

# 真空镀膜 实验报告

蔡丹杨

(北京大学化学与分子工程学院 1700011774)

## 1 数据处理

实验使用的装置如图 1 所示（引用自教材）。为使镀膜能较为成功，按照公式 $\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi d^2 p_{\max}}$ ，代入以下数据： $T \approx 300\text{K}$ ,  $d_{\text{Cu}} \approx 3.7\text{\AA}$ ,  $\lambda = 5L \gg L \approx 0.10\text{m}$ 后，算得 $p_{\max} \approx 13.6\text{mPa}$ 。

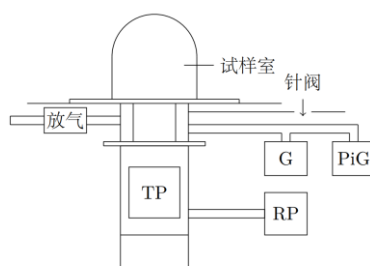


图 1 实验装置

RP. 机械泵 (Rotary vane pump); TP. 分子泵 (Turbomolecular pump); PiG. 冷规 (Penning ionization gauge); G. 热偶规 (Pirani gauge)

### (1) 抽真空阶段

分子泵有较大转速后，从给定时间零点开始，记录气压计示数，并作 $p-t$ 关系图，结果如图 2 所示。

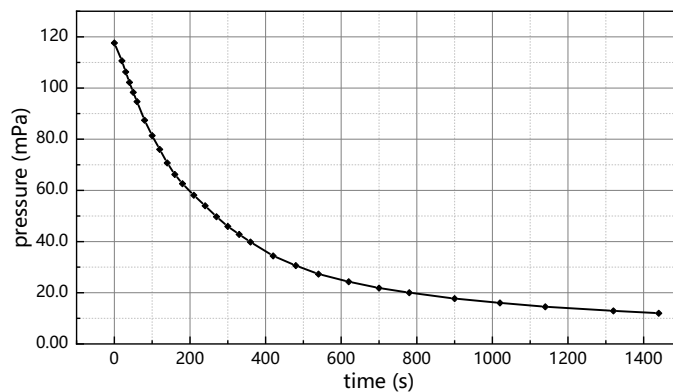


图 2 抽气阶段的压强-时间关系曲线

### (2) 预蒸发阶段

当气压计示数变为 11.7mPa 时，加上 5A 预蒸发电流，记录并作 $p-t$ 关系图，结果如图 3 所示。

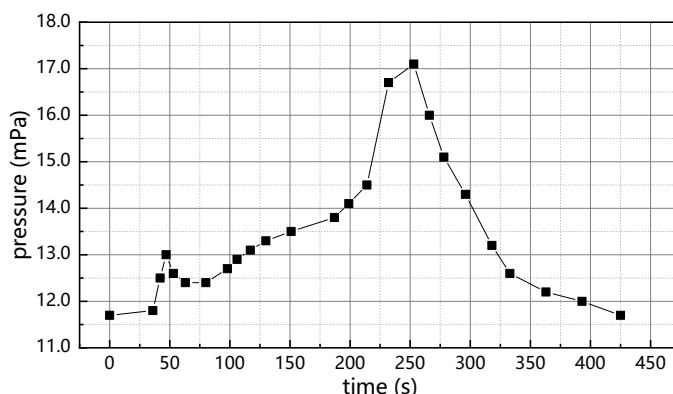


图 3 预蒸发阶段的压强-时间关系曲线

### (3) 蒸发镀膜、第二次抽真空

在压强示数恢复后，缓慢加电至 30A，至观察窗镀上铜后断电、放气、冷却。记录得此过程中装置内最大压强为 162.3mPa。随后重复做了一次实验，抽真空阶段的几组压强—时间记录如表 1 所示。从中可以看到，第二次抽真空速率显著快于第一次，达到同样压强所需时间大约只有第一次的 70%。

$p/\text{mPa}$	117.6	102.2	66.2	30.6	12.9
$t_1/\text{s}$	0	40	160	480	1320
$t_2/\text{s}$	0	22	101	342	935

表 1 第一次( $t_1$ )与第二次( $t_2$ )抽真空达到相同真空度用时比较

## 2 分析与讨论

### (1) 真空度下限的确定

为了能按单次碰撞过程处理，要求 $\lambda \gg L$ ，取 $\gg := \geq 5$ 。按公式 $\lambda = kT/\sqrt{2}\pi d^2 p_{\max}$ ，需要代入的常数有 $T, d, p_{\max}$ 。其中，按老师给出的数据 $d = 3.7\text{\AA}$ ； $p_{\max}$ 为待求/测数据；重点是 $T$ 的选取。

老师认为，由于真空的导热性能较差（自由程极长），装置只有通电部分为高温区域，大部分空间的温度都接近于室温 300K，所以 $T$ 也应取此值。但实际上，通电结束后若放气并取下钟罩，会发现整个内筒都很烫，而外部温度确实接近于室温。因此我认为，内筒和外筒的压强相差较大，计算自由程时应考虑到内筒充满了不断凝华放热的铜蒸汽。具体来说：

取镀膜过程中达到的最大压强 162.3mPa，代入 Cu 固体的蒸汽压公式<sup>1</sup>，算得该条件下饱和铜蒸汽的沸点是 1036K。代入上述公式，得自由程为 $\lambda = \frac{1.3807 \times 10^{-23} \times 1036}{1.4142 \times 3.1416 \times (3.7 \times 10^{-10})^2 \times 0.1623} \text{m} \approx 0.14\text{m} \approx L$ ，可见虽然不足远大于的条件，但仍可近似为单次碰撞过程。

### (2) 抽真空阶段

对于本阶段，有可能抽象出以下模型<sup>2</sup>：由于分子泵的构造，其抽气速率与剩余气体量成正比；而钟罩等处漏气量始终与内外压强差成正比；两者最终达到平衡。记比例系数为 $\alpha$ 和 $\beta$ ，则微分方程及解为：

$$\begin{cases} \frac{dP}{dt} = -\alpha P + \beta(P_0 - P) = -(\alpha + \beta)P + \beta P_0 \\ P(t) = \frac{\beta P_0}{\alpha + \beta} (1 - e^{-(\alpha + \beta)t}) + e^{-(\alpha + \beta)t} P(0) \\ P(\Delta t) \sim P(0) - [(\alpha + \beta)P(0) - \beta P_0] \Delta t \end{cases} \quad \begin{cases} P(0) = 117.7\text{mPa} \\ (\alpha + \beta)P(0) - \beta P_0 = 0.3824\text{Pa/s} \\ r = 0.99958 \end{cases}$$

由左边最后一式，可取最初几个数据点作线性拟合，以求出待定比例系数。取了前 7 个数据点（计算过程略），结果如右边方程组所示。又因为 $t \rightarrow \infty$ 时 $P(t) \rightarrow \beta P_0/(\alpha + \beta)$ ，代入 $\beta P_0/(\alpha + \beta) = 11.6\text{mPa}$ ，最终定出两个比例系数，并作出拟合曲线，如图 4 所示。

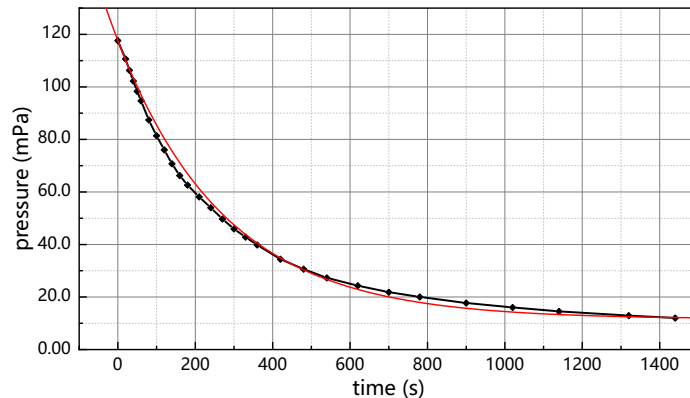


图 4 拟合的抽气阶段的压强—时间关系曲线

<sup>1</sup> CRC Handbook of Chemistry and Physics, 97th ed.; Lide, D.R., Ed.; CRC Press: Boca Raton, FL, 2017; pp 839.

<sup>2</sup> <http://laserroger.github.io/LaserPublic>

拟合结果相对来说仍有不足，原因是抽气过程最开始时，钟罩内各处压强不是完全相同的，不能应用模型中的近平衡态假设；另外，最初分子泵的转速还未稳定为  $704\text{r/s}$ ，也是可能的偏离原因。

### （3）预蒸发阶段

该阶段采用  $5\text{A}$  电流，基本不足以蒸发  $\text{Cu}$ ，但能去除大部分低熔点杂质。

过程中，**压强先增加后下降**，这是因为杂质先是被升温的钼丝蒸出，随着杂质基本蒸干，蒸发量越来越少。最后压强恢复到和未加电流前一样，进一步说明  $\text{Cu}$  基本不会被蒸发。**电流先是剧烈波动，当压强开始下降后则渐渐稳定**，说明铜丝中的低沸点杂质蒸发导致了铜丝的总电阻变化，造成电流不稳定，后来杂质数量减少，对电阻的影响减弱，从而蒸发电流逐渐稳定。由于未接质谱等分析装置，不能确定杂质成分。



### （3）蒸发镀膜阶段

关于镀膜效果的讨论可见前面“真空度下限的确定”小节。为了使镀膜密实，一方面是确保盖玻片充分接触铜蒸汽后再断电；另一方面，需要仔细处理待镀表面，避免沾染油污、灰尘、水汽。否则，都会使得镀层对表面附着力低，疏松易剥落。

关于**为什么选择  $\text{Cu}$  而非熔点更低的  $\text{Al}$  作为镀膜材料**，主要是考虑到  $\text{Al}$  在镀膜过程中的高度活性，包括以下几点：1. $\text{Al}$  原子半径小，与电阻丝在高温下可能形成合金而减少蒸发；2. $\text{Al}$  在空气中立即形成致密氧化膜，即使多次打磨也需要长时间预蒸发才能除去表面杂质；3. $\text{Al}$  活性太强，通电加热后可能与残余氧气发生剧烈燃烧，或与其他金属部件发生还原反应。



观察到，随着电压加大，内筒窗口上透出类似白炽灯的光，随后内部出现类似蓝色蒸汽，最后窗口逐渐变黑。这分别说明了：被加热物体的发射极大值向短波方向移动；铜对蓝色吸收率低而反射紫红色多；窗口上附着了一层铜镀膜。

### （4）第二次抽真空

对比数据可见，两次抽真空达到相同真空度所用的时间确实有明显差异。推测**这是由于分子泵首次使用时，排出了器壁表面吸附的气体分子等杂质，导致抽真空效率提高而产生的。**

### （5）其他

正如老师所说，不选用同样熔点高而电阻大的钨丝的原因是钨丝的柔韧性较差，加工时容易直接开裂分叉，造成加热器不合格。

镀膜完成后取下钼丝，发现缠绕的螺旋状钼丝在缠绕点处断裂。初步分析，可能是在缠绕中为调整钼丝角度，扭转钼丝一次以上，导致弯折处的钼丝变得脆弱，电阻率和发热功率增大，因而在通电加热过程中被烧断。由此可见，钼丝的处理一定要干脆利落，最好一步到位，定型后不要再弯折，否则容易烧断。

## 3 收获与感想

通过本次实验，我了解了真空技术的有关知识，进一步提高了操作能力，为以后的实验打下了基础。感谢刘老师对实验过程的指导，以及王王伟同学对操作仪器的帮助。