

文章编号: 1000-324X(2000)05-0957-04

## C<sub>60</sub> 薄膜的热处理性能研究

刘 波, 王 豪

(中国科学院上海光学精密机械研究所, 上海 201800)

**摘 要:** 通过对 Si(100) 衬底上 C<sub>60</sub> 薄膜在不同温度处理后的 AES 谱线研究发现, C<sub>60</sub> 分子于 973K 时开始分解, 生成石墨类碳碎片, 1073K 时 C 原子已与 Si 原子键合形成 SiC, 1123K 时 C<sub>60</sub> 分子全部分解. 这一研究结果对解释 C<sub>60</sub> 分子促进金刚石成核将起到重要作用.

**关 键 词:** C<sub>60</sub> 薄膜; AES; 石墨类碳碎片; SiC

**中图分类号:** O 484 **文献标识码:** A

### 1 引言

自从 Kroto 等<sup>[1]</sup>发现 C<sub>60</sub> 和固态 C<sub>60</sub> 大量制备<sup>[2]</sup>以来, 由于其具有很多优良的特性, 一直受到人们的广泛关注. C<sub>60</sub> 的发现, 又为人类科学研究 (物理、化学、材料科学等方面) 开辟了一个具有很大发展潜力的新领域. 研究发现<sup>[3~5]</sup>, C<sub>60</sub> 等富勒烯能大幅度促进金刚石的成核, 实现衬底无损淀积金刚石薄膜, 这对于扩展金刚石薄膜在光学等领域的应用将起到很大促进作用.

C<sub>60</sub> 促进金刚石成核的实现是通过在衬底上预先淀积一层 C<sub>60</sub> 薄膜, 之后进行金刚石成核生长. 但存在的问题是, 金刚石的成核生长都是在很高温度 (>600°C) 下进行, 而 C<sub>60</sub> 则于 300~400°C 时就开始升华, 因此有必要进一步研究 C<sub>60</sub> 薄膜的热处理性能. Chen 等<sup>[6]</sup>利用 STM 研究发现: 700°C 时, C<sub>60</sub> 分子与键合在其上的 Si 原子形成团簇; 850°C 时, C<sub>60</sub> 分子分解, 与 Si 生成 SiC. 为了更详细、更深入地了解 C<sub>60</sub> 薄膜的热处理性能, 我们利用表面组分分析灵敏度很高的 AES, 研究了不同温度处理时 C<sub>60</sub> 薄膜所表现的特性, 这对进一步解释 C<sub>60</sub> 促进金刚石成核的原因会起到重要作用.

### 2 实验

衬底选用 Si(100) 晶片, 淀积 C<sub>60</sub> 薄膜前分别用丙酮、乙醇、去离子水进行超声浴清洗约 10min, 然后再用 40%HF 处理大约 1min, 以便除去 Si 表面的 SiO<sub>2</sub> 氧化层, 最后经去离子水洗净, 干燥后迅速放入反应室.

C<sub>60</sub> 薄膜采用 PVD 法制备. 高纯 C<sub>60</sub> 粉购自美国的 Southern Chemical Group, LLC, 其纯度在 99.5% 以上. C<sub>60</sub> 薄膜的具体生长工艺如下: 把约 15mg C<sub>60</sub> 粉和衬底装于石英试管

收稿日期: 1999-11-15, 收到修改稿日期: 1999-12-15

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (59682005)

作者简介: 刘 波 (1973-), 男, 硕士研究生.

中, 两者相距 6~12cm,  $C_{60}$  粉源端温度为 550°C, 生长端温度为 150~200°C, 试管内真空度为  $2 \times 10^{-3}$  Torr, 生长周期为 60~150min.

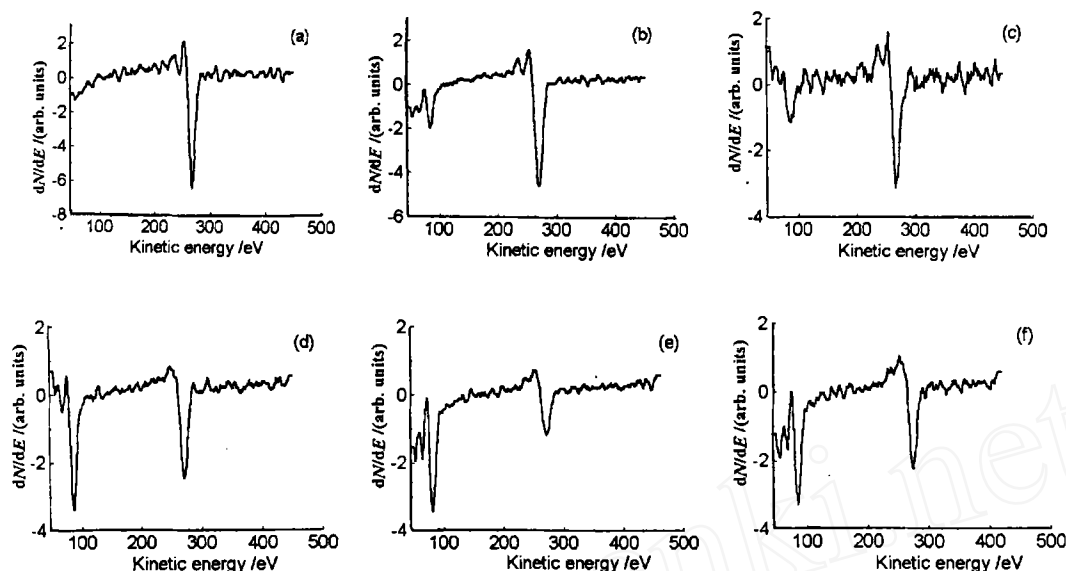


图 1 Si(100) 衬底上淀积的  $C_{60}$  膜在不同温度处理后的微分 AES 谱线

Fig. 1 Series of derivative AE spectra for "as-deposited"  $C_{60}$  film on Si(100) substrate

Heat-treated at (a) 450K; (b) 673K; (c) 873K; (d) 973K; (e) 1073K; (f) 1123K

$C_{60}$  薄膜在 400、600、700、800、850°C 下处理的时间分别对应于 10、10、10、1、1min, 冷却至室温后采用 VG Scientific 公司生产的 FE-AES 进行测试分析.

### 3 结果和讨论

图 1 给出了 Si(100) 衬底温度为 450K 时制备的  $C_{60}$  膜及在不同温度处理后的微分 AES 图谱. 与图 1 相对应的原始 AES 谱线各 C 和 Si 的主要峰位、峰高强度及 FWHM 值如表 1 所示. 由图及表可知,  $C_{60}$  的 C 峰位基本上在 260eV 处, Si 的峰位在 80eV 左右, 与 Hamza 等<sup>[7]</sup>的结果 (C 峰峰位在 272eV, Si 峰峰位在 90eV) 相比, 都小了约 10eV, Si 峰位的偏移可能是由于 Si 衬底表面被氧化而生成  $SiO_2$  的缘故. 总的来看, 当热处理温度逐渐升高时, C 峰峰强逐渐减弱, 而 Si 峰峰强逐渐增强, 并且二者的峰位都有向低能方向偏移的趋势. 673K 和 450K 时的 AES 谱线形状基本相同, 不同之处在于 Si 峰的强度, 这是因为 450K 时  $C_{60}$  膜较厚, 覆盖住了 Si 衬底表面, 从而使 Si 峰强度显得很弱. 当在 673K 下处理后, 大量  $C_{60}$  分子升华,  $C_{60}$  膜的厚度减小, Si 峰强度迅速增强. 从 673~873K, C 峰强度急剧下降, 说明除第一层  $C_{60}$  分子外, 其余各层均已基本升华完毕, 可以说, 此时衬底上基本只剩下单层  $C_{60}$  膜. 但从 973K 开始, 在 266eV 处又出现了一个 C 峰 (如图 2(a) 所示), 与标准的石墨 C 峰峰位完全符合, 表明此时  $C_{60}$  分子已经分解, 生成石墨等碳的碎片, 这一 C 峰在 Hamza 等所测得的 AES 谱线中并未出现. 随热处理温度的进一步升高, 到 1073K 时, 除 80eV Si 峰以外, 在大约 70eV 处又出现了一个 Si 肩峰 (比 Hamza 等所得结果小了约 10eV),

如图 2(b) 所示. 70eV Si 肩峰的出现表明存在部分 Si 原子与 C 原子键合生成 SiC<sup>[8]</sup>.

表 1 C<sub>60</sub>/Si(100) 在不同温度下的 AES 谱线参数表

Table 1 AES data for C<sub>60</sub> film on Si(100) substrate under different temperatures

T/K	C Peak			Si Peak		
	Peak/eV	Height/kCPS	FWHM	Peak/eV	Height/kCPS	FWHM
450	262.76	5714.94	15.01	81.63	171.39	6.00
673	261.76	4253.02	16.01	80.63	679.36	11.01
873	258.75	1138.04	9.01	77.62	729.78	9.01
973	258.75	854.54	4.00	80.63	2548.11	12.01
	266.76	1358.78	11.01			
1073	260.76	549.33	16.01	75.62	1712.56	9.01
	266.76	629.46	16.01	67.25	—	—
1123	269.00	1048.84	14.00	79.00	1559.21	8.00
				68.43	—	—

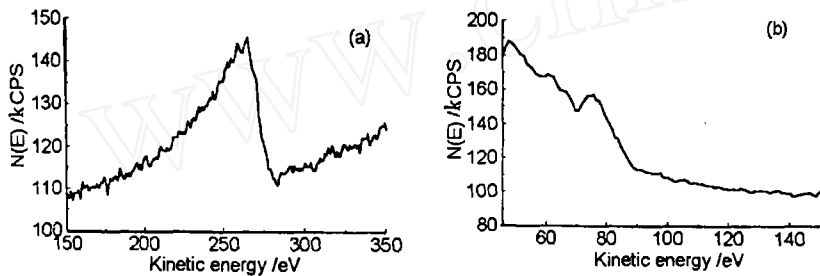


图 2 AES 谱线局部区域放大图 (a) 260eV 区域 C 峰 (973K); (b) 80eV 区域 Si 峰 (1073K)

Fig. 2 Magnification of the AES for (a) the 260eV carbon region(973K) and (b) 80eV silicon region(1073K)

另外, 1073K 时, Si 峰峰强与 973K 时相比反而有所减弱, 这一方面由于大量 C<sub>60</sub> 分子分解成碳碎片覆盖了 Si 衬底表面造成的, 另一方面可能因为 70eV Si 肩峰的出现而引起了 80eV Si 峰的相对减弱. 继续升温至 1123K, 结果 260eV 处的 C 峰消失了, 266eV C 峰的强度比 1073K 时有所增大, 并且峰位稍向高能方向迁移, 这说明此温度下所有 C<sub>60</sub> 分子都已分解, 完全生成石墨等碳碎片, 如图 3 所示.

C<sub>60</sub> 等富勒烯能大幅度提高金刚石薄膜的成核密度已引起人们的极大兴趣. 本文的研究可能会对这一现象提供合理的解释, 也就是说, C<sub>60</sub> 分子在 973K 以后分解所产生的石墨类碳碎片以及 C 原子与 Si 原子反应生成的 SiC 都可能成为金刚石的成核位, 再加上 C<sub>60</sub> 分子本身所具有的特殊结构, 都为 C<sub>60</sub> 大幅度促进金刚石成核提供了可能. 这有待于今后进一步研究.

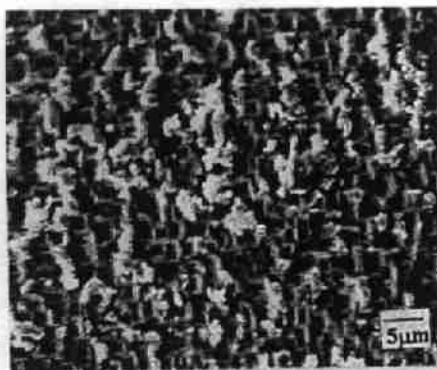


图 3  $C_{60}/Si(100)$  在 1123K 处理后的表面形貌  
Fig. 3 Surface morphology of  $C_{60}/Si(100)$  annealed at 1123K

#### 4 结论

研究了  $C_{60}/Si(100)$  在不同温度下处理后的 AES 谱线, 发现升温到 873K 时, 衬底表面基本上只剩下一层  $C_{60}$  分子; 继续升温至 973K,  $C_{60}$  分子开始分解成石墨类碳碎片; 当温度达 1073K 以上时, C 原子与 Si 原子键合形成 SiC; 最后,  $C_{60}$  分子于 1123K 时全部分解, 生成石墨等碳碎片.  $C_{60}$  膜的这一热处理性能对于进一步研究  $C_{60}$  分子促进金刚石成核将起到关键作用.

#### 参考文献:

- [1] Kroto H W, Heath J R, O'Brien S C, et al. *Nature*, 1985, **318**: 162-163.
- [2] Kratschmer W, Lamb Lowell D, Fostiropoulos K, et al. *Nature*, 1990, **347**: 354-358.
- [3] Meilunas R J, Chang R P H, Liu Shengzhong, et al. *Appl. Phys. Lett.*, 1991, **59** (26): 3461-3463.
- [4] Chow Lee, Wang Hao, Kleckley Stephen, et al. *Appl. Phys. Lett.*, 1995, **66** (4): 430-432.
- [5] Feng Z, Brewer M A, Komvopoulos K, et al. *J. Mater. Res.*, 1995, **10** (1): 165-174.
- [6] Chen Dong, Sarid Dror. *Phys. Rev.*, 1994, **B49** (11): 7612-7619.
- [7] Hamza A V, Balooch M. *Chem. Phys. Lett.*, 1993, **201**: 404-408.
- [8] Balooch M, Tench R J, Siekhaus W J, et al. *Appl. Phys. Lett.*, 1990, **57** (15): 1540-1542.

### Thermal Treatment Characteristic of $C_{60}$ Film

LIU Bo, WANG Hao

(Shanghai Institute of Optics and Fine Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

**Abstract:** A series of AE spectra for "as-deposited"  $C_{60}$  films on Si(100) substrate annealed at different temperatures were studied.  $C_{60}$  molecules begin to decompose at 973K and result in a graphite-like carbon fragmentation. When  $C_{60}$  film is heated to 1073K, silicon and carbon will bond to form silicon carbide. At 1123K all  $C_{60}$  molecules will decompose. The results may take place an important role for the explanation of  $C_{60}$  molecule promoting diamond nucleation.

**Key words**  $C_{60}$  film; AES; graphite-like carbon fragmentation; SiC