

粉末靶射频磁控溅射非晶 Al_2O_3 薄膜的 制备与性能研究*

吴法宇¹⁾ 李建伟¹⁾ 齐羿²⁾ 丁梧桐³⁾ 樊子铭¹⁾ 周艳文¹⁾

1) 辽宁科技大学材料与冶金学院, 鞍山 114051

2) 中国重汽(香港)有限公司济南铸锻中心, 章丘 250200

3) 沈阳工业大学材料科学与工程学院, 沈阳 110870

摘要 采用粉末靶射频磁控溅射方法制备非晶 Al_2O_3 薄膜, 分析了溅射工艺参数对 Al_2O_3 薄膜微观结构、表面形貌、光学性能的影响规律及机理, 并探究其抗菌特性. 研究表明: 增加氧通量、降低溅射功率和缩短溅射时间均会减小非晶 Al_2O_3 薄膜颗粒度与粗糙度, 同时也降低薄膜的沉积速率; 并且, 氧通量的增加和溅射时间的缩短均会使非晶 Al_2O_3 薄膜禁带宽度变宽(最大值可达 4.21 eV)、透光率增大(超过 90%); 光照条件下非晶 Al_2O_3 薄膜 24 h 抗菌率最高可达 98.6%, 体现出了较好的光催化抗菌性.

关键词 非晶 Al_2O_3 薄膜, 射频磁控溅射, 光学性能, 抗菌特性

中图分类号 TB34

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2016)12-1595-06

STUDY ON PREPARATION AND PROPERTIES OF AMORPHOUS Al_2O_3 THIN FILMS BY RADIO FREQUENCY MAGNETRON SPUTTERING FROM POWDER TARGET

WU Fayu¹⁾, LI Jianwei¹⁾, QI Yi²⁾, DING Wutong³⁾, FAN Ziming¹⁾, ZHOU Yanwen¹⁾

1) School of Materials and Metallurgy, University of Science and Technology Liaoning, Anshan 114051, China

2) Jinan Casting & Forging Center, SINOTRUK (Hong Kong) Limited, Zhangqiu 250200, China

3) School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, China

Correspondent: ZHOU Yanwen, professor, Tel: (0412)5929360, E-mail: photon_phonon@163.com

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51372109 and 51502126) and
Foundation of Educational Department of Liaoning (No.L2015260)

Manuscript received 2016-04-15, in revised form 2016-07-10

ABSTRACT Al_2O_3 thin films are widely applied in mechanic, optic and electronic fields due to their excellent properties. Among many deposition techniques, magnetron sputtering is regarded as one of the most practical approaches for preparing Al_2O_3 films. In sputtering process, the use of powder targets could offer the advantages of easily variable and controllable composition and low cost. However, it is not yet known well enough how to determine sputtering parameters, microstructure and properties of Al_2O_3 films from powder targets. In this work, Amorphous Al_2O_3 films were prepared by radio frequency magnetron sputtering process in which high pure Al_2O_3 powder was used as the target material. The effects and mechanism of the sputtering parameters on the microstructures, surface morphology and optical properties of amorphous Al_2O_3 films were analyzed by XRD, AFM, surface profile, UV-Vis spectroscopy and so on. Considering used as the packaging material, the antimicrobial performance of

* 国家自然科学基金项目 51372109 和 51502126, 以及辽宁省教育厅科学研究项目 L2015260 资助

收到初稿日期: 2016-04-15, 收到修改稿日期: 2016-07-10

作者简介: 吴法宇, 男, 1974 年生, 副教授, 博士

DOI: 10.11900/0412.1961.2016.00139

amorphous Al_2O_3 films was also studied. The experimental results showed that: increasing the oxygen flow, decreasing the sputtering power and shortening the sputtering time could make the particle size and roughness of amorphous Al_2O_3 films lower while depressing the deposition rate of amorphous Al_2O_3 films. Moreover, the increase of the oxygen flow and decrease of the sputtering time would widen the band gap which the maximum was up to 4.21 eV, and heighten the transmittance of the visible light which was beyond 90%. The antibacterial rate of amorphous Al_2O_3 films under the natural light after 24 h was up to 98.6%, which reflected the photocatalytic characteristics of the antimicrobial mechanism.

KEY WORDS amorphous Al_2O_3 film, radio frequency magnetron sputtering, optical property, antimicrobial characteristic

Al_2O_3 薄膜具有强度高、耐磨、抗蚀性好,介电常数大、绝缘性好、热导率较高、抗碱离子渗透能力强、抗辐照损伤能力强、波谱透光范围宽等优良属性,在机械、电子、光学等领域有着广泛的应用^[1-5]。而且,由于其透明性好、阻隔性高等优点,深受包装界的青睐,有望替代传统的Al膜,制成 Al_2O_3 复合塑料薄膜应用在食品、药物、化妆品以及医疗器械等产品的包装中,不但大大延长了商品的存储寿命,还可以让用户清楚地看到被包装物品的内容、颜色、新鲜度,甚至凭借其耐高温,微波透过性好等特点,可以直接在包装中加热,方便使用^[6]。

Al_2O_3 薄膜的性能表现取决于内在的微观结构及其制备工艺。在众多的制备方法中,磁控溅射法制备 Al_2O_3 薄膜,工艺条件稳定,沉积温度低,沉积速率快,可对膜厚进行精确控制,且制得的薄膜致密,与基底的结合力好,从而备受关注^[4,5,7-10]。与其它研究中占据主流的反应溅射不同,本研究中直接采用高纯 Al_2O_3 粉末作为靶材配合射频磁控溅射技术制备 Al_2O_3 薄膜。除具备常规溅射工艺的优点外,粉末靶材无需高温烧结过程,薄膜成分可控、溅射工艺稳定,使得整个过程低耗高效^[11]。

随着社会的发展,人们对生存环境和健康问题越来越关注,兼具抗菌性的日用产品将倍受青睐。譬如,社会信息化使得电子产品随处可见,防止电子产品传播疾病将逐渐提上日程,研究性能优异且对人体无害的光电薄膜将成为电子器件发展的主流方向;而食品领域对包装材料的抗菌性要求会更高。有研究也表明,由于合适的电子能带结构,以 TiO_2 和 ZnO 为代表的氧化物在光照条件下有着良好的光催化抗菌性^[12,13]。鉴于此,本工作除探讨氧通量、溅射功率及溅射时间等工艺参数对 Al_2O_3 薄膜的沉积率、微观结构与表面形貌、光学性能的影响规律与作用机理之外,还将探索 Al_2O_3 薄膜的抗菌特性,以便为优化制备不同特性的 Al_2O_3 薄膜提供理论支撑与实验参考。

1 实验方法

本实验的 Al_2O_3 薄膜以 Al_2O_3 粉末为靶材(将纯度为99.99%的 Al_2O_3 粉末均匀平铺在水平放置的靶材支承盘内,并用不锈钢圆柱辊碾压粉末表面,得到表面平整,厚度均匀的粉末靶材),采用射频磁控溅射法制得^[11],所用电源为CESAR®射频电源,频率13.56 MHz,最大功率600 W; Ar气工作压强为0.2 Pa,靶基距为130 mm条件下,调整氧通量、溅射功率与溅射时间等参量,在玻璃基体上制备不同属性的 Al_2O_3 薄膜。

Al_2O_3 薄膜厚度测试采用D-100型探针轮廓仪,其探针曲率半径为2 μm ,探针测量力为0.03 mg; Al_2O_3 薄膜的透光率采用UV-2802S型紫外线-可见光光度计经双光路测得; Al_2O_3 薄膜表面形貌采用CSPM5500型扫描探针原子力显微镜(AFM),以接触模式观察,扫描频率均为4 Hz;采用XPert Pro型Cu靶激发X射线衍射仪(XRD)对薄膜试样进行物相结构分析。

本研究的抗菌实验以最为典型的大肠杆菌(*Escherichia coli*, *E.coli*)与金黄色葡萄球菌(*Staphylococcus aureus*, *S.aureus*)作为受试菌种,分别采用自然光照与遮光处理进行菌悬液振荡培养,以平板计数法对 Al_2O_3 薄膜抗菌性进行检测。用接种环取菌,放入有液体培养基的锥形瓶中,于漩涡振荡器上振荡2 min,制成菌悬液;将菌悬液平分倒入分别放有灭菌后的试样、玻璃片和没放任何样品的锥形瓶中,放入恒温振荡培养箱中,培养24 h;取出经24 h培养的菌悬液,经缓冲液同比率稀释后,移液至铺有固体培养基的平皿中;将培养皿(直径90 mm)放到37 $^\circ\text{C}$ 恒温培养箱中,培养24 h,后取出观察计数;获得对照样品空玻璃片与薄膜样品中的菌落数量,2者的差值与对照样品菌落数量之比即为杀菌率R。

2 实验结果及分析

2.1 Al_2O_3 薄膜沉积速率

表1为本研究中 Al_2O_3 薄膜的不同制备工艺及

表 1 Al₂O₃ 薄膜的溅射工艺及结构与光学性能Table 1 Sputtering processes, structures and optical properties of Al₂O₃ films

Sample No.	P_t W	Q_{O_2} mL·min ⁻¹	t_s h	h_f nm	v_s nm·h ⁻¹	d_p nm	R_s nm	T_v %	E_g eV
1	300	0	3	80.4	26.8	87.3	1.3	82.70	3.90
2	300	1	3	67.3	22.4	45.2	0.6	84.60	4.11
3	300	2	3	54.9	18.3	34.2	0.4	90.80	4.20
4	500	0	3	288.9	96.3	106.8	2.9	82.20	3.95
5	500	1	3	251.1	83.7	54.3	0.8	85.50	4.12
6	500	2	3	184.6	61.5	49.2	0.2	90.80	4.21
7	500	0	11	1597.1	145.2	137.3	3.2	70.49	3.85
8	500	1	11	1271.1	115.6	75.4	2.4	74.65	3.90
9	500	2	11	719.1	65.6	67.6	1.8	79.75	3.87

Note: P_t —sputtering power, Q_{O_2} —oxygen flow, t_s —sputtering time, h_f —film thickness, v_s —sputtering rate, d_p —particle diameter, R_s —surface roughness, T_v —visible transmittance, E_g —band gap

其结构与光学特性. 可以明显看出, 在溅射时间不变的条件下, O₂ 通入量的增加降低了薄膜沉积速率. 在工作压强不变的情况下, O₂ 量的增加使得靶表面 O 含量增加, 靶体导电性变差, 绝缘性增加. 溅射发生时, Ar⁺ 在靶表面聚集, 使得相同功率下, 靶体上实际参与溅射的电位差变小, 因而靶的溅射速率下降^[4]. 与溅射功率为 300 W 时相比, 功率为 500 W 时, 等离子体能量增大, 靶材的溅射率提高, Al₂O₃ 薄膜沉积速率相应提高, 并且薄膜的沉积速率随着 O₂ 通入量的增大而减小, 减小的趋势更加明显. 随着功率的增加, 薄膜沉积率受 O₂ 量变化的影响越大. 这是因为, 功率增大, 在靶体表面聚集的 Ar⁺ 增多, 导致靶体上实际参加溅射的电位差更小.

此外, 随着溅射时间的增长, Al₂O₃ 薄膜的沉积速率增加; 而通 O₂ 量增加, 薄膜沉积速率随时间增加速率变低. 原因是随着溅射时间的增加, 等离子体中氧流失增加(O 原子较轻, 平均自由程比较重的 Al 原子大, 较之易从等离子体中流失^[15]; 另外, 氧有可能以负氧离子形式存在于等离子体中, 受磁控电场排斥作用, 也易于流失), 靶表面原子计量比中氧缺乏, 靶的导电性增加, 溅射速率加大, 薄膜的沉积速率随时间增长而增大. 随着 O₂ 通入量的增大, Al₂O₃ 薄膜溅射速率随溅射时间增大而增大的趋势降低, 也说明等离子体中氧含量是影响靶的溅射速率及薄膜沉积速率的关键. 向等离子体中通 2 mL/min (Standard-state cubic centimeter per minute) O₂ 量, 几乎可使靶面的 Al/O 计量比与 Al₂O₃ 相

当, 因而薄膜的沉积速率只是略有增加.

2.2 Al₂O₃ 薄膜微观结构及形貌

不同工艺条件下所得到的薄膜 XRD 谱(图 1)中并没有观察到有关 Al₂O₃ 的衍射峰, 这说明 Al₂O₃ 薄膜为非晶态. 由于 Al₂O₃ 中的 Al-O 键结合力很强, 要想得到晶体 Al₂O₃ 薄膜, 加热温度须达到 400 °C^[5]. 尽管不同工艺条件下, Al₂O₃ 薄膜的结构不同, 但通常情况下, Al₂O₃ 在 500 °C 以下温度进行沉积, 主要为非晶结构. 在退火温度达到 1200 °C 后为 α -Al₂O₃; 在 500~1200 °C 之间, 为 α -Al₂O₃ 和 γ -Al₂O₃ 的混合相^[5]. 磁控溅射制备方法本身具有低温的特点, 而且在实验过程中并没有给基底进行加热, 制备温度较低, 因此薄膜为非晶态. 即使加大溅射功率、延长溅射时间, 也没有改变 Al₂O₃ 薄膜的非晶属性.

图 2 为溅射功率 500 W, 没有 O₂ 通入的条件下, 溅射 3 h (No.4 试样) 和 11 h (No.7 试样) 的 AFM 像. 不同参数影响规律列于表 1 中. 从表中可以看出, 随着 O₂ 通入量的增加, 薄膜厚度下降, 薄膜颗粒度与粗糙度均明显减小. 通常情况下, 薄膜越薄, 颗粒度及粗糙度均会越小. 原因与薄膜生长方式有关, 薄膜形成之初, 柱状颗粒形核以岛状形态存在^[7,8]. 薄膜生长时, 到达基体的吸附粒子会趋向于沉积在原有核上面, 而非沉积在 2 个核的空隙处. 只有当吸附粒子能量足以使其在基体表面扩散时, 沉积在颗粒核上的粒子才会扩散到 2 个颗粒的空隙处. 所以通常薄膜越薄, 其粗糙度越小, 即最高与最低处的差越小^[8,9].

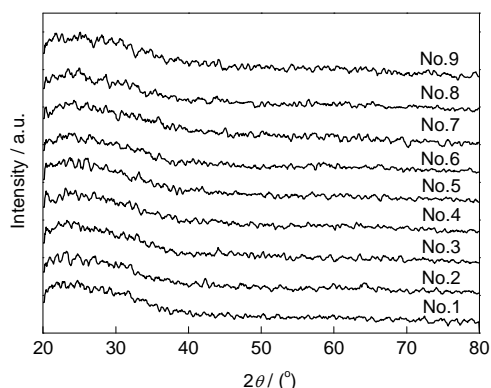


图1 Al_2O_3 薄膜的XRD谱
Fig.1 XRD spectra of Al_2O_3 films

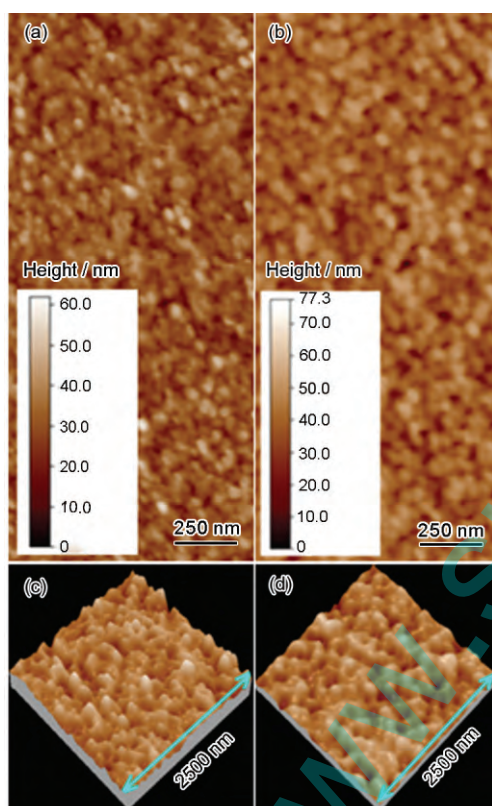


图2 没有 O_2 通入条件下制备的 Al_2O_3 薄膜的 AFM 像
Fig.2 AFM 2D (a, b) and 3D (c, d) images of samples No.4 (a, c) and No.7 (b, d)

薄膜生长过程中, 吸附粒子扩散能力与粒子能量有关, 即与靶功率有关(靶功率提供了等离子体中粒子的动能). 功率越高, 粒子能量越高, 扩散能力越强, 薄膜的粗糙度会下降, 致密度会增加. 而功率的增加会使薄膜的厚度增大, 即最高与最低处的差增大, 因而功率对薄膜粗糙度影响是双向的. 另外, 靶功率增大, 吸附粒子能量大, 在基体上形核率增加; 而功率大到一定程度时, 吸附粒子能量足够大, 使基体温度升高到足以使颗粒彼此合并. 本研究中,

前者是主导因素, 增大功率使薄膜形核率增大, 薄膜颗粒度减小. 从表1也可以看出, Al_2O_3 薄膜平均粒径与粗糙度均随溅射时间的增加而增大. 一方面, 随着沉积时间的延长, 多原子簇核出现合并和熟化, 从而导致稳定岛状颗粒尺寸变大^[8]. 另一方面, 不同阶段薄膜生长的物理机制存在较大的差异, 薄膜的表面粗糙度随时间的变化出现不同的生长指数^[10]. 随溅射时间增长, 会导致薄膜发生第二次乃至第三次形核及长大, 岛与岛也会聚合在一起, 使柱状颗粒合并长大. 需要指出的是, 由于所制备的薄膜为非晶态, 颗粒生长方向没有像晶体中那样受晶向的影响, 因此 O_2 通入量及功率是影响薄膜粗糙度及粒度的主要因素.

2.3 Al_2O_3 薄膜光学性能

图3为 Al_2O_3 薄膜(No.4 和 No.7 试样)的可见光区透光光谱. 根据透光光谱数据, 做 $\alpha^2-h\nu$ 关系曲线 (α 为吸收系数, $h\nu$ 为光子能量), 外推法做曲线的切线, 由切线与横坐标的截距得到薄膜的光学禁带宽度^[6], 连同各薄膜在 550~700 nm 波长之间的平均透光率列于表1中. 可以看出, 不同工艺条件下制备的 Al_2O_3 薄膜在可见光区均有着良好的透光性. 随 O_2 通入量增加, Al_2O_3 薄膜透光率升高, 禁带宽度变大. 因为 O_2 通量增加, 会补充溅射过程中 O 的流失, 降低 Al 过剩趋势, 使沉积所得到的薄膜的 Al/O 化学计量比更趋于标准 Al_2O_3 的计量比, 其绝缘性增大, 表现出更宽的带隙和更大的透光率.

表1也显示, 随着溅射功率增大, Al_2O_3 薄膜厚度增加, 对光的散射及吸收均增加, 其透射率下降^[17]; 随着溅射功率变化, Al_2O_3 薄膜的禁带宽度几乎没有改变. Al_2O_3 薄膜的透光属性随溅射时间的变化趋势也表现出类似的规律, 且有着更为明显的差

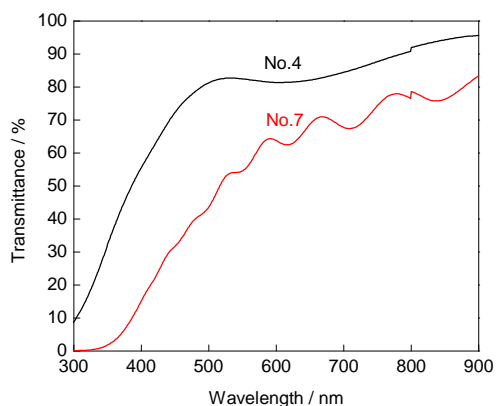


图3 没有 O_2 通入条件下制备的 Al_2O_3 薄膜的透光率图谱
Fig.3 Transmittance of Al_2O_3 films (samples No.4 and No.7)

别, 如图 3 所示, 溅射时间从 3 h 延长到 11 h, 伴随 Al_2O_3 薄膜的厚度明显增加其透光率也从 80% 以上降到 70%~80%。当然, 不同氧通入量的弥补作用也会随溅射时间的延长而差异性影响到薄膜的能带结构。

整体看, 本研究制备过程中不对基体进行加热, 所得的非晶态 Al_2O_3 薄膜禁带宽度在 4 eV 左右, 与廖国进等^[18]用反应磁控溅射制备的 Al_2O_3 薄膜禁带宽度(在 3.91~4.20 eV 之间)相近, 远小于晶态 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 块体材料(8 eV), 这是由于薄膜内部有很多缺陷, 这些缺陷形成了间带, 导致光学带隙减小^[19], 而这样的禁带宽度有望匹配太阳光谱完成一些光催化作用。

2.4 Al_2O_3 薄膜抗菌性能

没有任何样品的空白、玻璃片、 Al_2O_3 薄膜(No.4)的 24 h 抗菌效果如图 4 所示。从图中可以看出, 没有光照的条件培养(图 4a), 经过薄膜杀菌后的菌落数有所减少, 但并不明显, 统计后计算所得的抗菌率

仅为 10% 左右; 有光照的条件下(图 4b 和 c), Al_2O_3 薄膜抗菌率高达 95% 以上, 明显要高于没有光照条件下的抗菌率。

无机抗菌材料的抗菌机理可以分为两种: 一种是光催化抗菌, 另一种是金属离子溶出抗菌。材料不同抗菌机理不同, 而且不同环境下薄膜显示的抗菌主要机理也会不同。 Al_2O_3 薄膜在没有光照的情况下, 光催化作用不明显, 而溶出的金属离子没有有效地与细胞活性物质反应而破坏细胞的新陈代谢^[20], 仅能使薄膜达到一定的抑菌效果。本研究中的非晶 Al_2O_3 薄膜其光学带隙较低, 受到光线照射时, 价带上的电子受到激发可以越迁至导带, 形成高活性电子(e^-), 同时价带产生具有很强得电子能力的光生空穴(h^+)。 e^- 和 h^+ 可以直接与细胞的组成成分反应, 达到杀菌效果。而且, 在水溶液中还可以发生反应生成 $\cdot\text{OH}$ 、 H_2O_2 和 O_2 等含氧小分子活性物种。它们可以穿透细菌类的细胞壁, 阻断细胞的传输功

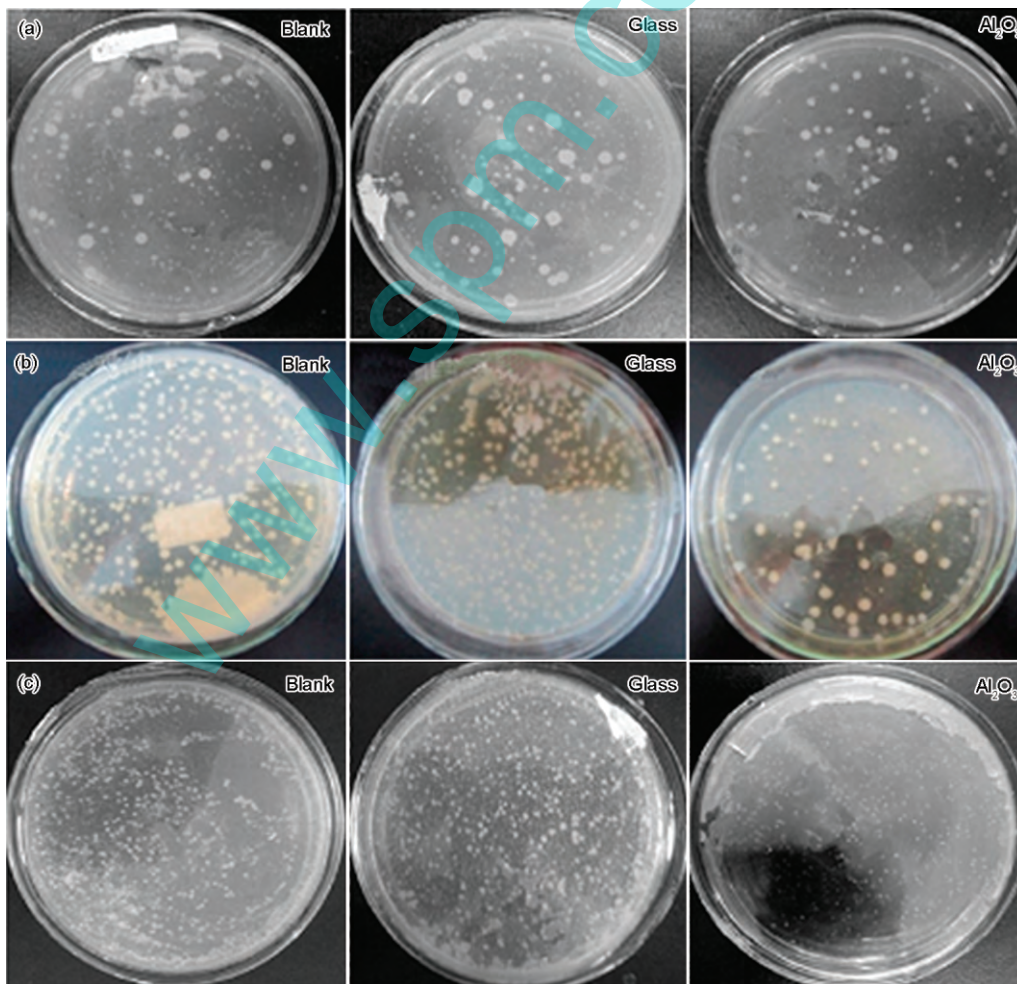


图 4 No.4 工艺条件下制备的 Al_2O_3 薄膜的 24 h 抗菌效果

Fig.4 Antibacterial effects of No.4 Al_2O_3 films after 24 h culture at 37 °C

(a) without light (*E.coli*) (b) with light (*E.coli*) (c) with light (*S.aureus*)

能,从而,进一步起到杀菌效果^[12,13].与非晶 Al_2O_3 薄膜相比,无论是否光照,空白及玻璃片实验几乎都没有观测到抗菌效果(图4),进一步表明,非晶 Al_2O_3 薄膜的抗菌效果来源于其合适的能带结构导致的光催化效应.

图4b和c也给出在有光照的条件下 Al_2O_3 薄膜对大肠杆菌和金黄色葡萄球菌抗菌效果对比,可以看出, Al_2O_3 薄膜对2种菌种都有较好的抗菌性.其中,薄膜对金黄色葡萄球菌的抗菌率(98.6%)要略高于对大肠杆菌的抗菌率(96.9%).大肠杆菌是革兰氏阴性菌,而金黄色葡萄球菌是革兰氏阳性菌.因此,一方面,这可能是由于,大肠杆菌的细胞壁和金黄色葡萄球菌的细胞壁组成不同.大肠杆菌的细胞壁较厚,保护作用要强于金黄色葡萄球菌.另一方面,这可能是由于大肠杆菌的pI等电点(isoelectric point)值为4~5,金黄色葡萄球菌的pI等电点值为2~3^[21,22].所以中性环境下,金黄色葡萄球菌更易带负电,而氧化物薄膜表面带正电,更易吸附,所以抗菌性更好.

3 结论

(1) O_2 通入量增大(0~2 mL/min),非晶 Al_2O_3 薄膜的沉积速率降低,表面粗糙度与颗粒度均降低,禁带宽度增大,透光率增大.

(2) 溅射功率增大(300和500 W),非晶 Al_2O_3 薄膜沉积速率加快,表面粗糙度增大,颗粒度减小,禁带宽度增大,而透光率下降.

(3) 溅射时间增长(3和11 h),非晶 Al_2O_3 薄膜沉积速率升高,表面粗糙度及颗粒度均增大,禁带宽度变窄,透光率下降.

(4) 非晶态 Al_2O_3 薄膜24 h光照抗菌率最高可达98.6%,体现出良好的光催化抗菌性.

参考文献

- [1] Bhaisare M, Misra A, Waikar M, Anil K. *Nanoscale Nanotechnol Lett*, 2012; 4: 645
- [2] Panja R, Roy S, Jana D, Maikap S. *Nanoscale Res Lett*, 2014; 9: 692
- [3] Zhu L Q, Liu Y H, Zhang H L, Xiao H, Guo L Q. *Appl Surf Sci*, 2014; 288: 430
- [4] Zhang J K. *Master Thesis*, Xi'an Technological University, 2010 (张继凯.西安工业大学硕士学位论文,2010)
- [5] An J C, Liao H, Mei F J, Wang J Q, Li S Z. *J Yunnan Normal Univ (Nat Sci Ed)*, 2013; 33(2): 20 (安家才,廖华,梅凤娇,王建秋,李石周.云南师范大学学报(自然科学版),2013;33(2):20)
- [6] Xu K F, Zhu H, Sun Z H, Lin J, Liu Z. *China Print Packag Study*, 2009; (01): 92 (徐克非,朱鸿,孙智慧,林晶,刘壮.中国印刷与包装研究,2009;(01):92)
- [7] Reddy B P, Ganesh K S, Hussain O M. *Appl Phys*, 2016; 122A: 128
- [8] Zheng W T. *Thin Film Materials and Technologies*. Beijing: Chemical Industry Press, 2008: 109 (郑伟涛.薄膜材料与薄膜技术.北京:化学工业出版社,2008:109)
- [9] Waykar R G, Pawbake A S, Kulkarni R R. *J Mater Sci: Mater Electron*, 2016; 27: 1134
- [10] Zhou X Y. *PhD Dissertation*, Shanghai Jiao Tong University, 2009 (周细应.上海交通大学博士学位论文,2009)
- [11] Kelly P J, Zhou Y W. *J Vac Sci Technol*. 2006; 24A: 1782
- [12] Podporska-Carroll J, Panaitescu E, Quilty B, Wang L, Menon L, Pillai S C. *Appl Catal*, 2015; 176B: 70
- [13] Ibanescu (Busila) M, Musat V, Textor T, Badilita V, Mahtig B. *J Alloys Compd*, 2014; 610: 244
- [14] Zhang Y C, Tan X H, Ma S G. *Vacuum Coating Technology*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009: 170 (张以忱,谭小华,马胜歌.真空镀膜技术.北京:冶金工业出版社,2009:170)
- [15] Chambers A, Fitch R K, Halliday B S. *Basic Vacuum Technology*. 2nd Ed., London, UK: IOP Publishing Ltd., 1998: 10
- [16] Liu C S. *Opto-Electron Eng*, 2011; 38(4): 48 (刘昶时.光电工程,2011;38(4):48)
- [17] Xiao Q, Wang R, Xu L, Kang W M, Wu F, Li M C, Yin X Z. *J Yunnan Univ (Nat Sci Ed)*, 2012; 34: 679 (肖琪,王瑞,徐磊,康卫民,吴凡,李明超,殷翔芝.云南大学学报(自然科学版),2012;34:679)
- [18] Liao G J, Luo H, Yan S F, Dai X C, Chen M. *Acta Phys Sin*, 2011; 60: 229 (廖国进,骆红,闫绍峰,戴晓春,陈明.物理学报,2011;60:229)
- [19] Costina I, Franchy R. *Appl Phys Lett*, 2001; 78: 4139
- [20] Najma S, Humza E, Arayne M S, Haroon U. *Quim Nova*, 2011; 34: 186
- [21] Duan X, Xu X L, Huang C, Yi Z G, Zhu W J, Wang L, Zhou Z W, Fan X M. *Funct Mater*, 2010; 41(S3): 496 (段愷,徐晓玲,黄承,易志刚,朱文君,王立,周祚万,范希梅.功能材料,2010;41(S3):496)
- [22] Qu M L, Jiang W C. *Text Aux*, 2004; 21(6): 45 (曲敏丽,姜万超.印染助剂,2004;21(6):45)

(责任编辑:毕淑娟)