

氧化物辅助生长硅纳米线

Silicon Nanowires Fabricated by Oxide-assisted Growth Mechanism

裴立宅, 唐元洪, 张 勇, 郭 池, 陈扬文
(湖南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410082)

PEI Li-zhai, TANG Yuan-hong,
ZHANG Yong, GUO Chi, CHEN Yang-wen
(College of Materials Science and Engineering,
Hunan University, Changsha 410082, China)

摘要: 氧化物辅助生长机理是近年来在合成硅纳米线的过程中发展起来的一种研究一维纳米材料生长的机理, 根据此机理已经制备出了多种一维纳米材料。介绍了氧化物辅助生长机理及其根据此机理制备硅纳米线的制备方法, 载气、压力及原料等不同条件对合成硅纳米线的影响等进展情况, 并对其发展作了展望。

关键词: 硅纳米线; 氧化物辅助生长; 激光烧蚀; 热蒸发

中图分类号: TN305.3; TN304.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381 (2005) 06-0054-05

Abstract: Many kinds of one-dimensional nanomaterials have been prepared by the oxide-assisted growth mechanism, which was proposed during the preparation of silicon nanowires. The oxide-assisted growth mechanism and preparation methods of silicon nanowires according to the oxide-assisted growth mechanism are introduced. The effects on different gases, pressures, and starting materials for synthesizing silicon nanowires using oxide-assisted method is reviewed in detail, and the development direction of studying silicon nanowires is also discussed.

Key words: silicon nanowires; oxide-assisted growth; laser ablation; thermal evaporation

一维纳米材料, 如纳米管及纳米线, 对于测定和理解维度和尺寸在诸如光学、电子学和力学等性质方面具有很高的研究价值。一维硅纳米线是近年来发展起来的一种新型纳米信息材料, 最早采用电子束平版印刷术和刻蚀技术制得了硅纳米线^[1,2]。电子束平版印刷术的分辨率限制了硅纳米线的直径, 目前, 采用此方法制备的硅纳米线直径约 30~100nm^[3]。只有当硅纳米线的尺寸低于其玻尔半径 5nm 时, 硅纳米线才能由于量子尺寸效应产生室温可见光这种光致发光现象, 因此经过电子束平版印刷术处理后必须进行反应性离子刻蚀 (RIE)。采用 RIE 法制备的硅纳米线最小直径为 6nm^[4]。然而, 电子束平版印刷术及 RIE 技术耗时长且制备过程复杂, 而且所制备的硅纳米线为生长于 SiO₂ 上的非自由式结构。1997 年, Ono 等^[5]采用超高真空扫描隧道显微镜 (STM), 在硅衬底与扫描隧道显微镜之间通以恒定电流, 在 STM 电流作用下, 硅蒸发并沉积到金探头的尖端, 从而获得了自由式的硅纳米线。然而, 这种方法每次只能制备一根硅纳米线。另外, 激光烧蚀法、化学气相沉积 (CVD) 法、模板法及超临界溶液法也成功制备了硅纳米线^[6-9]。在

氧化物辅助生长机理出现以前, 硅纳米线基本上是根据金属催化 VLS 机理来制备的, 由于在热平衡条件下金属液滴的直径最小值有尺寸限制, 所以采用此方法很难大量制备直径低于 20nm 的硅纳米线^[10], 更为重要的是所制得的硅纳米线总会被金属催化剂所污染。近年来研究表明根据氧化物辅助生长模型, 以硅及硅氧化物为原料, 采用激光烧蚀或直接热蒸发法可以提高硅纳米线的产量, 且硅纳米线中无金属污染, 并可制备出掺杂元素可控的硅纳米线。硅纳米线的制备速率为 30mg/h, 线性生长率为 500μm/h^[10]。本研究主要就氧化物辅助生长硅纳米线的生长机理及其最新进展做了评述, 并对其发展方向做了初步探讨。

1 氧化物辅助生长机理

HRTEM 研究表明采用激光烧蚀靶 (掺有 Fe, Ni, Co 等金属催化剂) 制得的硅纳米线中其生长端并不是总含有金属元素, 而用 SiO₂ 取代金属催化剂制成硅靶, 可极大提高硅纳米线的产量, 尤其是氧化硅和硅粉之比为 1:1 时产量最高, 所得纳米硅线内部为硅晶, 外面包着氧化硅层, 这说明采用激光烧蚀、热

蒸发及化学气相沉积等方法大规模制备硅纳米线时,氧化物在硅纳米线的成核及生长过程中起主导作用^[11]。因此, Lee 等^[12,13]提出了硅纳米线的氧化物辅助生长机理,采用这种新方法可以大量制备高纯及直径均匀的半导体纳米线(直径为几纳米至几十纳米)。

由于气相中需要氧化物以有利于硅纳米线的生长,同时假定通过硅氧化物的分解在衬底上才能出现纳米粒子的成核,从而硅纳米线的氧化物辅助生长机理可如图1所示^[13]。由图1可以看出硅氧化物气体开始沉积并形成了含有硅纳米粒子沉积物的基体(图1a);纳米粒子在某一方向生长较快并形成了纳米线状结构,而在生长较慢的方向可形成纳米粒子链(图1b)。硅纳米线的生长由以下四个因素决定:(1)纳米线的生长端 $\text{Si}_x\text{O}(x > 1)$ 层的催化作用。纳米颗粒融化温度远低于其体材料的融化温度,例如金纳米颗粒(2nm)的融化温度要比块状金低400^[14]。因此,硅纳米线生长顶端(类似于纳米粒子)可处于熔融状态,有利于原子的吸附、扩散和沉积;(2)纳米线的外层由 SiO 分解的 SiO_2 组成,阻止了纳米线在非一维方向上的生长;(3)硅纳米线中主要缺陷是沿 $\langle 112 \rangle$ 方向上的堆垛缺陷,这些缺陷促进了硅纳米线的快速生长;(4)硅 $\{111\}$ 表面的表面能最低,对纳米线的生长起到了重要作用。因为当晶粒尺寸降至纳米级时,表面能的作用更加重要,硅 $\{111\}$ 面的出现减少

了系统能量。这些因素综合起来决定了硅纳米线在 $\langle 112 \rangle$ 方向生长最快。

综上所述,在 SiO 气化过程中纳米线的核化与生长同时发生,在线尖端形成了具有不同结晶方向的晶核,这些晶核生长速度慢,会引起纳米线生长方向改变或重新核化,重新核化则会生成纳米链。根据此模型,激光烧蚀 Si 和 SiO_2 混合粉末靶,在硅纳米线的核化阶段通过激光诱导混合粉末发生了如下反应: $\text{Si} + \text{SiO}_2 = 2\text{SiO}$, 随后流动气体将 SiO 气体转移到了衬底上, SiO 又重新化合生成了 Si 和 SiO_2 纳米颗粒,分别作为硅核和外层,即 $2\text{SiO} = \text{Si} + \text{SiO}_2$ ^[15]。

2 氧化物辅助生长硅纳米线的制备

2.1 制备方法

2.1.1 激光烧蚀法

激光烧蚀法的基本原理是:靶装在管式炉高温区附近,并加热至反应温度。使用激光器产生脉冲能量对靶材进行轰击,并使其在高温下反应,用惰性气体作为载气。下面是 Zhang 等^[16]用此法制备硅纳米线的实验过程。石英管安装在管式炉内,将 $2.4\text{cm} \times 2.4\text{cm}$ 的硅靶装在高温区中央附近,波长 248nm 的 KrF 准分子激光束聚焦于硅靶上。硅靶是在温度 150°C 时将 8g 含有 10% (质量分数,下同) SiO_2 粉末的硅粉液压 48h 制备成的。将硅靶放于石英管后,由机械旋转泵抽真空。炉温达 1200°C 后,整个系统排气 4h 。然后向管内通氩气,压力 $9.33 \times 10^4\text{Pa}$, 流量 $8.45 \times 10^{-2}\text{Pa} \cdot \text{L/s}$ 。然后采用激光烧蚀 2h , 激光能量 400mJ/pulse , 频率 10Hz 。靶上的激光辐射斑点尺寸为 $1\text{mm} \times 3\text{mm}$ 。激光烧蚀出的材料被流动的氩气载到水冷铜棒附近并沉积于水冷铜棒尖端附近的石英管内壁上。

2.1.2 直接热蒸发法

研究表明在没有激光辅助烧蚀下,也可以直接用热蒸发方法合成硅纳米线。此种方法的优势在于方法简单,并直接支持了硅纳米线的氧化物辅助生长。下面为 Tang 等^[17]直接热蒸发 SiO 合成硅纳米线的实验过程:实验在普通的管式炉中进行,炉内有一 Al_2O_3 管。将 3g SiO 粉末置于 Al_2O_3 管的中心,通过控制炉体的温度可控制 SiO 的升华温度。氩气作为载气,通过真空 Al_2O_3 管的流速为 $8.45 \times 10^{-2}\text{Pa} \cdot \text{L/s}$,促进了 SiO 气体的流动。研究发现硅纳米线仅在温度低于 950°C 的管壁上沉积与聚集,在管壁上硅纳米线的核化与生长方向朝向管中心。硅纳米线的生长时间一般为 5h 。这说明硅纳米线可直接从氧化物生成。

2.2 硅纳米线的产量

Wang 等^[18]研究了激光烧蚀含有金属催化剂、二氧化硅的硅靶及纯硅靶所制备的硅纳米线的产量。表

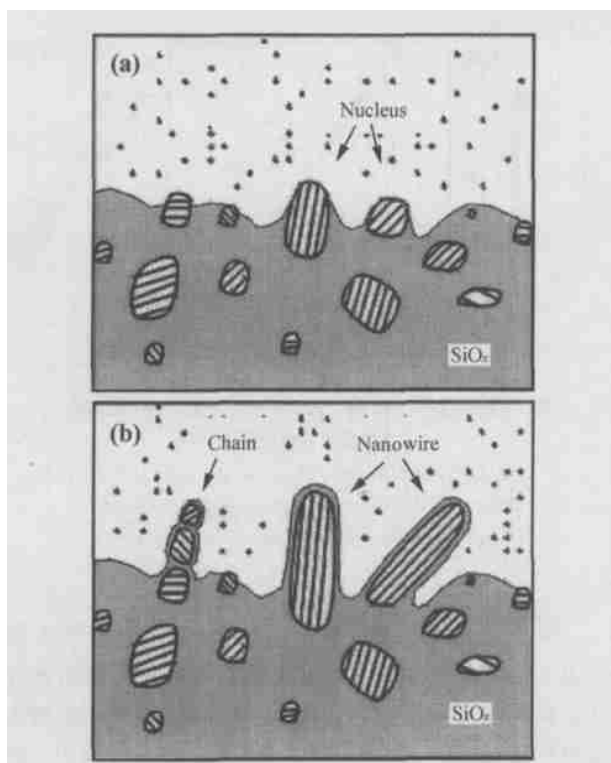


图1 硅纳米线的氧化物辅助生长示意图

Fig. 1 A schematic diagram of the oxide-assisted growth of SiNWs

1 为实验条件与硅纳米线产量的关系。从表 1 看出添加金属催化剂对提高硅纳米线的产量并无作用,而采用纯度为 99.999% 的硅粉制成硅靶,在洁净的石英管中只可获得少量硅纳米线。但从表中可看到掺入 SiO₂ 时,硅纳米线的产量相对都比较高。因此,可认为硅氧化物在硅纳米线的生长过程中起着十分重要的作用。当 SiO₂ 掺入硅靶中时,大大提高了硅纳米线的产量。即使 SiO₂ 含量达到 90% 时,硅纳米线的产量仍比加金属催化剂的要高。实际上,即使以 99% 的 SiO₂ 为烧蚀靶仍可制得硅纳米线,但以纯 SiO₂ 为烧蚀靶时,却不能制得硅纳米线。

表 1 实验条件与硅纳米线的产量的总结图表
Table 1 Summary of the experimental conditions and yields for SiNWs syntheses

Target	Temperature/	Yield/ mg
Si+ 1% Fe or 1% Ni	1200	~ 0.1
Si+ 1%Co	1200	~ 0.1
Si+ 0.5%Co+ 0.5% Ni	1200	~ 0.1
Si wafer	1200	Little
Si powder	1200	Little
Si+ 5% SiO ₂	1200	~ 0.3
Si+ 10%SiO ₂	1200	~ 0.5
Si+ 30%SiO ₂	1200	~ 2.5
Si+ 50%SiO ₂	1200	~ 3.0
Si+ 70%SiO ₂	1200	~ 1.5
Si+ 90%SiO ₂	1200	~ 0.5
SiO ₂	800 ~ 1200	0

2.3 不同生长条件对合成硅纳米线的影响

不同生长条件对硅纳米线的形态、直径等都有较大的影响,以下论述了载气、压力及原料等生长条件对合成硅纳米线的影响。

2.3.1 载气

Zhang 等^[19]研究了以硅及 10% 的二氧化硅粉末为原料,分别以 He 及 Ar (5% H₂) 和 N₂ 为载气所合成的硅纳米线。以 He 及 Ar (5% H₂) 载气所合成的产物几乎都是硅纳米线。然而,从 N₂ 气氛中得到的硅纳米线中有一些直径 9nm 到几百纳米不等的球形纳米颗粒共存于硅纳米线中,这种球形颗粒也由晶体硅及无定形硅氧化物构成。大部分硅纳米线由直线结构和光滑卷曲结构组成,而有些硅纳米线中含有弯曲及扭结结构。在 He 气氛中合成的硅纳米线大部分呈弯曲结构。对不同气氛环境下硅纳米线的直径分布研究表明在 He, Ar (5% H₂) 及 N₂ 气氛中的分布峰值分别为 13.2, 9.5nm 和 6nm,这一结果说明硅纳米线的

直径可由环境控制。

PL 光谱测试表明在 N₂ 和 Ar (5% H₂) 气氛下所合成的硅纳米线在室温时 PL 光谱的波峰中心分别在 624nm (1.99eV) 和 783nm (1.58eV) 位置处,且都有较宽的波峰。两个波峰的半峰宽最大值大约为 160nm,而 PL 光谱的强度大约是拉曼散射峰强度的 100 倍。而在 He 气氛合成的硅纳米线中没有检测到 PL 光谱。研究认为 PL 谱峰较宽可能是由于振动膜及硅纳米线较宽的直径分布引起的,换句话说,He 气氛中合成的硅纳米线没有出现 PL 光谱可能是由于其直径较大而不能产生明显的量子效应引起的。

2.3.2 压力

Zhang 等^[20]研究了热蒸发 SiO 时,压力对硅纳米线产量的影响。图 2 为反应室内压力 4×10⁴Pa 时,硅纳米线的产量、SiO 损失量与反应温度的曲线关系。很明显 1100 时硅纳米线的产量最小,随着温度升高其产量急剧增加,同时 SiO 损失量也快速增加,其增长速率比硅纳米线的产量增加速率高一个数量级。因此,低于 10% 的 SiO 气体形成了硅纳米线。随着升华温度的增加,由于 SiO 不断气化引起了 Ar 气中 SiO 气体压力的增加。随着温度增加,硅纳米线的产量增长,这可能是由于 SiO 气体的压力引起的,并导致了 SiO 的沉积。

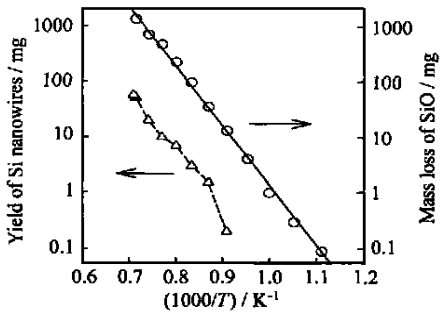


图 2 压力 4×10⁴Pa 时,硅纳米线的产量、SiO 的损失量与反应温度的曲线

Fig. 2 Yield of Si nanowires and the mass loss of SiO versus the reciprocal sublimation temperature when the chamber pressure was kept at 4×10⁴ Pa

图 3 为 1300 时,硅纳米线的产量、SiO 损失量与压力的曲线关系。图中曲线表明 655Pa 为硅纳米线开始生长的极限压力。随着系统压力的增加,硅纳米线的产量开始增长,然而 SiO 的损失量慢慢减少。根据氧化物辅助生长机理,随着压力增加,硅纳米线的产量增加,这可能是由 SiO 快速迁移,导致了 SiO 的沉积增加引起的。

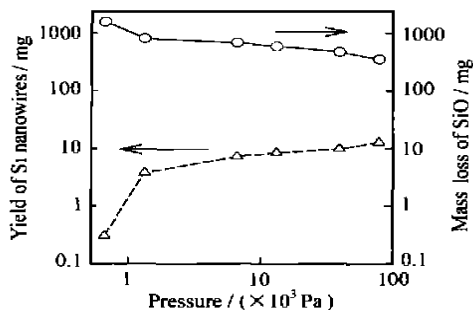


图3 1300 °C时, 硅纳米线的产量、SiO 损失量与压力的曲线

Fig. 3 Pressure dependence of the yield of Si nanowires and the mass loss of SiO when the sublimation temperature was kept at 1300 °C

2.3.3 原料

根据氧化物辅助生长模型, 除了以 Si 和 SiO₂ 为原料外, 还分别以 SiO 和 SiC, SiO₂ 为原料实现了硅纳米线的制备。

以 SiO 为原料, 采用直接的热蒸发过程得到的硅纳米线为褐色海绵状产物, 沿管内壁向中心生长^[20]。对其进行 TEM 分析表明大多数硅纳米线光滑且具有均匀的线状结构, 少数具有弯曲及扭结结构。硅纳米线直径为 6~28 nm, 大部分纳米线直径为 15 nm, 长度可达几个毫米, 长径比达 10⁵ 且直径分布均匀。HRTEM 研究表明每根硅纳米线都包含单晶硅核及无定形氧化物鞘层, 大多数纳米线近似沿 [211] 方向生长。研究表明 SiO 气化所生长的硅纳米线与激光烧蚀纯硅靶及 Si, SiO₂ 的混合物靶所得到的硅纳米线相似。随着反应温度及流动气体压力的增加, 硅纳米线的产量也增加了。

Tang 等^[21]以 SiC 和 SiO₂ 混合粉末为原料合成的硅纳米线的 TEM 图像研究表明硅纳米线直径约 14 nm, 与少量 β-SiC 纳米粒子共生, 大部分硅纳米线光滑且卷曲。这种硅纳米线的形貌与其它纳米线相似, 例如 SiC 纳米线和无定形碳纳米线^[22, 23]。虽然这种硅纳米线的长径比很大, 但是整根纳米线的直径保持不变。纳米颗粒的尺寸从几纳米到 80 nm 不等, 且纳米颗粒轮廓不规则。选区电子衍射 (SAED) 花样表明其含有两组衍射环, 一组为硅的 (111), (220) 和 (311) 衍射环, 另一组为 β-SiC 的 (111), (220) 和 (311) 衍射环, 这就证明了样品由硅纳米线和 β-SiC 组成。HRTEM 研究表明纳米线为硅纳米线, 纳米颗粒为 β-SiC 颗粒。研究认为 SiC 和 SiO₂ 反应生成了中间产物 SiO, 生成的 SiO 导致了硅纳米线的生长。

3 结束语

根据氧化物辅助生长过程可以制备大量的硅

纳米线, 与金属催化 VLS 机理相比, 氧化物辅助生长硅纳米线不需要金属做催化剂, 因而能避免金属污染, 保证了硅纳米线的纯度, 可反应出硅纳米线的真实性能。除了硅纳米线外, 此法也成功推广到了其它一维纳米材料的制备, 包括 Ge, C, SiC 等 IV 族元素及化合物半导体, GaN 等 III-V 化合物半导体及 ZnO 和 ZnS 等 II-VI 族材料, 并可控制制备包括线、棒、共轴线、链和丝带状在内的一维纳米结构^[24-28]。因此, 根据此机理来制备出新颖、性能优异的一维纳米材料是目前的主要研究方向之一。氧化物辅助生长机理不仅为硅纳米线的制备提供了一种全新方法, 而且为基础研究和纳米线的应用开辟了广阔前景。研究表明采用此法可制得直径小至 1 nm 的硅纳米线, 并直接观察到了硅纳米线具有量子限制效应^[29], 而且硅纳米线表面具有超常的稳定性, 用此方法制备的硅纳米线已成功地进行了纳米传感器及激光器在内的纳米电子器件的应用研究^[30], 因此硅纳米线在纳米电子器件领域中具有广泛应用前景, 有望在将来的纳米电子器件中获得实际应用。

参考文献

- [1] NAMATSU H, HORIGUCHI S, NAGASE M, et al. Fabrication of one-dimensional nanowire structures utilizing crystallographic orientation in silicon and their conductance characteristics [J]. J Vac Sci Technol B, 1997, 15 (5): 1688-1696.
- [2] ALI D, AHMED H. Coulomb blockade in a silicon tunnel junction device [J]. Appl Phys Lett, 1994, 64 (16): 2119-2120.
- [3] LEOBANDUNG E, GUO L, WANG Y, et al. Observation of quantum effects and coulomb blockade in silicon quantum-dot transistors at temperature over 100 K [J]. Appl Phys Lett, 1995, 67 (7): 938-940.
- [4] LIU H L, BIEGELSEN D K, JOHNSON N M, et al. Self-limiting oxidation of Si nanowires [J]. J Vac Sci Technol B, 1993, 11 (6): 2532-2537.
- [5] ONO T, SAITOH H, ESASHI M. Si nanowire growth with ultrahigh vacuum scanning tunneling microscopy [J]. Appl Phys Lett, 1997, 70 (14): 1852-1854.
- [6] MORALES A M, LIEBER C M. A laser ablation method for the synthesis of crystalline semiconductor nanowires [J]. Science, 1998, 279: 208-211.
- [7] TANG Y H, ZHANG Y F, LEE C S, et al. Large scale synthesis of silicon nanowires by laser ablation [J]. Mater Res Soc Symp Proc, 1998, 526: 73-77.
- [8] SHINGGUBARA S, OKINA O, SAYAMA Y, et al. Two-dimensional nanowire array formation on Si substrate using self-organized nanoholes of anodically oxidized aluminum [J]. Solid State Electron, 1999, 43: 1143-1146.
- [9] LU X M, HANRATH T, JOHNSTON K P, et al. Growth of single crystal silicon nanowires in supercritical solution from tethered gold particles on a silicon substrate [J]. Nano Lett, 2003, 3 (1): 93-99.
- [10] 唐元洪. 硅纳米线及相关纳米线的制备与表征 [D]. 香港: 香

港城市大学, 2000.

[11] TANG Y H, ZHANG Y F, WANG N, et al. Si nanowires synthesized from silicon monoxide by laser ablation [J] . J Vac Sci Technol B, 2001, 19 (1): 317– 319.

[12] LEES T, WANG N, ZHANG Y F, et al. Oxide-assisted semiconductor nanowire growth [J]. MRS Bull, 1999, 24: 36– 42.

[13] LEE S T, ZHANG Y F, WANG N, et al. Semiconductor nanowires from oxides [J]. J Mater Res, 1999, 14 (12): 4503 – 4507.

[14] BUFFAT P. Size effect on the melting temperature of gold particles [J] . Phys Rev A, 1976, 13 (6): 2287– 2298.

[15] WANG N, TANG Y H, ZHANG Y F, et al. Nucleation and growth of Si nanowires from silicon oxide [J] . Phys Rev B, 1998, 12, 58 (24): R16024– R16026.

[16] ZHANG Y F, TANG Y H, WANG N, et al. Silicon nanowires prepared by laser ablation at high temperature [J] . Appl Phys Lett, 1998, 72 (15): 1835– 1837.

[17] TANG Y H, ZHANG Y F, WANG N, et al. Morphology of Si nanowires synthesized by high-temperature laser ablation [J] . J Appl Phys, 1999, 85 (11): 7981– 7983.

[18] WANG N, ZHANG Y F, TANG Y H, et al. SiO₂-enhanced synthesis of Si nanowires by laser ablation [J] . Appl Phys Lett, 1998, 73 (26): 3902– 3904.

[19] ZHANG Y F, TANG Y H, PENG H Y, et al. Diameter modification of silicon nanowires by ambient gas [J] . Appl Phys Lett, 1999, 75 (13): 1842– 1844.

[20] ZHANG Y F, TANG Y H, LAM C, et al. Bulk-quantity Si nanowires synthesized by SiO sublimation [J] . J Crystal Growth, 2000, 212: 115– 118.

[21] TANG Y H, ZHANG Y F, PENG H Y, et al. Si nanowires synthesized by laser ablation of mixed SiC and SiO₂ powders [J] . Chem Phys Lett, 1999, 314: 16– 20.

[22] LI J C, LEE C S, LEES T. Direct growth of β -SiC nanowires from SiO_x thin films deposited on Si (100) substrate [J] . Chem Phys Lett, 2002, 355: 147– 150.

[23] TANG Y H, WANG N, ZHANG Y F, et al. Synthesis and characterization of amorphous carbon nanowires [J] . Appl Phys Lett, 1999, 75 (19): 2921– 2923.

[24] LEE S T, WANG N, LEE C S. Semiconductor nanowires: synthesis, structure and properties [J] . Mater Sci Eng A, 2000, 286: 16– 23.

[25] ZHANG Y F, TANG Y H, WANG N, et al. Germanium nanowires sheathed with an oxide layer [J] . Phys Rev B, 2001, 61 (7): 4518– 4521.

[26] TANG Y H, ZHANG Y F, WANG N, et al. Germanium dioxide whiskers synthesized by laser ablation [J]. Appl Phys Lett, 1999, 74 (25): 3824– 3826.

[27] SHI W S, PENG H Y, XU L. Coaxial three-layer nanocables synthesized by combining laser ablation and thermal evaporation [J] . Adv Mater, 2000, 12 (24): 1927– 1930.

[28] SHI W S, ZHENG Y F, WANG N, et al. Microstructures of gallium nitride nanowires synthesized by oxide-assisted method [J] . Chem Phys Lett, 2001, 345: 377– 380.

[29] MA D D D, LEE C S, AU F C K, et al. Small-diameter silicon nanowire surfaces [J] . Science, 2003, 299: 1874– 1877.

[30] ZHOU X T, HU J Q, LI C P, et al. Silicon nanowires as chem-

ical sensors [J] . Chem Phys Lett, 2003, 369: 220– 224.

基金项目: 教育部博士点基金资助项目 (20040532014)
收稿日期: 2005-01-04; 修订日期: 2005-03-28
作者简介: 裴立宅 (1977—), 男, 博士研究生, 主要从事硅及相关纳米材料的研究, 联系地址: 湖南大学材料科学与工程学院 (410082)。

* * * * *

(上接第 53 页)

表 2 环氧 3266 树脂体系 RTM 工艺窗口预报
Table 2 Process window prediction for epoxy 3266

Time/h		Viscosity/ mPa · s					
		500	400	300	200	100	50
Temperature /	50	9.24	8.31	7.11	5.43	2.55	—
	60	6.69	6.15	5.45	4.48	2.80	1.12
	70	4.77	4.44	4.02	3.43	2.43	1.41
	80	3.39	3.19	2.92	2.55	1.94	1.31
	90	2.41	2.28	2.12	1.89	1.49	1.10
	100	1.73	1.65	1.54	1.39	1.13	0.87
	110	1.25	1.20	1.13	1.02	0.85	0.68

RTM 工艺专用环氧 3266 树脂体系化学流变行为的模拟分析, 模型分析结果与实验结果取得一致性。环氧 3266 树脂在 50 ~ 110 的温度范围内可以满足航空结构复合材料 RTM 成型的基本工艺要求。该树脂体系在 50 ~ 80 内, 黏度低于 200mPa · s 的时间可达 3h 以上。因此, 可以确定 3266 树脂体系最适宜的注射温度为 50 ~ 80 。而且注胶温度范围宽, 适合较大零件的加工。该研究所建立的树脂流变模型及工艺窗口预报将为高性能复合材料 RTM 工艺参数优化及实施提供科学依据。

参考文献

[1] 路遥, 段跃新, 梁志勇, 等. 钎酚醛树脂体系化学流变特性研究 [J] . 复合材料学报, 2002, 19 (5): 10—14.

[2] 段跃新, 张宗科, 梁志勇. BMI 树脂化学流变模型及 RTM 工艺窗口预报研究 [J] . 复合材料学报, 2001, 18 (3): 30– 33.

[3] 杨桂. 编织结构复合材料制作、工艺及工业实践 [M] . 北京: 科学出版社, 1999. 88– 94.

[4] www . cyctec . com / business / Engineered materials / CYCOM 20782.

[5] 卢红斌, 周江, 何天白. 聚合物反应加工中的化学流变学模拟 [J] . 高分子材料科学与工程, 2001, 17 (4): 7.

[6] GUTOWSKI T G. Advanced composites manufacturing [M] . John Wiley & Sons, Inc, 1997. 393– 456.

收稿日期: 2004-12-29; 修订日期: 2005-03-22
作者简介: 张明 (1981—) 男, 硕士研究生, 现从事树脂基复合材料方面研究, 联系地址: 北京 81 信箱 3 分箱 (100095)。