

文章编号:1672-2477(2006)03-0042-04

PET 基纳米 ZnO 膜的 溅射沉积及 AFM 表征

李良飞¹, 侯大寅¹, 魏取福²

(1. 安徽工程科技学院 安徽省纺织面料重点实验室, 安徽 芜湖 241000;
2. 江南大学 生态纺织教育部重点实验室, 江苏 无锡 214122)

摘要:在纺织材料表面进行 ZnO 镀层处理,能赋予聚合物纤维表面以特殊的光电功能.利用磁控溅射法在 PET 非织造布表面制备出颗粒均匀、细致、稳定的纳米 ZnO 薄膜.利用原子力显微镜 (AFM) 对不同参数下制备的 ZnO 薄膜表面形貌进行表征,分析了不同溅射加工条件对 ZnO 薄膜表面形态的影响.

关键词:纳米 ZnO;磁控溅射;原子力显微镜

中图分类号: TN16 **文献标识码:** A

纳米 ZnO 是一种面向 21 世纪的新型高功能精细无机产品.纳米 ZnO 由于颗粒是纳米级,粒径小、比表面积大,其表面电子结构和晶体结构发生变化,因而具备普通 ZnO 颗粒所不具有的表面效应、小尺寸效应和量子效应,具有独特的物理和化学性能、光催化性能及散射能力.纳米 ZnO 不仅能够屏蔽波长在 200 ~ 400 nm 的紫外线,而且还具有广谱抗菌、防臭功效^[1,2].在化妆品、涂料、光电子、图象记录材料、生物、纺织材料等领域有广泛地应用前景^[3].

纳米 ZnO 作为表面功能整理剂用于纺织材料上,主要采用以下几种方法:一种是在纺纱过程中加入,但这种方法对纺纱过程带来困难和化学污染;第二种是涂层法,借助黏合剂将氧化锌颗粒涂于织物表面;最后一种方法是整理法,在织物加工过程中将其附在纺织材料表面.后两种方法涂层颗粒不均匀,持久性差,而且影响织物的手感^[4].

磁控溅射法是利用磁场强大的能量轰击溅射靶材,在材料表面沉积纳米薄膜,制备的纳米薄膜具有均匀、稳定,没有化学污染且不改变材料本身性能等优点^[5].磁控溅射方法用于金属和无机材料表面成膜已有一定的研究,但是在纺织高分子材料上溅射成膜的研究尚不多见.本文利用磁控溅射技术在 PET 非织造布表面沉积纳米 ZnO 膜,探索一种新的纺织材料表面功能化改进的方法.

1 磁控溅射原理

磁控溅射是一种在精确控制之下快速沉积纳米膜的技术.图 1 为磁控溅射原理图.通过辉光放电使保护气体氩气与电子发生碰撞电离出 Ar⁺ 和新的电子 e, Ar⁺ 在电场的作用下以高能量轰击靶材,使靶材发生溅射并沉积在基材表面.

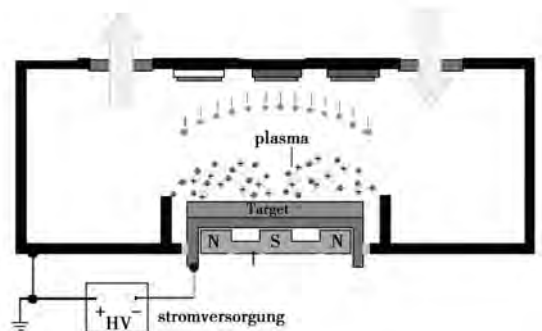


图 1 磁控溅射原理图

2 实验部分

2.1 实验材料与仪器

本实验基材选用江西国桥纺织有限公司生产的 PET 纺粘法非织造布 (60 g/cm²),溅射靶材选用纯度为 99.99% ZnO 陶瓷压片 (φ50 mm × 4 mm).利用沈阳聚智科技有限公司生产的 JZCK-420B 高真空多功能磁控溅射仪,配置直流和射频电源.本实验采用射频电流,频率为 13.56 MHz,功率范围 6 ~ 300 W.

收稿日期:2006-03-28

基金项目:教育部科学技术研究重点资助项目(106089)

作者简介:李良飞(1980—),男,安徽亳州人,硕士研究生.

2.2 PET 表面纳米 ZnO 膜的构建

实验前 PET 非织造布先经过丙酮溶液浸泡,用 KQ - 50B 型超声波清洗器清洗,并用蒸馏水反复清洗以除去 PET 非织造布表面灰尘和油渍等各种污染物,然后放入烘箱进行烘烤,烘箱温度控制在 60 左右,烘烤 5 min 后放入干燥皿中待用。

实验采用磁控溅射射频电流源,Ar 气为保护气体,气体流量为 20 sccm. 先开机械泵和分子泵抽真空室本底压强至 5.0×10^{-4} Pa,靶材与基材的距离为 60 mm. 实验前利用 Ar 离子对靶材进行 5 min 预溅,以清洗靶材表面的杂质。

2.3 纳米 ZnO 膜的 AFM 表征

原子力显微镜(AFM)具有扫描范围广、分辨率高等优点.扫描范围水平分辨率 0.1 nm,垂直分辨率 0.01 nm,并且可以对样品进行三维成像,而且在室温条件下就可以进行扫描^[6]。

使用 CSPM4000 扫描探针显微镜(内含原子力显微镜)对溅射前后 PET 纤维表面形貌进行成像分析.探针扫描模式为接触模式,扫描最大范围是 $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$,扫描频率为 1.0 Hz. 通过后处理软件对 ZnO 膜表面形貌和颗粒粒径大小进行分析。

3 纳米 ZnO 膜的沉积工艺探讨

磁控溅射沉积的纳米 ZnO 薄膜表面形态主要受溅射时间、溅射压强、溅射功率的影响。

3.1 溅射时间

在溅射压强为 2.0 Pa 和溅射功率 180 W 的前提下,调整溅射时间分别为 30 min、45 min、100 min 来制备纳米 ZnO 薄膜.图 2a、b 分别是溅射前 PET 纤维表面的 AFM 二维和三维图像.扫描范围是 $3 \mu\text{m} \times 3 \mu\text{m}$. 从图中看到溅射前 PET 纤维表面相对比较平滑,表面凸起的颗粒状大概是纤维本身残留的杂质。

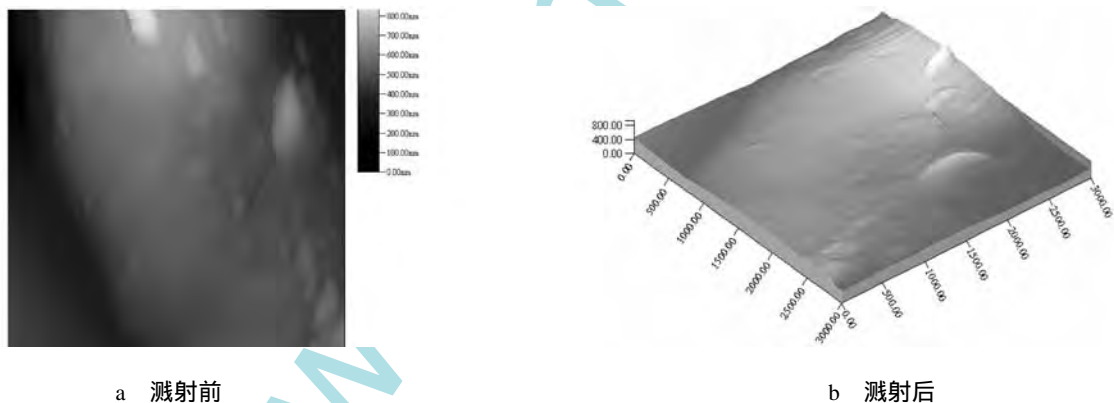


图 2 溅射前 PET 表面形貌

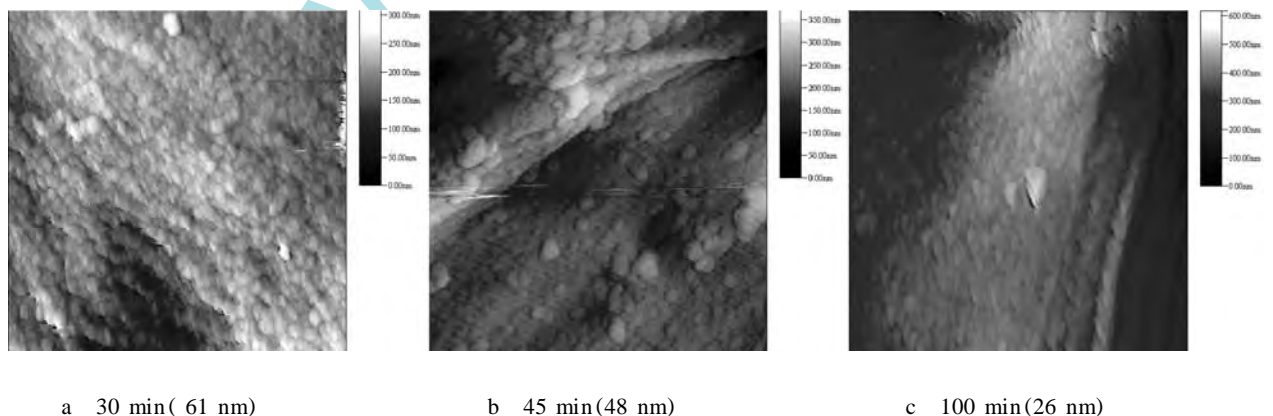


图 3 不同溅射时间后 PET 表面 AFM 形貌

图 3a、b、c 分别是不同溅射时间后 PET 表面形貌,经过磁控溅射 30 min 之后的 AFM 成像表面形貌显示 PET 纤维表面已经沉积了由颗粒相对均匀的粒子组成的纳米 ZnO 薄膜,但是纳米 ZnO 颗粒还未能

4 结 论

利用磁控溅射在 PET 表面制备的纳米 ZnO 薄膜,随着沉积时间的延长,薄膜的厚度逐渐增加,非织造布表面 ZnO 纳米结构薄膜的致密性、均匀性越来越好,并呈连续覆盖纤维表面的状态,在压强为 2.0 Pa,功率为 180 W 时,溅射时间为 100 min 时制备的 ZnO 晶粒分布最均匀;工作气体压力主要影响 ZnO 晶粒形状和结晶态,在功率为 180 W,溅射时间为 60 min 时,压强在 2.0 Pa 左右,ZnO 晶粒形状和结晶态比较好;而溅射功率的大小影响 ZnO 晶粒的生长,较高的溅射功率加速了晶粒生长,在压强为 2.0 Pa,溅射功率在 100 W 时,ZnO 颗粒粒径最小。

参考文献:

- [1] Ohshima K, Tsuto K, Okuyama K, et al. Preparation of ZnO-TiO₂ composite fine particles using the ultrasonic spray pyrolysis method and the characteristics on ultraviolet cut off[J]. *Aerosol Science and Technology*, 1993, 19(4): 468-477.
- [2] 李彦峰,汪斌华,黄婉霞,等. 纳米无机抗菌材料抗菌性能研究[J]. *化工新型材料*, 2002, 30(6): 44-46.
- [3] 韩冬,任湘菱,陈东,等. 纳米 ZnO 的制备及其光催化性能研究[J]. *感光科学与光化学*, 2005, 23(6): 414.
- [4] 王世敏,徐祖勋,傅晶. 纳米材料制备技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.
- [5] 杨文茂,刘艳文,徐禄祥,等. 溅射沉积技术的发展及其现状[J]. *真空科学与技术学报*, 2005, 25(3): 204-205.
- [6] Wei Qufu, Wang Xueqian, Gao Weidong. AFM and ESEM Characterisation of Functionally Nanostructured Fibres[J]. *Applied Surface Science*, 2004, 236: 456-460.

Sputtering ZnO nano films on PET substrate and the surface characterization by AFM

LI Liang-fei¹, HOU Da-yin¹, WEI Qu-fu²

(1. Anhui Provincial Key Laboratory of Textile Fabric, Anhui University of Technology and Science, Wuhu 241000, China;
2. Key Laboratory of Science & Technology of Eco-Textile Ministry of Education, Southern Yangtze University, Wuxi 214122, China)

Abstract: The polymer fibers have photoelectricity particularly by plating ZnO films on the surface of textile materials. Nano-ZnO thin films were prepared by magnetron sputtering on the Polyethylene Terephthalate (PET) nonwoven fabric substrates. The nano-ZnO grains were uniform and stably prepared by magnetron sputtering. The surface topography of the ZnO thin film was observed by the Atom Force Microscopy (AFM) under the different technical parameters, analyzing the influence of the surface shape of ZnO which was prepared under different sputter parameters. The paper searches for a new method of the surface functional finishing of the textile materials.

Key words: nano-ZnO; magnetron sputtering; Atom Force Microscope