

● 郑伟涛 编著

薄膜材料 与 薄膜技术

BOMO
CAILIAO
YU BOMO
JISHU

第二版



化学工业出版社

● 郑伟涛 编著

薄膜材料 与 薄膜技术

第二版

BOMO
CAILIAO
YU BOMO
JISHU



化学工业出版社

· 北京 ·

本书系统阐述了薄膜材料与薄膜技术的基本原理和基本知识,重点介绍了薄膜材料的真空制备技术、薄膜的化学制备和物理气相沉积方法、薄膜的形成和生长原理、薄膜的表征,对目前广泛研究和应用的几种主要薄膜材料进行了介绍、评述和展望。

本书技术先进,内容实用,适合于从事材料研究的科研、技术人员阅读参考,同时也可作为高校材料专业教材使用。

图书在版编目(CIP)数据

薄膜材料与薄膜技术/郑伟涛编著. —2版. —北京:化学工业出版社, 2007. 10

ISBN 978-7-122-01314-9

I. 薄… II. 郑… III. ①薄膜材料②薄膜技术 IV. TQ320.72 TB43

中国版本图书馆CIP数据核字(2007)第155857号

责任编辑:丁尚林

文字编辑:徐雪华

责任校对:吴静

装帧设计:王晓宇

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)

印刷:大厂聚鑫印刷有限责任公司

装订:三河市万龙印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张16¼ 字数390千字 2008年1月北京第2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:38.00元

版权所有 违者必究

第二版前言

自本书 2004 年第一版问世以来，因其技术先进、内容实用而深受行业读者的好评，并被许多高校选为教材。近年来，薄膜材料与薄膜技术又有了许多新的发展。特别值得一提的是，2005 年英国科学家首次在实验室成功制备出单原子层石墨片，这是迄今为止人们所能得到的最薄的薄膜材料——严格意义上的二维材料。单原子层石墨片的稳定存在一方面突破了传统理论的束缚，另一方面也为纳米器件的实际制作和应用开辟了广阔前景。由此，石墨片二维薄膜材料已经成为当前薄膜材料研究的热门和前沿课题。

在本书的第二版中，我们将尽可能地反映薄膜材料研究的这一最新进展情况。为此，在第六章中，我们将原来的第四节“三族元素氮化物薄膜材料”的全部内容更换为“石墨片二维薄膜材料”。其他修订内容包括：删去了第三章中过多的物理气相沉积示意图，以使全章篇幅不致过大；在第四章第四节和第六章第三节中，我们又补充了一些相关的薄膜材料最新研究成果和研究进展。此外，对第一版出现的一些错误，特别是文字错误，我们都一一进行了修改。

王欣博士、田宏伟博士、郑冰博士和于陝升博士等参与了本书部分章节的编写与修订，在此一并表示感谢。

郑伟涛
2008 年 1 月于长春

第一版前言

当固体或液体的一维线性尺度远远小于它的其他二维尺度时，我们将这样的固体或液体称为膜。通常，膜可分为两类，一类是厚度大于 $1\mu\text{m}$ 的膜，称为厚膜；另一类则是厚度小于 $1\mu\text{m}$ 的膜，称为薄膜。显然，膜的这种划分具有一定的任意性。本书中，我们只关注在固态基片（衬底、基底）上的固态薄膜。

薄膜在基片上的形成涉及原子或分子在基片表面上的凝结、形成、长大和随后的薄膜生长过程。薄膜生长过程中在基片表面上或者发生化学反应，或者发生物理变化。可见，薄膜生长本身便涉及材料学、物理学、化学等多个学科领域。

薄膜的研究及其技术发展史可以追溯到17世纪。1650年R Boye, R Hooke和I Newton观察到在液体表面上液体薄膜产生的相干彩色花纹。随后，各种制备薄膜的方法和手段相继诞生，1850年M Faraday发明了电镀制备薄膜方法，1852年W Grove发现了辉光放电的溅射沉积薄膜方法，T A Edison则在19世纪末发明了通电导线使材料蒸发的物理蒸发制备薄膜方法。虽然薄膜技术不断发展，但薄膜的应用最早则只局限于抗腐蚀和制造镜面。由于早期技术的落后，所制得的薄膜重复性较差，从而限制了薄膜的应用。只有在制备薄膜的真空系统和检测系统（如电子显微镜、低能电子衍射以及其他表面分析技术）有了长足进步以后，薄膜的重复性才大有改观，从此薄膜的应用也迅速拓展，尤其到了20世纪50年代，随着电子工业和信息产业的兴起，薄膜技术和薄膜材料愈发显示出其重要的、关键性作用。特别是在印刷线路的大规模制备和集成电路的微型化方面，薄膜材料与薄膜技术更是显示出其独有的优势。今天，某一新材料的研究与开发，往往起始于这种新材料的薄膜合成与制备，薄膜技术已经成为新材料研制必备的、不可或缺的重要手段之一。现在，薄膜技术和薄膜材料已经渗透到现代科技和国民经济的各个重要领域，如航空航天、医药、能源、交通、通信和信息等。同样，在高新技术产业，薄膜技术和薄膜材料也占有重要的一席之地。如今，薄膜材料正在向综合型、智能型、复合型、环境友好型、节能长寿型以及纳米化方向发展，它必将为整个材料的发展起到推动和促进作用。

薄膜材料归属于材料范畴。因此，如同对一般材料研究一样，我们对薄膜材料的研究也从薄膜材料的合成与制备、组分与结构、性质与性能以及它们之间的相互关系入手。当然，薄膜材料本身除具有一般材料的共性外，还具有其他一般材料所不具备的特性。研究薄膜材料的这些共性和个性就构成了本书的主要内容。

现代薄膜技术是建立在真空技术基础之上，在本书第一章，我们首先对真空技术的一些基本知识进行介绍。在第二、三章重点讨论了薄膜的化学和物理制备方法和手段。在第四章阐述了薄膜形成过程和基本原理。本书第五章则给出薄膜材料表征的方法及其原理。在本书

的最后一章，重点介绍了一些新型薄膜材料。

本书第一章由王欣编写，第二、三、四、五章由郑伟涛编写，第六章由郑伟涛、李晓天、王欣、田宏伟、郑冰共同编写。全书的校对及作图由郑冰完成。

特别感谢于陝升、安涛、乔靓在本书编写过程中所给予的帮助。

由于时间仓促，加上我们的水平有限，书中肯定有不妥或错误之处，敬请读者批评指正。

郑伟涛
2003年9月于长春

目 录

第一章 真空技术基础	1
第一节 真空的基本知识	1
一、表示真空程度的单位	1
二、真空区域的划分	1
三、固体对气体的吸附及气体的脱附	2
第二节 真空的获得	2
一、旋片式机械真空泵	3
二、复合分子泵	4
三、低温泵	5
第三节 真空的测量	5
一、电阻真空计	6
二、热偶真空计	6
三、电离真空计	7
参考文献	8
第二章 薄膜制备的化学方法	9
第一节 热氧化生长	9
第二节 化学气相沉积	10
一、一般化学气相沉积反应	10
二、化学气相沉积制备薄膜的传统方法	12
三、激光化学气相沉积	16
四、光化学气相沉积	16
五、等离子体增强化学气相沉积	20
第三节 电镀	27
第四节 化学镀	28
第五节 阳极反应沉积	29
第六节 LB 技术	30
参考文献	31
第三章 薄膜制备的物理方法	38
第一节 真空蒸发	38
一、真空蒸发沉积的物理原理	38
二、真空蒸发技术	40

第二节 溅射	54
一、溅射的基本原理	54
二、溅射镀膜的特点	57
三、溅射参数	57
四、溅射装置	58
第三节 离子束和离子助	76
一、离子镀	77
二、阴极电弧等离子体沉积	83
三、热空阴极枪蒸发	85
四、离子轰击共沉积	86
五、非平衡磁控离子助沉积	89
六、离子束沉积	89
第四节 外延生长	91
一、分子束外延 (MBE)	91
二、液相外延生长 (LPE)	95
三、热壁外延生长 (HWE)	96
四、有机金属化学气相沉积 (MOCVD)	98
参考文献	101
第四章 薄膜的形成与生长	109
第一节 形核	109
一、凝聚过程	109
二、Langmuir-Frenkel 凝聚理论	110
三、成核理论	111
四、实验结果	114
第二节 生长过程	119
一、一般描述	119
二、类液体合并	120
三、沉积参数的影响	122
第三节 薄膜的生长模式	128
第四节 远离平衡态薄膜生长	129
一、粗糙表面的结构和生长	130
二、简单模型	138
三、薄膜生长模型的实验研究	140
参考文献	141
第五章 薄膜表征	144
第一节 薄膜厚度控制及测量	144
一、沉积率和厚度监测仪	144

二、膜厚度测量·····	146
第二节 组分表征·····	148
一、卢瑟福背散射 (RBS) ·····	149
二、二次离子质谱仪 (SIMS) ·····	155
三、X 射线光电子能谱 (XPS) ·····	157
四、俄歇电子能谱·····	161
五、电镜中的显微分析·····	168
第三节 薄膜的结构表征·····	173
一、衍射参数·····	173
二、热振动与 Debye-Waller 因子 ·····	174
三、低能电子衍射 (LEED) ·····	175
四、掠入射角 X 射线衍射 (GIXS) ·····	178
五、透射电子显微镜·····	179
第四节 原子化学键合表征·····	180
一、能量损失谱 (EELS) ·····	181
二、扩展 X 射线 ·····	185
三、振动光谱: 红外吸收光谱和拉曼光谱·····	188
第五节 薄膜应力表征·····	190
参考文献·····	193
第六章 薄膜材料 ·····	194
第一节 超硬薄膜材料·····	194
一、超硬材料·····	194
二、金刚石薄膜·····	197
三、类金刚石薄膜材料·····	203
四、 CN_x 薄膜材料·····	216
第二节 智能薄膜材料·····	220
一、形状记忆合金薄膜材料·····	221
二、NiTi 形状记忆合金薄膜的制备和表征 ·····	222
三、形状记忆合金及薄膜的应用·····	224
第三节 纳米薄膜材料·····	224
一、纳米多层膜涂层·····	225
二、纳米复合硬质涂层·····	226
三、应用及展望·····	229
第四节 石墨片二维薄膜材料·····	229
一、石墨片的实验制备·····	230
二、石墨片的性质·····	231
三、展望·····	233
第五节 磁性氮化铁薄膜材料·····	235

一、氮化铁薄膜材料的相结构·····	235
二、氮化铁薄膜材料的制备与表征·····	237
第六节 巨磁阻锰氧化物薄膜材料·····	240
一、磁阻的定义·····	241
二、钙钛矿锰氧化物薄膜中的 CMR 效应及机制研究·····	241
三、锰氧化物薄膜制备工艺及表征手段·····	244
四、巨磁电阻薄膜材料的应用现状·····	245
参考文献·····	245

» 第一章

真空技术基础 »

1643年,意大利物理学家托里拆利演示了著名的大气压实验,揭示了“真空”这个物理状态的存在。此后,真空技术获得了飞速发展。真空技术是薄膜制备的基础,几乎所有薄膜材料的制备都是在真空或者在较低的气压条件下进行的。因此,本章中我们将对真空的一些基本知识及有关真空的获得、真空的测量进行简要介绍^[1,2]。

第一节 真空的基本知识

一、表示真空程度的单位

人类所接触的真空大体上可分为两种:一种是宇宙空间所存在的真空,称之为“自然真空”,另一种是人们用真空泵抽调容器中的气体所获得的真空,人们称之为“人为真空”。不论哪一种类型上的真空,只要在给定空间内,气体压强低于一个大气压的气体状态,均称之为真空,而往往把完全没有气体的空间状态称为绝对真空。一般意义上的“真空”并不是指“什么物质也不存在”。目前,即使采用最先进的真空制备手段所能达到的最低压强状态下,每立方厘米体积中仍有几百个气体分子。因此,平时我们所说的真空均指相对真空状态。在真空技术中,常用“真空度”这个习惯用语和“压强”这一物理量表示某一空间的真空程度,但是应当严格区别它们的物理意义。某空间的压强越低意味着真空度越高,反之,压强高的空间则真空度低。

“毫米汞柱(mmHg)”是人类使用最早、最广泛的压强单位,它是通过直接度量长度来获得真空的大小。尤其在使用托里拆利气压计时,把毫米用作压力测量则更为直观。但是1958年,为了纪念托里拆利,用“托(Torr)”代替了毫米汞柱。1托就是指在标准状态下,1毫米汞柱对单位面积上的压力,表示为 $1\text{Torr}=1\text{mmHg}$ 。1971年国际计量会议正式确定“帕斯卡”作为气体压强的国际单位, $1\text{Pa}=1\text{N}/\text{m}^2\approx 7.5\times 10^{-3}\text{Torr}$ 。表1-1给出了目前真空技术中常用的压强单位及其之间的换算关系。

表 1-1 几种压强单位的换算关系

项 目	帕(Pa)	托(Torr)	毫巴(mbar)	标准大气压(atm)
1Pa	1	7.5×10^{-3}	1×10^{-2}	9.87×10^{-6}
1Torr	133.3	1	1.333	1.316×10^{-3}
1mbar	100	0.75	1	9.87×10^{-4}
1atm	1.013×10^5	760	1.013×10^3	1

二、真空区域的划分

为了研究真空和实际使用方便,常常根据各压强范围内不同的物理特点,把真空划分为

以下几个区域:

粗真空: $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^2 \text{ Pa}$

低真空: $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$

高真空: $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$

超高真空: $< 1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$

真空各区域的气体分子运动性质各不相同。粗真空下, 气态空间近似为大气状态, 分子仍以热运动为主, 分子之间碰撞十分频繁; 低真空是气体分子的流动逐渐从黏滞流状态向分子状态过渡, 此时气体分子之间和分子与器壁之间的碰撞次数差不多; 当达到高真空时, 气体分子的流动已为分子流, 气体分子以与容器器壁之间的碰撞为主, 而且碰撞次数大大减少, 在高真空下蒸发的材料, 其粒子将沿直线飞行; 在超高真空时, 气体的分子数目更少, 几乎不存在分子间的碰撞, 分子与器壁的碰撞机会也更少了。

三、固体对气体的吸附及气体的脱附

在真空技术中, 常常会遇到各种各样的气体, 这些气体在固体表面的吸附和脱附现象是很常见的, 这对于高真空技术, 尤其是超高真空技术来说是一个具有重大意义的问题。例如, 为了提高管内的真空度, 需预先对零件进行除气处理, 这个过程就是固体表面的气体分子脱附的过程, 伴随着气体的脱附, 容器中将形成一定程度的真空状态。另外, 真空设备中还常利用吸附原理制作各种吸附泵来获得高真空, 有时也利用洁净表面具有吸附大量气体分子的能力来进行真空的获得等。

所谓的气体吸附就是固体表面捕获气体分子的现象, 吸附分为物理吸附和化学吸附。其中物理吸附没有选择性, 任何气体在固体表面均可发生物理吸附, 物理吸附主要靠分子间的相互吸引力来实现。物理吸附的气体容易发生脱附, 而且这种吸附只在低温下有效; 化学吸附则发生在较高的温度下, 与化学反应相似, 气体不易脱附, 但只有当气体中的原子和固体表面原子接触并形成化合键合时才能产生吸附作用。气体的脱附是气体吸附的逆过程。通常把吸附在固体表面的气体分子从固体表面被释放出来的过程叫做气体的脱附。

真空技术中, 气体在固体表面的吸附和脱附现象总是存在的, 只是外界条件不同, 产生吸附或脱附的程度不同。一般地, 影响气体在固体表面吸附和脱附的主要因素是气体的压强、固体的温度、固体表面吸附的气体密度以及固体本身的性质, 如表面光洁程度、清洁度等。当固体表面温度较高时, 气体分子容易发生脱附, 对真空室的适当烘烤有利于真空的获得就是利用这个道理。除上述影响以外, 在一些有电离现象的真空泵和真空计中, 都不同程度地存在电吸收作用和化学清除作用, 这两个因素也将加速固体对气体的吸附。其中电吸收是指气体分子经电离后形成正离子, 正离子具有比中性气体分子更强的化学活泼性, 因此常常和固体分子形成物理或化学吸附; 化学清除现象常在活泼金属(如钡、钛等)固体材料的真空蒸发时出现, 这些蒸发的固体材料将与非惰性气体分子生成化合物, 从而产生化学吸附。

第二节 真空的获得

真空的获得就是人们常说的“抽真空”, 即利用各种真空泵将被抽容器中的气体抽出, 使该空间的压强低于一个大气压。目前常用获得真空的设备主要有旋转式机械真空泵、油扩

散泵、复合分子泵、分子筛吸附泵、钛升华泵、溅射离子泵和低温泵。其中前三种真空泵属于气体传输泵，即通过将气体不断吸入并排出真空泵从而达到排气的目的；后四种真空泵属于气体捕获泵，是一种利用各种吸气材料所特有的吸气作用将被抽空间的气体吸除，以达到所需真空度。由于这些捕获泵工作时不使用油作为介质，故又称之为无油类泵。表 1-2 列出了几种常用真空泵的工作压强范围和通常所能获得的极限压强。极限压强是表示真空泵性能的重要参数之一，是指当标准容器作为负载时，使泵按规定的条件正常工作一段时间，真空度不再变化而趋于稳定时的最低压强。表中虚线部分表示该真空泵和别的装置组合起来使用时所能扩展的区域。

表 1-2 几种常用真空泵的工作压强范围

真 空 泵	工作压强/Pa							
	10^4	10^2	1	10^{-2}	10^{-4}	10^{-6}	10^{-8}	10^{-10}
旋片机械泵							
吸附泵							
扩散泵							
钛升华泵							
复合分子泵							
溅射离子泵							
低温泵							

从表中可以看出，代表真空度的压强其变化范围在十几个数量级，如果从大气开始抽气，仅使用一种真空泵是很难达到超高真空度的，即没有一种真空泵可以涵盖从大气压到 10^{-8} Pa 的工作范围。人们常常把 2~3 种真空泵组合起来构成复合排气系统以获得所需要的高真空。例如，有油真空系统中，油封机械泵（两极）+ 油扩散泵组合装置可以获得 10^{-6} ~ 10^{-8} Pa 的压强；无油系统中，采用吸附泵+溅射离子泵+钛升华泵装置可以获得 10^{-6} ~ 10^{-9} Pa 的压强；有时也将有油、无油系统混用，如采用机械泵+复合分子泵装置可以获得超高真空。其中机械泵和吸附泵都是从一个大气压力下开始抽气，因此常将这类泵称为“前级泵”，而将那些只能从较低的气压抽到更低的压力下的真空泵称为“次级泵”。本节将重点介绍机械泵、复合分子泵和低温泵的结构和工作原理。

一、旋片式机械真空泵

凡是利用机械运动（转动或滑动）以获得真空的泵，称为机械泵。它是一种可以从大气压开始工作的典型的真空泵，既可以单独使用，又可作为高真空泵或超高真空泵的前级泵。由于这种泵是用油来进行密封的，所以又属于有油类型的真空泵。这类机械泵常见的有旋片式、定片式和滑阀式（又称柱塞式）几种，其中以旋片式机械泵最为常见。

旋片式真空泵是用油来保持各运动部件之间的密封，并靠机械的办法，使该密封空间的容积周期性地增大，即抽气；缩小，即排气，从而达到连续抽气和排气的目的。图 1-1 是单级旋片泵的结构图，泵体主要由定子、转子、旋片、进气管和排气管等组成。定子两端被密封形成一个密封的泵腔。泵腔内，偏心地装有转子，实际相当于两个内切圆。沿转子的轴线开一个通槽，槽内装有两块旋片，旋片中间用弹簧相连，弹簧使转子旋转时旋片始终沿定子内壁滑动。

如图 1-1 所示, 旋片 2 把泵腔分成了 A、B 两部分, 当旋片沿图中给出的方向进行旋转时, 由于旋片 1 后的空间压强小于进气口的压强, 所以气体通过进气口, 吸进气体, 如图 1-2(a) 所示; 图 1-2(b) 表示吸气截止。此时, 泵的吸气量达到最大, 气体开始压缩; 当旋片继续运动到图 1-2(c) 所示的位置时, 气体压缩使旋片 1 后的空间压强增高, 当压强高于 1 个大气压时, 气体推开排气阀门排出气体; 继续运动, 旋片重新回到图 1-1 所示的位置, 排气结束, 并重新开始下一个吸气、排气循环。单级旋片泵的极限真空可以达到 1Pa, 而双级旋片泵的极限真空可以达到 10^{-2} Pa 数量级。

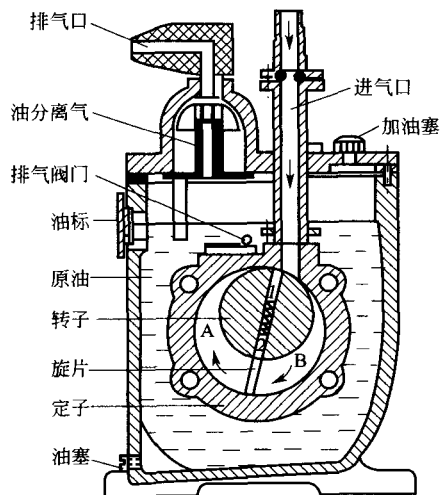


图 1-1 旋片泵结构示意图

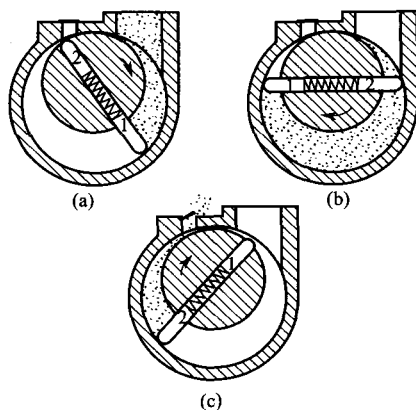


图 1-2 旋片泵工作原理图

由于泵工作时, 定子、转子全部浸在油中, 在每一吸气、排气周期中将会有少量的油进入到容器内部, 因此要求机械泵油要具有较低的饱和蒸气压及一定的润滑性、黏度和较高的稳定性。

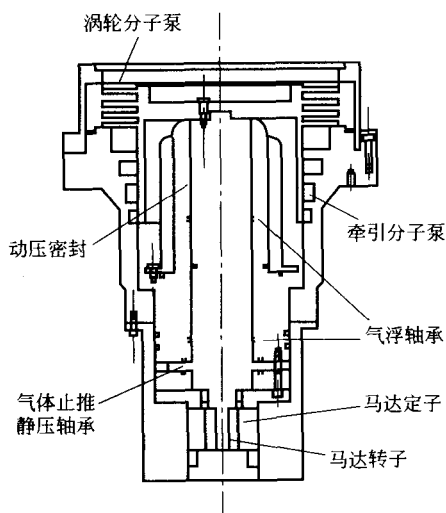


图 1-3 分子泵结构示意图

二、复合分子泵

分子泵是旋片式机械真空泵的一大发展。同机械泵一样, 分子泵也属于气体传输泵, 但它是一种无油类泵, 可以与前级泵构成组合装置, 从而获得超高真空。目前, 可把分子泵分为牵引泵(阻压泵)、涡轮分子泵和复合分子泵三大类。其中, 牵引泵在结构上更为简单, 转速较小, 但压缩比大; 涡轮式分子泵又可以分成“敞开”叶片型和重叠叶片型。前者转速高, 抽速也较大, 后者则恰好相反。复合型分子泵将涡轮分子泵抽气能力高的优点和牵引分子泵压缩比大的优点结合在一起, 利用高速旋转的转子携带气体分子而获得超高真空。图 1-3 为其结构示意图, 该泵转速可以达到 24000r/min, 复

合型分子泵的第一部分是一个只有几级敞开叶片的涡轮分子泵，第二部分是一个多槽的牵引分子泵，抽速为 460L/s，转速为零时的压缩比为 150。

三、低温泵

低温泵是利用 20K 以下的低温表面来凝聚气体分子以实现抽气的一种泵，是目前具有最高极限真空的抽气泵。它主要用于大型真空系统，如高能物理、超导材料的制备、宇航空间模拟站等要求高清洁、无污染、大抽速、高真空和超高真空等场合。低温泵又称冷凝泵、深冷泵。按其工作原理又可分为低温吸附泵、低温冷凝泵、制冷机低温泵。前两种泵直接使用低温液体（液氮、液氦等）来进行冷却，成本较高，通常仅作为辅助抽气手段；制冷机低温泵是利用制冷机产生的深低温来进行抽气的泵，其基本结构如图 1-4 所示。在制冷机的第一级冷头上，装有辐射屏和辐射挡板，温度处于 50~77K，用以冷凝、抽除水蒸气和二氧化碳等气体，同时还能屏蔽真空室的热辐射，保护第二级冷头和深冷板；深冷板装在第二级冷头上，温度为 10~20K，板正面光滑的金属表面可以去除氮、氧等气体，反面的活性炭可以吸附氢、氦、氖等气体。通过两极冷头的作用，可以达到去除各种气体的目的，从而获得超高真空状态。

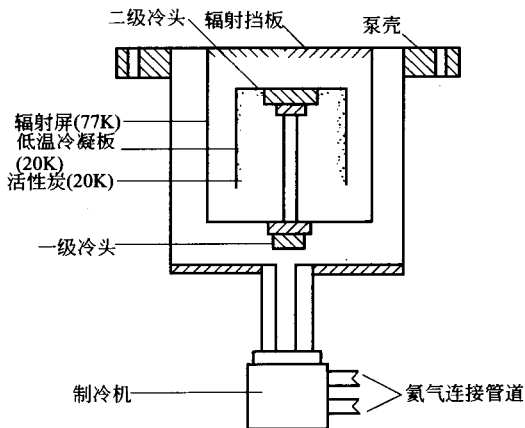


图 1-4 低温泵结构示意图

能屏蔽真空室的热辐射，保护第二级冷头和深冷板；深冷板装在第二级冷头上，温度为 10~20K，板正面光滑的金属表面可以去除氮、氧等气体，反面的活性炭可以吸附氢、氦、氖等气体。通过两极冷头的作用，可以达到去除各种气体的目的，从而获得超高真空状态。

低温泵作为捕获泵，能用来捕集各种包括有害的或易燃易爆气体，使其凝结在制冷板上，以达到抽气的目的。但是，工作一段时间后，低温泵的低温排气能力会降低，因此必须经“再生”处理，即清除低温凝结层。再生时必须注意以下几点要求：

- ① 一旦开始再生处理，就必须清除彻底。这是因为局部升温时会使屏蔽板上冷凝的大量水蒸气转移到内部的深冷吸气板上，严重损害低温泵的抽气能力。
- ② 再生时应使凝结层稳定蒸发，一定不能使系统内气体压力超过允许值，否则在除掉氢气这类易燃易爆气体时，一旦漏入空气就有爆炸的危险。
- ③ 再生时，需严防来自前级泵的碳氢化合物进入低温泵内污染吸气面，因此要求抽气时间尽可能短。

第三节 真空的测量

真空测量是指用特定的仪器和装置，对某一特定空间内真空高低程度的测定。这种仪器或装置称为真空计（仪器、规管）。真空计的种类很多，通常按测量原理可分为绝对真空计和相对真空计。凡通过测定物理参数直接获得气体压强的真空计均为绝对真空计，例如 U 形压力计、压缩式真空计等，这类真空计所测量的物理参数与气体成分无关，测量比较准确，但是在气体压强很低的情况下，直接进行测量是极其困难的；而通过测量与压强有关的物理量（所测量的物理量必须能够与真空中的压强值建立起一一对应的线性关系），并与绝

对真空计比较后得到压强值的真空计则称为相对真空计，如放电真空计、热传导真空计、电离真空计等，它的特点是测量的准确度略差，而且和气体的种类有关。在实际生产中，除真空校准外，大都使用相对真空计。本节主要对电阻真空计、热偶真空计、电离真空计的工作原理、测量范围等进行介绍。

一、电阻真空计

电阻真空计是热传导真空计的一种，它是利用测量真空中热丝的温度，从而间接获得真空度的大小。其原理是低压强下气体的热传导与压强有关，所以如何测量温度参数并建立电阻与压强的关系就是电阻真空计所要解决的问题。

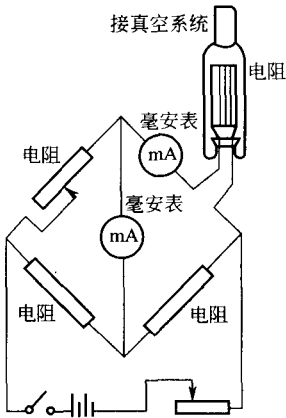


图 1-5 电阻真空计

电阻真空计的结构如图 1-5 所示。规管中的加热灯丝是电阻温度系数较大的钨丝或铂丝，热丝电阻连接惠斯通电桥，并作为电桥的一个臂。低压强下加热时，灯丝所产生的热量 Q 可以表示为：

$$Q = Q_1 + Q_2 \quad (1-1)$$

式中， Q_1 是灯丝辐射的热量，与灯丝的温度有关； Q_2 是气体分子碰撞灯丝而带走的热量，大小与气体的压强有关。当热丝温度恒定时， Q_1 是恒量，即热丝辐射的热量不变。在某一恒定的热丝电流条件下，当真空系统的压强降低，即空间中气体的分子数减少时， Q_2 将随之降低，此时灯丝所产生的热量将相对增加，则灯丝的温度上升，灯丝的电阻将增大，真空室的压强和灯丝电阻之间的存在这样的关系 $p \downarrow \rightarrow R \uparrow$ ，所以可以利用测量灯丝的电阻值来间接地确定压强。

电阻真空计测量真空的范围是 $10^5 \sim 10^{-2}$ Pa。由于是相对真空计，所测压强对气体的种类依赖性较大，其校准曲线都是针对干燥的氮气或空气的，所以如果被测气体成分变化较大，则应对测量结果做一定的修正。另外，电阻真空计长时间使用后，热丝会因氧化而发生零点漂移，因此在使用时要避免长时间接触大气或在高压强下工作，而且往往需要调节电流来校准零点位置。

电阻真空计测量真空的范围是 $10^5 \sim 10^{-2}$ Pa。由于是相对真空计，所测压强对气体的种类依赖性较大，其校准曲线都是针对干燥的氮气或空气的，所以如果被测气体成分变化较大，则应对测量结果做一定的修正。另外，电阻真空计长时间使用后，热丝会因氧化而发生零点漂移，因此在使用时要避免长时间接触大气或在高压强下工作，而且往往需要调节电流来校准零点位置。

二、热偶真空计

图 1-6 为热偶真空计的结构示意图。热偶真空计的规管主要由加热灯丝 C 与 D（铂丝）和用来测量热丝温度的热电偶 A 与 B（铂铑或康铜-镍铬）组成。热电偶热端接热丝，冷端接仪器中的毫伏计，从毫伏计中可以测出热偶电动势。测量时，热偶规管接入被测真空系统，热丝通以恒定的电流，同电阻真空计不同的是，此时灯丝所产生的热量 Q 有一部分将在灯丝与热偶丝之间传导散去。当气体的压强降低时，热电偶接点处温度将随热丝温度的升高而增大，同样，热电偶冷端的温差电动势也将增大，即气体压强和热电偶的电动势之间存在这样的关系： $p \downarrow \rightarrow \varepsilon \uparrow$ 。

热偶真空计对不同的气体的测量结果是不同的，这是由于各种气

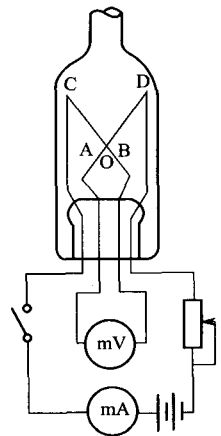


图 1-6 热偶真空计

体分子的热传导性能不同，因此在测量不同的气体时，需进行一定的修正。表 1-3 给出了一些气体或蒸气的修正系数。

表 1-3 常见气体和蒸气的修正系数

气体或蒸气	修正系数	气体或蒸气	修正系数
空气、氮	1	氟	2.30
氢	0.6	一氧化碳	0.97
氦	1.12	二氧化碳	0.94
氖	1.31	甲烷	0.61
氩	1.56	己烯	0.86

热偶真空计的测量范围大致是 $10^2 \sim 10^{-1} \text{Pa}$ ，测量压强不允许过低，这是由于当压强更低时，气体分子热传导逸去的热量很少，而以热丝、热偶丝的热传导和热辐射所引起的热损失为主，则热电偶电动势的变化将不是由于压强的变化所引起的。

热偶真空计具有热惯性，压强变化时，热丝温度的改变常滞后一段时间，所以数据的读取也应随之滞后一些时间；另外，和电阻真空计一样，热偶计的加热灯丝也是钨丝或铂丝，长时间使用，热丝会因氧化而发生零点漂移，所以使用时，应经常调整加热电流，并重新校正加热电流值。

三、电离真空计

电离真空计是目前广泛使用的真空测量计，它是利用气体分子电离原理进行真空度测量的。根据气体电离源的不同，又分为热阴极电离真空计和冷阴极电离真空计，前者又分为普通型热阴极电离计、超高真空热阴极电离计和低真空热阴极电离计。图 1-7 给出了普通电离计规管的结构，它主要有三个电极：发射电子的灯丝作为发射极 A，螺旋型加速并收集电子的栅极（又称加速极）B 和圆筒形离子收集极 C 三部分组成，其中发射极接零电位，加速极接正电位（几百伏），收集极接负电位（几十伏），B 和 C 之间存在拒斥场。电离计的工作原理是热阴极 A 发射电子，经过加速极加速，大部分电子飞向收集极，在 B—C 之间的拒斥场作用下，电子运动速度降低，当速度减到零时，电子又重新飞向 B 极。电子在 B—C 空间的反复运动，将与气体分子不断发生碰撞，使气体分子获得能量而不断产生电离，电子最终被加速极收集，而电离产生的正离子则被收集极接收并形成离子流 I^+ ，对于某一规管，当各电极电位一定时， I^+ 与发射电子流 I_e 、气体的压强有如下的线性关系

$$I^+ = k I_e p \quad (1-2)$$

式中， k 为比例常数，其意义是单位电子电流和单位压强下所得到的离子电流值，单位为 $1/\text{Pa}$ ，可以通过实验确定。对于不同气体， k 的大小不同，其存在的范围在 4~40 之间。当发射电流一定时，离子流只与气体的压强成正比，因此可以根据离子流的大小来确定真空中气体压强值。

普通型热阴极真空计的测量范围是 $1.33 \times 10^{-1} \sim 1.33 \times 10^{-5} \text{Pa}$ ，无论高于还是低于此测量极限均会使离子流 I^+ 和气体的压强之间失去线性关系。当压强较高时，电子与分子多

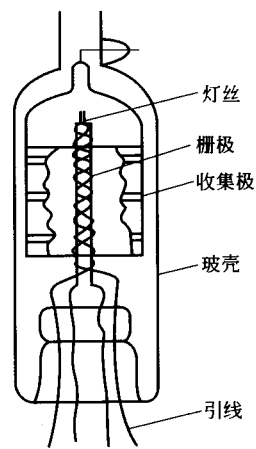


图 1-7 电离真空计