

[Note]

www.whxb.pku.edu.cn

微圆盘电极技术测定表面化学微加工时的约束刻蚀剂浓度分布

汤 傲^{1*} 马信洲¹ 何辉忠¹ 张 力¹ 林密旋¹
曲东升² 丁庆勇² 孙立宁²

(¹厦门大学化学化工学院化学系, 福建 厦门 361005; ²哈尔滨工业大学机器人研究所, 哈尔滨 150001)

摘要 利用微圆盘电极技术, 测定了 KBr-L-胱氨酸和硫酸组成的刻蚀溶液体系中 Pt 电极表面电化学氧化产生的刻蚀剂 Br₂ 浓度分布, 为约束刻蚀剂层技术 (CELT) 中刻蚀体系的选择和优化提供更直观的依据. GaAs 表面 CELT 微加工实验证明了用微圆盘电极测得的表面刻蚀剂的浓度分布趋势与微加工实验所得到的结果一致.

关键词: 约束刻蚀剂层技术, 微圆盘电极, L-胱氨酸, GaAs, 浓度分布

中图分类号: O646

Concentration Profile of Etchant Measured by Microelectrode Technique in the Process of Chemical Micromachining

TANG, Jing^{1*} MA, Xin-Zhou¹ HE, Hui-Zhong¹ ZHANG, Li¹ LIN, Mi-Xuan¹
QU, Dong-Sheng² DING, Qing-Yong² SUN, Li-Ning²

(¹Department of Chemistry, College of Chemistry and Chemical Engineering, Xiamen University, Xiamen 361005, P. R. China;

²The Institute of Robots, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China)

Abstract A carbon-disk microelectrode was used to investigate the surface concentration profile of etchant Br₂, which was electrogenerated on the Pt working electrode. The steady state reducing currents of Br₂ at different distances away from the Pt electrode was measured. The concentration profile was estimated from the current-distance variation curves as a function of different sampling times. Experimentally determined concentration profiles are in good agreement with those estimated from the microetching results. The microelectrode technique has offered a good method to choose suitable etching solution for chemical micromachining.

Keyword: Confined etchant layer technique (CELT), Microelectrode, L-cystine, GaAs, Concentration profile

约束刻蚀剂层技术 (confined etchant layer technique, 简称 CELT) 是一种新型的电化学微加工技术, 可以用来复制加工复杂三维微结构. 其基本原理如图 1 所示^[1], 模板电极通过(光)电化学反应不断产生刻蚀剂, 刻蚀剂在向溶液扩散途中与溶液中存在的捕捉剂发生均相化学反应而被捕捉, 即刻蚀剂被紧紧约束在模板电极表面很小的范围内, 当模板电极向基底靠近时可对基底产生刻蚀, 模板电极的图形

可以复制到基底上. 该方法的优势在于它是一种具有距离敏感性、控制保留量的刻蚀技术^[2], 可以加工出与模板互补的图形, 因此可用于批量复制加工复杂的三维微/纳图形; 另外其加工过程是基于约束刻蚀剂层与基底间的化学刻蚀作用, 是一个间接的电化学刻蚀过程, 因此 CELT 技术适用于金属、半导体以及绝缘体的表面微加工^[3-5].

刻蚀加工过程中的分辨率与捕捉剂的浓度以及

Received: September 27, 2005; Revised: November 14, 2005. * Correspondent, E-mail: jingtang@xmu.edu.cn; Tel: +86592-2185797.

国家高新技术发展规划(863 项目)(2002AA404170)和福建省自然科学基金计划资助项目(E0520001)

© Editorial office of Acta Physico-Chimica Sinica

捕捉反应速率常数有密切的联系,虽然在理论推导中^[1,6-7]近似推导得到准一级捕捉反应体系中约束刻蚀剂层厚度 $\mu=(D/k_s)^{1/2}$ (其中 k_s 为捕捉反应的准一级反应的速率常数, D 为刻蚀剂的扩散系数),但是实际的体系与理论模型有一定的差别.在实验中直接测量不同浓度组合的溶液体系中Pt电极表面产生刻蚀剂的浓度分布,从而了解捕捉剂对刻蚀剂的约束效果,对于选择最佳刻蚀溶液体系以达到合适加工分辨率具有重要意义.目前微电极方法已经被应用于约束刻蚀剂层浓度分布的测量^[8],它与其它常规的电化学方法相比具有独到之处,这是由于微电极所具有的小尺寸效应使其具有扩散传质速率高、响应极快、信噪比高等优点^[9-13].

L-胱氨酸(RSSR, $R=CH_2CHNH_2COOH$)为我们研究组最新采用的捕捉剂,它能够在n-GaAs的微加工过程中快速捕捉模板电极表面电化学反应生成的刻蚀剂 Br_2 .L-胱氨酸、KBr和硫酸所组成的刻蚀溶液体系可应用于n-GaAs表面实现亚微米级的微加工.刻蚀剂 Br_2 的产生和L-胱氨酸捕捉 Br_2 反应机理如下:

刻蚀剂的产生: $2Br^- \rightarrow Br_2 + 2e^-$

均相捕捉反应: $5Br_2 + RSSR + 6H_2O$

$2RSO_3H + 10H^+ + 10Br^-$

可以看出这个反应的机理是EC(均相催化反应)机理^[14].

本研究试图通过微圆盘电极方法对不同浓度的L-胱氨酸、KBr和硫酸混合刻蚀体系中电极表面产生的刻蚀剂 Br_2 浓度分布进行测量.而后将CELT技术应用于具体的n-GaAs表面微加工,通过微加工得到的分辨率可以估计捕捉剂对表面电产生的刻蚀剂的约束效果情况,并与微圆盘电极方法测定的结果进行比较.

1 实验设备与试剂

碳微圆盘电极根据文献^[15-17]报导的方法制备,其过程为:采用内径1mm、壁厚0.5mm、长度10cm左右的玻璃管,清洗并烘干;将其一端烧结,用镊子蘸取一根分散在丙酮溶液中的碳纤维,将其插入玻璃管内,而后将玻璃管抽真空同时把底部用酒精喷灯烧结一小段.然后插入一束比内径稍小的铜导线作为连线,利用银导电胶将Cu导线和碳纤维很好地结合在一起.然后分别用3、4、6号砂纸将玻璃管的前端和侧壁磨平、磨薄,最后分别用2.5、1.0、0.05 μm 的 Al_2O_3 抛光粉将微电极磨平,并通过在 $1 mol \cdot L^{-1} KNO_3 + 5 mmol \cdot L^{-1} K_4Fe(CN)_6$ 溶液中测定稳态扩散极限电流法计算碳微电极半径.当电位阶跃到0.6V时,已经达到了扩散控制的电位,此时的极限电流值为8.389nA,由微圆盘电极稳态扩散极限电流公式^[12], $I = 4nFD_0C_0r$ (其中, I 为稳态扩散极限电流, n 为电子传递数, F 为法拉第常数, D_0 为电活性物质的扩散系数,这里取 $6.5 \times 10^{-6} cm^2 \cdot s^{-1}$ ^[18], C_0 为电活性物质的本体浓度,这里为 $5 mmol \cdot L^{-1}$, r 为微圆盘电极的半径),计算得到半径 $r = 6.70 \mu m$.这个值比直接测量的值大,可能是由于电极表面粗糙引起的.

微圆盘电极实验是在自制四氟乙烯电解池中进行的,两个工作电极分别为直径2mm的Pt盘状大电极和碳微圆盘电极,参比电极为饱和甘汞电极(SCE),辅助电极为Pt丝电极,电位由双恒电位仪CHI814A控制,超精密微细电化学加工系统可分别对微圆盘电极进行x、y、z三个方向的精确定位,其中z方向的微动进给是通过压电陶瓷PZT微定位系统实现,精确度可达纳米级(50nm)分辨率,从而实现精确控制微圆盘电极与Pt块状电极之间的距离.同时这套电化学加工系统也被应用于表面微加

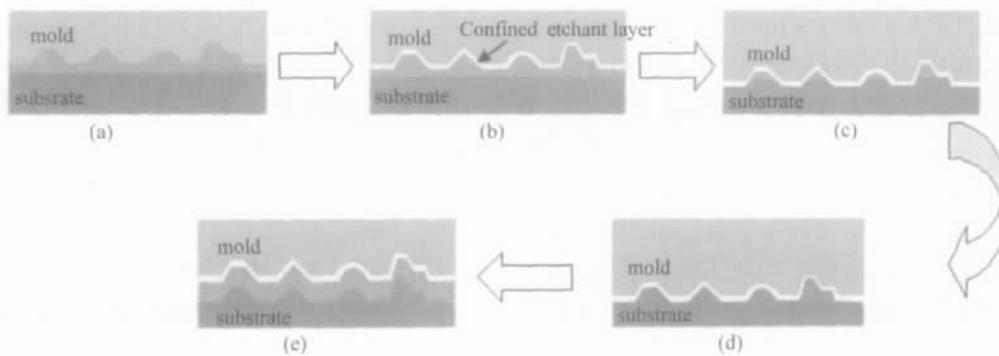


图1 约束刻蚀剂层技术的加工过程

Fig.1 The schematic illustration of the etching process by CELT

工的实验, 微加工实验中使用的模板电极为 Pt 微圆盘电极, 它的制备方法同碳微圆盘电极, Pt 圆盘直径由金相显微镜测得为 262 μm .

实验中的溶液均由分析纯化学药品(L-胱氨酸、 H_2SO_4 和KBr)溶解于超纯水中制备. 在n-GaAs上刻蚀加工后的表面形貌用金相显微镜 (Leica Q550MW) 进行分析表征. 实验前用 0.05 μm 的 Al_2O_3 抛光粉对电极进行抛光, 而后超声清洗, 从而保证实验的重现性. 所有实验均在室温(25 $^\circ\text{C}$)进行.

2 结果与讨论

2.1 Pt 电极在刻蚀溶液中的电化学行为的研究

根据上述的 CELT 技术原理, 选择合适的电极电位从而在模板电极表面产生刻蚀剂是 CELT 技术应用于刻蚀加工的关键步骤之一, 本研究首先利用电化学循环伏安技术研究不同浓度的 L-胱氨酸、KBr 和硫酸混合刻蚀溶液体系, 初步了解模板电极表面产生刻蚀剂 Br_2 以及后续匀相捕捉反应对电极电化学行为的影响. 图 2 中曲线 1-4 分别是抛光后的 Pt 块状大电极在不同刻蚀体系中的循环伏安曲线, 扫描速率为 50 $\text{mV} \cdot \text{s}^{-1}$.

图 2 曲线 1 的溶液组成为 8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ KBr+0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 , 从图中可以看出, 在未加入捕捉剂时, 0.9 V 附近出现一对可逆性的氧化还原峰, 且氧化峰与还原峰半峰电位差接近 60 mV, 这是因为 Br^- 首先在电极表面被氧化成为 Br_{ad} (Br_{ad} 为吸附的溴原子), 然后 Br_{ad} 复合成为 $\text{Br}_2^{[19]}$. 曲线 2 的溶液组成为 8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ L-胱氨酸+0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 , 可

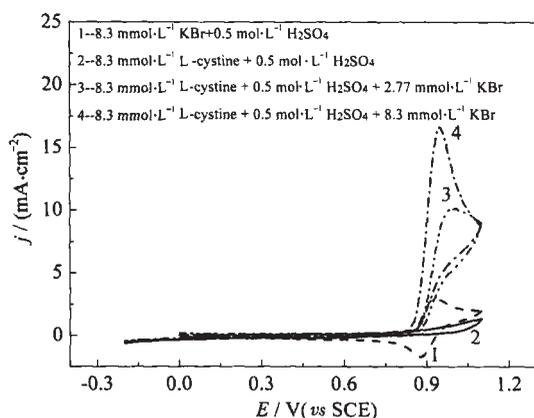


图 2 抛光 Pt 盘电极在不同溶液体系中的循环伏安曲线
Fig.2 Cyclic voltammogram of Pt polycrystalline electrode in the solution with different concentrations of L-Cystine, KBr and H_2SO_4 scan rate: 50 $\text{mV} \cdot \text{s}^{-1}$

以看出 L-胱氨酸自身的氧化电流很小, 这是由于 L-胱氨酸的电化学氧化速率很慢, 属于电子转移过程控制反应. 曲线 3 对应的溶液组成为 8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ L-胱氨酸+0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 +2.77 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ KBr, 由于捕捉剂和 KBr 的浓度比例为 3:1(下文简称为 3:1 体系), 而曲线 4 对应的溶液组成为 8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ L-胱氨酸+0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 +8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ KBr, 下文简称为 (1:1 体系). 从图 2 中曲线 3、4 可以看出, 加入 L-胱氨酸后, 在 0.9 V 附近氧化峰电流显著上升, 这表明 L-胱氨酸能够与 Br_2 发生快速的化学反应, 产生 Br^- 增加了电极表面 Br^- 的浓度, 使得氧化电流显著上升. 上述结果表明, L-胱氨酸对 Br_2 有着很好的捕捉能力.

2.2 碳微圆盘电极在刻蚀溶液体系中的电化行为研究

微圆盘电极实验原理示意图见图 3, 利用双恒电位仪在基底 Pt 工作电极加一电位, 使得 Pt 表面 Br^- 能够不断被氧化生成 Br_2 , 通过超精密微细电化学加工系统将碳微电极竖直放置在 Pt 电极的正上方, 在 Pt 电极上产生一个大的过电位, 此时, Br_2 的还原过程由传质控制. 由于微圆盘电极上的稳态扩散极限电流与检测物种浓度之间的正比关系, 因此可以通过稳态扩散极限电流测得在不同刻蚀溶液体系中距离 Pt 电极表面不同位置处的 Br_2 浓度. 对于特定的反应和微圆盘电极, 稳态扩散极限电流与被检测物种的浓度成正比, 所以极限电流的分布就可以反映溶液中某一反应物种的浓度分布. 本研究利用微圆盘电极方法对两个不同的体系进行浓度分布的测量并进行比较. 两个体系分别是 8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ L-胱氨酸+0.5 $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ H_2SO_4 +8.3 $\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ KBr (1:1

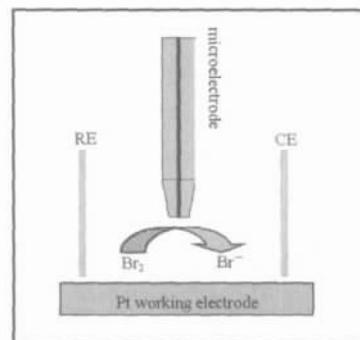


图 3 利用微圆盘电极检测约束刻蚀剂浓度分布的原理示意图
Fig.3 The principle of the amperometric measurement of the concentration profile of etchant Br_2 by carbon disk microelectrode

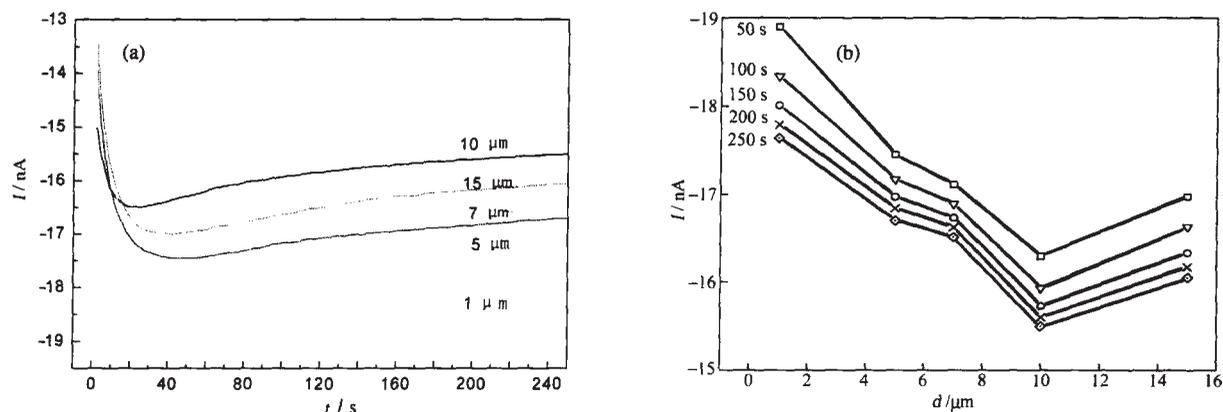


图 4 (a) 距离 Pt 电极表面不同距离时碳微圆盘电极上的极限扩散电流随时间变化的曲线, (b) 电流随距离变化的曲线
Fig.4 (a) The steady-state current of carbon microelectrode at different distances away from the Pt disk electrode
(b) variation of the microelectrode current as a function of distance(d) for different sampling times

The carbon microelectrode and Pt working electrode were set at 0.5 V and 1.0 V (vs SCE), respectively, the solution is
8.3 mmol · L⁻¹ L-cystine + 8.3 mmol · L⁻¹ KBr + 0.5 mol · L⁻¹ H₂SO₄ solution

体系)和 8.3 mmol · L⁻¹ L-胱氨酸+0.5 mol · L⁻¹ H₂SO₄+ 2.77 mmol · L⁻¹ KBr(3 1 体系).

由上述 Pt 电极在 KBr、L-胱氨酸和硫酸组成的溶液中电化学行为的研究, 可以利用双恒电位仪控制基底 Pt 电极的电极电位固定于 1.0 V. 超微电极的电位可定于 0.5 V, 这是利用碳超微盘电极测定 Pt 电极表面通过电氧化生成的刻蚀剂 Br₂ 浓度分布的较好电位条件. 图 4(a)和图 5(a)分别是在 1 1 体系和 3 1 体系中所测得的距离基底 Pt 电极不同距离处的稳态极限电流与时间的 I-t 关系曲线, 图 4(b)和图 5(b)则是两个体系分别在不同时间, 电流与距离的 I-d 关系曲线. 从图 4(a)和图 5(a)可以看到, 1 1 体系和 3 1 体系具有相同的规律: 距离 Pt 电极表面越

远电流值就越小 (负号代表的是阴极电流), 这反映了离基底 Pt 电极表面越远, Br₂ 浓度减小的趋势. 但 1 1 体系在 1~10 μm 的较大距离内电流值的变化比较均匀和缓慢, 即 Br₂ 的浓度分布范围比较大, 同时在这个距离内波动较小, 而在 3 1 体系中电流值在离电极表面 1.3~2.5 μm 范围内变化很大. 这是由于在 1 1 体系捕捉剂浓度小, 电极表面生成的刻蚀剂 Br₂ 未能与捕捉剂完全反应, 刻蚀剂约束效果较差, 而在 3 1 体系中捕捉剂的浓度是 KBr 的 3 倍, 电极表面产生的 Br₂ 向溶液扩散过程中很快的被捕捉剂捕捉, 因此 Br₂ 被约束在电极表面很薄的范围里. 图 4(b)和图 5(b)是分别从对应(a)图中不同的时间 50、100、150、200、250 s 取点作出的极限扩散电流随距

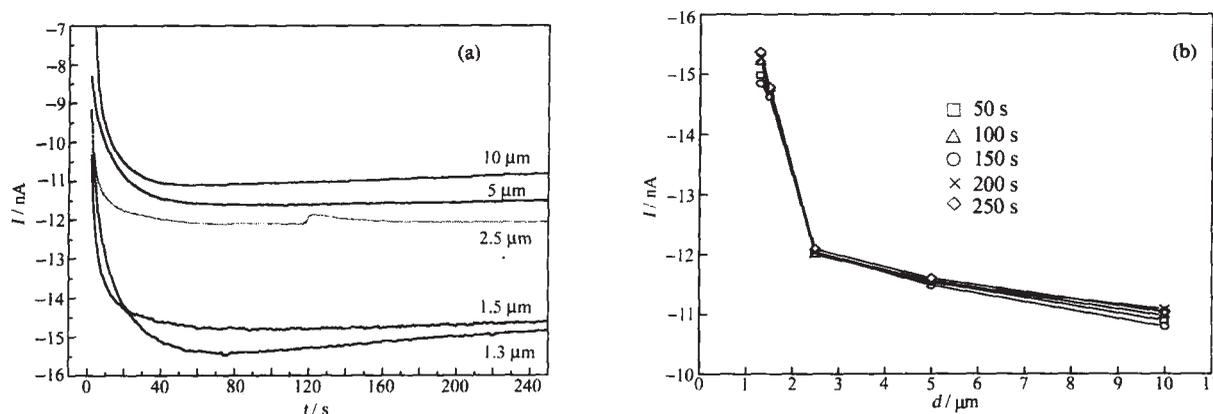


图 5 (a) 距离 Pt 电极表面不同距离时碳微圆盘电极上的极限扩散电流随时间变化的曲线, (b) 电流随距离变化的曲线
Fig.5 (a) The steady-state current of a carbon UME at different distances away from the Pt disk electrode,
(b) variation of the microelectrode current as a function of distance(d) for different sampling times

The carbon microelectrode and Pt disk electrode were set at 0.5 V and 1.0 V (vs SCE), respectively, the solution is 8.3 mmol · L⁻¹ L-cystine + 2.77 mmol · L⁻¹ KBr + 0.5 mol · L⁻¹ H₂SO₄ solution.

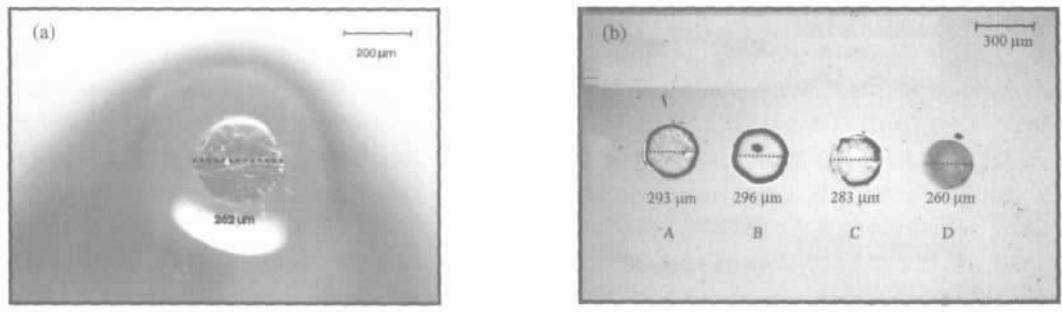


图6 直径为 262 μm 的 Pt 微圆柱电极(a)以及在不同的刻蚀体系中加工图形的放大照片(b)
Fig.6 (a) Microscopic image of Pt electrode (diameter=262 μm), and (b) etched GaAs microstructures in different solutions

The potential of Pt electrode is 1.0 V (vs SCE) and the etching time is 20 min, the distance between the Pt microelectrode and GaAs is 150 nm.

(A) 0.5 mol \cdot L⁻¹ H₂SO₄+8.3 mmol \cdot L⁻¹ KBr, (B) 0.5 mol \cdot L⁻¹ H₂SO₄+8.3 mmol \cdot L⁻¹ L-Cystine+16.6 mmol \cdot L⁻¹ KBr,
(C) 0.5 mol \cdot L⁻¹ H₂SO₄+8.3 mmol \cdot L⁻¹ L-Cystine+8.3 mmol \cdot L⁻¹ KBr(1 1 system),
(D) 0.5 mol \cdot L⁻¹ H₂SO₄+8.3 mmol \cdot L⁻¹ L-Cystine+2.77 mmol \cdot L⁻¹ KBr(3 1 system)

离变化的曲线. 比较图 4(b)和图 5(b)中的在相同时间所取的各点, 图 5(b)3 1 体系中各点的稳态电流值能够很好重合在一起, 而 1 1 体系中各点的电流值仍有一定差别, 说明 3 1 体系能够快速地捕捉刻蚀剂 Br₂, 从而使得电极表面的浓度分布较快地达到稳定值. 从上述的微电极实验我们预测 3 1 体系比较 1 1 体系将得到更高的微加工分辨率.

2.3 Pt 微圆柱电极的复制加工实验

为了对超微盘电极实验的结果进行验证, 采用与碳微圆盘电极类似方法加工的 Pt 微圆盘电极进行 CELT 复制加工的实验, 结合 CELT 实验更好地对超微电极实验的结果进行讨论, 直径为 262 μm 的 Pt 微圆柱电极(如图 6(a))所示与 n 型 GaAs 基底的距离均始终固定在 150 nm. 微加工实验的具体做法是: 首先将微电极缓慢逼近基底, 并利用力值检测系统进行监控, 当检测的力值显示突然上升时, 则表明二者已经接触, 此时将微电极后退 150 nm, 开始刻蚀加工. 刻蚀时微圆柱电极电位恒定 1.0 V, 刻蚀时间均为 20 min.

刻蚀实验分别在一系列浓度下进行, 刻蚀结果与微圆盘电极实验反映的规律是一致的. 如图 6(b)所示, A、B、C、D 点依次是不同组成的刻蚀体系中得到的结果, 可以看出, 当 L-胱氨酸为 KBr 的浓度的三倍时, 可以达到较好的捕捉效果, 得到与微圆柱电极尺寸非常接近的凹坑(图 6(b)中的 D), 它的直径 260 μm , 与电极直径 262 μm 之间的相对误差为 (260-262)/262 \times 100%=-0.7%. 图 6(b)中的 C 点的 L-胱氨酸的浓度与 KBr 的浓度相同, 此时刻蚀微坑

的直径比 D 点的直径明显增大, 此时的相对误差为 (283-262)/262 \times 100%=8.0%. 当增加 KBr 的浓度使得二者之间的浓度比值不断增加(图 6(b)中 A、B 点所示), 可以明显地看到刻蚀深度和尺寸都逐渐增加, 不能再获得与微电极直径基本互补的图形. 这可以解释为 Pt 表面捕捉剂浓度的减小使得电极表面生成的刻蚀剂 Br₂ 容易扩散开来, 从而导致刻蚀微图形的尺寸明显增大. 这与从微圆盘电极实验中得到的约束刻蚀剂层厚度变化趋势是一致的.

3 结论

微圆盘电极技术可以用于测定约束刻蚀剂层技术中的约束刻蚀剂浓度分布趋势, 从而比较不同浓度组合的约束刻蚀体系的捕捉效果好坏. 该技术为优化刻蚀溶液体系的组成提供依据, 同时也可以减少为寻找合适的浓度组合的溶液体系所进行的大量试验而损耗大量昂贵刻蚀加工材料. GaAs 表面 CELT 微加工实验证明了表面刻蚀剂的浓度分布趋势与碳微圆盘电极实验所得到的结果基本相一致.

References

- 1 Tian, Z. W.; Feng, Z. D.; Tian, Z. Q.; Zhuo, X. D.; Mu, J. Q.; Li, C. Z.; Lin, H. S.; Ren, B.; Xie, Z. X.; Hu, W. L. Faraday Discuss, 1992, 37: 94
- 2 Xie, L.; Luo, J.; Mao, B. W.; Tian, Z. W. Chinese Journal of Sci. Instrum, 1996, 17 (1): 193 [谢雷, 罗瑾, 毛秉伟, 田昭武. 仪器仪表学报(Yiqi Yibiao Xuebao), 1996, 17(1): 193]
- 3 Zu, Y. B.; Xie, L.; Mao, B. W.; Mu, J. Q.; Tian, Z. W.

- Electrochim. Acta, 1998, 43: 1683
- 4 Sun, J. J.; Huang, H. G.; Tian, Z. Q.; Xie, L.; Luo, J.; Ye, X. Y.; Zhou, Z. Y.; Xia, S. H.; Tian, Z. W. *Electrochim. Acta*, 2001, 47: 95
 - 5 Jiang, L. M.; Liu, Z. F.; Tang, J.; Zhang, L.; Shi, K.; Tian, Z. Q.; Liu, P. K.; Sun, L. N.; Tian, Z. W. *J. Electroanal. Chem.*, 2005 (In press)
 - 6 Dong, S. J.; Che, G. L. *Electrochimica Acta*, 1992, 37: 2587
 - 7 Che, G. L.; Dong, S. J. *Electrochimica Acta*, 1992, 37: 2695
 - 8 Su, L. Y.; Xie, L.; Luo, J.; Lin, Z. H. *Chinese Journal of Scientific Instrument*, 1996, 17(1): 351 [苏连永, 谢雷, 罗瑾, 林仲华. *仪器仪表学报*(*Yiqi Yibiao Xuebao*), 1996, 17(1): 351]
 - 9 Xie, J. C.; Cui, Z. L.; Xue, F.; Zhang, Y. H.; Xu, X. *J. Analysis and Testing Technology and Instruments*, 2004, 10 (2): 101 [谢锦春, 崔志立, 薛峰, 张晔晔, 徐晓洁. *分析测试技术与仪器*(*Fenxi Ceshi Jishu yu Yiqi*), 2004, 10 (2): 101]
 - 10 Zhang, Z. X. *The electrochemistry of ultramicroelectrode*. Beijing: Science Press, 1998: 379 [张祖训. *超微电极电化学*. 北京: 科学出版社, 1998: 379]
 - 11 Zoski, C. G. *Electroanalysis*, 2002, 14: 1041
 - 12 Wightman, R. M.; Wipf, D. O. in: Bard, A. J. ed. *Electroanalytical chemistry*, Vol.15. New York: Marcel Dekker, 1988, 15: 267
 - 13 Huang, W. H.; Pang, D. W.; Wang, Z. L.; Cheng, J. K. *Chem. J. Chin. Univ.*, 2001, 22: 1561 [黄卫华, 庞代文, 王宗礼, 程介克. *高等学校化学学报*(*Gaodeng Xuexiao Huaxue Xuebao*), 2001, 22: 1561]
 - 14 Fang, R. S.; Su, L. Y. *Journal of Huaibei Coal Mining Teachers College*, 1994, 15(3): 69 [方荣升, 苏连永. *淮北煤师院学报*(*Huaibeimei Shiyuan Xuebao*), 1994, 15(3): 69]
 - 15 Rauwel, F.; Thevenot, D. *Electrochemistry and Bioenergetics*, 1976, 3: 284
 - 16 Zhao, C. J.; E, L. H. *Journal of Fushun Petrol EUM Institute*, 1998, 18(2): 15 [赵崇军, 鄂利海. *抚顺石油学院学报*(*Fushun Shiyou Xueyuan Xuebao*), 1998, 18(2): 15]
 - 17 Huang, W. H.; Pang, D. W.; Wang, Z. L.; Cheng, J. K. *Chem. J. Chin. Univ.*, 2001, 9: 1561 [黄卫华, 庞代文, 王宗礼, 程介克. *高等学校化学学报*(*Gaodeng Xuexiao Huaxue Xuebao*), 2001, 9: 1561]
 - 18 Winograd, N.; Blount, H. N.; Kuwana, T. *J. Phys. Chem.*, 1967, 73: 3456
 - 19 Li, H.; Jiang, L. C.; Jiang, X.; Wang, R. X. *Journal of South China Normal University(Natural science)*, 1997(4): 58-62 [李红, 江琳才, 蒋雄, 王瑞香. *华南师范大学学报(自然科学版)*(*Huanan Shifan Daxue Xuebao(Ziran Kexueban)*)1997(4): 58-62]