

文章编号: 0253-2239(2010)08-2338-06

# AuSi<sub>x</sub> ( $x = 1/2, 1/7$ ) 纳米颗粒的制备及 光致发光性能研究

黄立娟 王磊 杜军

(北京有色金属研究总院先进电子材料研究所, 北京 100088)

**摘要** 采用射频磁控溅射法在 n 型单晶 Si(100) 衬底上制备 Au/Si/Au 多层薄膜, 并在 300 °C 真空原位退火 30 min。扫描电子显微镜 (SEM) 及透射电子显微镜 (TEM) 观察发现, 退火前样品表面是一层平整的薄膜, 而退火后样品表面形成均匀分布的岛状纳米颗粒, 颗粒直径为 10~20 nm, 面密度约  $1 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$ 。X 射线光电子能谱 (XPS) 及 TEM 分析表明, 退火后样品表面形成单晶结构的 AuSi<sub>x</sub> ( $x = 1/2, 1/7$ ) 纳米颗粒。室温下对退火后样品的光致发光 (PL) 特性进行测试, 样品在 580, 628 和 700 nm 处出现三个发光峰, 经过分析这些发光峰与样品表面的 SiO<sub>2</sub> 结构, AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒周围的悬挂键等缺陷以及样品表面 SiO<sub>2</sub> 纳米结构中的无桥联氧等因素有关。

**关键词** 纳米颗粒; 光致发光; 磁控溅射; AuSi<sub>x</sub>

中图分类号 O472.1

文献标识码 A

doi: 10.3788/AOS20103008.2338

## Preparation and Photoluminescence Properties of AuSi<sub>x</sub> ( $x = 1/2, 1/7$ ) Nanoparticles

Huang Lijuan Wang Lei Du Jun

(Advanced Electronic Materials Institute, General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China)

**Abstract** Au/Si/Au multilayer films have been prepared on n-Si(100) substrate using radio-frequency magnetron sputtering method, and then annealed in-situ at 300 °C for 30 min in vacuum environment. Based on results of scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM), it is observed that the smooth film transformes to uniformed nanoparticles after vacuum heat treatment. The average size and surface density of nanoparticles are 10~20 nm and  $1 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2}$  respectively. X-Ray photoelectron spectroscopy (XPS) measurements and TEM results confirm that Au element reacts with Si film and AuSi<sub>x</sub> ( $x = 1/2, 1/7$ ) nanoparticles with single crystallinity form. The photoluminescence (PL) properties of the sample after annealing have been analyzed at room temperature. Three peaks located at 580, 628, 700 nm are observed, which relate to SiO<sub>2</sub> on the surface of the sample, defects around AuSi<sub>x</sub> nanoparticles forming during annealing and non-bridging oxygen defects in SiO<sub>2</sub> on the surface of sample.

**Key words** nanoparticles; photoluminescence(PL); magnetron sputtering; AuSi<sub>x</sub>

## 1 引 言

Au 化学性质稳定, 不易与其他元素发生反应, 但是纳米尺度的 Au 性质活泼, 常用作生长 Si 纳米结构的催化剂<sup>[1,2]</sup>, 且容易在纳米线顶端生成 AuSi<sub>x</sub>

纳米颗粒。Au-Si 体系主要有 7 种不同的相结构, 但都属于亚稳态相。近年研究表明, Au-Si 纳米结构具有特殊的电学、光学或磁学性能, 是新一代微纳光电器件的备选材料。D. K. Sarkar 等<sup>[3]</sup>研究了

收稿日期: 2009-09-23; 收到修改稿日期: 2009-11-12

基金项目: 北京有色金属研究总院创新技术基金(200952701)资助课题。

作者简介: 黄立娟(1984—), 女, 硕士研究生, 主要从事金属硅化物纳米材料方面的研究。

E-mail: huanglijuan0819@126.com

导师简介: 杜军(1959—), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事纳米介电材料、微电子功能薄膜材料等方面的研究。

E-mail: dujun@grinm.com(通信联系人)

不同温度下 Ar<sup>+</sup> 辐照对 Au-Si 体系的影响, 结果表明, 在 150 °C 下用 Ar<sup>+</sup> 辐照 Au-Si 体系可以得到 Au<sub>5</sub>Si<sub>2</sub>, 而在 250 °C 下却没有 Au<sub>5</sub>Si<sub>2</sub> 出现, 这是 Au<sub>5</sub>Si<sub>2</sub> 在 180 °C 分解所致。E. Moyen 等<sup>[4]</sup> 在 Si(111) 晶片表面成功制备出稳定的 Co 催化 Au<sub>x</sub>Si 纳米颗粒, 与 Co/Si 二维纳米结构相比, 含有 Au<sub>x</sub>Si 纳米颗粒的 Co/Si 二维纳米结构具有明显的磁滞特性, 表明 Au<sub>x</sub>Si 纳米颗粒具有一定的磁性能。J. S. Wu 等<sup>[5]</sup> 研究了含有 Au<sub>2</sub>Si 的 SiONW 纳米结构的光致发光特性, 发现 Au<sub>2</sub>Si 纳米颗粒的存在对 Si 纳米材料发光性能有一定的影响。Au 原子在 Si 片表面有很高的移动性和扩散速度, 所以很容易在 Au-Si 界面处形成 Au 的硅化物<sup>[6]</sup>。因此, 目前 Au 的硅化物大多通过 Au 薄膜直接在单晶 Si 衬底上退火获得。离子束辐照法<sup>[3]</sup>、蒸发法<sup>[7,8]</sup> 等都可以用于制备 Au-Si 纳米结构。E. Moyen 等<sup>[4]</sup> 最新的研究发现, 夹在超薄 Au 层和 Si 层之间的 Au-Si 纳米结构由于势垒比 Au 和 Si 低, 更容易形成 Au-Si 纳米结构硅化物。纳米结构<sup>[9,10]</sup> 的光致发光 (PL) 性能目前已得到广泛的研究, 而对 Au-Si 体系纳米结构光致发光性能的研究还很少。基于 Au-Si 体系独特的物理特性和良好的应用前景, 本文将对 Au-Si 纳米结构及其光学性能进行研究。

鉴于射频磁控溅射法制备纳米结构的诸多优点<sup>[11]</sup>, 本文将采用射频磁控溅射方法在 Ar 气环境下溅射高纯 Au 靶和 Si 靶, 在洁净的 Si 片表面沉积超薄 Au/Si/Au“三明治”薄膜。通过真空原位退火处理, 制备均匀分布的 Au 的硅化物纳米颗粒。结

合扫描电子显微镜 (SEM)、透射电子显微镜 (TEM) 和 X 射线光电子能谱 (XPS) 结果对退火后样品的表面形貌、微观结构以及元素化学价态等进行分析, 并对 AuSi<sub>x</sub> 样品的 PL 性能进行测试分析。

## 2 实 验

采用 JGP560C15 型超高真空五靶磁控溅射镀膜系统, 溅射高纯 Au 和 Si 靶 (纯度均为 99.99%)。选用电阻率为 2.5~3 Ω·cm 的 n 型 (100) 取向单晶 Si 片作为衬底。Si 片用重铬酸钾及浓硫酸溶液 (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>、水及浓 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 的质量比约为 1:1:20) 浸泡 24 h, 以去除 Si 片表面的金属离子及其他杂质。随后, 将 Si 片依次在甲苯、乙醇、丙酮溶液中各超声清洗 10 min, 去除 Si 片表面的有机物。清洗干净的 Si 片经 N<sub>2</sub> 吹干后置于溅射腔中, 靶基间距为 45 mm。腔室真空度达到 1.0×10<sup>-4</sup> Pa 后, 充入高纯 Ar (纯度为 99.5%) 至所需气压。通过转靶实现分层沉积 Au/Si/Au“三明治”结构, 如图 1 所示, 具体实验参数如表 1 所示。Si 片表面 70 nm 厚的 Au 薄膜主要用来阻挡 Si 片表面的 Si 向上扩散, 以确保样品经 300 °C 原位真空退火 30 min 后, 表面 Au 和 Si 薄层之间形成 Au-Si 纳米结构。

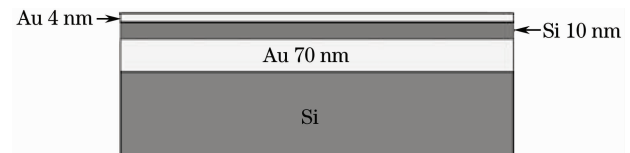


图 1 Au/Si/Au 结构示意图

Fig. 1 Pattern of Au/Si/Au structures

表 1 磁控溅射的沉积参数

Table 1 Depositing parameters of magnetron sputtering

Film	Pressure /Pa	Flux of Ar / (ml/min)	Power /W	Depositing time /s	Thickness of film /nm
Au	0.25	20	30	240	70
Si	1	20	30	120	10
Au	0.23	20	10	30	5

采用 Hitachi-S4800 型冷场发射 SEM 对退火前后样品的表面形貌及退火后样品表面的颗粒尺寸和分布密度等进行观察。为了确定纳米颗粒的化学组分和元素化合价态, 用英国 Thermofisher 公司的 ESCALAB 250 型高性能 XPS 对样品进行 XPS 测试, 激发源为 Al-Kα X-射线 ( $h\nu = 1486.6$  eV)。所有样品的峰位都采用 C1s(284.6 eV) 进行校正。样品截面结构及颗粒晶体结构用 TECNAI F30 型场发射 TEM 观察。另外, PL 测试所用仪器为法国 Jobin Yvon 公司 HR800 型激光拉曼光谱仪, 激发

波长为 532 nm, 分辨率为 0.5 cm<sup>-1</sup>。

## 3 结果与讨论

由图 2(a) 和 (b) 可见, 退火前, 样品表面是一层平整的薄膜。退火后样品表面形成了均匀分布的岛状颗粒 [图 2(c)], 颗粒尺寸在 10~20 nm 之间, 面密度约 1×10<sup>11</sup> cm<sup>-2</sup>。通常情况下, 薄膜的张力要比颗粒的张力大很多, 所以在退火 (外加能量) 过程中, 薄膜容易局部破裂并团聚形成纳米颗粒。由图 2(d) 可见, 退火后表层薄膜的厚度明显增加。这可能是由

退火过程中薄膜受热局部膨胀所致。为了确定纳米颗粒的具体化学组分,对样品中的 Au4f, Si2p 等进行

行了 XPS 测试。

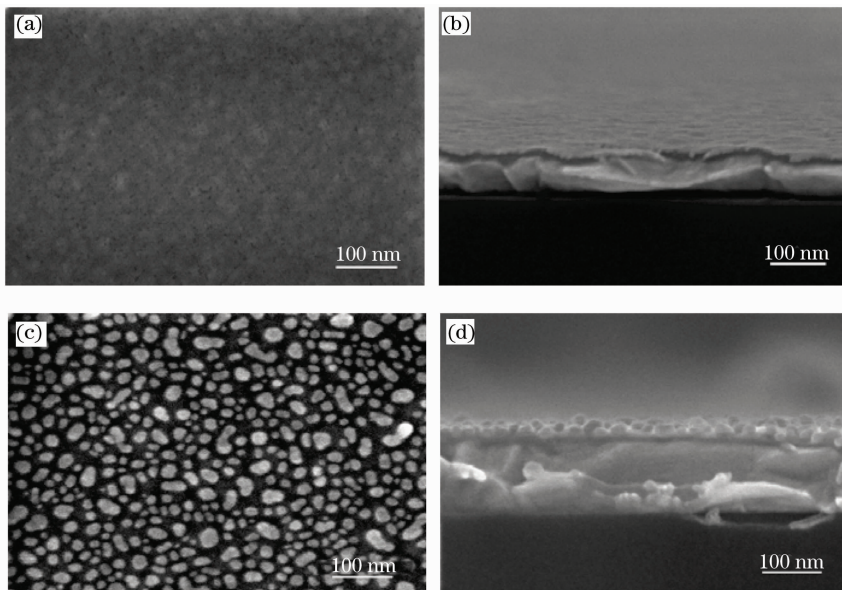


图 2 退火前后样品的 SEM 图。(a),(b)退火前样品表面及截面 SEM 图;  
(c),(d)300 °C 退火 30 min 后样品表面及截面 SEM 图

Fig. 2 SEM images of samples both before and after annealing. (a) surface and (b) cross-section SEM images for the as-deposited sample; (c) surface and (d) cross-section SEM images for the sample annealed in vacuum atmosphere at 300 °C for 30 min

图 3 所示为退火前后样品的 XPS 全扫描谱。与曲线(a)相比,退火后的 Au4f, Au4p 及 Au4s 峰强度明显降低(曲线 b),而 O1s 峰位向低结合能方向移动且峰强度有所增大,同时 C1s 的峰位置及峰强度都没有太大变化。退火之前,没有明显的 Si2p 峰出现(图中 a 曲线),这是由于 XPS 射线的穿透深度小于 5 nm,溅射沉积表面 Au 薄膜的厚度在 5 nm 左右,遮盖了 Si 信号。因此,在全谱中几乎观察不到 Si 信号。比较而言,退火之后样品出现强度较弱

的 Si2p 峰(图中 b 曲线),表明中间 Si 薄膜层中的 Si 元素向表面的 Au 层扩散,也可能是最上层 Au 向样品内部发生了扩散,使样品表面的 Si 信号增强。另外,退火前后的样品中都存在明显的 O 信号,由于溅射沉积以及退火过程都在真空环境中完成,所以退火之前 O 信号很可能是来源于样品暴露于空气后的表面物理吸附氧。退火后, O1s 的峰位明显向低结合能的方向偏移,具体原因还需要根据各元素的精细谱确定。

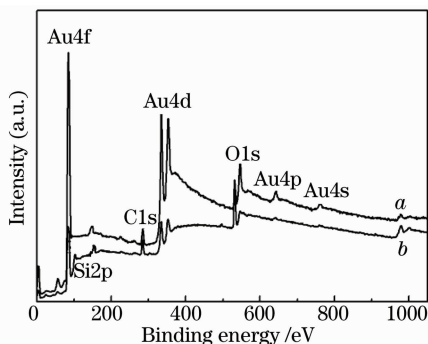


图 3 退火前后样品的 XPS 全扫描谱。  
(a)退火前;(b)退火后

Fig. 3 XPS full spectra for the samples before and after annealing. (a) as-deposited; (b) annealing in vacuum environment

图 4 中 a, b 曲线分别是退火前后样品表面的 Au4f 谱。单质态 Au4f 结合能为 84 eV,退火后, Au4f 峰强度明显降低,表明退火后样品表面的 Au 元素相对含量降低。同时, Au4f 峰位向低结合能方向偏移约 0.5 eV。元素结合能的变化受表面态、界面态以及费米能级等因素的影响。在 Au-Si 体系中,由表面态、缺陷及界面态等引起的结合能的变化都是正值,即峰位向高结合能的方向移动<sup>[12]</sup>。而由于 Au 的电负性( $x=2.54$ )比 Si( $x=1.90$ )大,在形成 Au 的硅化物时, Au 得到部分电子, Au4f 结合能向低端移动<sup>[13]</sup>,这与本实验结果相符。图 4 中(b)谱线除了主峰以外没有其他伴峰,位于 83.5 eV 附近的峰是 AuSi<sub>x</sub> 的特征峰。表明退火后,样品表面的 Au 元素完全以 AuSi<sub>x</sub> 的形式存在,没有单质态的 Au 存在。

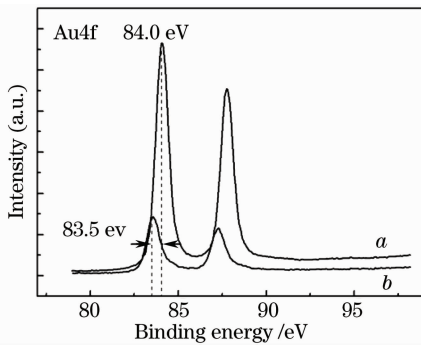


图 4 退火前后样品表面的 Au4f 谱。(a)退火前；  
(b)退火后

Fig. 4 Au4f spectra of samples both before and after annealing. (a) as-deposited; (b) annealing in vacuum environment

图 5 中  $a, b$  曲线分别是退火前后样品表面的 Si2p 谱。退火前样品表面 Si 信号非常不明显 ( $a$  曲线)。而退火之后样品表面有较弱的 Si 信号, 并存在明显峰肩 ( $b$  曲线)。对  $b$  谱线进行高斯-洛伦兹拟合, 发现 Si2p 谱在 103 eV 和 100 eV 附近存在两个峰。高结合能处的 Si2p 峰很可能来源于样品暴露于空气后, 表面部分 Si 元素与 O 结合生成的 SiO<sub>2</sub> (其 Si2p 峰位在 103 eV)<sup>[14]</sup>。位于 100 eV 的 Si2p 峰位与 AuSi<sub>x</sub> 中的 Si2p 峰位吻合<sup>[15]</sup>。这是由于退火过程中, Si 元素向表面的 Au 层发生扩散, Au 与 Si 结合形成 AuSi<sub>x</sub>。与此同时, Si 扩散至表面, 造成表面 2~5 nm 范围内的 Au 相对含量降低, 信号减弱, 故而导致 Au4f 峰强度降低。而样品暴露空气后, 扩散到表面的部分 Si 与 O 结合形成 SiO<sub>2</sub>。峰 I 相比峰 II 要强得多, 表明与 Au 反应的 Si 只是小部分, 大部分 Si 在样品暴露空气以后与 O

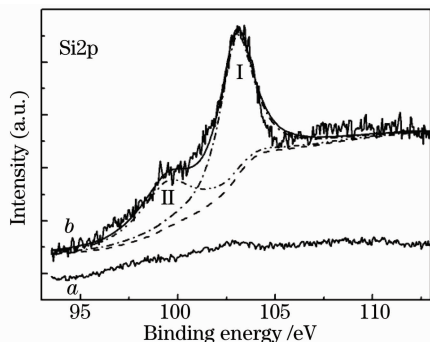


图 5 退火前后样品表面的 Si2p 谱及相应的高斯-洛伦兹拟合结果。(a)退火前;(b)退火后

Fig. 5 Si2p spectra and corresponding Gaussian-Lorentzian fitting results both before and after annealing. (a) as-deposited; (b) annealing in vacuum environment

结合生成 SiO<sub>2</sub>。Si2p 峰谱表明样品表面的 Si 只以 SiO<sub>2</sub> 和 AuSi<sub>x</sub> 两种形式存在。

图 6 中  $a, b$  曲线分别是退火前后样品表面的 O1s 谱。由图可见, 退火后 O1s 信号明显增强。退火前, O1s 峰位于 533.3 eV ( $a$  曲线)。根据 R. S. Bauer 的理论<sup>[16]</sup>, Au 薄膜不会与 O<sub>2</sub> 反应, 并且 Au 与 SiO<sub>2</sub> 不能形成 Au 的硅酸盐。同时鉴于退火前样品表面并没有 Si 信号, 所以, 此时的 O 信号主要来自样品暴露于空气后的表面物理吸附氧。退火后, O1s 峰位偏移到 532.5 eV 且强度明显增强 ( $b$  曲线)。532.5 eV 对应为 SiO<sub>2</sub> 中的 O1s 峰位, 这一结果与前面的分析相符。退火之后, 样品表面的 O 元素几乎全部以 SiO<sub>2</sub> 的形式存在。

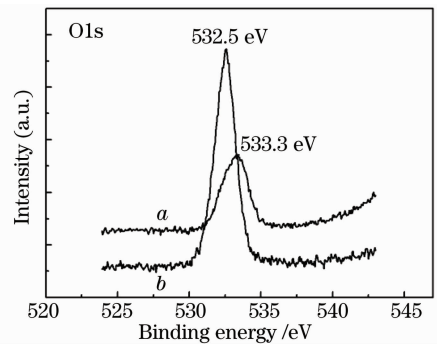


图 6 退火前后样品表面的 O1s 谱。(a)退火前；  
(b)退火后

Fig. 6 O1s spectra of samples both before and after annealing. (a) as-deposited (b) annealing in vacuum environment

图 7(a) 是 Si 表面纳米颗粒的截面 TEM 照片。采用 HRTEM 技术对其进一步分析表明, 退火处理形成的纳米颗粒为单晶态, 但具有不同的晶面间距。如图 7(b) 所示颗粒的晶面间距为 0.242 nm, 接近于 Au<sub>2</sub>Si[800] 的晶面间距<sup>[5]</sup>; 而图 7(c) 所示颗粒的晶面间距为 0.218 nm, 与 Au<sub>7</sub>Si[222] 的晶面间距较为接近<sup>[17]</sup>。由此可见, 实验中制备的硅化物至少存在两种化学计量比。根据分析, 颗粒的化学配比为 Au<sub>2</sub>Si 和 Au<sub>7</sub>Si。这可能是由退火过程中样品表面的温度分布不均匀所致。为简化起见, 将不同结构的硅化物纳米颗粒统称为 AuSi<sub>x</sub>。

通过对退火前后 Au/Si/Au“三明治”结构薄膜形貌与表面态的分析, 证明了 AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒的形成。在以往的研究中, 人们致力于将 Au 薄膜沉积在洁净的单晶 Si 表面, 通过后续退火处理在 Au 薄膜与单晶 Si 界面处制备 AuSi<sub>x</sub><sup>[18,19]</sup>。众多研究表明, 沉积在 Si 片表面的 Au 薄膜在退火作用下会向



Si 片扩散,形成 Au 硅化物。Johannes 等<sup>[20]</sup>利用高分辨电镜研究了一定温度作用下沉积在 Si 片上的 Au 元素向 Si 片表层的 SiO<sub>2</sub> 层及 Si 片内部的扩散情况。研究发现,随着温度由室温升至 260 °C, Au 颗粒能够完整地穿过 SiO<sub>2</sub> 层进入 Si 片内部。而在 280 °C 时, Au 颗粒消失,与 Si 完全反应。在此过程中,没有发现 Si 元素由 Si 片向 Au 层发生扩散。然而,在本实验中,采用 Au 薄膜与非晶 Si 薄膜反应制备 Au 硅化物,经过对退火前后样品表面元素化学态和界面形貌的分析,结合 SEM 结果发现中间层 Si 元素向上扩散,与表层 Au 元素完全反应生成 AuSi<sub>x</sub>。这可能是由于 Si 层表面没有 Si 片表面的氧化层,故而 Si 能够在较大范围内扩散。这种 Au 与 Si 双层薄膜之间的扩散行为异于 Au 薄膜与块体 Si 之间的反应,类似于 Au/多晶硅界面处 Si 元素扩散到 Au 层中的现象<sup>[21]</sup>。

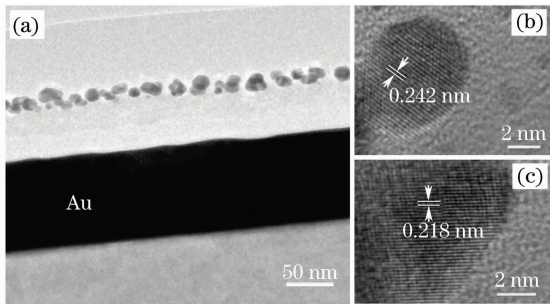


图 7 样品截面 TEM 图及高分辨 TEM 照片(HRTEM)。(a)截面 TEM;(b),(c)具有不同面间距的单个纳米颗粒的 HRTEM 照片

Fig. 7 Cross-sectional TEM image and the corresponding HRTEM images for annealed samples. (a) cross-sectional TEM images; (b), (c) HRTEM images for single nanoparticles with different lattice distances

室温下以 532 nm 波长的激光为激发源对退火后样品的光致发光性能进行测试,图 8 是归一化后的 PL 图谱及其拟合结果。退火后样品分别在 580 nm( $E=2.14$  eV), 628 nm( $E=1.97$  eV) 及 700 nm( $E=1.77$  eV) 处有三个发光峰。结合相应的插图(a)和(b),退火后形成的 AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒尺寸约 10~20 nm,位于 Au 阻挡层上部的非晶层中。同时,在衬底 Si 界面处并未观察到明显的 Au 向下扩散形成的硅化物。以上结果表明 PL 信号应该主要来源于样品表面的纳米颗粒。根据秦国刚等<sup>[22]</sup>的理论,认为 580 nm 处的发光峰来源于样品表面氧化硅中的发光中心(杂质、自陷激子或缺陷等),这与 XPS 分析中 SiO<sub>2</sub> 大量存在相符。位于 628 nm

附近的发光峰,主要与 AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒表面的悬挂键等缺陷有关<sup>[5]</sup>,激光照射后,这些缺陷成为电子和空穴复合的发光中心。纳米结构光致发光特性受量子限制效应(由结构尺寸决定)、表面态、界面态以及缺陷等诸多因素的影响。退火处理后,样品表面形成了规则分布的尺寸介于 10~20 nm 之间的纳米颗粒,与此同时样品表面的缺陷态增加,颗粒表面的悬挂键及缺陷态等都可以成为电子和空穴复合的发光中心。光照可激发纳米颗粒中的电子空穴对,它们被颗粒表面的定域态俘获,然后被表面发光中心复合并发射光,这与纳米硅的某些发光特性相似<sup>[23,24]</sup>。另外,退火后样品表面存在大量纳米尺度的 SiO<sub>2</sub> 薄层,该结构具有较大的表面积/体积比,纳米结构形成的同时在纳米结构表面会形成很多缺陷,比如≡Si·和≡Si—O·等,并且密度很大。激光照射后,这些无桥联氧(non-bridging oxygen)空位成为电子和空穴复合的发光中心。激光激发样品,很容易在 700 nm 附近产生与无桥联氧空位相关的发光峰<sup>[12,25]</sup>。

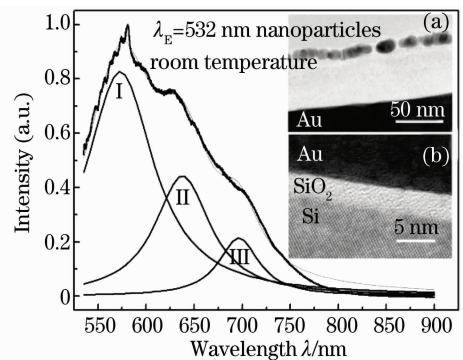


图 8 退火后样品的 PL 谱,插图为 AuSi<sub>x</sub> 层(a)和 Si 衬底与 Au 层界面处(b)的截面 TEM 图

Fig. 8 PL spectra of the sample after annealing. Inset are cross section TEM images for AuSi<sub>x</sub> interface(a) and Si substrate / Au interface (b)

## 4 结 论

采用射频磁控溅射方法在 n 型(100)Si 衬底上依次溅射沉积 Au/Si/Au 三层薄膜,并在 300 °C 原位退火 30 min,成功制备出尺寸分布均匀的 AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒。SEM 观察发现,单晶态的 AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒的尺寸在 10~20 nm 之间,面密度约为  $1 \times 10^{11}$  cm<sup>-2</sup>。XPS 和 HRTEM 分析结果表明,退火后,样品表面的 Au 元素完全以 AuSi<sub>x</sub> 形式存在。由于存在被氧化的 SiO<sub>2</sub>,采用 532 nm 波长的激发光对退火后样品进行 PL 测试,在 580, 628 和 700 nm 处出现明显

的光致发光峰, 分析结果显示 PL 发光峰与样品表面的 SiO<sub>2</sub>, AuSi<sub>x</sub> 纳米颗粒周围的缺陷以及样品表面 SiO<sub>2</sub> 中的无桥联氧空位等因素有关。

**致谢** 北京化工大学的程斌教授和北京师范大学吴正龙副教授对本项工作中的 XPS 测试和分析给予了很大帮助。在此, 致以诚挚的感谢。

### 参 考 文 献

- 1 Cales Thelander, Henrik A. Nilsson, Linus E. Jensen *et al.*. Nanowires single-electron memory [J]. *Nano Letters*, 2005, **5**(4): 635~638
- 2 A. K. Srivastava, Pragma Tiwari, R. V. Nandedkar. TEM studies on the formation of nano crystallites of Si by metal induced crystallization [J]. *Solid State Commun.*, 2006, **137** (7): 400~404
- 3 D. K. Sarkar, S. Dhara, A. Gupta *et al.*. Structural instability of the ion beam-mixed Au/Si (111) systems elevated temperatures [J]. *Nuclear Instrument and Methods in Physics Research B*, 2000, **168**(1): 21~28
- 4 E. Moyen, M. Mace, G. Agnus *et al.*. Metal-rich Au-silicide nanoparticles for use in nanotechnology [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2009, **94**(23): 233101
- 5 J. S. Wu, S. Dhara, C. T. Wu *et al.*. Growth and optical properties of self-organized Au<sub>2</sub>Si nanospheres pea-podded in a silicon oxide nanowire [J]. *Advanced Materials*, 2002, **14**(24): 1847~1850
- 6 Nicola Ferralis, Roya Maboudian, Carlo Carraro. Structure and morphology of annealed gold films galvanically displaced on the Si (111) [J]. *J. Phys. Chem.*, 2007, **111**(20): 7508~7513
- 7 K. Sekar, G. Kuri, P. V. Satyam *et al.*. Shape transition in the epitaxial growth of silicide in Au thin films on Si(111) [J]. *Phys. Rev. B*, 1995, **51**(20): 14330~14336
- 8 R. Khalifaoui, C. Benazzouz, A. Guittoum *et al.*. Irradiation-induced gold silicide formation and stoichiometry effects in ion beam-mixed layer [J]. *Vacuum*, 2006, **81**(1): 45~48
- 9 Liu Yaodong, Zhao Lei. Preparation of ZnO thin films by pulsed laser deposition [J]. *Chinese J. Lasers*, 2007, **34**(4): 534~537  
刘耀东, 赵磊. 脉冲激光沉积法制备氧化锌薄膜 [J]. *中国激光*, 2007, **34**(4): 534~537
- 10 Chen Jiangbo, Wang Li, Su Xueqiong *et al.*. Affect of ZnO thin films of pulsed laser deposition by substrate temperatures [J]. *Chinese J. Lasers*, 2009, **36**(6): 1539~1544  
陈江博, 王丽, 苏雪琼等. 基片温度对脉冲激光沉积 ZnO 薄膜性质的影响 [J]. *中国激光*, 2009, **36**(6): 1539~1544
- 11 Zhang Deheng, Xu Zhaofang, Li Boxun. Study on optical properties of DLC/Ag/DLC multilayer films [J]. *Acta Optica Sinica*, 2008, **28**(10): 2031~2035  
张德恒, 徐照方, 李伯勋. DLC/Ag/DLC 复合多层薄膜光学性能 [J]. *光学学报*, 2008, **28**(10): 2031~2035
- 12 D. Chan Lim, I. Lopez-Salido, R. Dietche *et al.*. Defect formation of Au thin films on SiO<sub>2</sub>/Si upon annealing [J]. *Philosophical Magazine*, 2005, **85**(29): 3477~3486
- 13 Zhu Yongfa. Characterization and Testing Technique of Nanomaterials [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2006, 237~238  
朱永法. 纳米材料的表征与测试技术 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006, 237~238
- 14 B. Sundaravel, K. Sekar, G. Kuri *et al.*. XPS and SIMS analysis of gold silicide grown on a bromine passivated Si(111) substrate [J]. *Applied Surface Science*, 1999, **137** (1-4): 103~112
- 15 Yuichi Haruyama, Kazuhiro Kanda, Shinji Matsui. Study of Au-Si(1 0 0) interface by means of Si 2p core-level photoemission spectroscopy [J]. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, 2004, 137-140: 97~100
- 16 R. S. Bauser, R. Z. Bachrach, L. J. Brillson. Au and Al interface reactions with SiO<sub>2</sub> [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 1980, **37**(11): 1006~1008
- 17 Joint Committee of Powder Diffraction Standards (JCPDS) card number 26-0723
- 18 Soo Yang Yoon, Seong Jin Park, Kyung Ho Kim *et al.*. Metal-induced crystallization of amorphous silicon [J]. *Thin Solid Films*, 2001, **383**(1-2): 34~38
- 19 J. F. Chang, T. F. Young, Y. L. Yang *et al.*. Silicide formation of Au thin films on (100)Si during annealing [J]. *Mater. Chem. & Phys.*, 2004, **83**(2-3): 199~203
- 20 Johannes Biskupek, Ute Kaiser, Fritz Falk. Heat and electron beam induced transport of gold particles into silicon oxide and silicon studied by in situ high resolution transmission electron microscopy [J]. *J. Electron Microsc.*, 2008, **57**(3): 83~89
- 21 J. S. Wu, Y. F. Chen, S. Dhara *et al.*. Interface energy of Au<sub>7</sub>Si grown in the interfacial layer of truncated hexagonal dipyramidal Au nanoislands on polycrystalline-silicon [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2003, **82**(25): 4468~4470
- 22 Ma Shuyi, Qin Guogang, You Liping *et al.*. Comparative study on photoluminescence from Si-containing silicon oxide films and Ge-containing silicon oxide films [J]. *Acta Physica Sinica*, 2001, **50**(8): 1580~1584  
马书懿, 秦国刚, 尤力平等. 含纳米硅和纳米锗的氧化硅薄膜光致发光的比较研究 [J]. *物理学报*, 2001, **50**(8): 1580~1584
- 23 R. S. Dubey, D. K. Gautam. Photoluminescence and structure morphology of nanostructured porous silicon [J]. *Chalcogenide Letters*, 2009, **6**(10): 523~528
- 24 Cao Xiaolong, Li Qinshan, Zhang Shufang. Investigation of photoluminescence spectra of silicon nanoparticles and porous silicon [J]. *Journal of Optoelectronics • Laser*, 2004, **15**(9): 1113~1117  
曹小龙, 李清山, 张淑芳. 硅纳米颗粒和多孔硅的荧光光谱研究 [J]. *光电子·激光*, 2004, **15**(9): 1113~1117
- 25 A. S. Zyubin, Y. D. Glinka, A. M. Mebel *et al.*. Red and near-infrared photoluminescence from silica-based nanoscale materials: Experimental investigation and quantum-chemical modeling [J]. *J. Chem. Phys.*, 2002, **116**(1): 281~294