水溶液法制备图案化 TiO_2 薄膜梁 山^{1,*} 薛群基² 崔玉红¹ 赵占芬¹⁽¹⁾ 天津科技大学理学院, 天津 300457; ⁽²⁾ 中国科学院兰州化学物理研究所, 固体润滑国家重点实验室, 兰州 730000)

摘要: 从硫酸钛 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 的水溶液出发, 采用化学浴沉积和电沉积法来制备图案化 TiO_2 薄膜. 通过硫酸和双氧水来稳定 Ti^{4+} , 配制了 pH=1.0 的硫酸钛溶液和 pH=1.6 的过氧硫酸钛溶液. 结合微接触印刷术在硅基底上制得自组装膜预图案, 再化学浴沉积 TiO_2 即可得规则图纹. 无机配体对钛溶液的稳定性和 TiO_2 的晶型均有影响, 溶液的酸度关系到所得图案的质量. 过氧硫酸钛溶液同样适用于电沉积, 在导电玻璃基底上旋涂光刻胶后选择性曝光、显影, 通过控制阴极电位可获得高差达 200 nm 的清晰图案.

关键词: TiO_2 ; 硫酸钛; 过氧硫酸钛; 图案化; 化学浴沉积; 电沉积

中图分类号: O647; O649

Patterning of TiO_2 Thin Films Prepared from Aqueous SolutionsLIANG Shan^{1,*} XUE Qun-Ji² CUI Yu-Hong¹ ZHAO Zhan-Fen¹⁽¹⁾ College of Science, Tianjin University of Science and Technology, Tianjin 300457, P. R. China; ⁽²⁾ State Key Laboratory of Solid Lubrication, Lanzhou Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, P. R. China)

Abstract: TiO_2 thin films were patterned from an aqueous solution containing $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ by chemical bath deposition and electrochemical deposition methods. Two titanium precursors were prepared, a titanium sulfate solution (pH=1.0) and a peroxotitanium sulfate solution (pH=1.6), and these solutions were stabilized by sulfuric acid and hydrogen peroxide, respectively. Pre-patterned self-assembled monolayers (SAMs) were micro-contact printed on silicon substrates and were then immersed in the chemical bath for deposition to obtain the ordered TiO_2 patterns. The inorganic ligands affect the solution stability and the crystallinity of the TiO_2 films. The aqueous acidity affected the quality of the patterned films. A peroxotitanium sulfate solution was also used for patterning on the conductive glass of indium tin oxide by electrodeposition. The photoresist was ready for deposition after spin-coating, exposure, and development. Finally, clear patterns with a height of 200 nm were fabricated by controlling the cathode potential.

Key Words: TiO_2 ; Titanium sulfate; Peroxotitanium sulfate; Patterning; Chemical bath deposition; Electrodeposition

微图案材料的制备已成为光学、传感器、电子和信息存储等领域的重要研究方向^[1-2]. TiO_2 薄膜因其在环保和能源两大领域的应用而备受关注^[3], 图案化 TiO_2 薄膜的制备已成为近年来研究的热点^[4-5]. 无机水解法制备的 TiO_2 价格低廉, 环境友好, 便于工业推广. Ti^{4+} 极易水解, 这使得在 TiO_2 的制备过程中

要严格控制其水解速率, 使 Ti^{4+} 温和地水解. 一般来讲, 通过调节溶液的 pH 值控制溶液的酸度可抑制水解. 如以 TiCl_4 水解法制备 TiO_2 薄膜需控制溶液的 H^+ 浓度为 $4\text{--}6\text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ ^[6-7]. 另外, 溶液中的配体对钛盐的稳定性也有影响. H_2O_2 是一种清洁的配体, 引入到 TiCl_4 体系后可使溶液的 pH 升高至 1.2–1.5^[8].

Received: August 27, 2009; Revised: October 26, 2009; Published on Web: December 8, 2009.

*Corresponding author. Email: liangshan@tust.edu.cn; Tel: +86-22-60600814.

The project was supported by the Scientific Research Launching Foundation for Introduced Talents in Tianjin University of Science and Technology, China (20080433).

天津科技大学引进人才科研启动基金(20080433)资助项目

© Editorial office of *Acta Physico-Chimica Sinica*

在工业生产中,加入合适的配体可降低过强酸环境对生产设备的苛刻要求.本文以硫酸钛($\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$)为原料,制备了图案化 TiO_2 薄膜.比较了 H_2SO_4 和 H_2O_2 作为配体时两种溶液沉积行为的差异.

基底与液体中沉积颗粒的相互作用是决定所得薄膜的粘附、厚度、密度等性质的重要因素,甚至是能否获得薄膜的关键.通过在表面组装带有不同官能团的自组装膜(SAMs),可以控制无机颗粒在表面的沉积行为^[9].本文利用氨基、甲基、磺酸基的三种不同荷电的 SAMs 表面的差异成功制备出图案化 TiO_2 薄膜.

我们提出的硫酸钛法化学浴沉积制备图案化 TiO_2 薄膜,节能环保,操作简单.其中的过氧硫酸钛溶液也可用于电化学沉积制备图案化 TiO_2 薄膜.

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

表面形貌显微镜(Micro XAM, PHASE SHIFT, USA), zeta 电位用动力学光散射仪(Zetasizer Nano ZS ZEN 3600, UK), CHI660 电化学工作站(上海辰华仪器公司), KW-4A 匀胶机(鑫有研电子科技(北京)有限公司), CA-A 型接触角测量仪(Kyoma Scientific Co. Ltd., Japan), 160 W 高压汞灯.

十八烷基三氯硅烷(OTS, 95%, Acros Organics, Belgium), 3-氨丙基三乙氧基硅烷(APTS, 99%, Acros Organics, Belgium), 3-巯丙基三乙氧基硅烷(SPTS, 95%, Alfa Aesar, USA), 聚二甲基硅氧烷(PDMS, SylgardTM 184, Dow Corning, USA), $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ (化学纯,中国医药集团上海化学试剂公司), H_2O_2 (化学纯, 30%, 三木集团), 紫外正型光刻胶(BP212, 北京科华微电子材料有限公司).

p -Si(100)单晶硅片(有研半导体有限公司), 氧化铟锡导电玻璃(ITO, 电阻为 $4\sim 7\ \Omega\cdot\text{cm}$).

1.2 化学浴沉积法制备图案化 TiO_2 薄膜

1.2.1 微图案化复合 SAMs 的制备

以微接触印刷法在单晶硅基底上制备有规则条纹的甲基/羟基(OTS/OH)图案.将具有图案的 OTS/OH SAM 基底浸入 APTS 的正己烷溶液中组装半小时,得图案化的甲基/氨基(OTS/APTS)SAMs;将 OTS/OH 图案浸入到巯基硅烷的正己烷溶液组装 30 min,再于 30%(w) H_2O_2 /过氧乙酸的混合溶液中 $45\ ^\circ\text{C}$ 下反应 60 min,进行端基(—SH)的原位磺酸化处理,得图案化的甲基/磺酸基(OTS/SPTS) SAMs.详细步骤可

参阅文献^[10,11].

1.2.2 图案化 TiO_2 薄膜

配制 $10\ \text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ 的 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 水溶液,用浓硫酸调节至 $\text{pH}=1.0$,得无色透明硫酸钛溶液;按 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$: H_2O_2 摩尔比为 1:2 的比例配制相同浓度的钛盐溶液,用稀硝酸调节至 $\text{pH}=1.6$,得橙黄色的过氧硫酸钛溶液.将图案化的 SAMs 基底分别浸入上述两种溶液, $80\ ^\circ\text{C}$ 沉积 30 min,更换新鲜溶液后再次沉积,二次蒸馏水洗净,氮气吹干,即获得图案化 TiO_2 薄膜.

1.3 电化学沉积制备图案化 TiO_2 薄膜

将光刻胶用丙酮稀释(体积比 1:4)后,旋涂于 ITO 基底上,转速控制在 $3500\sim 4000\ \text{r}\cdot\text{min}^{-1}$.将涂敷好的基底于 $90\ ^\circ\text{C}$ 下预烘 30 s,使溶剂迅速挥发.接着,盖上光掩模置于紫外灯下光照 10 min,曝光后的基底浸入四甲基氢氧化铵中显影 3~5 min,得到具有条纹图案的光刻胶膜.配制 $10\ \text{mmol}\cdot\text{L}^{-1}$ 过氧硫酸钛溶液,调节 $\text{pH}=1.8$.有光刻胶预图案的 ITO 作为工作电极,铂丝为对电极,饱和甘汞电极为参比电极.采用阴极电沉积法沉积不同的时间,沉积电位 $E=-1.1\ \text{V}$.沉积结束后,将薄膜于 $500\ ^\circ\text{C}$ 煅烧,去除光刻胶,同时使薄膜晶化.

2 结果与讨论

2.1 钛源的选择

常见的四价无机钛盐有 TiCl_4 、 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 、 TiOSO_4 、 $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$. Ti^{4+} 的电子结构为 $3d^0$,配位数为 6.配位不饱和度是决定 Ti^{4+} 稳定性的首要因素,配位不饱和度越大越容易发生水分子的亲核加成反应,发生水解^[12].对于 $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$ 分子中有六个 F⁻参与配位,配位不饱和度为 0,所以 $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$ 非常稳定,以至于需要加入与 F⁻络合能力更强的 H_3BO_3 或 Al,才能缓慢的释放出 Ti^{4+} ,从而发生水解反应.以 $(\text{NH}_4)_2\text{TiF}_6$ 为原料制备 TiO_2 薄膜常称为液相沉积法,该法的图案化制备已见报道^[13~20]. TiCl_4 、 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 中 Ti^{4+} 的配位数均为 4,配位不饱和度为 2,因此二者的稳定性差一些.配位不饱和度相同时,配位离子的电负性越大,与中心金属离子的配位能力越好,水解也就相对要慢些.由平均电负性^[21~22]计算公式可得 SO_4^{2-} 和 Cl^- 的电负性分别为 2.29 和 0.54,得知 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 、 TiOSO_4 要比 TiCl_4 稳定. TiCl_4 非常容易水解,在普通实验室条件下操作,会剧烈地冒白烟,并在器壁上生成白色沉淀,这为 TiCl_4 的定量操作带来了困难.而 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$

是白色非结晶固体, 虽易潮解, 但比 TiCl_4 稳定得多, 便于称量和普通实验操作. 为此, 我们选用 $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2$ 为钛源.

2.2 配体稳定剂

按分电荷模型^[21-22]我们计算了几种阴离子配体在不同质子化状态时的平均电负性(见表1), 并绘制了电负性 χ -pH图(图1).

从图1中可以看出不同的质子化状态的几种阴离子与 Ti^{4+} 发生络合的pH范围, SO_4^{2-} : -6.12 - 11.39; H_2O_2 : -2.81 - 9.14; NO_3^- : -9.01 - 0.48. 硫酸钛溶液加入硫酸以调节pH值, 较低的pH值和 SO_4^{2-} 的配位能力都起到了稳定溶液的作用. pH=1.0时硫酸主要以 HSO_4^- 和 SO_4^{2-} 的形式参与配位. 过氧硫酸钛溶液中加入的 H_2O_2 则主要是以 HO_2^- 和 H_2O_2 的形式参与配位, 而 NO_3^- 在pH=1.6时仅是以游离态存在于溶液中, 不会参与配位, 自然不会随着沉积的进行而进入薄膜. H_2O_2 是一种清洁的配体, 在薄膜的高温煅烧过程中即可分解除去, 不会引入杂质.

2.3 溶液酸度对薄膜图案化的影响

溶液中 TiO_2 的纳米颗粒在不同表面的沉积行为取决于纳米颗粒与表面的相互作用力. 根据DLVO(Derjaguin, Landau, Verwey and Overbeek)理论^[23], 界面处的总能量可以分为三个部分: (1) 静电作用; (2) 范德华作用, 一般为吸引力; (3) 水合作用力. 其中静电作用力常对沉积过程起主导作用. 在酸性溶液中, APTS表面的氨基会质子化, 使得表面带正电荷, 且酸性越强带电量越多. OTS甲基表面带电较少, 对pH值变化无明显响应. 对于SPTS磺酸基表面, 即使在强酸性溶液中也可电离为 $-\text{SO}_3^-$, 从而使表面带负电荷^[6].

图2给出了两种酸度条件下不同表面上沉积所得图案的轮廓图. 溶液的酸性对缓慢水解的 TiO_2 纳米颗粒和SAMs表面的带电状况都会产生影响. 在pH=1.0的酸性溶液中, TiO_2 颗粒带正电荷, 表面电位为 (25 ± 5) mV. 此时的氨基 $-\text{NH}_2$ 表面的质子化程度

图1 阴离子配体的电负性 χ -pH图

Fig.1 Electronegativity versus pH diagram for the complexation Ti^{4+} by monodentate anions

For example, the acidity range for complexation by nitrate ions is determined by values of $\chi(\text{NO}_3^-)$ and $\chi(\text{HNO}_3)$. n is the charge number with unprotonated ligand; X: anion group

为50%^[24], 这使得APTS表面与 TiO_2 的排斥力较强, 对颗粒的沉积起到了有效的抑制作用. 疏水OTS表面(表2)的 $\text{pK}_a \approx 3.0$ ^[24], 这样表面与颗粒间存在微弱斥力, 但长链SAM分子的范德华作用力也能保证沉积的顺利进行^[10-25]. 虽然在OTS表面沉积的本质原因还没有公认的结论, 但这一事实已被越来越多的实验所证实. Satoshi^[26]和Imai^[27]等利用异相成核原理, 在多种疏水表面制备了具有高比表面的金红石型 TiO_2 薄膜. Dutschke等^[28]认为增加聚合物表面的亲水性不是促进 TiO_2 在表面成核的必要条件, 亲疏水性只会影响基底与薄膜的粘附性能, 但并不妨碍沉积的可行性. 这样一来, OTS/APTS沉积行为的较大反差确保了清晰图案化薄膜的形成(图2, a-1). 图案条纹的宽度为 $6 \mu\text{m}$, 图案的高差约为30 nm. OH表面在pH=1.0时也会荷少量正电荷^[23-24], 但与溶液中颗粒还存在亲水相互作用, 从而会抵消部分的斥力, 对沉积的抑制作用降低, 因此OTS/OH表面沉积图案的高差降低. 对于SPTS表面与颗粒之间则是一种吸引作用, 这种作用使得SPTS与OTS具有一致的沉积行为, 沉积反差进一步降低, 条纹高差不明显, 边界模糊.

表1 不同质子化状态时阴离子配体的平均电负性(χ)

Table 1 Average electronegativities (χ) of anion ligand with different protonations

q	State	$\chi(\text{H}_q\text{SO}_4^{q-2})$	State	$\chi(\text{H}_q\text{NO}_3^{q-1})$	State	$\chi(\text{H}_q\text{O}_2^{q-2})^*$
0	SO_4^{2-}	2.286	NO_3^-	2.762	$\text{O}_2^{2-} \cdot 8\text{H}_2\text{O}$	2.390
1	HSO_4^-	2.641	HNO_3	3.078	$\text{HO}_2^- \cdot \text{H}_2\text{O}$	2.342
2	H_2SO_4	2.879	—	—	H_2O_2	2.712

q is the protonation number; * The first coordination sphere of anions define a solvated complex

表2 不同基底表面的接触角数据

Table 2 Contact angles on different substrate surfaces

Surface	Bare Si	APTS	OTS	SPTS
Terminal functional group	$-\text{OH}$	$-\text{NH}_2$	$-\text{CH}_3$	$-\text{SO}_3\text{H}$
Contact angle ($^\circ$)	5	51	108	10

APTS: 3-aminopropyltriethoxysilane; OTS: octadecyltrichlorosilane; SPTS: 3-sulfonatepropyltriethoxysilane

图 2 不同自组装膜图案化 TiO₂ 薄膜的三维形貌和截面图

Fig.2 Three dimensional (3D) morphologies and cross-sectional profiles of the patterned TiO₂ thin films on different SAMs

a, b denote the patterns prepared from titanium sulfate solutions (pH=1.0) and peroxotitanium sulfate solutions (pH=1.6). 1, 2, and 3 correspond to 3D patterns on SAMs of OTS/APTS, OTS/OH, and OTS/SPTS, respectively. r denotes cross section profile. The white lines in a-1, b-2 indicate the regions measured to obtain the cross sectional images shown in r-a-1 and r-b-2. All the as-deposited films were not washed by sonication.

当溶液的 pH=1.6 时, TiO₂ 颗粒的表面电位为 (10±5) mV, 表面 APTS 的质子化程度也相应降低, 表面带正电荷减少, 与 TiO₂ 的斥力变小, 与 pH=1.0 的 OTS/APTS 相比, 图案不再那么清晰. 此时, pH 从 1.0 到 1.6 的变化对 OH 表面的影响较小, 因而此时 OTS/OH 的图案反差变得最大, 图案高度为 20 nm. 而 OTS/SPTS 表面的图案几乎没有高差.

2.4 X 射线衍射(XRD)分析

图 3 为 700 °C 煅烧后 TiO₂ 薄膜的 XRD 图谱. pH=1.6 的过氧硫酸钛溶液沉积所得的 TiO₂ 为锐钛矿型. 而 pH=1.0 的硫酸钛溶液沉积的薄膜除了锐钛矿 TiO₂ 外, 还含有 TiO 相. 这可能是在硫酸钛溶液中过多的 HSO₄⁻ 或 SO₄²⁻ 参与配位, 且随沉积的进行 S 元素会进入薄膜, 这样在高温煅烧结晶过程中, TiO₂ 表面自由 -OH 位逐渐被 SO₄²⁻ 占据. 当温度超过 550 °C 时, SO₄²⁻ 分解, 从而生成了缺氧的 TiO 相^[29].

2.5 电沉积法制备图案化 TiO₂ 薄膜

过氧硫酸钛溶液不仅仅可以通过化学浴沉积来

制备 TiO₂ 薄膜, 而且适用于电化学沉积方法^[30]. 只需将过氧硫酸钛溶液的 pH 调节至 1.8–2.0, 即可进行阴极电沉积. 图 4 为以光刻胶为模板电沉积所得

图 3 700 °C 煅烧后 TiO₂ 薄膜的 XRD 图谱

Fig.3 X-ray diffraction patterns of the TiO₂ thin films calcined at 700 °C

The films prepared from pH=1.0 and pH=1.6 aqueous solutions.

□ TiO₂, JCPDS 78-2486; ○ TiO, JCPDS 65-2900

图4 ITO 基底上电沉积法制备 TiO_2 薄膜的光学(a)和原子力显微镜(b, 500 °C煅烧)图像

Fig.4 Optical image of the electrodeposited TiO_2 films on ITO substrate (a) and atomic force microscope profile of the film calcined at 500 °C (b)

的图案化 TiO_2 薄膜的图片, 可看出该方法可在大面积范围内获得图案化薄膜, 图形完整有序, 缺陷少, 选择性高. 条纹宽度约为 40 μm , 高度约为 200 nm. 传统去胶工艺常用强碱的稀溶液, 考虑到 TiO_2 薄膜需高温晶化, 而光刻胶可以高温下分解, 因此直接在高温下煅烧, 将结晶与去胶过程一步实现.

3 结论

以硫酸钛为原料, 配制了硫酸钛和过氧硫酸钛溶液, 采用化学浴沉积和电沉积两种方法来制备图案化 TiO_2 薄膜.

(1) H_2SO_4 和 H_2O_2 的加入对溶液起稳定作用. 过氧硫酸钛溶液制得的薄膜为单相锐钛矿 TiO_2 .

(2) 硫酸钛溶液化学浴沉积在 OTS/APTS 表面制备的 TiO_2 图案最为清晰; 过氧硫酸钛法在 OTS/OH 表面的图案较好.

(3) 过氧硫酸钛溶液还适用于电化学沉积制备 TiO_2 图案. 该法所得图案选择性好, 图案高差对比

明显, 可达 200 nm.

References

- Martin, C. R.; Aksay, I. A. *J. Electroceram.*, **2004**, **12**: 53
- Menard, E.; Meitl, M. A.; Sun, Y. G.; Park, J. U.; Shir, D. J. L.; Nam, Y. S.; Jeon, S.; Rogers, J. A. *Chem. Rev.*, **2007**, **107**: 1117
- Chen, X.; Mao, S. S. *Chem. Rev.*, **2007**, **107**: 2891
- Gao, Y. F.; Koumoto, K. *Cryst. Growth Des.*, **2005**, **5**: 1983
- Liang, S.; Chen, M. *Prog. Chem.*, **2008**, **20**: 1659
- Collins, R. J.; Shin, H.; DeGuire, M. R.; Heuer, A. H.; Sukenik, C. N. *Appl. Phys. Lett.*, **1996**, **69**: 860
- Shin, H.; Collins, R. J.; Deguire, M. R.; Heuer, A. H.; Sukenik, C. N. *J. Mater. Res.*, **1995**, **10**: 692
- Niesen, T. P.; Bill, J.; Aldinger, F. *Chem. Mater.*, **2001**, **13**: 1552
- Parikh, H.; De Guire, M. R. *J. Ceram. Soc. Jpn.*, **2009**, **117**: 228
- Liang, S.; Chen, M.; Xue, Q. J.; Qi, Y. L.; Chen, J. M. *J. Colloid Interface Sci.*, **2007**, **311**: 194
- Liang, S.; Chen, M.; Xue, Q. J. *Colloid. Surf. A*, **2008**, **324**: 137
- Wang, J. F.; Zhang, W. G. *Chem. World*, **2001**, **42**(1): 47 [王家芳, 章文贡. 化学世界, **2001**, **42**(1): 47]
- Koumoto, K.; Seo, S.; Sugiyama, T.; Seo, W. S.; Dressick, W. J. *Chem. Mater.*, **1999**, **11**: 2305
- Masuda, Y.; Sugiyama, T.; Koumoto, K. *J. Mater. Chem.*, **2002**, **12**: 2643
- Ozawa, N.; Yao, T. *Solid State Ionics*, **2002**, **151**: 79
- Masuda, Y.; Ieda, S.; Koumoto, K. *Langmuir*, **2003**, **19**: 4415
- Masuda, Y.; Saito, N.; Hoffmann, R.; De Guire, M. R.; Koumoto, K. *Sci. Technol. Adv. Mater.*, **2003**, **4**: 461
- Tokuhisa, H.; Hammond, P. T. *Langmuir*, **2004**, **20**: 1436
- Yang, P.; Yang, M.; Zou, S. L.; Xie, J. Y.; Yang, W. T. *J. Am. Chem. Soc.*, **2007**, **129**: 1541
- Zhao, W. K.; Fang, Y. L. *Acta Phys. -Chim. Sin.*, **2002**, **18**(4): 368 [赵文宽, 方佑龄. 物理化学学报, **2002**, **18**(4): 368]
- Hernry, M.; Jolivet, J. P.; Livage, J. *Struct. Bonding*, **1992**, **77**: 153
- Jolivet, J. P.; Henry, M.; Livage, J. *Metal oxide chemistry and synthesis: from solution to solid state*. Chichester: John Wiley & Sons, 2000: 183–208
- Shin, H.; Agarwal, M.; De Guire, M. R.; Heuer, A. H. *Acta Mater.*, **1998**, **46**: 801
- Shyue, J. J.; de Guire, M. R. *Langmuir*, **2004**, **20**: 8693
- Hoffmann, R. C.; Bartolome, J. C.; Wildhack, S.; Jeurgens, L. P. H.; Bill, J.; Aldinger, F. *Thin Solid Films*, **2005**, **478**: 164
- Satoshi, Y.; Hiroaki, I. *Chem. Lett.*, **2001**, **30**: 220
- Yamabi, S.; Imai, H. *Chem. Mater.*, **2002**, **14**: 609
- Dutschke, A.; Diegelmann, C.; Lobmann, P. *Chem. Mater.*, **2003**, **15**: 3501
- Yu, H.; Zhu, Y. H.; Liu, C.; Yang, Z. H.; Lu, X. H.; Feng, X. *Chin. J. Catal.*, **2009**, **30**(3): 265 [于 荟, 朱银华, 刘畅, 杨祝红, 陆小华, 冯 新. 催化学报, **2009**, **30**(3): 265]
- Yan, H. W.; Yang, Y. L.; Fu, Z. P.; Yang, B. F.; Xia, L. S.; Xu, Y. D.; Fu, S. Q.; Li, F. Q. *Chem. Lett.*, **2006**, **35**: 864