

文章编号:0253-9721(2006)11-0044-04

沉积铝纳米结构薄膜非织造布的制备和导电性

邓炳耀^{1,2}, 晏雄¹, 魏取福²

(1. 东华大学, 上海 201620; 2. 江南大学 生态纺织教育部重点实验室, 江苏 无锡 214122)

摘要 采用磁控溅射技术在涤纶纺粘非织造布表面制备了铝纳米结构薄膜。运用扫描电镜和原子力显微镜对溅镀后的非织造布表面形貌进行了分析, 并对其导电特性进行了测试。结果表明: 经过溅镀的非织造布仍保持良好的纤维网络结构和孔隙特征; 随着沉积时间的延长, 非织造布表面铝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, 导电性能逐渐提高; 当镀层厚度达到 100 nm 时, 非织造布电阻为 4~6 Ω /cm, 导电性达到最好。

关键词 磁控溅射; 铝; 纳米结构; 原子力显微镜; 导电性; 纺粘非织造布

中图分类号: TS174.8 **文献标识码**: A

Preparation and conductivity of the non wovens deposited with nanostructured aluminum thin films

DENG Bing-yao^{1,2}, YAN Xiong¹, WEI Qu-fu²

(1. Donghua University, Shanghai 201620, China; 2. The Key Laboratory of Science & Technology of Eco-Textile, Ministry of Education, Southern Yangtze University, Wuxi, Jiangsu 214122, China)

Abstract Nanostructured aluminum thin films were sputtered onto the spunbonded polyester nonwoven substrate by magnetron sputtering technology. The morphology of the coated fabric was examined by scanning electron microscopy (SEM) and atomic force microscopy (AFM). Its electroconductive property was measured and analyzed. The study revealed that the fibrous structure of the nonwoven substrate kept intact after the sputter coating. It was also found that the increase in the coating time resulted in more compacted and uniform, and higher conductivity of the substrate. The electric resistance reached the lowest (4~6 Ω /cm) as the thickness of the coated layer increased to 100 nm.

Key words magnetron sputtering; aluminum; nanoparticle; AFM; electroconductive property; spunbonded nonwoven

非织造布由于具有丰富的表面积、独特的网络结构和均匀的孔隙等优异性能, 在许多领域有着广阔的应用前景, 但由于非织造布材料的表面惰性, 又限制了其性能和应用。为了改善非织造布的表面性能, 开发具有导电功能的非织造布, 表面加工技术逐渐受到重视。制备具有导电功能的非织造布, 理论上可采用电镀、化学镀、化学涂层、真空蒸镀、真空溅射、真空离子镀等方法将金属或金属氧化物以粉末或原子、分子、离子状态, 直接或间接地沉积于非

织造布材料表面从而使其具有导电功能。电镀适用于各种金属导体材料, 但一般不适用于普通纺织品, 只适用于少数纤维(如陶瓷纤维、金属纤维)制作的纺织品; 化学镀生产过程中会产生含重金属离子的废水, 必将受到环境保护的制约^[1,2]; 真空蒸镀、离子镀不宜加工高熔点和成分复杂的材料, 因许多聚合物纺织材料不耐高温, 不适合采用真空蒸镀、离子镀; 磁控溅射既可以实现低温加工, 还可以实现复杂化学成分组合和多层功能结构, 并且镀层与基材之

收稿日期: 2006-02-08 修回日期: 2006-05-15

基金项目: 教育部科学技术研究重点项目(106089)

作者简介: 邓炳耀(1963-), 男, 副教授, 博士生。主要研究领域为功能性纺织材料等。

间结合强度高,是比较理想的加工方法^[3-5]。本文采用低温直流磁控溅射表面沉积技术直接在涤纶纺粘非织造布表面沉积金属铝纳米结构薄膜。金属铝导电性优良,资源丰富,用其在非织造布材料表面构建金属铝纳米结构,可赋予非织造布材料特殊的金属光泽及导电、电磁屏蔽等功能,并使其具有柔软、耐弯曲、可折叠、重量轻等特点,可用于研究开发纤维太阳能电池、纤维传感器和纺织电磁波屏蔽材料等^[3,5]。

1 实验部分

1.1 材料

涤纶纺粘非织造布,面密度为 60 g/m^2 。将非织造布放在丙酮溶液中净洗 30 min ,以去除织物表面的有机溶剂、灰尘等杂质,然后放入 $40 \sim 45$ 的烘箱中烘干,取出后裁剪成 $2.3 \text{ cm} \times 7.3 \text{ cm}$ 的试样待用。

1.2 仪器

JZCK-420B 型高真空多功能磁控溅射设备(沈阳聚智科技有限公司)配有射频和直流电源,射频源频率 13.56 MHz ,最大功率 300 W ;CSPM4000 型原子力显微镜(广州本原科技有限公司)的水平分辨率为 0.1 nm ,垂直分辨率为 0.01 nm ;FIM-V 型膜厚监控仪(上海泰尧真空科技有限公司)的膜厚控制精度高,监测厚度显示范围为 $0 \sim 9.9 \times 10^4 \text{ nm}$,速度显示范围为 $0 \sim 9.9 \times 10^2 \text{ nm/s}$;JSM-5610LV 型扫描电镜(日本JEOL 电子株式会社);DT9203 型数字万用表(深圳弘大电子有限公司)。

1.3 方法

采用低温直流磁控溅射技术,基材选用面密度为 60 g/m^2 的涤纶纺粘非织造布,靶材选用纯度为 99.99% 的高纯金属 Al 靶(直径 50 mm)。靶与基材间距为 60 mm 。为控制沉积时基材的温度,采用水循环冷却装置,以避免因高温而引起的基材变形和纳米铝颗粒的扩散运动。为避免杂质颗粒落到基材表面,采用由下向上的溅射方式,即基材在上,靶材在下的结构。为保证纳米铝薄膜的纯度,先将反应室抽至本底真空 $5 \times 10^{-4} \text{ Pa}$,然后冲入高纯 Ar 气(99.99%)作为溅射气体。为使溅射出的铝粒子能均匀分布在基材上,样品架以 100 r/min 的恒定转速旋转。溅射厚度由膜厚仪监测控制。溅射时,保持

气体流量 20 mL/min 、溅射功率 $12 \sim 14 \text{ W}$ 、溅射压强 0.7 Pa 不变,通过改变溅射时间($25, 53, 91 \text{ min}$)制备一系列具有不同厚度($25, 50, 100 \text{ nm}$)的样品。

2 结果与讨论

2.1 扫描电镜分析

图 1 为用扫描电镜(SEM)观察到的溅镀前后非织造布的表面形貌照片。

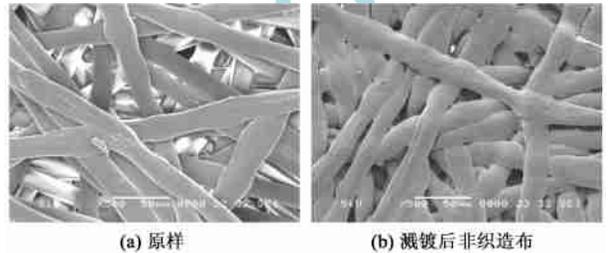


图 1 溅镀前后非织造布的表面 SEM 形貌照片($\times 500$)

从图 1 可看出,非织造布原样表面为纤细、光滑、致密的纤维网络结构,经溅镀的非织造布除了与原样有类似的纤维网络结构和孔隙特征外,纤维表面不如原样光滑。这说明纤维表面均匀地覆盖了金属铝,但不能观察出铝纳米颗粒的形貌。利用原子力显微镜可以观察纤维表面的纳米结构特征。

2.2 原子力显微镜分析

图 2 为非织造布原样及不同镀层厚度的非织造布表面 AFM 形貌图。由图 2(a) 可看出,未经溅射处理的非织造布的纤维表面光滑,表现为涤纶纤维的表面特征。由图 2(b) 可看出,当镀层为 20 nm 厚铝纳米结构薄膜时,非织造布的纤维表面覆盖有极小的纳米铝颗粒,颗粒的平均直径为 15.8 nm ,颗粒分布比较均匀,并出现了一些团聚现象。由图 2(c) 可看出,当镀层为 50 nm 厚铝纳米结构薄膜时,纳米铝颗粒大小和颗粒分布比较均匀,颗粒的平均直径为 35.5 nm ,直径镀层 20 nm 厚的直径增加了 19.7 nm ,这是由于随着溅射时间的延长,纳米颗粒的生长和积聚造成。由图 2(d) 可看出,镀层为 100 nm 厚铝纳米结构薄膜时,纳米铝颗粒大小相差较大,颗粒形状呈圆形或椭圆形,有较大的纳米铝颗粒形成,颗粒的平均直径为 55.8 nm ,直径比镀层 50 nm 厚的直径增加了 20.3 nm ,颗粒间隙减小,致密性增加,在非织造布表面分布均匀,这是由于随着溅射时间的进一步加强,纳米颗粒的生长更为充分,积聚得到进一步的加强。从表面纳米粗糙度(纳米颗粒峰谷所组成的

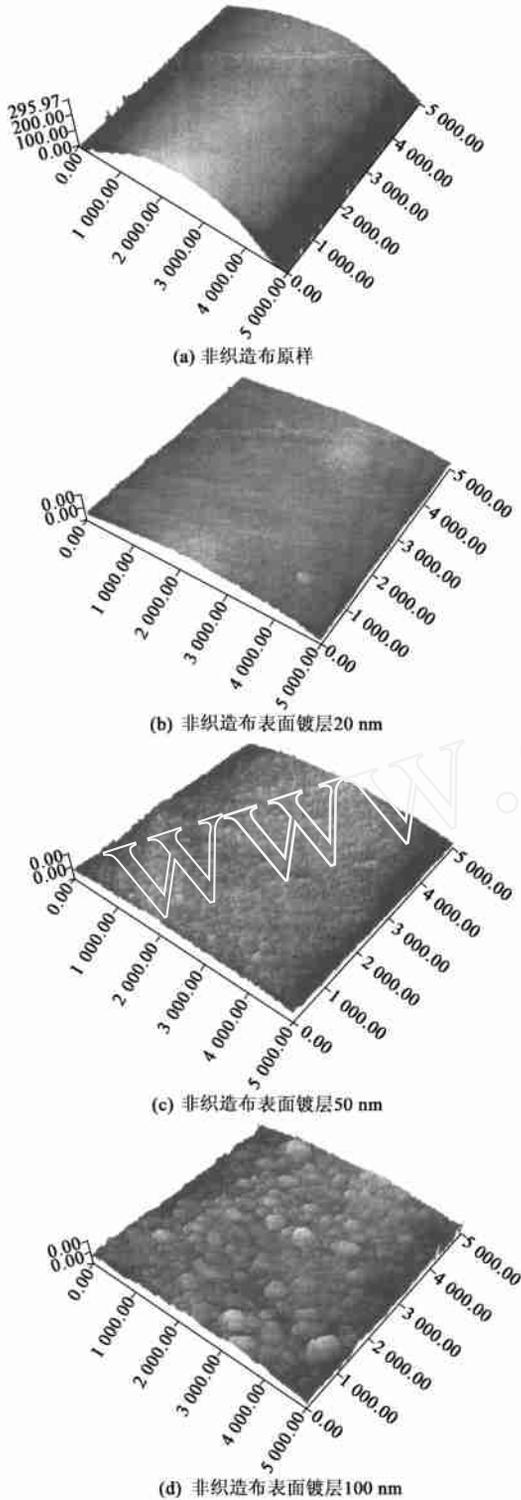


图 2 非织造布原样及溅镀后的非织造布表面 AFM 形貌图(5 000 nm ×5 000 nm)

微观几何形状特性)的分析可以看出纤维表面纳米粗糙度随镀层厚度的增加而增加。

经 AFM 观测表明:采用低温直流磁控溅射技术在涤纶纺粘非织造布表面构建的铝纳米结构薄膜是由极其微小的纳米颗粒组成,颗粒的大小有较好的

均匀性,呈连续状覆盖在纤维表面;同时,在其它制备参数保持不变的条件下,沉积时间显著影响铝纳米颗粒的生长,随着时间的延长,颗粒的粒径越来越大,薄膜的致密性、均匀性越来越好。这主要是随着溅射时间的延长,从靶中溅射出的铝原子数目增多,沉积到非织造布表面的铝原子/团簇密度流随之增加,促进了非织造布表面铝纳米颗粒的生长和分布。

2.3 导电性测试与分析

室温条件下,将刻度尺按在被测样品表面,然后用 DT-9203 型数字万用表的 2 个触点测试 1 cm 间的电阻值,测 50 次,求电阻值范围。不同溅镀厚度非织造布的电阻值见表 1。

表 1 不同溅镀厚度非织造布的电阻值

厚度/nm	电阻/($\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$)
20	85 ~ 133
50	12 ~ 18
100	4 ~ 6

由表 1 可以看出:溅射镀层为 20 nm 的铝纳米结构涤纶纺粘非织造布的电阻值较大且分布范围较宽,导电性较差;随着溅射时间的逐渐延长,镀层薄膜的厚度逐渐增加,电阻值逐渐变小且分布范围逐渐变窄,导电性能逐渐提高;当镀层厚度达到 100 nm 时,导电性最好,并且相对稳定。这主要是在磁控溅射的真空腔中 Ar 电子束的作用下,冲击 Al 靶原子溅射,产生辉光放电,溅射出的 Al 原子在非织造布表面沉积形成铝纳米结构薄膜,随着溅射时间的延长,Al 靶原子溅射加剧,非织造布表面薄膜的电荷总量增加,铝纳米颗粒越来越致密,铝纳米结构的连续性增加,因而导电性提高。这与图 2 的分析结果吻合。

3 结 论

1) 采用本底真空度为 5×10^{-4} Pa, 溅射功率为 12 ~ 14 W, 压强为 7×10^{-1} Pa 的低温直流磁控溅射表面沉积技术直接在涤纶纺粘非织造布 (60 g/m^2) 表面构建了金属铝纳米结构薄膜,赋予非织造布导电功能。导电性测试结果表明:随着溅射时间的延长,导电性能逐渐提高;当镀层厚度达到 100 nm 时,非织造布电阻为 $4 \sim 6 \text{ } \Omega/\text{cm}$,导电性达到最好。

2) 通过 SEM 分析表明经过溅射处理的非织造布仍保持纤维网络结构和孔隙特征。

3)通过 AFM 分析表明,在其它制备参数保持不变的条件下,随着沉积时间的延长,镀层薄膜的厚度逐渐增加,非织造布表面铝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。

FZXB

参考文献:

- [1] 杨栋梁. 织物的金属化处理及其产品应用前景(一) [J]. 印染,2001,(9):31 - 35.
[2] 杨栋梁. 织物的金属化处理及其产品应用前景(二)

[J]. 印染,2001,(10):43 - 47.

- [3] Wei Q F, Wang X Q, Gao W D. AFM and ESEM characterisation of functionally nanostructured fibres [J]. Applied Surface Science, 2004,236:456 - 460.
[4] Scholz J, Nocke G, Hollstein F, et al. Investigations on fabrics coated with precious metals using the magnetron sputter technique with regard to their anti-microbial properties[J]. Surface & Coatings Technology, 2005, 192: 252 - 256.
[5] 汝强,胡社军,胡显奇,等. 电磁屏蔽理论及屏蔽材料的制备[J]. 包装工程,2004,25(15):21 - 23.

(上接第 35 页)

3)在160 左右对 PTT 纤维织物进行热定型加工,能最大限度地维持并优化 PTT 纤维的高回弹性能。

FZXB

参考文献:

- [1] 陈克权,马嘉萍,杨菲. PTT 长丝瞬时拉伸回弹性能研究[J]. 合成纤维工业,2003,26(1):7 - 10.
[2] 方雪娟. PTT 纤维结构、性能与应用[J]. 上海毛麻科技,2005,(1):36 - 38.
[3] 高绪珊,吴大诚. 纤维应用物理学[M]. 北京:中国纺

织出版社,2001.143.

- [4] 王兴良,辛长征,黄象安. PTT 纤维结构与性能的研究现状[J]. 产业用纺织品,2002,(9):1 - 4.
[5] Dandurand S P, Perez S, Revol J F, et al. The crystal structure of poly(tetramethylene terephthalate) by x-ray and electron diffraction[J]. Polymer,1979,20(4):419 - 426.
[6] Jakeways R, Ward I M, Wilding M A, et al. Crystal deformation in aromatic polyesters [J]. Journal of Polymer Science,1975,13:799 - 813.
[7] 徐冉丹. 新型聚酯 PTT 纤维的结构和性能[J]. 国外丝绸,2002,(6):25 - 27.