

## Depositing Nanoscale Conductive Layer on Non-Woven Substrate for Developing Electronic Textiles

XIAO Jurxia, WEI Qufu

(Key Laboratory of Ecotextiles, Ministry of Education, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu, 214122, China)

**Abstract :** The aim of this work is to develop a new technique to develop electronic textiles, that is, depositing conductive layer on the surface of non-woven fabrics at room temperature by DC magnetron sputtering process. This new technique got ride of such shortcomings of traditional electronic textiles as complicated processing and water pollution. The electricity properties and surface structures of the electronic functional layer on the non-woven substrate were analyzed. The relations between the micro-structure of the electronic functional layers (Al, Cu and Ag) the electricity properties were also discussed. The structures and surface conductivity of the sputter coated substrates were examined by atomic force microscopy and conductivity measurements. This technique of developing flexible circuit board will open up new possibility for the development of smart textile products. Smart textiles have great potential for a wide range of applications.

**Key words :** Non-woven fabric ; electronic textiles ; magnetron sputtering ; functionalization ; surface  
**EEACC :** 0530 ; 0520

## 沉积纳米尺度金属膜制备电子纺织材料

肖居霞, 魏取福

(江南大学 生态纺织教育部重点实验室, 江苏 无锡 214122)

**摘要 :** 针对现有电子纺织材料存在的刚性大、织造性差或是加工工艺复杂,易产生污染等问题,研究和开发基于聚合物纤维,具有工业应用前景,以低温磁控溅射表面沉积技术为工艺的新型电子纺织材料的加工方法,分析探索在聚合物纤维表面构建的功能性镀层的微观结构和电学性能,在纳米尺度上研究了具有良好导电性能的金属(铝、铜、银)镀层的微观结构与性能的关系,为电子纺织材料的开发和应用提供科学依据.柔性透气的新型电子纺织材料的开发和应用会拓展纺织材料在电子产品、通信产品、医疗用品和娱乐文化等许多领域的应用,推动基于纺织材料的计算技术、通信技术以及传感技术集成和应用.

**关键词 :** 非织造布 ; 电子纺织品 ; 磁控溅射 ; 功能化 ; 表面

**中图分类号 :** TN305.8

**文献标识码 :** A

**文章编号 :** 1005-9490(2007)06-1988-03

纺织材料具有丰富的表面积、独特的网路结构和丰富的孔隙等结构特点和柔软、透气和可折叠等优异性能,已广泛用于制造服装、装饰和清洁用品等.随着科学技术和纺织工业的发展,纺织新产品的开发使得纺织材料在农业、工业、国防、文化和体育等领域的应用范围在不断扩大,不仅取代一些其它技术生产的现有产品的市场,同时也大大拓展了新的应用领域<sup>[1]</sup>.

纺织材料的广泛应用使纺织品已经成为我们生活和所处环境在内的重要组成部分,纺织材料大的表面积、纱线的交织网络结构、固有的强力及柔韧性还提供了一个优良的平台,使得我们可以将计算、传感和通信等功能嵌入其中并形成一耐用、可靠的电子纺织品整体<sup>[2]</sup>.电子纺织品的开发已经成为纺织材料功能研究领域的一个新的热点,电子装置与纺织材料的集成已经应用于可穿戴型计算装置<sup>[3]</sup>、可穿戴型显示

收稿日期:2007-08-30

作者简介:肖居霞(1974),硕士学历,在读博士,研究方向为电子纺织品的开发与设计,2441345@163.com.

装置<sup>[4]</sup>、可穿型医疗检测<sup>[5]</sup>、无线通信系统在纺织材料中的集成<sup>[6]</sup>和纤维织物柔性装置等<sup>[7]</sup>。电子纺织品无疑是今后纺织品发展的一个重要方向,并且将日益在人们日常生产和生活中发挥重要作用。

在电子纺织品的集成技术中,现在主要是利用在织物中嵌入具有电子功能的金属、合金或半导体材料制备的丝线来实现电子材料的功能<sup>[9]</sup>,这些材料具有良好的电学性能,但是他们的可织造性能差,易断裂,作为可穿型电子纺织品的服用性能差,针对这些缺陷,人们又将研究的重点转移到对纺织纤维材料本身的利用,对纺织纤维材料的表面进行功能化改性来实现纺织纤维材料的电学性能。化学镀层<sup>[10]</sup>和表面接枝聚合<sup>[11]</sup>等技术工艺常被采用来在聚合物纤维表面沉积电功能化镀层,在这些化学技术加工中,纤维材料都会被浸入到溶液体系中,表面沉积电功能化镀层是在反应液中进行,会产生加工工艺水污染,而且不利于工业化连续生产,而且化学镀层和表面接枝聚合难以实现复杂成分材料沉积。为了解决湿法加工的水污染等问题,真空蒸镀<sup>[12]</sup>的干法加工技术也受到了重视,真空蒸发镀层是在一真空腔内,镀层材料被加热至汽化升华,用于在聚合物纤维表面沉积具有电子功能化的镀层,但是真空蒸镀不宜加工高熔点和复杂成分的材料,而且许多聚合物纤维不耐高温,不适宜高温真空蒸镀加工。

针对这些不足,本课题采用了磁控溅射法在低温条件下,应用聚合物纤维为基材,在其表面沉积了具有导电功能的纳米结构镀层<sup>[13]</sup>,实现了聚合物纤维的表面功能化,利用磁控溅射技术可以在低温条件下在聚合物纤维表面沉积电子功能结构界面,实现聚合物纤维表面的电子功能化。磁控溅射技术可以在低温条件下沉积表面沉积金属、合金、氧化物、半导体或陶瓷化合物等功能镀层,而且镀层与聚合物纤维表面的结合强度高。

## 1 实验

### 1.1 材料

基材:可以采用常规的聚酯、聚丙烯和聚酰胺聚合物纤维,它们的加工性能好、成本低,而且服用性能优良,本文采用的是聚丙烯纤维无纺布基材。

靶材:选择具有良好导电性能的金属(铝、铜、银)作为镀层材料。

### 1.2 在无纺布上沉积纳米尺度金属镀层的工艺

采用 J P-450A 型磁控溅射仪在纤维基材上制备电功能结构镀层。导电镀层使用溅射铝薄膜、铜薄膜以

及银薄膜。膜层的电阻越小导电性越好,其阻值应  $< 15$ 。溅射工作压力控制在  $1.3 \sim 2.0 \times 10^{-1}$  Pa 以下;基片温度  $< 50$  ;靶与基材距离  $5 \sim 10$  cm;溅射角  $5 \sim 8$  °;溅射功率  $50 \sim 200$  W;膜厚控制为  $50 \sim 500$  nm。

另外,为避免微粒物资落到基材上,采用基材在上、磁控溅射靶在下的结构,即由下向上溅射,而且沿轴向磁控溅射靶与基片距离在线动态连续可调。为了控制沉积温度,减少聚合物纳米纤维的变形,保证镀层的质量,采用水冷却来控制聚合物纳米纤维基底的温度。在聚合物纤维表面沉积电子功能镀层溅射工艺的主要控制参数有:溅射功率、基材温度、工作压力和溅射时间等。通过对溅射工艺的主要控制参数的调节反复摸索最佳工艺条件,总结其中规律,以确定最佳沉积工艺来获得具有优良性能的聚合物纤维电之材料。具体实验参数如表 1 所示。

表 1 溅射参数

溅射工作压力/ Pa	$5 \times 10^{-4}$
靶材	Al, Ag, Cu 纯度:99.99 % 直径:50 mm
基材	无纺布(聚丙烯纤维)(50g/m <sup>2</sup> )
靶与基材距离/ mm	60
温度	室温
真空气体	Ar(99.99 %)
气流/ sccm	20
溅射功率/ w	60
溅射工作压力/ Pa	1.6
膜厚/ nm	50, 100, 200

### 1.3 AFM 表征分析

用原子力显微镜对沉积纳米电子功能镀层的表面形貌进行表征,实验使用的原子力显微镜为中科院广州本原纳米仪器有限公司的 CSPM4000 型扫描探针显微镜(SPM),其扫描范围为  $5000 \text{ nm} \times 5000 \text{ nm}$ ,扫描频率为 1.0 Hz。同时利用 AFM 随机分析软件 - Imager 4.40 对沉积镀层表面纳米金属颗粒的大小进行比较。

### 1.4 导电性能的测试

导电性能通过对镀层材料的表面电阻测试来分析,测试采用深圳弘大电子有限公司生产的 DT-9203 数字万用表,测试采点 50 次测量,并求取其平均值。

## 2 结果与讨论

### 2.1 纳米结构电子功能镀层表面特征

电子功能镀层的微观结构变化是影响薄膜电学和机械性能的主要因素,为了分析研究聚合物表面纤维电子功能镀层的形貌,我们运用现代分析手段,

如原子力显微镜 (AFM) 对纤维的表面微观结构变化进行表征,在纳米尺度上重点研究电子功能镀层的微观结构变化.图 1 显示了同一种金属膜(银)在

不同膜厚(50 nm,100 nm,200 nm)时的表面特征,图 2 显示的是三种不同的镀层金属(银、铝、铜)在同一种膜厚是的不同表面特征.

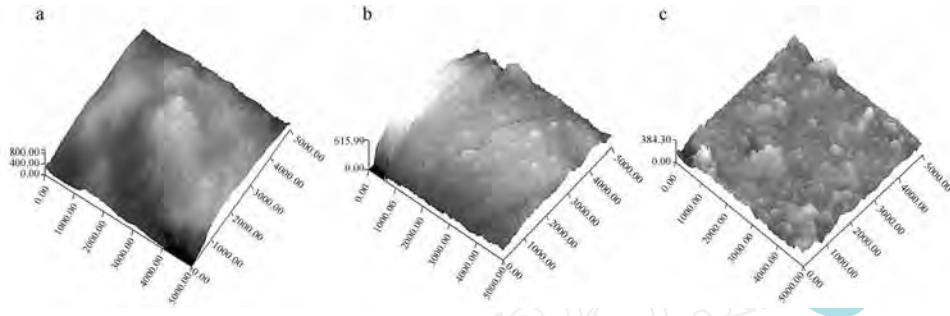


图 1 聚合物纤维表面不同纳米尺度银膜的表面微观结构:(a) 50nm (b) 100nm (c) 200nm

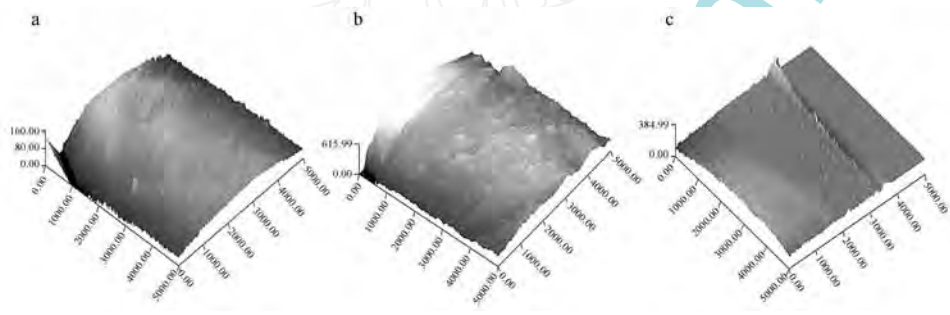


图 2 100 nm 厚度下聚合物纤维表面不同金属膜的表面微观结构:(a) Al (b) Ag (c) Cu

从图 1 我们可以看出对于同一种金属而言,不同的溅射膜厚对其表面结构影响很大,在 50nm 厚度时沉积镀层表面纳米金属颗粒比较小,之后随着厚度的增加,颗粒变得越来越大而密集.从图 2 我们可以看出对于同一种膜厚而言,三种不同的导电金属表现出了不同的表面特征,银膜的表面颗粒最大,铜膜最为光滑平整.之后我们将会继续讨论其表面特征与其电学性能的关系.

2.2 聚合物纤维表面功能镀层的电学性能

我们对在聚丙烯纤维无纺布基材表面溅射的三种不同金属膜在三种不同的纳米尺度下的导电性能进行了测试,结果如表 2 所示.从表 2 我们可以看到在同样的纳米尺度下,银膜的电阻最小,导电性能最好.对于同一种金属膜而言,其电阻随着膜厚的增加而减小,导电性能变好.通过导电性能的测试,毫无疑问,在这三种金属中,银是比较理想的镀层材料.

通过在聚合物纤维表面溅射银金属,构成具有良好导电功能的功能镀层,我们可以利用这种功能制备各种柔性电路,代替传统的硬性电路印刷板.由于该种柔性电路以无纺布为基底,因而十分柔软,可以任意弯曲和折叠,具有十分广阔的应用前景.图 3 所示即为在无纺布上溅射的具有测温功能的柔性电路.

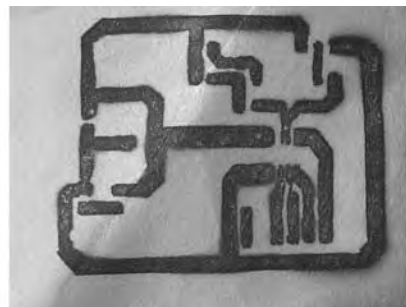


图 3 以无纺布为基底的测温柔性电路

表 1 聚合物纤维表面膜层电阻测试 ( / cm)

金属	膜厚		
	50nm	100nm	200nm
Al	56.2	18.4	6.7
Ag	6.7	1.3	0.4
Cu	34.5	10.8	3.6

3 结论

本文探索了一种新型的制备柔性电子纺织材料的方法,即以常规无纺布为基材,利用磁控溅射表面沉积技术实现低温条件下在其表面构建具有导体、电阻或电介质性能界面.赋予无纺布表面以特殊的电子功能,同时保持了其优良的织造性能特点.实验证明这种方法是可行的,在常规的无纺布上溅射银金属,可以达到十分理想的导电性能.通过 (下转第 1994 页)

持续时间长.人如果长期接受这种照射,可诱发流鼻血、脱牙、白内障,甚至导致白血病和其他癌变.

### 3.3 纳米复合材料可以有效地解决玻璃建筑中的紫外线污染问题

由于所制备的 PVB/SiO<sub>2</sub> 纳米复合材料不仅有良好的屏蔽紫外光的特点,而且在可见光区也有较好的透明性.因此,当 PVB 树脂被应用于夹层玻璃,用于建筑设计中的外墙玻璃以及各种灯具时,可有效屏蔽紫外线,减轻紫外线给人们造成的光污染问题.

## 4 结论

(1) 红外光谱分析表明无机纳米 SiO<sub>2</sub> 粒子的确已经接枝到聚合物 PVB 上;x 射线衍射分析表明 PVB/SiO<sub>2</sub> 纳米复合材料不仅为非晶态,而且仍存在一定程度的长链结构大分子;紫外透过率分析表明纳米 SiO<sub>2</sub> 粒子的引入,使 PVB/纳米 SiO<sub>2</sub> 复合材料具有良好的紫外线屏蔽性能.

(2) 拉伸分析表明在 PVB 中加入 SiO<sub>2</sub> 粒子,改变材料的力学性能,材料的韧性有很大提高,断裂伸长率也大幅度提高.在 TiO<sub>2</sub> 含量为 4% 时断裂伸长率出现极大值,拉伸强度亦出现了极大值,且为纯 PVB 材料的 6~8 倍以上,以后逐渐降低并趋于平缓,但还比纯 PVB 高 3~4 倍以上.聚乙烯醇缩丁醛(PVB)具有一定的成膜性,可以不加增塑剂即可成膜.

(上接第 1990 页)

这种新型的技术可以方便制备出具有各种功能的柔性电路,从而代替传统的硬性电路印刷板应用于智能服装、航空航天、医疗等领域.此外,在纳米尺度上研究聚合物纳米纤维表面电子功能界面的微观结构及与性能,为聚合物纤维电子功能材料的应用提供科学依据.

### 参考文献:

- [1] Banchi L, New Trends in Technical Textiles[J]. Rivista Della Technologie, 3, 62-69, 2001.
- [2] Ethridge E, Urban D, Electrotexiles-Technology to Applications, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 736, D1. 1. 1-D1. 1. 10, 2003.
- [3] Kirstein T, Bonan J, Cottet D, Troster G. Electronic Textiles for Wearable Computing Systems[C]// Proc. Hightex Conference, 2002.
- [4] Waldkirch M, Lukowicz P, LCD-Based Coherent Wearable Projection Display for Quasi Accommodation Free Imaging[J]. Optics Communications, 217, 133-140, 2003.
- [5] Hertleer C, Grabowska M, Van Langenhove L, Catrysse M, Hermans B, et al, The use of Electroconductive Textiles Materials for the Development of a Smart Suit[C]// 4th AUTEX Conference, O-1W4, 1-8, 2004.
- [6] Hum A P J, Fabric Area Network—a New Wireless Communications Infrastructure to Enable Ubiquitous Networking and Sensing on Intelligent Clothing[J]. Comput. Networks 35, 391-399, 2001.

(3) 制备的 PVB/SiO<sub>2</sub> 纳米复合材料有良好的屏蔽紫外光的特点,在可见光区也有较好的透明性.当 PVB 树脂被应用于夹层玻璃,用于建筑设计中的外墙玻璃以及各种灯具时,可有效屏蔽紫外线,减轻紫外线给人们造成的光污染问题.

### 参考文献:

- [1] 张长生,赵晓东,罗世凯等. 聚合物/纳米 SiO<sub>2</sub> 复合材料的研究进展[J]. 塑料科技, 2005:165.
- [2] Komarneni S Nanocomposites [J]. J Mater Chem, 1992, 2 (12):12-19.
- [3] Nair A, White R L. Effect of Inorganic Oxides on Polymer Binder Burnout [J]. Journal of Applied Polymer Science, 1996, 60 (11): 1901-1909.
- [4] Zhang Kailiang. Preparation and Characterization of Dified-Clay-Reinforced and Toughened Epoxy-Resin Nanocomposites [J]. Journal of Applied Polymer Science, 2004, 91 (4): 2649-2652.
- [5] 刘鹏,田军,刘维民等. 纳米 SiO<sub>2</sub> 表面接枝聚合苯乙烯[J]. 合成橡胶工业 2002, 26(4):261.
- [6] 汤国虎,叶巧明,连红芳. 无机纳米粉体表面改性研究现状[J]. 材料导报, 2003, 17(5):32-35.
- [7] 马朋升. 聚乙烯醇缩丁醛(PVB)/纳米 SiO<sub>2</sub> 复合材料的制备及性能研究[D]. 燕山大学毕业论文 2007. 07.
- [8] Praman M, Srivastava S, Samantaray Bket a l. Rubber-Clay Nano-Composite by Solution Blending[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2003, 87 (14):2216-2220.
- [7] Zasowski T, Althaus F, Stager M, et al, UWB for Noninvasive Wireless Body Area Networks, IEEE Conference on Ultra Wideband Systems and Technologies, 285-289, 2003.
- [8] Gould P, Textiles Gain Intelligence [J]. Materials Today, 6 (10), 38-43, 2003.
- [9] Catrysse M, Puers R, Hertleer C, et al, Towards the Integration of Textile Sensors in a Wireless Monitoring Suit, Sensors and Actuators A: Physical, 114(2-3), 302-311, 2004.
- [10] Gimpel S, Muring U, Muller H, et al, Textile Based Electronic Substrate Technology[C]// Proceedings of The Techtextil, 2003.
- [11] Kuhn H H, Child A D, Kimbrell W C. Toward Real Applications of Conductive Polymers Synthetic Metals[J]. 71(1-3): 2139-2142, 1995.
- [12] Liu, W. X., Darrell, H., Reneker, D. H., Edward A. E., Surface Coating of Poly (Metal-Phenylene Isophthalamide) Nanofibers [J], New Frontiers in Fiber Science, NCSU, May, 2003.
- [13] Wei Q F, Wang X Q, Gao W D. AFM and ESEM Characterisation of Functionally Nanostructured Fibres [J]. Applied Surface Science, 236, 456-460, 2004.
- [14] 朱余钊, 电子材料与元件[M]. 成都, 电子科技大学出版社, 1995.
- [15] 赵锡钦, 溅射镀膜技术的应用[J]. 电子机械工程, 79(3), 58-61, 1999.
- [16] 贾嘉, 溅射法制备纳米薄膜材料及进展[J]. 半导体技术, 2004, 29(7):70-73.