

[补充信息]

高温快速退火制备 AgNPs/SiO₂ 中保温时间对粒径和形貌的影响

徐艳茹¹, 汪燕青^{2,✉}, 陈焕明², 马 骏², 侯 毅²

1 宁夏大学机械工程学院, 银川 750021

2 宁夏大学物理与电子电气工程学院, 银川 750021

[Supplementary Information]

Effect of Holding Time on Particle Size and Morphology of AgNPs/SiO₂ Prepared by Rapid Thermal Annealing Method

XU Yanru¹, WANG Yanqing^{2,✉}, CHEN Huanming^{2,✉}, MA Jun², HOU Yi²

1 School of Mechanical Engineering, Ningxia University, Yinchuan 750021, Chin

2 School of Physics and Electronic-Electrical Engineering, Ningxia University, Yinchuan 750021, China

实验试剂与仪器

耐高温石英片(原料 JGS2, 高纯度二氧化硅, 含量大于 99.999%, 尺寸规格 10 mm×10 mm×2 mm); 高纯白银靶材(纯度 99.99%); 龙胆紫(福晨天津化学试剂有限公司, 分析纯)。

真空快速退火炉(RTP-1200 型, 韩国 ECOPIA); 离子溅射镀膜机(MCM-100 型, 韩国赛可有限公司); 共聚焦激光显微拉曼光谱仪(DXR, 美国赛默飞集团); 热场发射扫描电子显微镜(QUANTA250, 美国 FEI 公司); 固定角椭偏仪(M-2000V, 美国 J. A. Woollam 公司)

离子溅射银膜厚度的测量与控制

本实验中将银膜厚度控制为 7 nm。膜厚由溅射时长控制。已知离子溅射镀膜膜厚 d 与电压 V 、电流 I 以及溅射时间 t 成正比函数关系: $d=kIVt$ 。其中 k 是取决于溅射金属和所充气体的比例系数。利用 M-2000V 固定角椭偏仪对溅射一定时间的金/银膜厚度进行测试, 确定溅射速率。溅射 31 s 得到的银膜经椭偏仪测定厚度为(18.822±0.988) nm, 溅射速率为 36.43 nm/min。溅射 18 s 得到的金膜厚度测定为 10±0.186 nm, 溅射速率为 33.3 nm/min。当溅射时间控制为 12 s 时, 可得到厚度约为 7 nm 的银膜。

纳米银等离子体基底的高温快速退火制备过程

1. 先后用酒精、去离子水超声清洗石英片; 2. 石英片自然晾干后置于离子溅射镀膜机中喷银 12 s; 3. 将溅射银膜后的石英片转移到真空快速退火炉中, 抽真空至 0.133 Pa, 至 900 °C 后分别保温 15 s, 1 min, 5 min 和 10 min, 如图 S1 所示, 随炉自然冷却到室温后取出。

本实验中所使用的 RTP-1200 型号退火炉使用红外卤素钨灯作为加热光源，样品置于钽金属样品台上。仪器升温 and 降温速度非常快，可以 $25\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 速度升温至 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，停止加热后从 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 降温到 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 也仅需 50 s 。从基本原理和前期实验来看，银膜向纳米银的转变是依赖扩散的热激活过程，温度低于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时，转变过程将由于动力学条件不足而极大放缓甚至停止，因此可以将样品在高温时的形貌保留到低温，方便直接观察样品转变中的过程。

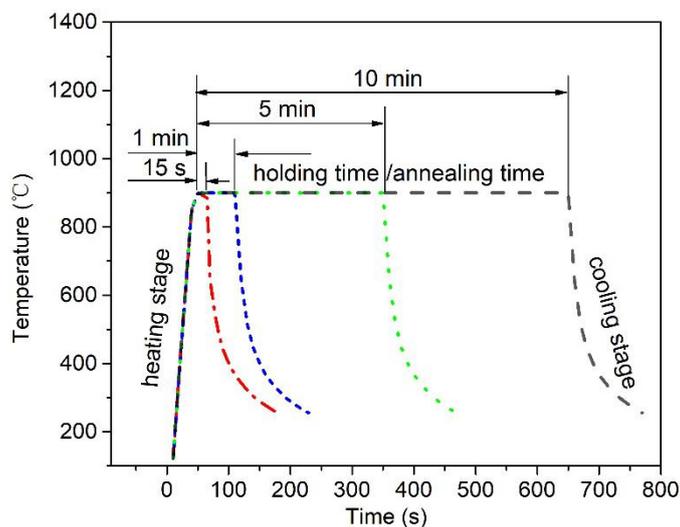


图 S1 退火温度随时间的变化

Fig. S1 The variation of annealing temperature with time

龙胆紫表面增强拉曼光谱的检测

将龙胆紫依次配置成 10^{-3} 、 10^{-4} 、 10^{-5} 、 10^{-6} 、 10^{-7} 、 10^{-8} mol/L 的水溶液；将退火 5 min 的纳米银等离激元基底浸没到龙胆紫水溶液中 2 h ，使基底上纳米银粗糙表面充分吸附龙胆紫分子；然后使用拉曼光谱仪检测基底上龙胆紫分子的表面增强拉曼光谱，测试条件为：激光波长 532 nm ，功率范围为 $0.1\sim 1\text{ mW}$ ，通过调节功率以降低激光对基底的加热并取得最佳测试效果，积分时间设置为 15 s 。