

张永宏 主编

Materials Science

高等学校规划教材·材料科学与工程

现代薄膜材料与技术

XIANDAI BAOMO
CAILIAO YU JISHU

西北工业大学出版社

高等学校规划教材·材料科学与工程

XIANDAI BAOMO CAILIAO YU JISHU

现代薄膜材料与技术

主 编 张永宏

副主编 王玉梅 于 琦

主 审 贺志荣

西北工业大学出版社

【内容简介】 本书由薄膜制备技术、薄膜检测技术和典型薄膜材料及其应用 3 部分构成,系统介绍了现代薄膜技术中涉及的真空的获得和测量方法、薄膜制备技术中重要的物理和化学方法、薄膜材料常用的结构分析和性能测试方法,全面阐述了典型薄膜材料的制备、结构、性能和应用。此外,本书还结合笔者的研究工作,设置了磁控溅射镀膜技术和非晶碳膜的结构和性能表征方法两个专题内容。

本书可作为普通高等工科院校的材料及相关专业的薄膜材料与技术课程的教学用书,也可供从事薄膜材料生产和开发的工程技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

现代薄膜材料与技术/张永宏主编. —西安:西北工业大学出版社,2016.8

ISBN 978-7-5612-5003-7

I. ①现… II. ①张… III. ①薄膜—工程材料 IV. ①TB383

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 199040 号

出版发行:西北工业大学出版社

通信地址:西安市友谊西路 127 号 邮编:710072

电 话:(029)88493844 88491757

网 址:<http://www.nwpup.com>

印 刷 者:兴平市博文印务有限公司

开 本:787 mm×1 092 mm 1/16

印 张:14.75

字 数:359 千字

版 次:2016 年 8 月第 1 版 2016 年 8 月第 1 次印刷

定 价:30.00 元

前 言

近几十年来,材料科学与工程领域的发展日新月异,各种新材料及其相关技术层出不穷,而与新材料和各种表面技术密切相关的薄膜材料与技术在其中一直扮演着极为重要的角色。随着产业和技术的发展,作为材料学、物理学、化学、表面工程学等多学科交叉而发展起来的薄膜材料与技术也愈来愈受到人们的重视。这主要是因为:大量结构器件的失效和破坏经常与物体表面的磨损、腐蚀等物理化学过程有关(如刀具和模具的磨损失效,化工容器、管道的腐蚀失效等);至于大多数电、磁、光学器件的功能特性,也往往是建立在充分利用物质表面或近表面的某些物理效应的基础之上的。此外,由于薄膜材料的微观结构经常不同于其体材料的微观结构,从而使其拥有常规体材料所不具备的一些特性(如出色的力学性能、优异的磁性和耐腐蚀性、良好的光电性能等)。因此,薄膜材料与技术业已成为高新技术领域不可或缺的重要倚重。近几十年来,在蓬勃发展的微电子和信息产业领域,薄膜材料与技术无疑担当着微电子器件和大规模集成电路的主角。今天,一种新材料的研究与开发,常常起始于这种材料的薄膜的制备和表征,因而熟悉并掌握某种薄膜材料的制备和检测技术,往往就成为新材料研制的关键所在。目前,薄膜材料与技术已经渗透到科学技术和社会经济的各个领域,并成为近年来材料科学与工程学科重要的发展方向之一。

本书共6章,从内容上可分为薄膜制备技术、薄膜表征方法和薄膜材料及其应用3部分。第1章介绍了在现代薄膜技术中涉及的真空技术,包括真空技术中的基本概念、真空的获得和真空的测量方法。第2章介绍了制备薄膜材料常用的物理方法,包括蒸发镀膜、溅射镀膜、离子镀膜、分子束外延镀膜等薄膜的物理气相沉积技术。第3章介绍了制备薄膜材料常用的化学方法,包括薄膜的化学气相沉积技术以及薄膜制备的化学和电化学转化技术。第4章介绍了薄膜材料常用的结构分析和性能检测方法。第5章和第6章则详细介绍了5种有代表性的薄膜材料的制备、结构、性能和应用。其中,前2种薄膜材料为功能薄膜,包括光电薄膜和磁性薄膜;后3种薄膜材料为硬质和超硬薄膜,包括金刚石膜、非晶碳膜和氮化碳膜。此外,本书还结合笔者的研究工作,设置了两个专题内容,分别是磁控溅射镀膜技术和非晶碳膜的结构和性能表征方法,旨在以实例加深读者对薄膜材料的制备技术和表征方法的理解。

在编排体例上,本书对各章节的篇幅进行了精心调整,全书的6章内容可进一步划分为相对独立的18讲,36学时,便于教师按模块组织教学内容。其中,“薄膜制备的真空技术基础”1讲,“薄膜的物理气相沉积”5讲(含专题1讲),“薄膜制备的化学方法”2讲,“薄膜材料的表征与评价”4讲(含专题1讲),“功能薄膜材料及其应用”2讲,“超硬薄膜材料及其应用”4讲,授课教师可根据教学需要选择相关内容进行讲授。同时,本书各章均编写了复习思考题,便于教师在教学中选用。此外,笔者还制作了1套与本书内容配套的多媒体课件,需要者可来函索取(邮箱地址:zhangyhor@163.com)。

本书是以笔者使用多年的教学讲义和科研实践为基础,参阅国内外的有关文献编写而成的专业课教材,既可作为普通高等工科院校的材料科学与工程、金属材料工程、无机非金属材料工程、材料物理、材料化学和相关专业的本科生及研究生的教学用书,也可供材料、冶金、应用物理等专业的师生以及在薄膜材料与表面工程领域工作的工程技术人员参考。

本书的第2,第4,第6章由张永宏编写,第1,第3章由王玉梅编写,第5章由于琦编写。全书由张永宏统稿,由贺志荣担任主审。此外,王玉梅编辑了书中的全部公式,于琦承担了全书的文字校对工作。

本书的编写参考了国内外在薄膜材料与技术领域已出版的大量文献(主要文献在各章之后列出),谨向这些文献的作者表达诚挚的谢意。本书的编写得到了笔者许多同事和朋友的热情帮助,西北工业大学出版社胡莉巾编辑对本书的出版付出了大量辛勤的劳动,在此一并表示衷心的感谢。此外,本书的出版也得到了陕西理工大学教材建设费的资助,在此诚致谢意。

由于水平所限,书中一定存在着不少疏漏和谬误之处,恳请读者批评指正。

编者

2016年3月于陕西理工大学

目 录

第 1 章 薄膜制备的真空技术基础	1
1.1 真空的基本知识	1
1.2 真空的获得	3
1.3 真空的测量	9
复习思考题	13
参考文献	13
第 2 章 薄膜的物理气相沉积	14
2.1 真空蒸发镀膜	14
2.2 溅射镀膜	26
2.3 其他物理气相沉积技术	50
2.4 分子束外延镀膜技术	59
专题 1 磁控溅射镀膜技术	63
复习思考题	76
参考文献	77
第 3 章 薄膜制备的化学方法	80
3.1 薄膜的化学和电化学转化	80
3.2 薄膜的化学气相沉积	94
复习思考题	107
参考文献	107
第 4 章 薄膜材料的表征与评价	109
4.1 薄膜厚度的测量与监控	109
4.2 表面成分和组织结构分析	115
4.3 物理和化学性能测试	130
4.4 力学性能测试	132
专题 2 非晶碳膜的结构和性能表征方法	145
复习思考题	156
参考文献	157

第 5 章 功能薄膜材料及其应用	160
5.1 光电薄膜	160
5.2 磁性薄膜	169
复习思考题.....	180
参考文献.....	180
第 6 章 超硬薄膜材料及其应用	181
6.1 金刚石膜	181
6.2 非晶碳膜	195
6.3 氮化碳(CN _x)薄膜	215
复习思考题.....	225
参考文献.....	225

第 1 章 薄膜制备的真空技术基础

物理学家托里拆利 1643 年在意大利佛罗伦萨所演示的著名的大气压实验,第一次为人类揭示了“真空”这一物理状态的存在。在此后的几个世纪里,真空技术获得了飞速发展,被广泛应用于军事和民用领域。真空技术是薄膜制备的基础,现代工业中应用的绝大多数薄膜材料都是在真空或较低的气压条件下制备的。因此,需要对真空的基本知识以及获得真空和测量真空的基本方法进行简要介绍。

1.1 真空的基本知识

1.1.1 真空度的单位

人类所接触的真空大体上可分为两种:一种是宇宙空间存在的真空,称之为“自然真空”;另一种是人们用真空泵抽掉容器中的气体所获得的真空,称之为“人为真空”。需要指出的是,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技术,在其所能达到的最低压强下,每立方厘米的空间中仍会有几百个气体分子。因此,我们平常所说的真空均指相对真空状态,也就是说只要在给定空间内,气体压强低于一个大气压(本书中的大气压指标准大气压),均称为真空。有时,也把完全没有气体的空间状态称为绝对真空。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,但是应当注意区别它们的物理意义:某一空间的压强越低意味着真空度越高;反之,压强越高的空间则真空度越低。

“毫米汞柱(mmHg)”是人类使用最早的压强单位,它通过直接度量水银柱的长度来确定真空度的大小,尤其是在使用托里拆利气压计时,用毫米汞柱作为压强的单位相当便捷和直观。1958年,为了纪念托里拆利,用“托(Torr)”这一术语代替了毫米汞柱。1托是指在标准状态下,1毫米汞柱在单位面积上的压力,即 $1 \text{ Torr} = 1 \text{ mmHg}$ 。到了1971年,国际计量会议正式确定用“帕斯卡(Pa)”作为气体压强的国际单位, $1 \text{ Pa} = 1 \text{ N/m}^2 \approx 7.5 \times 10^{-3} \text{ Torr}$ 。表 1.1 给出了目前在真空技术中常用的气体压强单位以及它们之间的换算关系。

表 1.1 几种压强单位的换算关系

单位	帕/Pa	托/Torr	毫巴/mbar	标准大气压/atm
1 Pa	1	7.5×10^{-3}	1×10^{-2}	9.87×10^{-6}
1 Torr	133.322	1	1.333	1.316×10^{-3}
1 mbar	100	0.75	1	9.87×10^{-4}
1 atm	1.013×10^5	760	1.013×10^3	1

1.1.2 真空区域的划分

为了研究真空和实际使用方便,人们常常根据在各种压强范围内的真空状态所具有的不同物理特点,把真空划分为以下几个区域:

- (1)粗真空: $1 \times 10^5 \sim 1 \times 10^2$ Pa;
- (2)低真空: $1 \times 10^2 \sim 1 \times 10^{-1}$ Pa;
- (3)高真空: $1 \times 10^{-1} \sim 1 \times 10^{-6}$ Pa;
- (4)超高真空: $< 1 \times 10^{-6}$ Pa。

在不同的真空区域,气体分子的运动性质各不相同:在粗真空下,气态空间近似为大气状态,分子以热运动为主,分子之间的碰撞十分频繁;在低真空下,气体分子的流动逐渐从黏滞流状态向分子流状态过渡,此时气体分子间的碰撞次数与分子跟器壁间的碰撞次数接近;当达到高真空时,气体分子的流动已呈现分子流状态,以气体分子与容器壁之间的碰撞为主,而且碰撞次数大大减少。因此,在高真空状态下,蒸发物质的气态粒子在容器内几乎是沿着直线飞行的;当达到超高真空时,单位体积中的气体分子数目更少,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。

1.1.3 固体对气体的吸附和气体的脱附

在真空技术中,常常会涉及各种气体在固体表面的吸附和脱附问题,对于高真空技术,尤其是超高真空技术而言,这是一个具有重要意义的问题。例如,为了提高真空室的真空度,需要预先对零件进行除气处理,这个过程实质上就是吸附在固体表面的气体分子的脱附过程。伴随着气体的脱附,在容器中就会形成一定程度的真空状态。此外,有时也利用洁净表面具有吸附大量气体分子的能力来获得真空。例如,在真空技术中,常利用固体表面对气体分子的吸附作用来制作各种吸附泵,以获得高真空。

固体对气体的吸附是固体表面捕获气体分子的现象,根据吸附机理可分为物理吸附和化学吸附两种类型。通常把吸附在固体表面的气体分子从固体表面释放出来的过程叫做气体的脱附。气体脱附是气体吸附的逆过程。物理吸附没有选择性,主要依靠分子间的相互吸引力产生,任何气体在固体表面均可发生物理吸附。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。与之形成对照的是,化学吸附一般发生在较高温度下,与化学反应相似,而且气体吸附后不易脱附。但是,化学吸附只有当气体分子与固体表面原子发生反应生成化合物时才会产生。

在真空技术中,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。一般而言,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、固体表面的温度、固体表面吸附气体的密度以及固体本身的性质(如固体表面的光洁度和清洁度等)。当固体表面温度较高时,气体分子容易发生脱附,对真空室进行适当烘烤有利于获得真空就利用了这个道理。除上述影响因素以外,在一些有电离现象的真空泵和真空计中,都不同程度地存在着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,电吸收作用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性,因此常常与固体分子形成物理或化学吸附;化学清除作用常会在活泼金属(如钡、钛等)的真空蒸发过程中发生,这些蒸发成气相的固体材料易于与非惰性气体分子生成化合物,从而

产生化学吸附。

1.2 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，常用来获得真空的设备有旋片式机械真空泵、罗茨泵、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等。其中，前四种泵属于气体传输泵(传输式真空泵)，即通过将气体不断地吸入并排出真空泵而达到抽真空的目的；后四种真空泵属于气体捕获泵(捕获式真空泵)，即利用各种吸气材料所特有的吸气作用将容器中的气体吸除，以达到所需的真空度。由于气体捕获泵工作时不使用油作为工作介质，故又称为无油类真空泵。

传输式真空泵又可细分为机械式气体传输泵和气流式气体传输泵。旋片式机械泵、罗茨泵和涡轮分子泵是机械式气体传输泵的典型例子，而油扩散泵则属于气流式气体传输泵。捕获式真空泵主要包括低温吸附泵和溅射离子泵等。

通常不同的镀膜工艺对真空镀膜室的真空度有不同的要求，在真空技术中一般使用本底真空度(也称本征真空度)来表达这种要求。所谓本底真空度就是指利用真空泵使真空镀膜室达到能满足某种镀膜工艺所要求的真空度。而这一真空度能否达到，从根本上说主要取决于所使用的真空泵的抽真空能力，即极限压强(或极限真空度)。极限压强是表示真空泵性能的重要参数之一，它指的是使用标准容器作为负载时，真空泵按规定条件正常工作一段时间后，真空度不再变化而趋于稳定时的最低压强。表 1.2 列出了几种常用真空泵的工作压强范围和所能获得的极限压强，表中被阴影覆盖的部分表示的是每种真空泵与别的装置组合起来使用时所能达到的压强范围。

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	
旋片式机械泵	■	■	■	■	■				
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 1.2 中可以看出，代表真空度的压强范围达十几个数量级，如果从大气压开始抽气，仅使用一种真空泵是很难达到超高真空度的。实际上，没有一种真空泵可以涵盖从大气压到 10⁻⁸ Pa 的压强范围。

人们通常把 2~3 种真空泵组合起来构成复合真空系统以获得所需要的高真空度。例如：在有油真空系统中，采用“油封机械泵(两级)+油扩散泵”组合，可获得 10⁻⁶~10⁻⁸ Pa 的压强；在无油真空系统中，采用“吸附泵+溅射离子泵+钛升华泵”组合，可获得 10⁻⁶~10⁻⁹ Pa 的压强；有时也将有油系统与无油系统混用使用，如采用“机械泵+复合分子泵”组合，亦可获

得超高真空。其中,机械泵和吸附泵都可以从一个大气压下开始抽气,因此通常将这类泵称为“前级泵”,相应地将那些只能从较低的气压抽到更低的气压的真空泵称为“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。

1.2.1 旋片式机械泵

凡是利用机械运动(转动或滑动)来获得真空的泵,统称为机械真空泵。这是一类可以从大气压开始工作的真空泵,既可以单独使用,又可以作为高真空泵或超高真空泵的前级泵使用。由于这种泵工作时是用油进行密封的,所以又属于有油类真空泵。这类机械真空泵常见的有旋片式、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。

旋片式机械泵利用油来保持各运动部件之间的密封,并通过机械的方法,使该密封空间的容积周期性地增大(抽气)和缩小(排气),从而达到连续吸气和排气的目的。图 1.1 所示是单级旋片式机械泵的结构示意图,其泵体主要由定子、转子、旋片、进气管和排气管等组成。定子两端被密封,形成一个密闭的泵腔。泵腔内部装有偏心的转子,定子与转子的几何关系相当于两个内切圆。沿转子的直径方向开一个通槽,槽内装有两块旋片,在两块旋片之间装有弹簧,当转子旋转时,弹簧能使旋片始终沿着定子的内壁滑动,这样旋片就把泵腔分成了 A、B 两个部分。

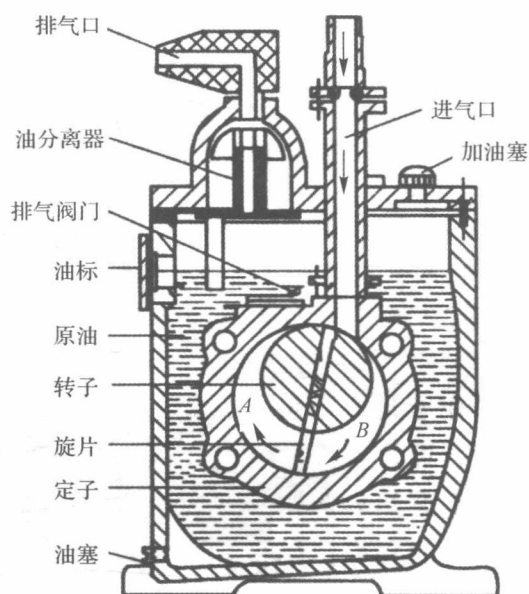


图 1.1 旋片式机械泵的结构示意图

旋片式机械泵的工作原理如图 1.2 所示。当转子带动旋片沿图 1.2 中给出的方向旋转时,由于旋片 1 后面空间的压强小于进气口的压强,此时泵体就会通过进气口吸入气体,如图 1.2(a)所示;图 1.2(b)所示为吸气过程停止,泵的吸气量达到最大,气体开始压缩;当旋片继续运动到 1.2(c)所示位置时,泵腔左侧的气体由于受到压缩而使旋片 2 前面空间的压强增高,当压强高于 1 个大气压时,气体就会推开排气阀门,此时泵体通过排气口排出气体;然后转

子继续旋转,旋片重新回到图 1.1 所示的位置,排气过程结束,旋片泵重新开始下一个吸气、排气循环。单级旋片泵的极限真空度可以达到 1 Pa,而双级旋片泵的极限真空度可以达到 10^{-2} Pa。

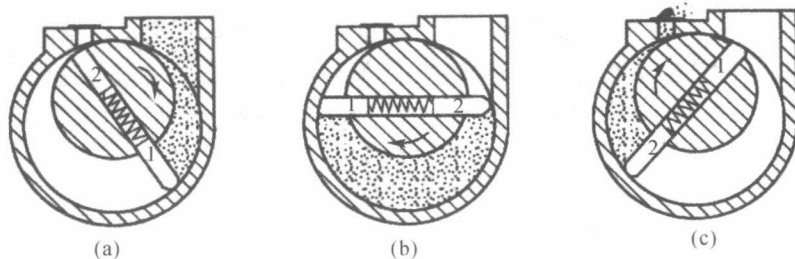


图 1.2 旋片式机械泵的工作原理图

旋片式机械泵在工作时,定子和转子全部浸在油中,在每一个吸气、排气循环中,会有少量的油进入真空容器内部,因此要求机械泵油具有较低的饱和蒸气压,同时还具有一定的润滑性、黏度和较高的稳定性。

1.2.2 罗茨(Roots)泵

机械式气体传输泵的另一种常见形式就是罗茨泵,其结构如图 1.3 所示。工作时,罗茨泵腔体内的两个哑铃形转子以相反的方向旋转。由于这两个转子之间的配合精度很高,因而在转子与转子、转子与泵体之间的间隙不需要用油作密封介质。由于转子旋转过程中扫过的空间很大,同时转子的转速又很高,因而这种泵的抽速很大(如 10^3 L/s),而且极限真空度也较高(可达 10^{-2} Pa 左右)。

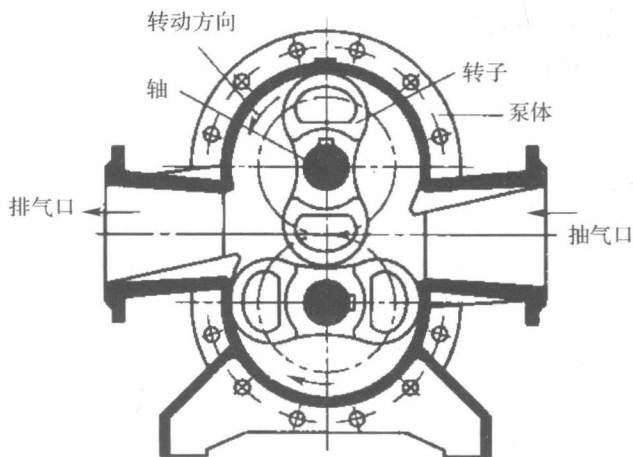


图 1.3 罗茨泵的结构示意图

当真空容器的气压低于 10^{-1} Pa 时,气体的回流会使罗茨泵的抽速降低;当气压较高时,大量气体的高速压缩又会引起泵体和转子的发热和膨胀,从而造成配合精度很高的泵体的损坏。因此,罗茨泵适合的压力范围是 0.1~1 000 Pa。一般情况下,罗茨泵总是与旋片式机械

真空泵串联在一起使用。

1.2.3 油扩散泵

图 1.4 所示为油扩散泵的结构及工作原理图。与机械式真空泵不同,在油扩散泵中没有转动的部件。如图 1.4(b)所示,油扩散泵的工作原理是将泵油加热至高温蒸发状态,当高压油蒸气在泵内向下逐级定向喷射时会不断撞击气体分子,并将部分动量传递给它们,使其被迫向排气口方向运动,最后在压缩作用下排出泵体,而经泵体冷却的油蒸气又会凝结起来返回泵的底部循环使用。

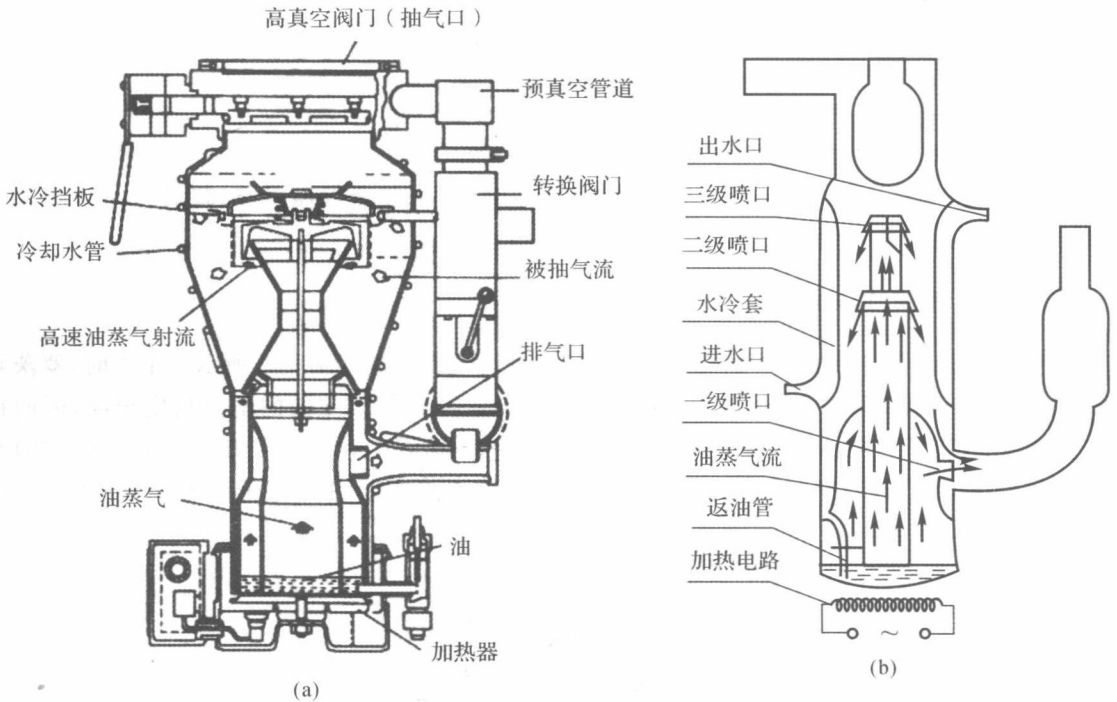


图 1.4 油扩散泵的结构及工作原理图
(a)结构图; (b)工作原理图

油扩散泵的工作原理决定了它只能被用在 $1 \sim 10^{-6}$ Pa 的压力范围内,即分子流状态的真空条件下,而不能直接与大气相连。因而,在启动油扩散泵之前需要用机械泵将系统压强预抽至 1 Pa 左右。根据口径大小不同,油扩散泵的抽速从每秒几升到每秒上万升不等。

油扩散泵的主要缺点是泵内油蒸气的回流会造成真空室的油污染。由于这个原因,在材料分析仪器和其他一些要求超高真空的系统中一般不采用油扩散泵。在对油污染要求不很高的场合,可以通过在油扩散泵与真空室之间增加冷阱的方法,使油蒸气大部分凝结在冷阱中而不扩散到真空室中去,但这样做的代价是泵的有效抽速会降低。

1.2.4 涡轮分子泵

与机械泵一样,分子泵也属于气体传输泵,但它是一种无油类泵,与前级泵构成组合装置后可获得超高真空。分子泵分为牵引分子泵(阻压泵)、涡轮分子泵和复合分子泵三大类。其

中,牵引分子泵结构最为简单,转速较小,但压缩比(即泵出口处压力与入口处压力之比)大,启动时间短。涡轮分子泵的特点是抽速大,可达 10^3 L/s,它是适应现代真空技术对于无油高真空环境的要求而出现的一种高真空泵。

像油扩散泵一样,涡轮分子泵也是通过对气体分子施加作用力,使气体分子向特定方向运动来工作的。如图 1.5 所示,涡轮分子泵的转子叶片具有特定的形状,当它以 $20\ 000 \sim 30\ 000$ r/min 的速度高速旋转时,叶片将动量传给气体分子,迫使气体沿着特定的方向运动。在涡轮分子泵中装有多级叶片,上一级叶片输送过来的气体分子又会受到下一级叶片的作用而被进一步压缩至下一级。涡轮分子泵对一般气体分子的抽除极为有效。比如,对氮气而言,其压缩比可以达到 10^9 。但是,涡轮分子泵抽除低原子序数气体的能力较差。例如,对氢气而言,其压缩比仅为 10^3 左右。

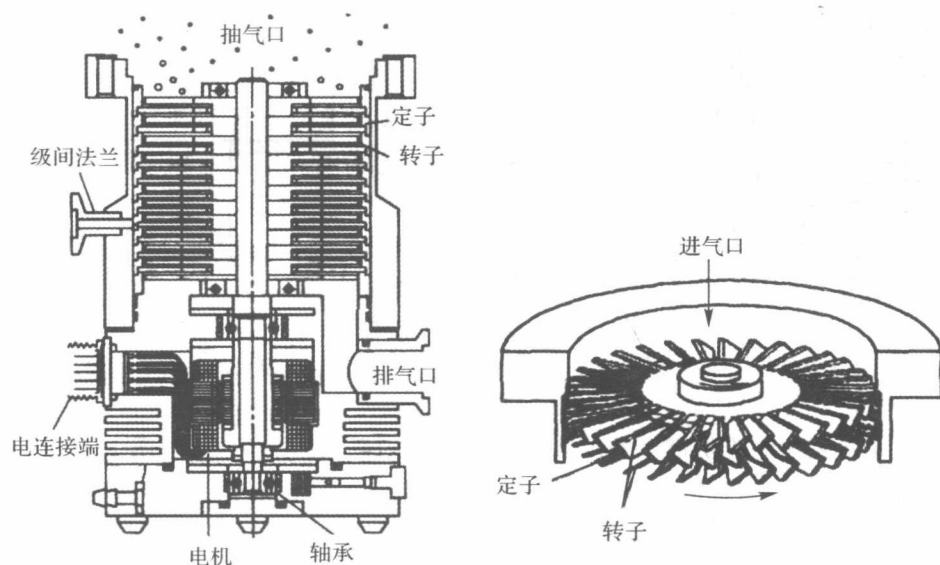


图 1.5 涡轮分子泵的结构示意图

由于涡轮分子泵对气体的压缩比很高,因而其油蒸气的回流完全可以忽略。涡轮分子泵的极限真空度可达 10^{-8} Pa 量级,抽速可达 10^3 L/s,而其适合的压力范围为 $1 \sim 10^{-8}$ Pa,在工作时经常使用旋片式机械泵作为其前级泵。由于涡轮分子泵的价格较高,因而它多使用在需要严格限制油蒸气污染的高真空系统中。

1.2.5 复合分子泵

复合分子泵将涡轮分子泵抽气能力强与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 1.6 所示为复合分子泵的结构示意图,该泵的转速可达 $24\ 000$ r/min,泵体的上部是一个只有几级敞开叶片的涡轮分子泵,泵体的下部则是一个多槽的牵引分子泵,抽速为 460 L/s,转速为零时的压缩比为 150 。

1.2.6 低温泵

低温泵是利用温度在 20 K 以下的低温表面来凝结气体分子以获得高真空和超高真空的

真空泵,是目前具有最高极限真空度的真空泵,主要用于高能物理、超导材料制备、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的场合。低温泵按其工作原理又分为低温吸附泵、低温冷凝泵和制冷机低温泵。前两种真空泵是使用低温液体(液氮、液氦等)来进行冷却的,成本较高,通常仅作为辅助抽气手段。

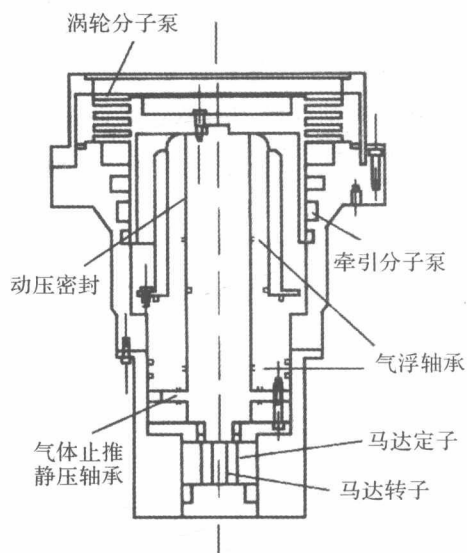


图 1.6 复合分子泵的结构示意图

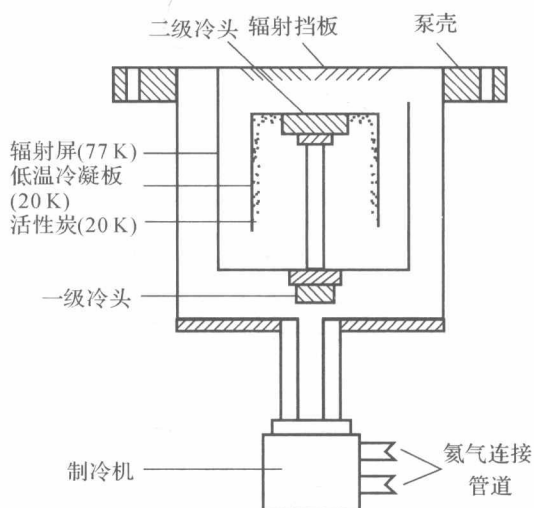


图 1.7 低温泵的结构示意图

制冷机低温泵是利用制冷机产生的深低温进行抽气的泵,其基本结构如图 1.7 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 50~77 K,用于冷凝抽除水蒸气和二氧化碳等气体,同时还能屏蔽来自真空室的热辐射,以保护第二级冷头和深冷板(低温冷凝板)。深冷板装在第二级冷头上,温度为 10~20 K,深冷板正面的光滑金属表面可去除氮、氧等气体,置于深冷板反面的活性炭可吸附氢、氦、氖等气体。通过两级冷头的作用,可以达到去除各种气体的目的,从而获得超高真空。

低温泵属于捕获式真空泵的一种,能用来捕集各种气体(包括有害气体或易燃易爆气体),使其凝结在制冷板上,以实现较高的真空度。但是,低温泵工作一段时间后,其吸气能力会降低,因此必须进行“再生”处理,即通过升温清除低温凝结层。

1.2.7 溅射离子泵及钛升华泵

溅射离子泵的结构如图 1.8 所示。它的工作原理:高压 Ti 阴极发射出的高能电子与残余气体分子碰撞后引起气体电离,电离后的气体分子经阴、阳两极间的高压电场加速后高速撞击 Ti 阴极,即可以溅射出大量的 Ti 原子。由于 Ti 原子的活性很高,因而它将以吸附或化学反应的形式大量捕获气体分子并使其在泵体内沉积下来,从而可在真空室内获得无油的高真空环境。

溅射离子泵的抽速对于不同的气体是不一样的。对于活性较大的气体,溅射离子泵具有较大的抽速。比如,溅射离子泵对 H_2 的抽速是对 O_2 、水蒸气和 N_2 抽速的数倍,而它对于后

面几种气体的抽速又远远大于对 Ar 的抽速。从吸附气体分子的角度来看,溅射离子泵与低温吸附泵有相似之处。其与低温吸附泵不同的是,溅射离子泵所抽除的气体分子不会在高温下重新被释放出来。同时,Ti 电阴极的不断溅射使得离子泵的寿命有一定限度。为了延长 Ti 阴极的使用寿命,溅射离子泵多与其他真空泵串联起来用于高真空系统中,其极限真空度可达 10^{-8} Pa 左右。

除了溅射法以外,利用 Ti 的热蒸发过程也可以产生大量活性 Ti 原子,同样能达到去除残余气体分子的目的,这正是钛升华泵的工作原理。

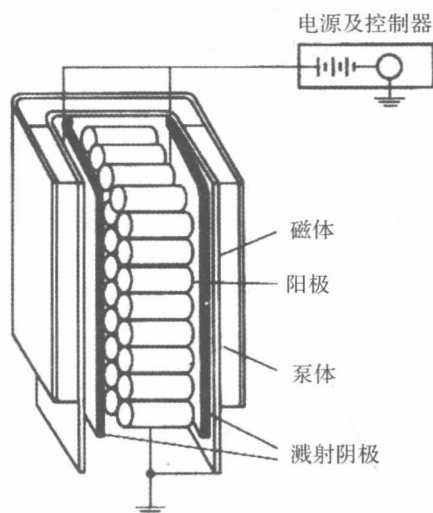


图 1.8 溅射离子泵的结构示意图

1.3 真空的测量

真空测量是指利用特定的仪器和装置,对某一特定空间内的真空度进行测量。这种仪器或装置称为真空计(或真空仪、真空规管等)。真空计的种类很多,按照测量原理可分为绝对真空计和相对真空计两类。凡是通过测量物理参数直接获得气体压强值的真空计均为绝对真空计(如 U 型压力计等),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,直接测量压强是极其困难的,而通过测量与压强有关的物理量,并与绝对真空计进行比较而得到压强值的真空计称为相对真空计(如热传导真空计等)。这类真空计的缺点是测量值的准确度略低,而且与气体成分有关。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、电离真空计等常见真空计的工作原理和测量范围等进行介绍。

1.3.1 电阻真空计

电阻真空计是一种热传导真空计。此类真空计一般通过测量置于真空室中的灯丝的温度间接地获得真空度的大小,其基本依据是在低气压下气体的热传导与其压强有关,因此如何测量灯丝温度并建立其与气体压强的函数关系,就是此类真空计要解决的主要问题。

电阻真空计的结构如图 1.9 所示,它由一个电阻规管和一个惠斯顿电桥组成。电阻规管中的加热灯丝通常用电阻温度系数较大的钨丝或铂丝制作,灯丝连接着惠斯顿电桥,并作为电桥的一个臂。在低气压下通电加热时,灯丝上的产热和散热关系可以表示为

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

式中, Q 是通电加热时灯丝所产生的热量,与灯丝中通过的电流有关; Q_1 是灯丝辐射出去的热量,与灯丝的温度有关; Q_2 是气体分子因碰撞灯丝而带走的热量,与气体的压强有关。假如灯丝在某一恒定的电流下工作(Q 恒定),当真空室的气体压强降低时, Q_2 将随之降低,此时,灯丝上积累的热量就会增加,导致灯丝温度升高,从而使灯丝的电阻增大。也就是说,在气体压强 p 与灯丝电阻 R 之间存在着这样的关系: p 降低则 R 增大,反之亦然。因此,可以通过测量灯丝的电阻值来间接地确定真空室的压强。

电阻真空计能够测量的真空范围是 $10^5 \sim 10^{-2}$ Pa,所测压强值对气体种类的依赖性较大。由于其校准曲线通常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,就应该对测量结果进行修正。另外,电阻真空计经长时间使用后,灯丝会因氧化而发生零点漂移,因此使用时要避免灯丝长时间接触大气或在高气体压强下工作,而且需要经常调节工作电流来校准电阻真空计的零点位置。

1.3.2 热偶真空计

热偶真空计也是一种热传导真空计,与电阻真空计的不同之处在于,它利用热电偶直接测量加热灯丝的温度,再通过气体压强与灯丝温度之间的函数关系确定真空度。

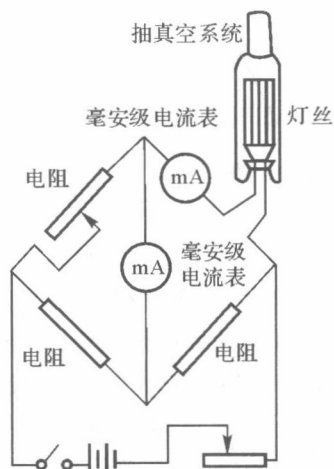


图 1.9 电阻真空计

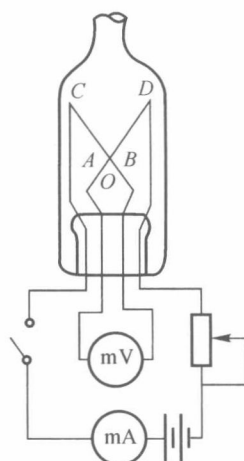


图 1.10 热偶真空计

热偶真空计的结构如图 1.10 所示,它同样由一个规管和相应的电路组成。加热灯丝 CD , 变阻器, 直流电源和毫安表等构成热偶真空计的工作回路, 为灯丝提供稳定的工作电流。由 A, B 两种材料制作的热电偶和毫伏计构成测量回路, 热电偶的热端与灯丝在 O 点相连, 以测量灯丝的温度。灯丝通电后会发热, 这些热量可以通过周围的气体分子以及热电偶的热传导带走, 也可以通过灯丝本身的热辐射散失。与电阻真空计的测量原理相似, 在某一恒定的电流条件下, 灯丝的发热量保持恒定。当真空室的气压降低时, 由气体分子碰撞灯丝而带走的热