

# 真空镀膜 实验报告

隋源 2000011379 11 号

Mar 18 2022

## 1 实验目的和内容

1. 实验目的: 通过在真空环境下进行镀膜操作, 了解真空的获得和测量, 学习采用热蒸发制备金属薄膜。
2. 实验器材: 多功能薄膜制备系统, 铜丝, 钨丝, 盖玻片, 砂纸, 螺丝钉, 玻璃纸等。

## 2 实验数据和现象

### 2.1 真空的制备和测量

为了计算镀膜所需要的环境最低真空度, 需要借助气体分子的平均自由程

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

其中 k 为玻尔兹曼常量, T 为环境温度, d 为分子直径, p 为压强。为了得到较好的蒸发镀膜效果, 分子的平均自由程应比蒸发源到衬底的距离 l 大得多。本次实验中取

$$d \approx 3 \times 10^{-10} \text{m}, \quad l \approx 10 \text{cm}, \quad T \approx 300 \text{K}, \quad \bar{\lambda} > 5l$$

代入数据计算可得

$$p \approx 10^{-2} \text{Pa}$$

实际操作中一般在  $p = 1.3 \times 10^{-2} \text{Pa}$  后进行蒸发操作。这就是本实验条件下蒸镀薄膜所需真空气度的下限。

制备真空前需要首先制作实验用的钨丝加热器（缠成螺旋状）和待蒸发铜。安装好仪器后, 按下高真空开关, 首先机械泵启动, 将钟罩内气压降至 242Pa 左右, 随后分子泵自动开启, 抽取空气使气压进一步下降。待分子泵转速较稳定时, 打开电流开关检测是否有电流, 判断钨丝加热器是否符合要求。随后从某时刻开始记录钟罩内的压强数据, 每半分钟一次, 所得数据填入下表:

Sheet1: 分子泵开始工作后 p-t 关系数据表

p(mPa)	t(min)	p(mPa)	t(min)	p(mPa)	t(min)	p(mPa)	t(min)
75.5	0.0	32.9	5.0	21.0	10.0	15.6	15.0
65.5	0.5	31.1	5.5	20.5	10.5	15.2	15.5
59.2	1.0	29.6	6.0	19.7	11.0	14.8	16.0
53.6	1.5	28.2	6.5	19.2	11.5	14.4	16.5
49.2	2.0	26.9	7.0	18.5	12.0	14.1	17.0
45.4	2.5	26.5	7.5	17.9	12.5	13.8	17.5
42.3	3.0	24.8	8.0	17.3	13.0	13.5	18.0
39.4	3.5	23.6	8.5	16.9	13.5	13.2	18.5
36.9	4.0	22.8	9.0	16.4	14.0	12.9	19.0
34.7	4.5	21.8	9.5	15.9	14.5	12.5	19.5

## 2.2 预蒸发

气压达到最低要求后，首先进行预蒸发去除杂质。采用 5A 的蒸发电流，观察加电流之后的电流变化情况，发现电流有不断减小的趋势，通过不断增大输出保持电流的稳定，随后记录压强随时间的变化关系，每三秒一次，所得数据填入下表：

Sheet2: 预蒸发 p-t 关系数据表

p(mPa)	t(s)	p(mPa)	t(s)	p(mPa)	t(s)
12.9	0	13.9	18	14.5	36
13.0	3	14.0	21	14.4	39
13.2	6	14.3	24	14.4	42
13.4	9	14.4	27	14.3	45
13.7	12	14.6	30	14.0	48
13.6	15	14.6	33	13.8	51

记录到压强峰值后关闭蒸发电流，使真空室内的压强回到预蒸发前的水平。

## 2.3 真空镀膜

预蒸发之后进行正式真空镀膜，逐步加大电流，观察真空室内玻片、铜蒸汽和压强示数。发现真空室内部发出亮光，观察口玻璃纸由上而下染黑（铜蒸气），压强示数逐渐增大到一峰值后回落，光亮变弱。记录到镀膜过程中最大压强示数为

$$p_{max} = 0.1391 \text{ Pa}$$

之后切换到低真空模式，等待示数稳定后按下放气按钮，等待气压回升后取出样品，整理仪器，实验结束。最终镀膜情况如下图所示



Figure1: 真空镀膜首次制备

## 2.4 第二次实验

取出样品、等待仪器冷却后即可开始第二次实验。按照相同的步骤进行实验，在分子泵抽气过程中发现气压下降速度比第一次实验明显提升。前后两次实验中真空室气压由 75.5mPa 降至 21.0mPa 的用时分别为

$$\Delta t_1 = 600s, \quad \Delta t_2 = 470s$$

可以看到相同气压变化量下第二次抽气速率比第一次明显更快。镀膜结果如下图所示



Figure2: 真空镀膜第二次制备

### 3 结果分析与讨论

#### 3.1 估计真空度下限时确定各物理量大小的依据

在 2.1 真空的制备和测量中，我们利用气体分子的平均自由程公式估计出了真空镀膜所需真空度的下限，各物理量大小的选取为

$$d \approx 3 \times 10^{-10} \text{m}, \quad l \approx 10 \text{cm}, \quad T \approx 300 \text{K}, \quad \bar{\lambda} > 5l$$

其中分子直径和蒸发源至衬底的距离都是按照一般数据估计的，而环境温度却采用室温（300K）。这样做的原因是真空室内气体十分稀薄，热对流和热传导效应几乎不存在，热辐射功率也很小，导致虽然蒸发源的温度在 2000K 左右，但衬底温度仍处于室温量级。

#### 3.2 系统压强随时间的变化关系图

将 2.1 中分子泵开始工作后 p-t 关系数据表绘图如下，可以看到真空的制备过程中压强开始下降较快，之后下降变缓，最后变得稳定。这是容易理解的，根据分子泵抽气的原理，可以认为分子泵抽气速度与压强成正相关，压强越低，压强下降就越慢直至稳定。

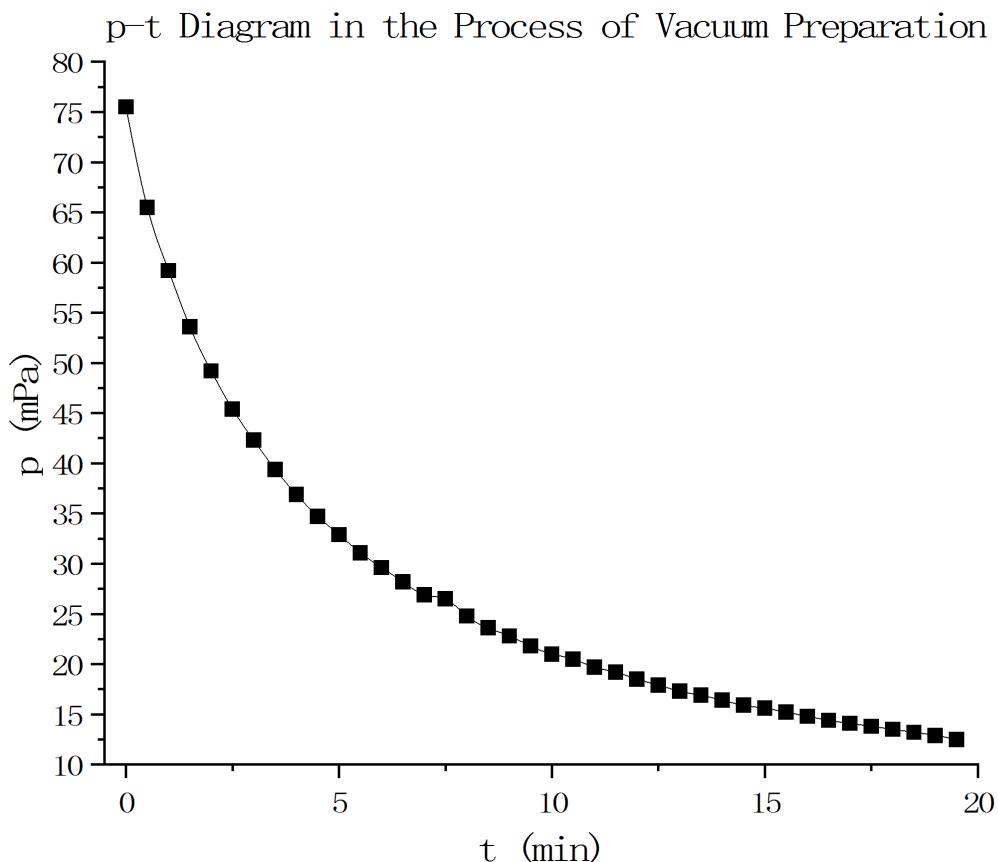


Figure3: 真空制备过程 p-t 图

### 3.3 预蒸发实验现象及分析

将 2.2 中预蒸发 p-t 关系数据表绘图如下，可以看到压强基本上呈现先增大后减小的趋势，这是因为通入电流后蒸发源温度升高，少量杂质被蒸发出来，导致压强越来越大；另一方面，分子泵的工作又导致压强越来越小。因为特定温度下可以被蒸出的杂质有限，因此蒸发造成压强增加的速率应先大后小，表现为开始比分子泵工作速率高，压强变高；某一时刻相等，到达峰值；之后低于抽气速率，压强回落。

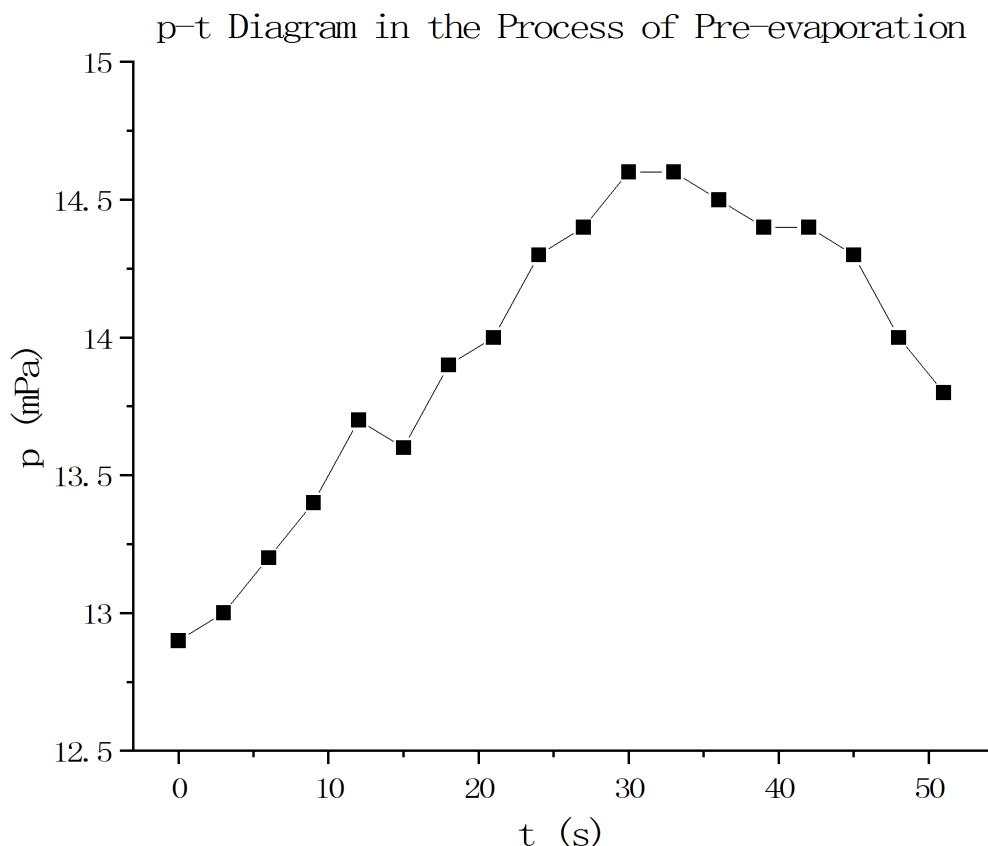


Figure4: 预蒸发过程 p-t 图

另一方面，在预蒸发开始，加上电流后，电流有减小的趋势，此时通过不断增大输出保持电流不变，一段时间后，电流保持稳定不再变化。这是因为开始加上电流后温度升高，电阻丝和加热器的电阻率升高，电阻变大，电流变小，此时增加输出可以保持电流不变；段时间后，温度保持稳定，电阻不变，电流稳定。

### 3.4 热蒸发方法制备薄膜的经验

1. 每次进行实验之前制作好新的钼加热器，尽量保持螺旋等间距并且无弯折，使用工具将两端与仪器电路连接好，防止接触不良导致局部电阻过大，电路断路或蒸发失败。

2. 打磨钼丝、铜丝，实验完成后取下样品和铁罩时都有高温，务必带好手套，确保安全后小心操作，防止烫伤。
3. 安装、取下、移动玻璃罩时务必两手轻拿轻放，防止玻璃罩被损伤导致装置无法实现良好气密，直接导致实验失败。
4. 抽气过程中，等待分子泵转速稳定后打开电流开关检测电路连接是否良好，如无问题迅速关闭，如果无法增加电流，则说明加热器接触不良，应立即放气取下装置重新制作。
5. 预蒸发的目的是为了先蒸出部分熔沸点较低的杂质，电流不能太大，操作结束后必须等待真空度重新降回最低要求后再进行正式镀膜。
6. 正式真空镀膜时需要控制好蒸发电流的大小和增长，不能太慢太小导致铜迟迟无法升华，融化导致电路变形，电阻分布改变，大概率导致实验失败，也不能太大太快，导致钼也融化/升华，导致镀膜失败。正确的操作应是首先将电流加到 10A 左右，观察压强示数和真空室内，使压强以合适速率增长，且真空室内开始发出亮光；随后进一步增加电流到 20A 左右，使压强示数上升到 70~90mPa 左右，真空室亮光已经可以清楚看到衬底样品；最后加大电流到 30A 左右（不得超过 40A），观察真空室内有黑色铜蒸汽从上向下移动，盖过观察窗的玻璃纸，压强示数到极大值（一般在 100mPa 以上）；在观察窗玻璃纸已经完全变黑（相当于表面镀了一层铜），压强表示数开始回落时立即关闭电流，此时真空室亮光变暗至消失，等待压强降至稳定后，按下低真空开关使其进一步提升，再稳定后按下放气开关，等待仪器完全放气冷却后取出样品。
7. 蒸发镀膜过程中仪器装置带有强电，在装置电路开启时禁止用手触摸玻璃罩，最后放气完成后关闭电源总开关再进行操作。
8. 进行实验前钼丝、铜丝、样品应尽量用水/去离子水洗净，减少油脂和灰尘，以获得最佳镀膜效果。

### 3.5 两次制备真空速度差别的成因

在两次实验中我们记录了相同压强减小所用的时间，发现第二次重复实验时抽真空的速度提升了（2.4 数据）。可能的原因为：

1. 第一次实验中真空泵需要一定实验预热才能稳定在最佳工作状态，表现为分子泵启动后转速缓慢上升；随后第二次实验时真空泵尚未冷却，进入最佳状态所用时间较短，效率变高，表现为第二次实验分子泵转速加到 704r/s 所用时间比第一次短得多。
2. 由于仪器内部装有防止微小物体进入真空泵的铁丝网等，导致第一次实验后，仪器内部气体已经被抽出，内部气压较低，与外界平衡较慢，导致第二次实验时需要抽出的气体变少，真空制备速度加快。

### 3.6 铝和铜：选取蒸发源材料的判断依据

本实验中，选取蒸发源材料的要求有很多，首先是保证其沸点大于加热器、仪器、衬底的稳定温度上限。与铜相比，铝拥有熔沸点更低，更易获得的优点，为什么不采用铝作为镀膜材料？这是因为铝元素较为活泼，在高温下容易和其他材料发生反应（如高温下和铁发生铝热反应，并放出大量的热），在仪器内部含有铁、加热器、衬底和线路的情况下，高温时可能会发生化学反应，导致实验失败甚至损坏仪器，威胁实验者安全。因此往往采用熔沸点同样不高，但高温下性质更为稳定的铜作为镀膜材料。

### 3.7 蒸发镀膜过程中的压强增加现象

真空镀膜过程中，真空室内的压强急剧变大，远超开始估计最低真空度的限定，为何依然成功镀膜？这是因为在镀膜过程中，加热器附近的温度极高，根据气体分子自由程公式，自由程不变的情况下，加热器附近所允许的压强上限也会变高，仍能保证铜原子到达衬底表面。

## 4 实验收获与感想

本次试验通过热蒸发法进行了真空镀膜实验，对真空的制备、镀膜原理有了进一步的了解，也对实验设计的诸多需要考量的因素有了更深的认识；实验过程中大量的操作细节也让我更进一步认识了理想理论和实际实验种种区别；最后，十分感谢刘春玲老师对仪器操作的指导和实验安全的叮嘱，让我对真空实验的认识和相关仪器的操作受益良多。