定位置。

3. 抽取真空

(1) 开总电源，开双热偶程控复合真空计电源，开机械泵电源；

(2) 观察热偶计示数变化，当热偶计示数到 Pa 数量级时，拉出低阀，机械泵直接抽真空室直到复合计示数为 Pa 数量级；

(3) 先把低阀推进，再把高阀打开；

(4) 先打开水龙头，再开扩散泵电源；

(5) 约 20 分钟后，扩散泵起作用，观察真空度的变化，记下真空系统的极限真空；

(6) 观察辉光。真空度进入 10^{-2} Pa 时，关闭高阀，加上高压，观察辉光放电现象并记录放电电流与真空度的关系。（选做内容，必须在老师指导下做）

4. 蒸镀铝膜

(1) 按实验室提供的具体操作步骤完成抽熔铝丝和加热蒸发等过程；

(2) 关闭扩散泵电源。

5. 测量系统漏率

关闭高阀，记录真空室的真空度与时间的关系，开始每隔 2 秒记录一次，真空度变化慢时视情况延长测量时间间隔，直到真空度降低至 Pa 数量级，停止记录。做系统漏率曲线。

6. 用干涉显微镜测量薄膜的厚度

先用刻蚀法制作薄膜台阶，然后用干涉显微镜测量薄膜厚度。

7. 关机步骤

(1) 此时扩散泵电源已关，低阀处于推进状态，高阀处于打开状态；

(2) 机械泵继续工作，直到复合计示数为 1 Pa 数量级时，关闭高阀；

(3) 关闭水和机械泵电源

(4) 关闭真空计电源和总电源。

【注意事项】

为了蒸镀得到质量较好的薄膜，应当注意以下几个问题：

(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。基片放入镀膜室后，在蒸镀前有条件时应进行离子轰击，以去除表面上吸附的气体分子和污染物，增加基片表面的活性，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。应该注意，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) 注意使膜层厚度分布均匀。均匀性不好会造成膜的某些特征随表面位置的不同而变化。让蒸发源与基片的距离适当远些，使基片在蒸镀过程中慢速转动，同时使工件尽量靠近转动轴线放置。

【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. 为什么用干涉显微镜可以测量薄膜厚度？

【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] 尚世铨等编，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