

真空镀膜实验报告

Ze-Yang Li¹

¹School of Physics, Peking University

(Dated: March 30, 2015)

真空技术随着科学技术的进步已经从早期的低真空达到了利用表面物理等技术达到的约 $10^{-8} \sim 10^{-11}$ Torr 的超高真空，其主要应用在高能粒子加速器、大规模集成电路、表面科学、薄膜技术、材料工艺、空间技术等尖端科技领域。其中，薄膜技术期望能通过特定的衬底表面镀膜以期获得特定的物理性质，在真空技术的辅助下保证了一个干净的样品表面不会受到空气的污染，镀膜的品质有着显著的提升并得到了更广的运用。综述文献可以参考 [2]。仪器的制作可以参考 [1]。

PACS numbers: 00.00.00

Contents

I. 实验目的 & 原理	1
A. 真空的性质	1
B. 真空的获得	1
II. 实验内容	1
A. 蒸发镀膜	1
III. 实验数据及分析	2
A. 抽气阶段的压强 - 时间数据及分析	2
B. 5A 预蒸发阶段的压强 - 时间数据	3
C. 15A 蒸发电流蒸发阶段的压强 - 时间数据	3
IV. 实验结果	3
References	4

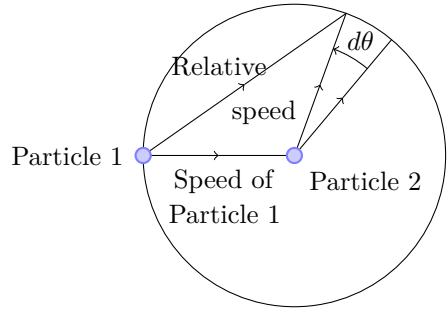


图1: 粒子 1 与粒子 2 的相对速率平均值 (对 $d\theta$ 积分平均) 为粒子热运动平均速率的 $\sqrt{2}$ 倍。

I. 实验目的 & 原理

A. 真空的性质

实验的目的是利用一些泵来获得真空环境和测量得到的真空环境的性质，并接下来在真空中利用热蒸发法和溅射法制备金属薄膜。

实验整体上来讲，对最终对铜蒸汽来说主要过程是输运过程，其中衡量输运过程的一个重要参数是输运媒介到平均自由程（由媒介自身性质和边界共同决定）。在近真空环境中，可以计算气体分子的平均自由程，推导细节见 [4]，最终结论为

$$\bar{\lambda} = \frac{k_B T}{\sqrt{2} \pi d^2 p} \quad (1)$$

其中， d 为分子直径， p 为压强， T 为气体温度， k_B 为 Boltzman 常数； $\sqrt{2}$ 来自于选取单一分子质心带来的平均速率的变化，如图1。

而电子和离子在气体中的平均自由程，则分别是气体分子平均自由程的 $4\sqrt{2}$ 倍和 $\sqrt{2}$ 倍。

计算平均自由程的意义在于分析这个自由程是否大于容器的尺度，从而决定这个镀膜过程是否是单次碰撞导致的；单次碰撞和多次碰撞带来的镀膜的过程是有很大的区别的。

B. 真空的获得

真空泵氛围外排型和内吸型；我们这次使用的全都是外排型，即我们不进行溅射粒子泵最喜欢的溅射镀膜实验。而在整个过程中，我们使用两种泵进行实验，一是机械泵，二是涡轮分子泵；两者的原理类似，都有些像电风扇的背面，但两者各有各的优势和局限性。机械泵的启动压强较高，可以在室内环境直接启动，但其极限压强不够低，只有约 10^{-1} Pa 量级。涡轮分子泵启动压强只有 1 Pa，但是极限压强低，转速快，一些大型的分子泵的极限压强可以达到 10^{-8} Pa。我们的分子泵每秒转速有 704 转左右，极限压强的量级约为 10^{-3} Pa。

II. 实验内容

A. 蒸发镀膜

整个过程就是：利用机械泵和分子泵将 Mo 丝、铜丝、基片所在的环境抽到约 8×10^{-3} Pa (镀膜需要的工作压强)，再给 Mo 丝通小电压大电流，使得它加热，先通一般的电流去除杂质，然后持续通大电流使得铜融化，蒸发从而完成镀膜过程。

1. 蒸发镀膜前基片的处理去除表面附着的灰尘和油脂
2. 取 20cm 的 Mo 丝，缠成的螺旋线，以容纳下一步得到的铜线不掉下去且提供足以使的它融化蒸发的温度；之所以用 Mo 丝是因为它熔点较高。

3. 打掉铜丝的漆包线，并剪下来 3cm 的铜线，对折形成 1.5cm 的长度。
4. 将 Mo 丝与电极相连，并将铜线放入其螺旋线内部，保证它不掉落。此外放置屏蔽管，保证整个仪器不会被铜蒸汽影响。
5. 打开高真空按钮，有系统的内部控制程序保证机械泵、分子泵先后启动。
6. 当分子泵启动之后，每隔 30s 记录一次系统内气压，直到达到工作压强 $8 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。
7. 对 Mo 丝通 5A 的电流进行预蒸发，保持 120s，并每 3s 进行一次压强的记录。
8. 关掉供电，并等待直到压强降低为工作压强 $8 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。
9. 加蒸发电流到 15A，并保持 120s，并每 3s 进行一次压强的记录。注意此时已有部分铜融化，需要可能导致短路，需要手动控制输入保证电流恒定。
10. 关掉供电，并等待直到压强降低为工作压强 $8 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。
11. 加蒸发电流到 35 – 40A，保持，观察并记录过程中最大的压强值，结合铜的诸多数据（熔点、分子直径等）验证 (1) 等关系式；然而这里存在一定疑惑，详情在第 IV 节的“实验结果”中进行讨论。
12. 完成镀膜，启动低真空按钮，逐步停止涡轮分子泵，在适当的时刻（约 5 分钟之后）放气，关闭机械泵，在压强达到大气压附近时断电，打开罩子并取走样品。

实验装置见图2。

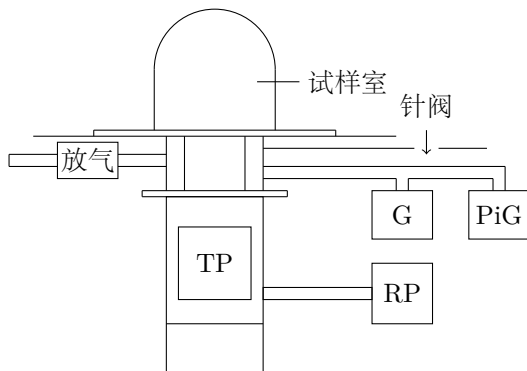


图2: 实验装置图, RP. 机械泵; TP. 分子泵; PiG. 冷规; G. 热偶规

III. 实验数据及分析

A. 抽气阶段的压强 – 时间数据及分析

抽气阶段的压强 – 时间数据及分析如图3。

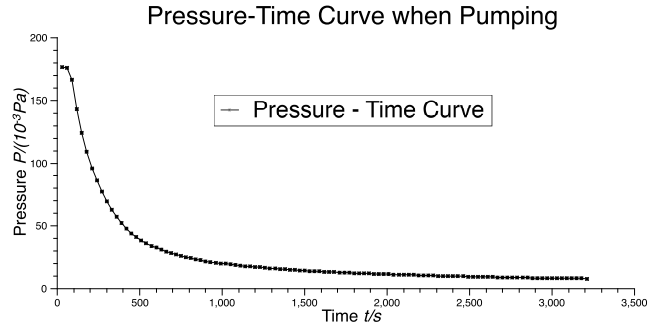


图3: 抽气阶段的压强 – 时间曲线，横坐标为时间，单位为秒 (s)；纵坐标为压强，单位为 10^{-3}Pa 。

一个常用的考虑这个体系的办法是用热力学来思考。由于泵的转速较快，我们可以认为过程是连续的。在 dt 时间内，泵可以将内部气体 dn 摩尔抽出，外界环境压强为 P 恒定。实验观察发现泵的转速基本恒定。

模型建立如下：单位时间内泵会往外抽气，但同时也会从外往内漏气。抽气过程单位时间抽出气体正比于剩余气体，带来的压强减小同样正比，用系数 α 表示；漏气速率假定正比于内外压强差。于是：

$$\frac{dP}{dt} = -\alpha P + \beta(P_0 - P) = -(\alpha + \beta)P + \beta P_0 \quad (2)$$

这个解得

$$P(t) = \frac{\beta P_0}{\alpha + \beta} (1 - e^{-(\alpha + \beta)t}) + e^{-(\alpha + \beta)t} P(0)$$

在 $t \rightarrow 0$ 的时候，

$$P(t) \sim P(0) - [(\alpha + \beta)P(0) - \beta P_0]t \quad (3)$$

对其做线性拟合（取 7 个点），给出

$$\begin{cases} P(0) = 201.64 \times 10^{-3} \text{Pa}, \\ (\alpha + \beta)P(0) - \beta P_0 = 0.4995 \text{Pa/s}, \\ r = 0.9821. \end{cases}$$

而在 $t \rightarrow \infty$ 时，

$$P(t) \sim \frac{\beta P_0}{\alpha + \beta} \quad (4)$$

根据数据可以分析出 $P(0) \gg \lim_{t \rightarrow +\infty} P(t)$ 。对整体进行拟合得到

$$\frac{\beta P_0}{\alpha + \beta} = 7.7 \times 10^{-3} \text{Pa}$$

结合 $P_0 \sim 10^5 \text{Pa}$ ，我们相当于完成了曲线的拟合，见图4。

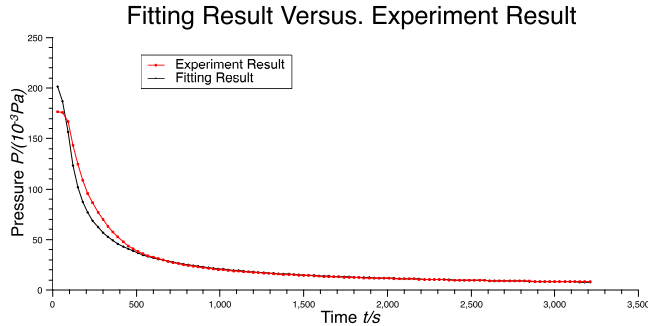


图4: 抽气阶段的压强-时间曲线的拟合结果与原数据单对比，横坐标为时间，单位为秒 (s)；纵坐标为压强，单位为 10^{-3}Pa 。

通过这个拟合结果，我们可以看到，拟合在收尾阶段符合得很好，但在初始的时候存在一定问题。简单的分析认为这是由于初始的时候压强的意义相对来讲不如后来大，因为这个阶段整个体系在迅速的变动，并不处于平衡态，无法定义热力学量。虽然并不是远离平衡态，而是近平衡态的输运过程，但是仍然会存在较大误差；此外在接近初始的时候，仪器的误差很大。

B. 5A 预蒸发阶段的压强-时间数据

5A 预蒸发阶段的压强-时间数据如图5。这部分的意义主要在于将杂质去掉。或许，通过对压强-时间关系的 FFT 或其他处理手段可以得到关于杂质的一些信息，这有待讨论但目前无法通过这部分数据得到有效的结论。

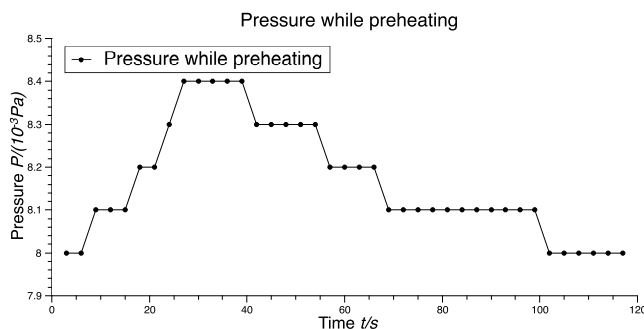


图4: 5A 预蒸发阶段的压强-时间曲线，横坐标为时间，单位为秒 (s)；纵坐标为压强，单位为 10^{-3}Pa 。

C. 15A 蒸发电流蒸发阶段的压强-时间数据

15A 蒸发电流蒸发阶段的压强-时间数据如图5。这个阶段铜丝会导致少许的短路，电流并不稳定需要手动控制。本实验的数据中并不一直都控制的很好，所幸大部分时间仍保持在 12A - 18A 的范围。

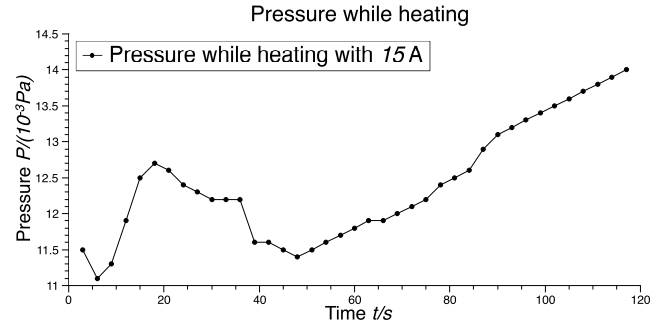


图5: 15A 蒸发电流蒸发阶段的压强-时间曲线，横坐标为时间，单位为秒 (s)；纵坐标为压强，单位为 10^{-3}Pa 。

IV. 实验结果

这个实验的目的之一就是完成镀膜。图6就是本次的镀膜多效果。



图6: 最后的铜膜效果。可以看出来非常光滑且平坦，能有很好的反射像（手）。

而另一个重要的事情就是计算体系的自由程量级。实验测的最大压强为 $154.5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 。根据数据，Cu 熔点为 1083°C [5]，即 1356K；Cu 原子直径为 0.2556nm。带入计算得到

$$\lambda = 0.417 \text{m}$$

已经大于了体系的尺寸，故可以视为一个好的单次碰撞镀膜过程。

一个在前面提及到的是，这个输运过程难道可以用近平衡态的结论——自由程来描绘吗？虽然没有进行数据记录，但是当时压强的变化比较明显，大约在 10s 中变化了 50%。这是一个待解决的问题。有些关于非平衡态的讨论可以参考 [3, 4]。

- [1] Frederik C Krebs. *All solution roll-to-roll processed polymer solar cells free from indium-tin-oxide and vacuum coating steps*, volume 10. Elsevier, 2009.
- [2] Donald M. Mattox. *The Foundations of Vacuum Coating Technology*. Springer, 2003.
- [3] R. K. Pathria and Paul D. Beale. *Statistical Mechanics*. Elsevier, third edition edition, 2011.
- [4] 刘川. 热力学统计物理. PKU Press, 1.1 edition, 2012.
- [5] 然而这个数据在如此低压的情况是否还合理, 经半定量分析证明这个数据大体仍是对的