



物理学国家级实验教学示范中心

National Demonstration Center for Experimental Physics Education

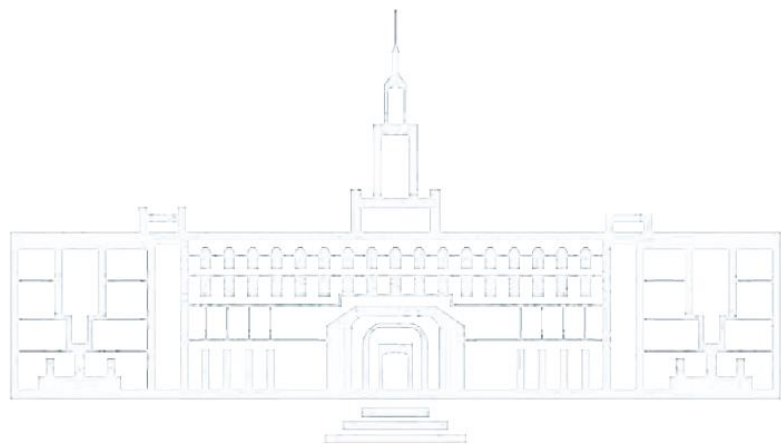


真空镀膜

主讲：白所

2020.4.3

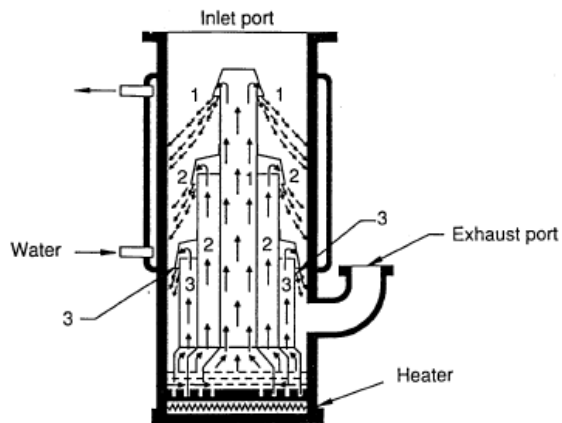
堅守·奮斗



真空镀膜

实验目的：

1. 了解真空技术的基本知识；掌握真空的获得与测量的原理和方法；
2. 学习掌握真空镀膜的基本原理和操作方法。



扩散泵

气体平均自由程：

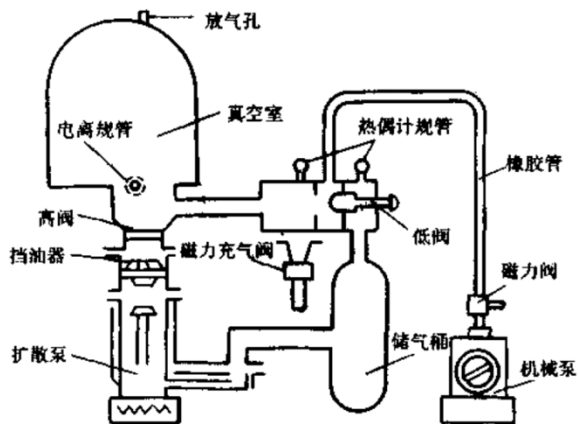
$$\bar{\lambda} = \frac{kT}{\sqrt{2\pi\sigma^2 p}}$$

蒸发速率：

$$G = 4.38 \times 10^{-7} P_v \sqrt{\frac{M}{T}} \text{ (kg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}\text{)}$$

膜厚的分布：

$$\frac{d}{d_0} = \frac{1}{\left[1 + \left(\frac{l}{h}\right)^2\right]^{3/2}}$$

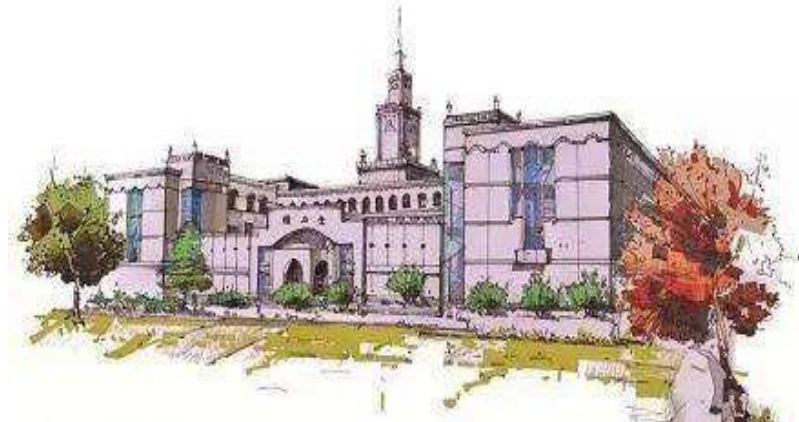


镀膜机

(编写教师：白所；修订日期：2017年5月)



◀ 目 录 ▶



01

背景知识

04

实验仪器

02

实验目的

05

实验内容

03

实验原理

06

注意事项

07

实验问题

堅守 · 奮斗



01

背景知识





真空技术是一门理论与实践结合得很紧的学科，从1643年托里斥利（E.Torricelli）在一端封闭的注满水银的长管中发现“真空“以来，经过气体基本定理的建立；真空泵和真空计的不断发展，以及真空技术在电子学、冶金、表面科学等多方面的广泛应用，使得真空技术成为一门不可缺少的基础技术科学。现在，真空技术已经发展成为一门独立的前沿学科，它的基本内容包括：真空物理，真空的获得，真空的测量和检漏，真空系统的设计和计算等，随着表面科学、空间科学、高能粒子加速器、微电子学、冶金工业以及材料科学等学科领域尖端科技的发展，真空技术在近代尖端科学技术中的地位越来越重要。本实验将通过真空镀膜实验来进行系统的学习真空的有关知识。



02

实验目的





实验目的 | EXPERIMENTAL OBJECTIVE

目的

1

了解真空技术的基本知识。

2

学会分析简单气路结构；
掌握简单真空系统的操作方法。

3

掌握真空的获得与测量的原理和方法。

4

掌握真空镀膜的基本原理和操作方法。



03

实验原理





实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

一、基础知识——真空

真空是指压强低于一个标准大气压的气态空间。真空度是对气体稀薄程度的一种客观量度，最直接的物理量应该是单位体积中的分子数目。但是直接测量分子的数目是很困难的，因此，习惯用气体压强的大小表示真空度的高低。气体压强越小，表示真空度越高；反之，压强越大，真空度就越低。在CGS单位制中，压强单位为达因 / 平方厘米称为一微巴（microbar），在MKS单位制中，压强单位为牛顿 / 平方米1牛顿 / 1平方米，称为帕斯卡（Pascal），简称帕（Pa）。早期用汞柱高度测量压强，由于习惯原因，对真空的测量仍用毫米汞柱（mmHg）作压强单位。第十届国际计量大会决定，用“帕”定义标准大气压。一标准大气压（ATM）=10325帕（Pa），标准大气压的1 / 760称为一托（Torr），以帕规定的标准大气压是严格的，它在数值上与以汞柱规定的“标准大气压”几乎相等。因此一毫米汞柱也就与一托几乎相等（1mmHg=1.00000014Torr），通常可以不加以区别。



一、基础知识——真空

由于真空度量级范围的差别很大，因此，仅用气体的压强这一物理量来量度和认识真空度有很大的局限性，我们将从物理本质上来表述真空度。

1. 分子密度 n ，表示单位体积的平均分子数。实际上，真空度是反映气体的衡薄程度，最直接的量度应该是 n ，而不是气压强 P 。由理想气体状态方程可得压强的表示式为：

$$P = nkT$$

其中 n 为单位体积内的气体分子数， P 为压强， k 为玻尔兹曼常量， T 为热力学温度。

2. 平均自由程 λ ，表示气相中一个分子与另一个分子碰撞所经历的统计平均距离，它可表示为：

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi\delta^2 P}$$

在室温该式可表达为： $\lambda \approx \frac{0.667}{P}$ (cm)

式中 k 是玻耳兹曼常数， δ 为分子直径， T 为温度， P 为压强。



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

一、基础知识——真空

3.单分子层形成时间 T ，是指在新鲜表面上复盖一个分子厚度的气体层所需要的时间。单位时间内碰撞于单位面积上的分子数可表达为：

$$C = \frac{P}{\sqrt{2\pi mkT}}$$

式中 m 为气体分子的分子量，如果在 $P=10^{-4}$ 帕时，假定每次碰撞中气体分子都被表面吸附着，按每平方厘米单分子层可吸附 5×10^{14} 个分子计算，则只需一秒多钟时间就能够在新鲜的表面上覆盖一层分子。而当真空度提高到（ $10^{-8} \sim 10^{-9}$ 帕）时，干净表面吸附一层分子将需要几小时到十几个小时。

4. 分子碰撞于壁面的平均吸附时间 τ 。

综上所述，在真空中，气体分子密度低，分子的平均自由程长，因此分子之间碰撞频率很低或分子与固体表面间的碰撞频率很低是真空技术得以广泛应用的最主要特点。



二、真空的划分和应用

真空的范围宽达从大气压强范围到 10^{-12} 以下，近20个数量级，通常按照气体空间的物理特性，常用真空泵和真空规的有效使用范围以及真空技术应用特点，将真空定性划为以下五个区域：

粗真空	10^5 —— 10^3 帕	(760托——10托)
低真空	10^3 —— 10^{-1} 帕	(10—— 10^{-3} 托)
高真空	10^{-1} —— 10^{-6} 帕	(10^{-3} —— 10^{-8} 托)
超高真空	10^{-6} —— 10^{-12} 帕	(10^{-8} —— 10^{-14} 托)
极高真空	$< 10^{-12}$ 帕	($< 10^{-14}$ 托)

有些作者建议把 10^{-10} 帕作为极高真空的界限。



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

二、真空的划分和应用

粗真空：主要是以气体分子间碰撞为主，其平均自由程入远远小于容器尺度 D 。可以利用真空与大气的压力差产生的感差力均匀的原理实现真空力学的应用，因而可作为机械泵的来源。主要应用于真空吸盘、吸尘器、真空成形、真空输送以及中医上的拔罐疗法等。

低真空：气体分子相互碰撞和分子与容器碰撞不相上下；分子平均自程入为厘米量级。气体分子的浓度和大气时相差较大，因此如果在这种情况下加热金属，已经可以基本上避免气体的化合作用，可用于真空熔炼、脱气、浇铸和热处理。在真空容器中，随着压强的降低，液体的沸点也大为降低，可用于“真空冷冻脱水”，真空保鲜等。在低真空中气体浓度较小，因此在液体温度计中维持低真空中。另外在低真空状态下气体分子的流动逐渐从粘滞态过渡到所谓分子态，对流现象完全消失，热传导则很小，因此保温瓶（如热水瓶）和杜瓦瓶（低温瓶）都采用真空复壁，另外，也是研究高速空气动力学，必需的一种实验设备——低压风洞。



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

二、真空的划分和应用

高真空：主要是气体分子与器壁碰撞为主，即平均自由程入远远大于容器尺度 D ；高真空时，气体分子浓度低，任何物质残余物质发生化学反应已经十分微弱。因此可用于稀有金属、超纯金属、超纯合金、半导体、材料等的熔炼和精制。在高真空中，气体分子碰撞机会很少，因此，可用于电子显像管，电子管和各种电光源管（照明灯,光谱灯等）电子衍射仪，电子显微镜，各种粒子加速器等的制造。另外，由于材料在真空中其沸点也大为降低。以及能够在汽化前后保证不引入杂质，因此可用于真空中薄膜材料的制备。

超高真空：超高真空时，气体碰撞于器壁的次数亦较稀少了，形成一个单分子层的时间已达到以分钟计，可以用来得到纯净的气体。其二可以用来得到纯净的固体表面可用于可控热核反应的研究。表面物理（如吸附、逸出功、表面电势、电子发射）和表面化学（如腐蚀、催化、研究）。另外也用于航天技术的研究。

极高真空：极高真空是一个刚开展研究的领域，其特点是分子数目极为稀，以至于统计涨落现象已严重（大于5%），经典的建立于统计规律之上的理论在这里都产生了偏离。



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

三、真空的获得

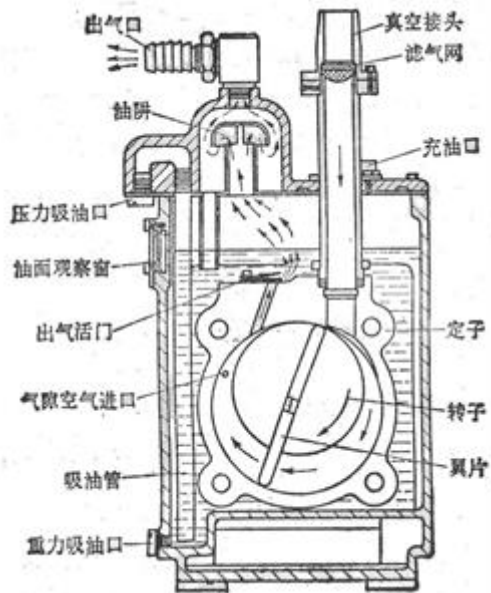
真空泵是各种方法在某一封闭空间中产生、改善和维持真空的装置，真空泵可以定义为：利用机械、物理、化学或物理化学的方法对被抽容器进行抽气而获得真空的器件或设备。目前，真空泵可分为两种：压缩形真空泵和吸附型真空泵。压缩型真空泵是指将气体通过压缩式的方式排出。如机械泵、扩散泵和分子泵等。吸附型真空泵是利用各种吸气作用将气体吸掉。如：吸附泵、离子泵和低温泵等。但无论何种泵，都不可能在整个真空范围内工作。有些泵可直接从大气压下开始工作，但其极限真空都不高，如机械泵、吸附泵、通常这类泵用作前级泵；而有些泵则只能在一定预备真空条件下才能开始正常工作，如扩散泵、离子泵等，这类泵需要前级泵配合，可作为高真空泵。



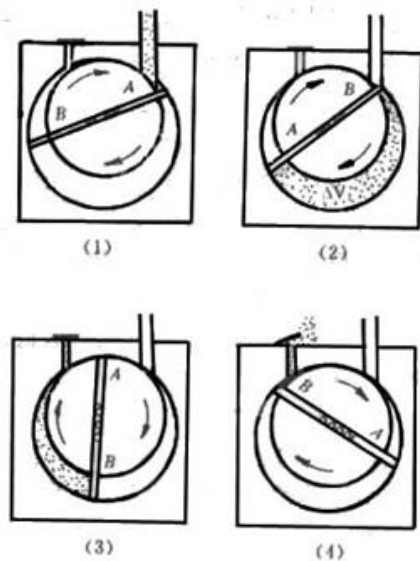
实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

三、真空的获得-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，使被抽容器不断膨胀从而获得真空的泵。既可作为低真空获得的独立设备，也可作为高真的前级泵。机械泵的种类很多，目前常用的是旋片式机械泵。



旋片式机械泵结构示意图



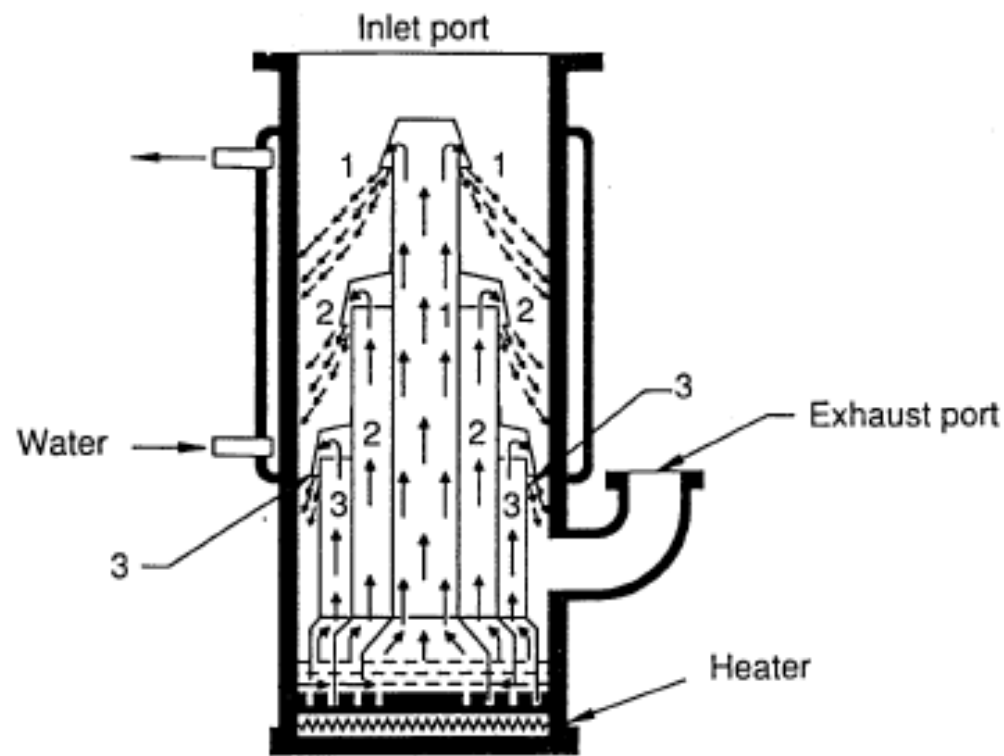
机械泵工作过程示意图



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

三、真空的获得-扩散泵

它是一种用来获得高真空的泵，它是利用气体扩散现象来抽气的。扩散泵油槽内盛有低蒸汽压的硅油，当硅油加热到沸腾温度时，油蒸汽从各级喷口定向地高速喷出，速度达200-300米/秒，由于油分子量，所以油蒸汽分子量非常大，当系统内的气体分子扩散到泵内的油蒸汽中，被高速的油蒸汽分子碰撞驱逐而集结到泵的下端，然后被前级泵抽出；而油蒸汽本身碰到水冷泵的壁后，凝结成液体回到油槽，重复循环使用，其极限真空度主要决定于油液的蒸汽压，通常可达到 10^{-5} 帕。



扩散泵结构示意图



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

!!! 扩散泵使用注意事项:

A: 扩散泵是一次级泵，通常以机械泵为前级泵。因为扩散泵必须在压强小于1托的预备真空条件下，才能加热使扩散泵工作。在 10^{-2} 托的预备真空中，可以降低泵油的汽化点，使油容易沸腾而更重要的是防止泵油氧化变质，以致严重影响的系统的极限真空度和抽气速率。

B: 扩散泵加热前，必须先通冷却水，对泵壁进行通水冷却，否则，除泵由于过热遭受损坏外，还有未冷却的油蒸汽进入系统的危险。

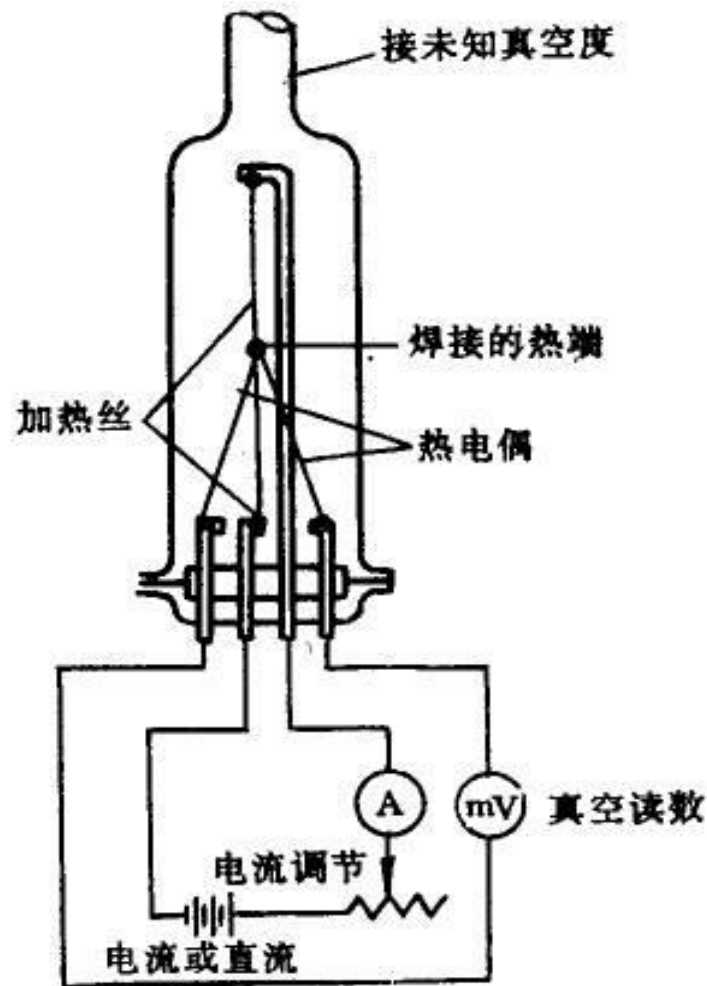
C: 玻璃扩散泵在工作时不能有冷水溅到油槽；遇到突然停水，可先关闭加热电炉，缓慢冷却，切不可在泵体温度很高时，再通冷却水，以免泵炸裂。



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

三、真空的测量-热偶规

热偶真空规是用来测量低真空的真空计。它是利用气体分子的导热性质来工作的。用恒定的电流加热丝，压强越高，气体分子碰撞热丝而带走的热量越多，因而热丝温度越低，热电偶所产生的电动势也越小。反之，压强越低，灯丝温度越高，热电势也就越大。热偶真空规的测量范围是 $5 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-3}$ 托，它的最大优点就在于能够连续地记录待测的压强。

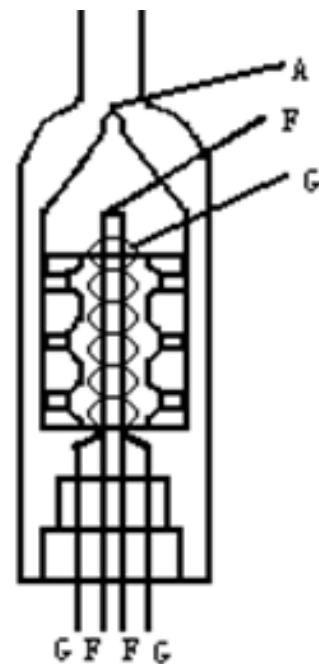




实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

三、真空的测量-电离规

电离规是利用气体分子被快速电子碰撞而电离的规律进行工作的。它与真空三极管结构相似，阴极是电子发射极，栅极是电子加速极，板极是正离子收集极。灯丝F在通电加热以后发射热电子，若在栅极加正电压，板极加负电压（相对于阴极），则电子将在两极间来回振荡，并与气体分子碰撞而使其电离，产生正离子，由于收集极加的是负电压，吸引离子而引成离子流 I_i ，其大小与电离规管中的气体分子密度 n 成正比，因而在一定的温度下也正比于气体压强 P ，可表示为： $I_i = I_e k P$ ，式中 I_e 是电子流，是由灯丝加热产生的， k 称为电离规的灵敏度。在正常工作时，对于温度恒定的一定种类的气体， k 值保持不变，则呈现线性关系，其测量范围可达 $10^{-4} \sim 10^{-7}$ 托。它的优点是灵敏度高，使用方便。它的缺点是电极在工作时会发生释气现象，从而影响测量的准确度，特别是电离在测量时应充分去气。另外要防止系统漏气，以免灯丝焚毁。。



3.b 电离真空规

F 灯丝 G 栅极 A 阳极



实验原理 | EXPERIMENTAL PRINCIPLE

三、真空镀膜

真空镀膜实质上是在高真空状态下利用物理方法在镀件的表面镀上一层薄膜的技术，它是一种物理现象。真空镀膜按方式可分为真空蒸发镀膜，真空溅射镀膜和现代发展起来的离子镀膜。在这里介绍真空蒸发镀膜技术。

真空蒸发镀膜是在一定真空度下，把要蒸发的材料加热到一定的温度，使大量分子或原子蒸发和升华，并直接淀积在基片上形成薄膜。真空蒸发镀膜最常用的是电阻加热法，其优点是加热源的结构简单，造价低廉，操作方便，缺点是不适用于难溶金属和耐高温的介质材料。

蒸发镀膜，要求从蒸发源出来的蒸汽分子或原子到达被镀基片的距离要小于镀膜室内残余气体分子的平均自由程，这样才能保证蒸发物的蒸汽分子能无碰撞地到达基片表面，保证薄膜纯净和牢固，蒸发物也不至于氧化。通常要求 $\lambda > 3d$ 。



04

实验仪器





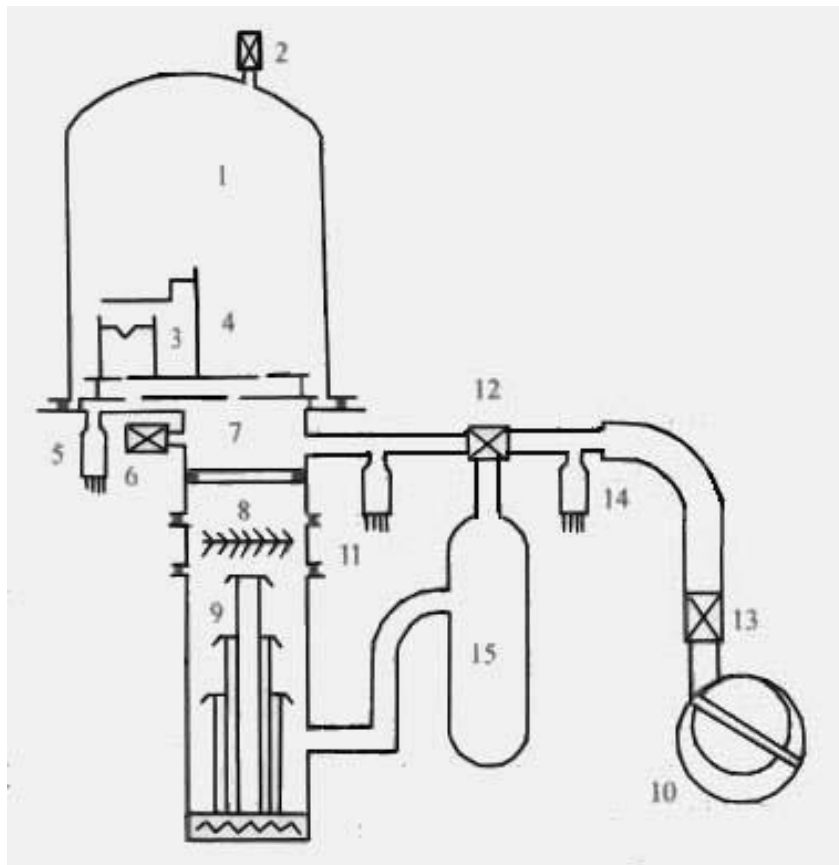
DM-240 型小型真空镀膜机

三大系统:

真空系统

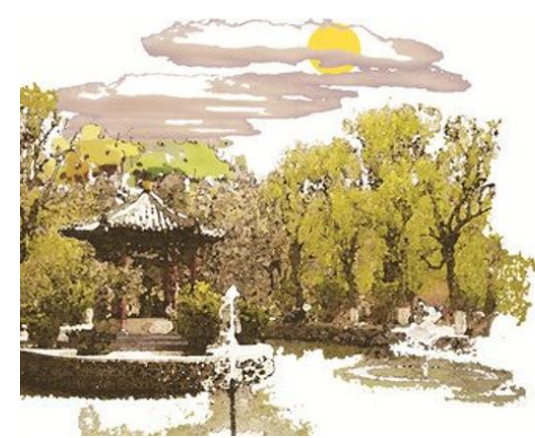
电气系统

镀膜室



真空镀膜系统

1. 镀膜室
2. 针形阀
3. 蒸发电极
4. 挡板
5. 电离规管
6. 充气阀
7. 高真空阀
8. 水冷挡板
9. 油扩散泵
10. 机械泵
11. 热偶规管
12. 低真空阀
13. 电磁阀
14. 热偶规管
15. 储气瓶



蘭州大學
蘭大
蘭大

05

实验内容





实验内容 | EXPERIMENTAL CONTENT

1、气路图分析、整理讨论详细操作步骤。

2、在玻璃片上蒸镀金属薄膜：

- 清洗基片
- 开启真空室
- 抽真空
- 镀膜
- 关机



06

注意事项





注意事项 | CONSIDERATIONS SECTION



传统机械类仪器保护功能较少，实验前应
与实验老师仔细讨论，按整理好的操作流程
逐步进行。

低阀推拉注意限位、控制力道。
严禁擅自操作！



07

实验问题





实验问题 | ANSWER THE QUESTION



1. 简介机械泵和扩散泵的工作原理。
2. 简介电阻规和电离规的工作原理。
3. 轰击过程中轰击电流和气压如何变化？为什么？
4. 为什么要在真空条件下镀膜？
5. 蒸发过程中蒸发电流如何变化？为什么？
6. 解释“海拔升高，沸点降低”现象。
7. 简要画出本实验的气路结构。
8. 简述本实验的主要流程步骤。
9. 扩散泵的极限真空由什么决定？



参考资料 | EXPERIMENTAL PRINCIPLES

近代物理实验教程
近代物理实验
真空实验技术
近代物理实验讲义

林木欣编 北京科学出版社， 1999， 7。
吴华等编 安徽合肥教育出版社， 1987， 9。
华中主编 上海科学技术出版社， 1986， 7。
近物教验室编 1992年。