



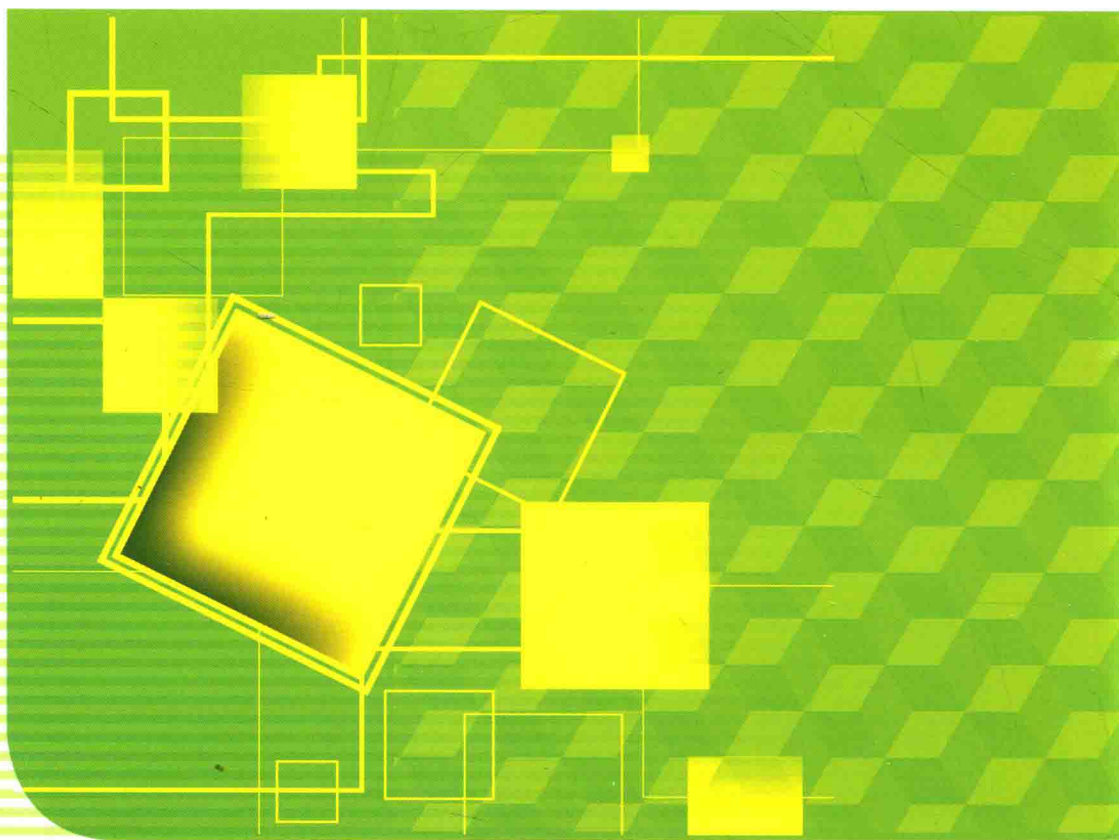
普通高等教育“十三五”规划教材

—材料专业实验教材系列

# 材料物理与 化学制备实验教程

CAILIAO WULI YU  
HUAXUE ZHIBEI  
SHIYAN JIAOCHENG

云南大学材料学科实验教学教研室 编



化学工业出版社

普通高等教育“十三五”规划教材-材料专业实验教材系列

# 材料物理与化学制备实验教程

云南大学材料学科实验教学教研室 编



化学工业出版社

·北京·

本教程以材料科学基础、无机化学、材料化学、材料制备与合成、功能材料等课程为基础，收集、整理和设计了四十七个当前比较成熟的、常用的有关材料的物理方法与化学制备实验，实验主要包含实验目的、实验原理、实验设备和材料、实验内容与步骤、实验报告和要求、问题与讨论，以及参考文献等内容，旨在为学生和指导教师提供尽可能完备与系统的实验指导。

本教程可作为高等院校材料物理、材料化学和无机非金属材料工程专业，以及物理、化学和其他材料类专业本科生的实验教学用书，各学校可以根据自身实验条件和学科特点有选择性地开设实验，亦可供相关人员参考。

## 图书在版编目 (CIP) 数据

材料物理与化学制备实验教程/云南大学材料学科实验教学教研室编. —北京: 化学工业出版社, 2015.9  
普通高等教育“十三五”规划教材——材料专业实验教材系列  
ISBN 978-7-122-24620-2

I. ①材… II. ①云… III. ①材料科学-物理学-实验-高等学校-教材 ②材料科学-应用化学-制备-化学实验-高等学校-教材 IV. ①TB3-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2015) 第 158434 号

---

责任编辑: 尤彩霞  
责任校对: 宋 玮

装帧设计: 史利平

---

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)  
印 装: 三河市延风印装有限公司  
710mm×1000mm 1/16 印张 8 字数 155 千字 2015 年 10 月北京第 1 版第 1 次印刷

---

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686)  
售后服务: 010-64518899  
网 址: <http://www.cip.com.cn>  
凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

---

定 价: 20.00 元

版权所有 违者必究

# 序

## PREFACE

信息、能源、生物技术和材料是现代发展的支柱，而各种新材料则是信息技术、新能源、生物产业发展的支撑和基础。因此，材料是国民经济、社会进步和国家安全的物质基础和先导，材料技术已成为现代工业、国防和高技术发展的共性基础技术，是当前发展最快的科学技术领域之一，也是影响国家竞争力的关键领域，而竞争的关键是人才。如何培养具有创新精神、实践能力强、高素质的材料科学人才是高等学校面临的一个重要课题。

材料科学与工程是实践性非常强的学科，实验教学在学科中占有非常重要的地位。运用科学的实验设计方法，熟悉和掌握基础仪器和设备正确的操作，科学完备地记录和数据优化处理分析等都可以锻炼学生的动手能力、思考能力和分析问题、解决问题的能力，培养学生严谨求实的学风和创新精神。

本系列实验教程的编写以“厚基础、宽专业、多方向、强能力”为指导思想，力求做到以下几点。

(1) 把握材料科学与工程学科专业的特点和要求，从科学和专业的角度，结合科研和生产的需求，吸收国内外同类实验教材的精华。

(2) 兼顾不同专业的共性与个性培养，加强常规基础实验，实现同一学科多专业知识的交叉与渗透，以满足宽口径人才培养的需求。

(3) 注重基础，强调实践，坚持理论与实践相结合，体现科学性、实用性，教学内容深度和广度适中，以够用和实用为原则。

(4) 注重创新和综合素质的培养，反映材料科学领域的新概念、新知识、新技术、新工艺，体现实验技术的现代性。

本系列实验教程涵盖实验方法、误差及数据处理、材料合成与制备、材料性能、成分及微结构检测、综合实验等内容。此外，为了使学生较好地理解材料科学四要素之间的关系，即材料合成与制备—成分—结构—性能—应用等之间的关系，安排一定数量的综合实验，根据不同材料的特点，让学生选择一种或两种材料体系，从材料制备—性能测试—微结构表征—应用等环节进行综合实验能力训练。

为了结合材料等专业的需求性和实验特点，计划出版《材料物理与化学基础实验教程》《材料物理与化学制备实验教程》《材料物理性能实验教程》《材料专业创新实验教程》等。

本系列实验教程是王毓德教授带领的实验教学团队多年实验教学的总结。本系列

实验教程的出版，增加了读者从不同视角选择的可能性；对材料科学教学的改革，进一步有效提高学生创新、实践能力，培养高素质的材料科学人才也具有重要的意义。教材的生命力在于质量，而提高质量是永恒的主题。希望读者对本书不足之处提出批评和建议，以使编者更加精益求精，对教材不断进行修订和完善，以满足高等教育不断发展的需要。

教育部科技委材料学部委员



吴兴惠教授

2015年9月

# 前言

FOREWORD

《材料物理与化学制备实验教程》是针对材料物理、材料化学和无机非金属材料工程专业大学三年级学生的实验课程，是伴随《材料合成与制备》课程而开设的独立实验课程，是理论教学的深化和补充，具有较强的实践性，是一门重要的实验基础课。目前已有的同类教材或教程中，对材料的制备要么仅包括化学方法或物理方法，要么制备方法涵盖不全，或者未能全面反映材料的物理与化学制备在材料和制备方法方面的新技术和成果。由于各高等学校在材料科学与工程学科相关本科专业的培养目标方面各有特色和侧重，已有的同类教材或教程也不能很好地满足各高校对材料各专业本科生培养的要求和需要。为此，我们从2000年开始，针对材料化学、材料物理本科专业编写了适合其培养方案要求和学科特色发展的《材料物理与化学制备》实验讲义。2009年新增无机非金属材料工程本科专业后，对实验讲义进行了修订和增补，以满足三个本科专业在材料合成与制备实验方面的要求和需要。经过近6年的使用、修改和完善，本实验讲义已在内容、形式、完整性和系统性等方面达到相关要求。结合教学实践，对部分内容和文字叙述进行了改进，收集、整理和设计了若干个当前比较成熟的、常用的有关材料的物理方法与化学方法制备实验，增加了新的材料制备技术和方法的实验，在此基础上编写成了本教材。

本教材定名为《材料物理与化学制备实验教程》，是根据高等学校材料化学、材料物理、无机非金属材料工程本科专业的培养目标编写而成的。在内容的安排上，以材料科学基础、物理化学、材料化学、材料制备与合成、功能材料等课程为基础，充分考虑到了当前比较成熟的、常用的有关材料的物理方法与化学方法制备实验，也设计了一些反映材料制备方法方面的新技术和成果的实验，旨在为学生和指导教师提供尽可能完备与系统的实验指导，力求使学生对几种常见材料的物理与化学制备方法的发展概况、制备原理、操作设备以及工艺流程等有一定的了解和掌握，并使学生在实验动手能力方面得到进一步的培养与训练。

本书的编写是多年来从事材料物理与化学制备实验教学工作的老师们共同努力的结果。参加本教程编写的有管洪涛、王毓德（实验二十、二十四、二十六、二十七、三十七、三十八、四十五~四十七）、黄强（实验八、九、十三、十五、十六、二十一、二十九~三十六，四十三）、陈刚（实验三、五、十、十一、四十）、肖雪春（实验三十九）、王莉红（实验六、七、二十八、四十一）、董成军（实验二、四，十二，十四，十九，二十二，二十三，四十二，四十四）、周祯来（实验一，十七，十八，

二十五)。全文由王毓德教授统稿。

本教程由云南大学物理科学技术学院学院制建设专项经费资助出版。

在本教程编写过程中，参考了国内各兄弟院校的材料合成与制备实验教材和相关的著作、期刊论文、学位论文、文献资料等，谨此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限和经验不足，书中难免有不当和遗漏之处，敬请读者批评指正。

**编者**

**2015年9月**

# 目录

CONTENTS

◎ 第一章	薄膜材料的制备实验	1
实验一	真空蒸发制备功能薄膜实验	1
实验二	磁控溅射法制备 Ge 薄膜	5
实验三	电子束蒸发制备非晶 Si 薄膜	7
实验四	化学气相沉积法制备氧化锌薄膜	9
实验五	电化学沉积制备纳米 Cu <sub>2</sub> O 薄膜	11
实验六	功能薄膜的化学制备实验——SiO <sub>2</sub> 薄膜的制备	14
◎ 第二章	粉体及超微粉体的制备	17
实验七	溶胶-凝胶法制备纳米 TiO <sub>2</sub> 粉体	17
实验八	共沉淀法制备偏锡酸镉气敏材料	23
实验九	超声辐照辅助直接沉淀法制备纳米氧化物	25
实验十	微波辅助合成纳米 ZnO 颗粒	29
实验十一	水热法制备纳米材料	31
实验十二	静电纺丝技术制备一维纳米 In <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	34
实验十三	微乳液法制备硫化锌	36
实验十四	化学还原法制备金纳米颗粒	38
实验十五	行星球磨制备粉体材料	39
实验十六	高温固相合成法制备钛酸钡粉体	42
实验十七	粉末样品的压缩成型实验	45
实验十八	气流粉碎技术制备纳米粉体材料	47
实验十九	电弧法制备碳纳米管	49
实验二十	水浴法制备 CuS 纳米结构	51
◎ 第三章	多孔及功能陶瓷材料制备	53
实验二十一	钛酸钡陶瓷的烧结实验	53
实验二十二	MCM-41 分子筛的制备	55



实验二十三	溶液燃烧法合成多孔 NiO .....	56
实验二十四	等离子体烧结制备永磁材料 .....	58
实验二十五	热压烧结法制备 SiC 陶瓷 .....	60
实验二十六	水泥熟料的设计与烧成 .....	62
实验二十七	熔融淬冷法制备玻璃 .....	66
实验二十八	燃烧合成法制备铝酸盐绿色发光材料 .....	70

## ◎ 第四章 功能有机材料的制备

74

实验二十九	原位聚合法制备脲醛树脂微胶囊 .....	74
实验三十	复合凝聚法制备微胶囊 .....	77
实验三十一	己二酸的绿色化学合成 .....	80
实验三十二	N-甲基咪唑镱盐室温离子液体的合成 .....	83
实验三十三	聚乙烯醇的制备 .....	85
实验三十四	本体聚合制备有机玻璃 .....	88
实验三十五	分散聚合制备聚苯乙烯微球 .....	90
实验三十六	悬浮聚合制备聚甲基丙烯酸甲酯 .....	92

## ◎ 第五章 复合材料制备实验

95

实验三十七	发泡聚苯乙烯填充水泥复合材料的制备 .....	95
实验三十八	二氧化锰/碳纳米管复合结构的制备 .....	97
实验三十九	ZnO/PVA 复合纤维光催化材料的制备 .....	98
实验四十	纳米氧化镍/石墨烯复合材料的制备 .....	100
实验四十一	磁性铁铝复合纳米材料的制备 .....	102
实验四十二	静电纺丝技术制备一维 NiO@ZnO 核-壳结构 纳米纤维 .....	104
实验四十三	聚苯胺-黄麻纤维复合材料的制备及其 对重金属离子的吸附性能 .....	106

## ◎ 第六章 单晶、合金及其它

110

实验四十四	直拉法制备单晶硅 .....	110
实验四十五	铝合金的熔炼 .....	112
实验四十六	铜的电解提纯 .....	115
实验四十七	定向凝固法制备 Al-1%Si 铝硅合金实验 .....	118

## ◎ 参考文献

120

# 第一章

## 薄膜材料的制备实验

### 实验一 真空蒸发制备功能薄膜实验

#### 一、实验目的

1. 掌握真空获得与测量技术的基本原理与方法
2. 学会用真空蒸发设备制备 Ag 薄膜
3. 理解真空蒸发镀膜的基本原理，并能够简单分析影响薄膜质量的一些要素

#### 二、实验原理

##### 1. 真空蒸发沉积薄膜的原理

真空蒸发沉积薄膜具有简单便利、操作简单、成膜速度快、效率高等特点，是薄膜制备中最为广泛使用的技术，这一技术的缺点是形成的薄膜与基片结合较差，工艺重复性不是很好。在真空蒸发技术中，人们只需要一个良好的真空环境。在真空环境下，给待蒸发物提供足够的热量以获得蒸发所必需的蒸汽压。在适当的温度下，蒸发粒子在基片上凝结，这样即可以实现真空蒸发薄膜沉积。

许多材料都可以在真空中蒸发，最终在基片上形成薄膜。真空蒸发沉积过程由三个步骤组成：

- (1) 蒸镀材料由凝聚相转变为气相；
- (2) 蒸发粒子从蒸发源到基片之间的输运；
- (3) 蒸发粒子到达基片后的凝结、成核、长大、成膜。

大多数蒸发材料的蒸发是从液相开始的，也有一些直接从固相蒸发。根据 knudsen 理论，在时间  $dt$  内，从表面  $A$  蒸发的最大粒子数  $dN$  为：

$$\frac{dN}{A dt} = (2mkT)^{-\frac{1}{2}} P \quad (1-1)$$

式中,  $P$  是平衡压强;  $m$  是粒子的质量;  $k$  为波尔兹曼常数;  $T$  为绝对温度。在真空中, 单位面积清洁表面上粒子的自由蒸发率由 Langmuir 表达式给出:

$$m_e = 5.83 \times 10^{-2} P (M/T)^{\frac{1}{2}} \quad (1-2)$$

式中,  $M$  为气体分子的分子量。蒸发粒子在基片上的沉积率则与蒸发源的几何尺寸、蒸发源相对于基片的距离以及基片的材料等有关系。考虑理想情况(蒸发源为一清洁、均匀发射的点源, 基片为一个平面)由 Knudsen 余弦定律所确定的沉积速率随  $\cos\theta/r^2$  而变化, 其中  $r$  为蒸发源到接受基片的距离,  $\theta$  是基片某点到点蒸发源的径向矢量与蒸发源垂直方向的夹角。

在真空蒸发过程中, 基片不仅受到蒸发粒子的轰击, 而且也受到真空中残余气体的轰击。残余气体对薄膜生长和薄膜性质都有重要的影响。首先, 当蒸发粒子在蒸发源到基片的输运过程中可能被残余气体分子发生散射, 散射次数取决于分子的平均自由程。总数为  $N_0$ 、通过距离为  $L$ 、没有发生散射的分子数目  $N$  为:

$$N = N_0 \exp\left(-\frac{L}{\lambda}\right) \quad (1-3)$$

式中,  $\lambda$  为残余气体的平均自由程, 通常薄膜沉积是在  $1.3 \times 10^{-3}$  Pa 或者更高的真空下进行的, 蒸发粒子与残余气体分子的散射可以忽略不计, 可以认为蒸气粒子会沿直线行进。其次, 薄膜会被真空系统中的残余气体污染, 这一污染起源于沉积过程中残余气体对基片以及薄膜表面的撞击和在薄膜表面的吸附等。

## 2. 电阻加热蒸镀

电阻加热蒸镀是将薄片或线状的高熔点金属, 如钨、钼、钛等做成适当形状的蒸发源, 装上蒸镀材料, 让电流通过蒸发源加热蒸镀材料, 使其蒸发, 其真空镀膜机结构图如图 1-1 所示。采用电阻加热蒸发法时通常要考虑的问题是蒸发源的材料

及其形状。其中, 蒸发源材料的熔点和蒸气压、蒸发原料与薄膜材料的反应以及与薄膜材料之间的湿润性等, 都是选择蒸发源材料时要考虑的问题。

薄膜材料的蒸发温度(平衡蒸气压为 1.33Pa 时的温度)多数在 727~1727℃ 之间, 所以蒸发源材料的熔点必须高于蒸镀材料这一温度。在选择蒸发源材料时还必须考虑蒸发源材料大约有多少随之蒸发而成为杂质进入薄膜。因此, 必须了解有关蒸发源常用材料的蒸气压, 表 1-1 给出了电阻加热法中常用做蒸发源材料的金属熔

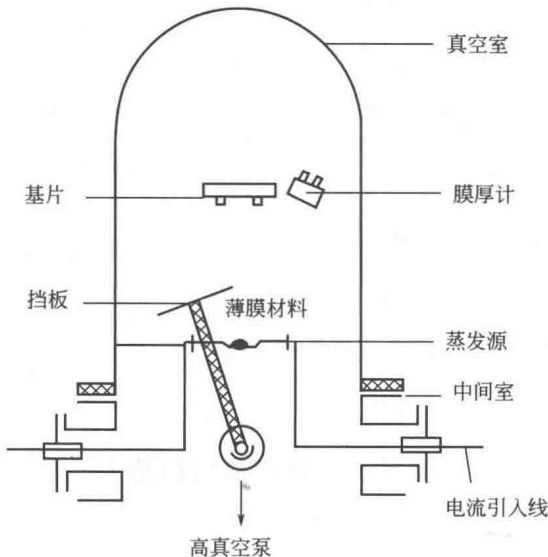


图 1-1 真空镀膜机结构图

点和达到规定的平衡蒸气压时的温度。为了限制蒸发源材料的蒸发，蒸发温度应低于表中蒸发源材料平衡蒸气压  $1.33\text{Pa}$  时的温度。在杂质较多，薄膜性能不受影响的情况下，也可以采用与  $1.33 \times 10^{-6}\text{Pa}$  对应的温度。

表 1-1 电阻加热法中常用做蒸发源材料的金属熔点和达到规定的平衡蒸气压时的温度

蒸发源材料	熔点/ $^{\circ}\text{C}$	平衡温度/ $^{\circ}\text{C}$ (蒸气压 $133\text{Pa}$ )		
		$10^{-8}$	$10^{-5}$	$10^{-2}$
W	3410	2117	2567	3227
Ta	2996	1957	2407	3057
Mo	2617	1592	1957	2527
Nb	2468	1762	2127	2657
Pt	1772	1292	1612	1907
Fe	1535	892	1127	1477
Ni	1453	927	1157	1527

根据蒸气压选择蒸发源材料只是一个必要条件。电阻加热蒸发法中的关键性问题是高温时某些蒸发源材料与薄膜材料会发生反应和扩散而形成化合物或合金，特别是形成合金是一个比较麻烦的问题。高温时铝、铁、镍、钴也会与钨、钼、钛等常用蒸发材料形成合金，一旦形成合金，熔点就会下降，蒸发源也就容易烧损。

### 3. 影响膜质量的因素

(1) 蒸发源内往往含有杂质（例如用钨丝作为热源时，钨丝表面的二氧化钨极易挥发），这些杂质可以随所需的蒸发物一起射到接收用的衬底上，使膜的质量受到影响。为了避免这一影响，通常的做法是在蒸发源与接收衬底之间置一块挡板。蒸发一段时间后再将挡板移去。这样可有效减少源内杂质对膜的污染。

(2) 真空度的高低对膜层质量也有影响。如果真空度较低（真空环境中的残余氧分子较多），膜层被氧化的程度就高。因此，为消除这一影响，真空度应该越高越好。

(3) 蒸发温度也影响膜质量。虽然蒸发温度高可获得高的蒸发速率，但这样得到的膜层的晶粒较粗糙，并且蒸气分子被氧化的可能性也高。此外，过高的温度将导致真空度降低。

(4) 加热器、蒸发源器皿、接收衬底以及整个真空工作室都应该尽可能清洗干净，以免对膜质量造成影响。

## 三、实验设备与材料

### 1. 实验设备

电热恒温干燥箱、台式超声波清洗器、真空镀膜机、不锈钢镊子。

### 2. 实验材料

甲苯（分析纯）、丙酮（分析纯）、无水乙醇（分析纯）、脱脂棉、真空硅脂、

衬底材料、高纯银或高纯铝、玻璃载玻片。

## 四、实验内容与步骤

1. 打开主机电源开关。
2. 对真空室充大气（具体操作是：先关闭高真空阀门，将充大气的开关旋至“大气”挡，此时，人耳听见大气进入真空室的声音，此声音消失时表明充气完毕）。
3. 升起钟罩（将充大气的开关旋至“钟罩升”挡，即可完成此步操作）。
4. 钟罩升起后，真空室内各种机件暴露在大气中，这样便可进行相关的各种工作，例如，用酒精棉球擦拭、清扫真空室内各机件，清洗工作完成后，将清洗好的载玻片置入样品盘上，再将要蒸发的银丝或铝丝置入发热源坩埚内。
5. 落下钟罩，关闭放气阀，打开机械泵开关，使机械泵进行抽气，这时打开管道阀 I（低真空阀），待 15~30min 后打开复合真空计，测量真空室内压强，将其灯丝打开，此时灯丝电流为  $50\mu\text{A}$ ，这时压力表通常的指示约为  $10^{-2}$  托<sup>①</sup>。
6. “抽钟罩”的目的是对高阀（高真空阀门）以上的系统预抽真空，当预真空达到  $10^{-2}$  托后，关闭低真空阀（管道阀 I）打开高真空，这样机械泵便对整个真空系统抽气。
7. 当系统的压强被抽至  $5\times 10^{-3}$  托时，打开扩散泵冷却水源，启动扩散泵开关对真空室抽高真空，这时机械泵和扩散泵同时工作，系统将达到  $10^{-4}\sim 10^{-5}$  托，一般要求系统真空度达到  $5\times 10^{-5}$  托，此时就可以进行真空蒸发了。
8. 启动蒸发开关，慢慢把调压变压电流调至 10~20A，电压 60V，此时发热源发红，蒸发源内银或铝熔化，再加电流至 30~40A，电压 120V，发热源温度更高，出现浅红色，蒸发源内银或铝形成小球状，并逐步消逝。
9. 关闭高真空阀和扩散泵，打开低真空阀（管道阀 I）待扩散泵冷却后，就可关闭低阀和冷却水，打开“钟罩”取出样品，这样整个操作程序就完成了。

## 五、实验报告和要求

1. 写出实验原理及实验步骤。
2. 分析影响薄膜质量的因素。
3. 写出获得真空的操作步骤。

## 六、问题与讨论

1. 结合实验过程，谈谈影响膜厚的因素。
2. 机械泵停泵后，应注意什么事项，为什么？

<sup>①</sup> 托，压强单位，1 托等于 1 毫米汞柱的压强，1 托 = 133.32Pa（英：torr）。

## 实验二 磁控溅射法制备 Ge 薄膜

### 一、实验目的

1. 熟悉磁控溅射的原理
2. 了解 Ge 薄膜的结构、性能及应用
3. 掌握磁控溅射法制备 Ge 薄膜的工艺流程

### 二、实验原理

锗 (Ge) 是一种重要的半导体材料, 具有优异的电学、光学性能, 在微电子、光电器件等方面应用广泛。制备 Ge 薄膜材料的方法很多, 本实验介绍磁控溅射法制备 Ge 薄膜的工艺流程。溅射技术是物理气相沉积技术的一种, 溅射沉积法具有速率快、均一性好、薄膜与衬底附着力强、比较容易控制化学剂量及薄膜厚度等优点, 是一种重要的薄膜制备方法。它是利用带电荷的粒子在电场中加速后轰击被溅射的靶电极 (阴极), 使靶材原子溅射出来并沿特定的方向运动到衬底表面而最终沉积成膜的方法。通常的溅射方法效率并不高, 为了提高溅射效率需要增加气体的离化效率, 人们发明了射频磁控溅射技术。通过电磁场的作用, 电子在等离子体中运动的路程得到增加, 与气体分子碰撞的概率也增加了, 从而使轰击靶表面的荷电粒子数目增加而提高了溅射效率。众所周知, 将运动速度为  $v$  的电子放入由电场为  $E$ 、磁感应强度为  $B$  的磁场组成的复合场中受到洛仑兹力的作用, 其大小可表示为:

$$F = -q(E + v \times B) \quad (2-1)$$

式中,  $q$  表示电子带电量。当  $v$  与  $E$ 、 $B$  相互平行时, 电子的运动不受影响, 运动轨迹是一条直线; 如果速度  $v$  具有与磁感应强度  $B$  垂直的分量时, 电子在沿电场方向被加速的同时还要受到磁场力, 运动轨迹为螺旋形。因此, 加入的磁场增长了电子的运动轨迹, 与气体分子碰撞的概率也增加。其效果是气体电离的效率提高, 进而提高溅射的效率和薄膜沉积的速率。

根据上面的原理, 磁控溅射装置磁场设计时将永久磁体或电磁线圈安放在靶的后面产生磁场, 磁场的磁力线穿出靶面后再回到靶面, 如图 2-1 所示。在靶面上方, 磁力线与电场相互垂直, 这样就把电子限制在靶材表面的区域运动, 大大提高了与电子碰撞的概率, 最终达到提高薄膜沉积速率的目的。

### 三、实验设备和材料

#### 1. 实验设备

磁控溅射镀膜系统、超声波清洗器。

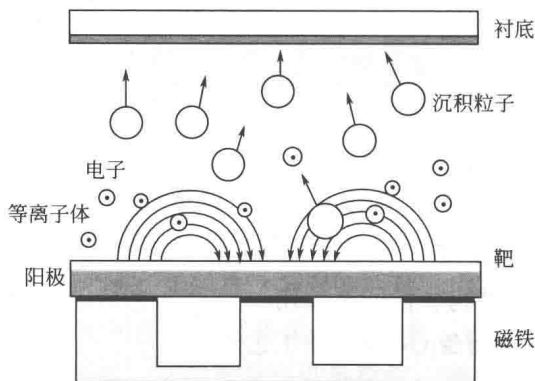


图 2-1 磁控溅射结构图

## 2. 实验材料

Ge 靶、氩气、Si 衬底（或蓝宝石、玻璃、石英等）。

## 四、实验内容与步骤

1. 将 Si 衬底用超声波清洗器依次在丙酮、蒸馏水、酒精中清洗 10min，之后用氮气吹干。
2. 分别将 Ge 靶、清洗后的 Si 衬底（或蓝宝石、玻璃、石英等）安放在磁控溅射室内相应位置。
3. 依次打开机械泵、分子泵获得溅射室的背景真空为  $5 \times 10^{-4}$  Pa。
4. 通入氩气，调节其流量为 20sccm<sup>①</sup>，使溅射室真空度为 1Pa（工作压强）。
5. 打开溅射电源，调节合适的功率，获得稳定的溅射；
6. 根据所需要的 Ge 薄膜厚度，调整溅射时间；
7. 溅射结束后，关闭溅射电源、真空系统，向溅射室通入空气后打开溅射室取出有 Ge 薄膜的 Si 衬底。

## 五、实验报告和要求

1. 简述 Ge 薄膜的性质及用途。
2. 描述磁控溅射法制备薄膜的原理及特点。
3. 简述磁控溅射法制备 Ge 薄膜的过程，并对制备的碳纳米管进行分析和讨论。

## 六、问题与讨论

1. Ge 薄膜材料的性质及应用有哪些？

<sup>①</sup> sccm (standard cubic centimeter per minute)，体积流单位，意义为标准状况下毫升每分钟。

2. 磁控溅射制备薄膜有什么优点?
3. 影响 Ge 薄膜厚度的因素有哪些?

## 实验三 电子束蒸发制备非晶 Si 薄膜

### 一、实验目的

1. 了解电子束蒸发制备的基本原理
2. 熟悉掌握真空的获得与测量技术
3. 掌握电子束蒸发制备 Si 薄膜的制备工艺

### 二、实验原理

薄膜是一种物质形态，薄膜材料因为具有体相所不具备的特性在功能材料应用领域有着不可比拟的优势。功能薄膜材料及薄膜产品应用非常广泛，尤其是在电子材料与元器件工业领域中占有及其重要的地位。薄膜的生长方法可以分为气相生成法、氧化法、离子注入法、扩散法、电镀法、涂布法、液相生长法等。其中气相生成法又可分为物理气相沉积法，化学气相沉积法和放电聚合法等。真空蒸发、溅射镀膜和离子镀等通常称为物理气相沉积法，是基本的薄膜制备技术。

#### 1. 电子束蒸发

电子束蒸发镀膜是一种常见的物理气相沉积法制备薄膜的方法，采用电子作为加热源实现对待蒸发材料的融化以及蒸发，电子束蒸发原理示意图如图 3-1 所示。

将蒸发材料放入附有冷却装置的坩埚中，直接利用电子束加热，使蒸发材料气化蒸发后凝结在基板表面成膜，是真空蒸发镀膜技术中的一种重要的加热方法和发展方向。电子束蒸发克服了一般电阻加热蒸发的许多缺点，特别适合制作高熔点薄膜材料和高纯薄膜材料。依靠电子束轰击蒸发的真空蒸镀技术，根据电子束蒸发源的形式不同，又可分为环形枪、直枪、e 型枪和空心阴极电子枪等几种。

环形枪是由环形的阴极来发射电子束，经聚焦和偏转后打在坩埚内的待蒸发材料实现材料的蒸发。它的结构较简单，但是功率和效率都不高，基本上只是一种实验室用的设备，目前在生产型的装置中已经不再使用。

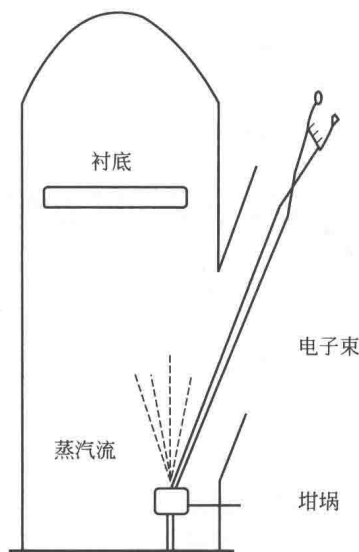


图 3-1 直枪电子束蒸发示意图



直枪是一种轴对称的直线加速枪，电子从灯丝阴极发射，聚成细束，经阳极加速后打在坩埚中的镀膜材料而使之融化和蒸发，直枪的功率从几百瓦至几百千瓦的都有，有的可用于真空蒸发，有的可用于真空冶炼。直枪的缺点是蒸镀的材料会污染枪体结构，给运行的稳定性带来困难，同时发射灯丝上逸出的灯丝材料也会引起膜层的污染，最近由西德公司研究，在电子束的出口处设置偏转磁场，并在灯丝部位制成一套独立的抽气系统而做成直枪的改进形式，不但彻底避免了灯丝对膜的污染，而且还有利于提高枪的寿命。

e型电子枪，即270度偏转的电子枪克服了直枪的缺点，是目前用得较多的电子束蒸发源之一。e型电子枪可以产生较高的功率密度，能融化高熔点的金属，产生的蒸发粒子能量高，使膜层和基底结合牢固，成膜的质量较好。缺点是电子枪要求较高的真空度，并需要使用负高压，这些造成了设备结构复杂，安全性差，不易维护，造价也较高。

## 2. 电子束作为蒸发源的优点

(1) 电子束轰击热源的束流密度高，能获得远比电阻加热源更大的能量密度，可以将高达3000℃以上的材料蒸发，并且能有较高的蒸发速度；

(2) 由于被蒸发的材料是置于冰冷坩埚内，因而可避免容器材料的蒸发，并可避免容器材料与蒸镀材料之间的反应，这对提高镀膜的纯度极为重要；

(3) 热量可直接加到蒸镀材料的表面，因而热效率高，热传导和热辐射的损失少。

## 三、实验设备和材料

### 1. 实验设备

电子束蒸发镀膜仪。

### 2. 实验材料

高纯硅。

## 四、实验内容与步骤

### 1. 系统抽真空

(1) 关闭进气阀，开冷却水，打开总电源（仪器柜后面与前面）。

(2) 将抽气管放于窗外，打开冷却水报警（鸣叫表示分子泵冷却水未开）。

(3) 开机械泵，电磁阀1，开角阀（先慢后快）。

(4) 开真空计，当真空度高于10Pa时，关闭角阀。

(5) 电磁阀2，开插板阀（双手操作），开分子泵。

(6) 当运行分子泵后，真空达到当真空计读数低于实验要求本底真空后（ $6.7 \times 10^{-3}$  Pa），关闭高真空计。