

Синтез нанокристаллов α -SiC при карботермическом восстановлении сферических наночастиц аморфного диоксида кремния

© А.А. Жохов, В.М. Масалов, Д.В. Матвеев, М.Ю. Максимук, И.И. Зверькова, С.С. Хасанов, С.З. Шмурак, А.П. Киселев, А.В. Баженов, Г.А. Емельченко

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: emelch@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию 30 июля 2008 г.
В окончательной редакции 5 декабря 2008 г.)

Развит способ карботермического восстановления сферических частиц аморфного диоксида кремния и получены нанокристаллы гексагональных политипов α -SiC. Проведена характеристика полученных образцов методами рентгенофазового анализа, комбинационного рассеяния (КР) света, фотолюминесценции и электронной микроскопии. В зависимости от диаметра исходных частиц диоксида кремния получены нанокристаллы карбида кремния размером в интервале 5–50 nm. Детальный анализ спектров КР по положению линий, их уширению и сдвигу позволяет определенно установить наличие в исследуемых образцах в основном политипов карбида кремния $6H$ и $4H$ и в незначительных долях фазы $2H$ и $3C$. Политипы $15R$ и $21R$ в исследуемых образцах отсутствуют. Отмечен заметный размерный эффект: интенсивность свечения нанокристаллов карбида кремния меньших размеров более чем в 3 раза выше, чем у SiC с большим размером нанокристаллов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 07-02-00411).

PACS: 61.46.Hk, 81.07.-b, 63.22.-m

1. Введение

Карбид кремния является одним из наиболее перспективных материалов для высокотемпературной, мощной, быстродействующей и радиационно стойкой электроники благодаря уникальным физическим свойствам, среди которых широкая запрещенная зона (2.4–3.2 eV), высокое критическое поле лавинного пробоя (в 10 раз больше, чем у кремния), высокая насыщенная скорость дрейфа электронов (в 2.5 раза больше, чем у кремния и арсенида галлия), высокая термическая стабильность и химическая инертность, почти металлическая теплопроводность [1]. В последние годы усилился интерес к синтезу нанокристаллов и наноструктур SiC [2–8], материалов с новыми функциональными свойствами. Еще в работе [9] было показано, что наноструктурный карбид кремния обладает более высокими механическими свойствами по сравнению с объемным материалом. Большой интерес представляет карбид кремния для создания светодиодов и фотодетекторов, что подтверждает обнаружение широкополосной видимой люминесценции в наноструктурах SiC [10–12]. Перспективные фотокаталитические свойства обнаружены у полупроводниковых наностержней карбида кремния, покрытых оксидным слоем [13]. Для синтеза нанокристаллов и наноструктур карбида кремния применяли различные методы, включая золь-гель [14], лазерный пиролиз из органических прекурсоров [15], самораспространяющийся высокотемпературный синтез [16], плазмохимический метод [17] и др. Синтез наностержней кубической модификации β -SiC методом карботермического восстановления ксе-

рогелей диоксида кремния предложен в [18]. В настоящей работе развит способ карботермического восстановления сферических частиц аморфного диоксида кремния и получены нанокристаллы гексагональных политипов α -SiC. Проведена характеристика полученных образцов методами рентгенофазового анализа, комбинационного рассеяния (КР) света, фотолюминесценции и электронной микроскопии.

2. Экспериментальная часть

Сферические частицы SiO₂ заданного размера получали путем гидролиза тетраэтилового эфира кремниевой кислоты (tetraethyl ortosilicate — ТЕОС) в растворе этилового спирта в присутствии гидроксида аммония [19,20]. Синтез частиц малого размера (2–10 nm) проводили в кислой среде. Суспензию частиц диоксида кремния (SiO₂-золь) смешивали с водным раствором сахарозы, обеспечивая избыточное содержание углерода относительно кремния C/SiO₂ > 1. После ультразвуковой обработки и интенсивного перемешивания магнитной мешалкой суспензию-раствор сушили, затем отжигали в атмосфере аргона до полного разложения органических соединений. Образцы на этой стадии представляли собой твердую пористую массу черного цвета. Реакцию карботермического восстановления проводили в индукционной печи с графитовой оснасткой в вакууме 10⁻² торг при температуре 1770 К в течение 2 h. Удаление избыточного углерода затем было произведено путем отжига образцов на воздухе при температуре 970 К в течение 6–8 h.

Рентгенографические исследования образцов проводились на рентгеновском дифрактометре Siemens D-500 на Fe K_α -излучении. Расчет параметров решетки проводился по программе PowderCell (Werner Kraus & Gert Nolze, BAM, Berlin). Размеры нанокристаллов определялись по полуширине рентгеновских дифракционных линий с использованием формулы Селякова–Шеррера [21]

$$L = \lambda(1/\cos\theta)/\Delta(2\theta),$$

где L — размер нанокристаллов, λ — длина волны использованного излучения, θ — угол отражения, $\Delta(2\theta)$ — полуширина соответствующего отражения. Инструментальное уширение линий учитывалось съемкой эталона. Электронно-микроскопические исследования структуры образцов проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEOL-100 CXII.

Спектры КР измеряли на спектрометре Dilor Microdil при комнатной температуре. Образец помещали в фокальную плоскость микроскопа, куда в пятно диаметром порядка $5\ \mu\text{m}$ фокусировалось непрерывное излучение He–Ne-лазера с длиной волны $632.8\ \text{nm}$ и мощностью порядка нескольких mW . Значение волнового числа было известно с точностью $\pm 1\ \text{cm}^{-1}$, спектральное разрешение составляло $3\ \text{cm}^{-1}$. Измерения спектров проводили в геометрии обратного рассеяния, без анализа поляризации. Поправка на аппаратную функцию прибора не учитывалась, известно лишь, что аппаратная функция зависит от волнового числа плавно и слабо. Типичное время измерения для одной точки на образце составляло 1 h. Изучение спектров люминесценции проводилось на установке, состоящей из источника света, двойного монохроматора МДР-6, фотоумножителя ФЭУ106, нановольтметра ВЗ-28 и ПК. В качестве источника света использовался лазер ЛГИ-21 ($\lambda = 337.1\ \text{nm}$). Развертка спектра люминесценции осуществлялась с использованием шагового двигателя, управляемого ПК.

3. Результаты рентгенофазового и электронно-микроскопического анализов образцов карбида кремния

На рис. 1 показаны рентгенограммы нанопорошков карбида кремния SiC-2 (2) и SiC-4 (1), синтезированных из суспензий диоксида кремния, состоящих из частиц разного размера. Для получения SiC-2 использовали частицы SiO_2 малого размера (2–10 nm), для SiC-4 размер оксидных частиц составлял 45–70 nm. Для сравнения приведена дифрактограмма технического порошка карбида кремния с размером частиц около $120\ \mu\text{m}$. На дифрактограммах нанопорошков при малых углах ($2\theta \sim 25^\circ$) наблюдается широкий диффузный пик, отвечающий наличию непрореагировавшей аморфной фазы диоксида кремния. Наблюдаемые дифракционные линии образцов SiC в основном соответствуют гексагональной модификации карбида кремния и могут

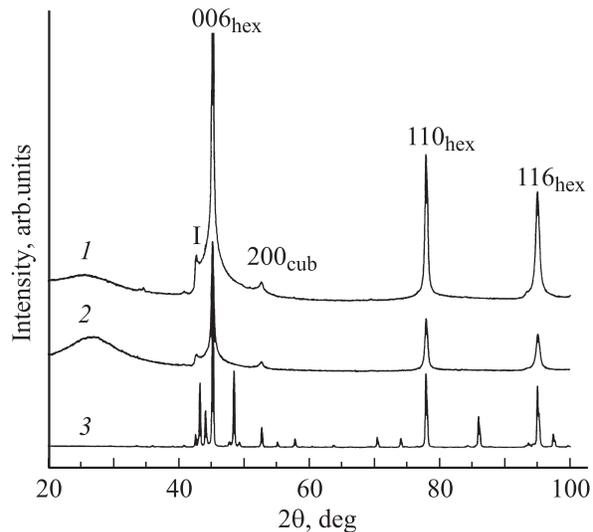


Рис. 1. Дифрактограммы порошков карбида кремния. 1 — нанопорошок SiC-4; 2 — нанопорошок SiC-2; 3 — технический порошок SiC. Гексагональные индексы указаны для модификации $6H$. I — дифракционный максимум от размытого узла (100).

быть проиндексированы общей формулой (hkl^*) , где $l^* = lxn$; $n = 1$ соответствует фазе $2H$, $n = 2$ — фазе $4H$ и т.д. По наблюдаемым линиям мы не можем определенно сказать, какая из этих модификаций присутствует в образцах. Дифракционные линии, которые могли бы указать на определенную гексагональную модификацию (определенное значение n), на спектрах не наблюдаются. Причиной является присущая плотноупакованным структурам большая плотность дефектов упаковки. Спектры таких материалов содержат острые пики только с (hkl) , для которых выполняется условие $h-k = 3n$ [22]. Первый пик на дифрактограмме на $2\theta = 42.7^\circ$ соответствует асимметричным размытым дифракционным максимумам (100) гексагональных модификаций. Наличие дифракционной линии на $2\theta = 52.7^\circ$ указывает на присутствие в образце небольшого количества кубической модификации карбида кремния, отражение (200). Эта линия не может быть проиндексирована как отражение, например, (104) модификации $6H$, имеющее такое же угловое значение, поскольку линии, не удовлетворяющие условию $h-k = 3n$, на дифрактограмме данных образцов отсутствуют. На дифрактограмме технического образца карбида кремния присутствуют линии гексагональных модификаций SiC ($6H$, $4H$). Размер частиц, оцененный по уширению дифракционных линий, составляет от 40 до 80 nm для разных образцов. По рентгеновским данным размеры частиц нанопорошков SiC-2 и SiC-4 заметно не различаются. Параметры решетки образцов $6H$ -SiC составили для SiC-2 $a = 0.3078(2)\ \text{nm}$, $c = 1.509(1)\ \text{nm}$, для SiC-4 $a = 0.3073(2)\ \text{nm}$, $c = 1.517(1)\ \text{nm}$.

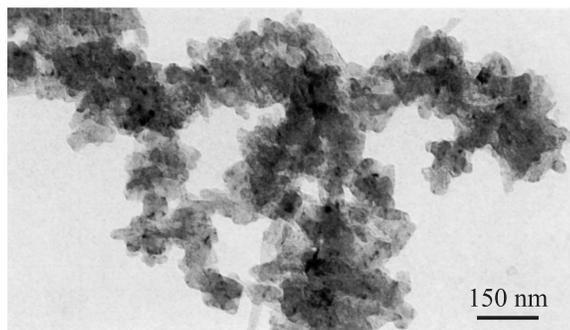


Рис. 2. Нанокристаллы SiC-2, капсулированные внутри аморфных частиц SiO₂ (по данным ПЭМ).

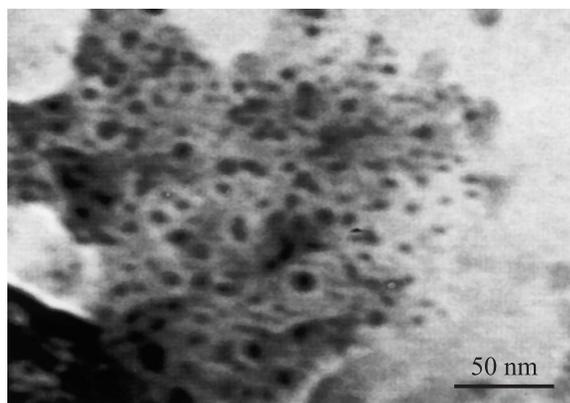


Рис. 3. Нанокристаллы SiC-4 после травления оболочки из диоксида кремния в растворе фтористоводородной кислоты (по данным ПЭМ).

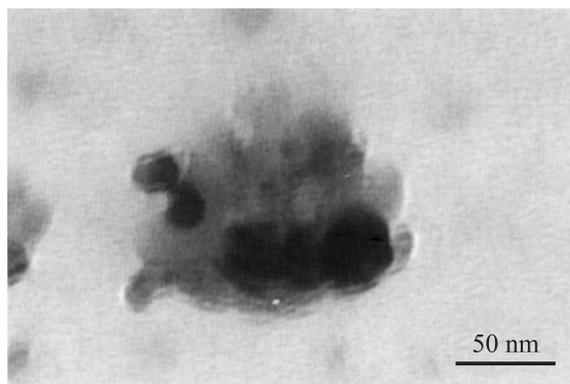


Рис. 4. Агрегат нанокристаллов SiC-4 и аморфных частиц SiO₂. В левом верхнем углу агрегата наблюдается частица SiC в форме гексагональной призмы (по данным ПЭМ).

Анализ порошков методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) показал, что все нанокристаллы карбида кремния находятся внутри непрореагировавшей аморфной фазы диоксида кремния (рис. 2). После травления оболочки из диоксида кремния в растворе фтористоводородной кислоты общий вид нанокристал-

лов SiC показан на рис. 3. Типичные размеры кристаллов в образце SiC-2 составляют 5–10 nm, а в образце SiC-4 встречаются как кристаллы размером 5–10 nm (рис. 3), так и более крупные размером 25–40 nm (рис. 4). Для более крупных частиц карбида кремния наблюдается ограничение в форме гексагональной призмы (рис. 4), указывающее на наличие в порошке гексагональных полиформов α -SiC.

4. Комбинационное рассеяние света

Спектры КР для диапазона 650–1000 см⁻¹ показаны на рис. 5. На спектре образца SiC-2 выделяются линии 766 и 791 см⁻¹, а также широкая особенность в районе 850–1000 см⁻¹. Подобные спектры были получены и интерпретированы для малых частиц SiC в [23]. Линия 766 см⁻¹ соответствует максимуму плотности фононных состояний во всех фазах SiC и проявляется в результате нарушения закона сохранения фононного квазиимпульса в приповерхностной области наночастиц SiC. Линия 791 см⁻¹ — это поперечный (TO) фонон. Его относительно большая (20 см⁻¹) полуширина объясняется малым размером наночастиц и большим количеством дефектов в их приповерхностных областях. Это обстоятельство не позволяет установить, является ли эта линия простой (что соответствовало бы кубической фазе 3C) или составной (что означало бы присутствие других фаз). Широкая особенность в области 850–1000 см⁻¹ обусловлена продольным оптическим (LO) фононом, который в монокристалле расположен между 965 и 972 см⁻¹. Возможно, в эту полосу также вносят вклад и поверхностные фононы (на поверхности нанокристаллов) [23].

В диапазоне 100–750 см⁻¹ у образца SiC-2 никаких резких особенностей обнаружено не было. Типичный результат представлен на рис. 6 (кривая I). Этот спектр также не позволяет выяснить фазовый состав данного образца. Отсутствие особенностей может означать как

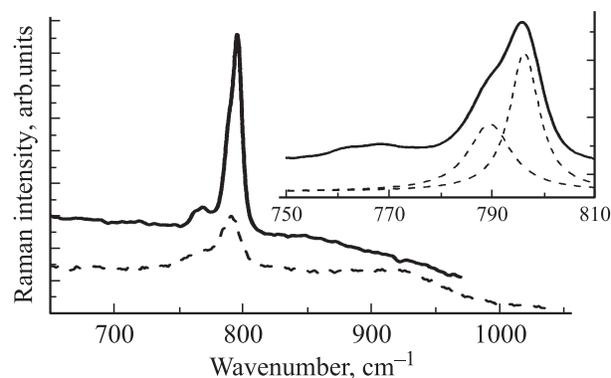


Рис. 5. Спектры КР образцов SiC-4 (сплошная) и SiC-2 (штриховая линия). На вставке — спектр образца SiC-4 в увеличенном масштабе (сплошная линия) и результат аппроксимации полосы около 795 см⁻¹ двумя лоренцианами (штриховые линии).

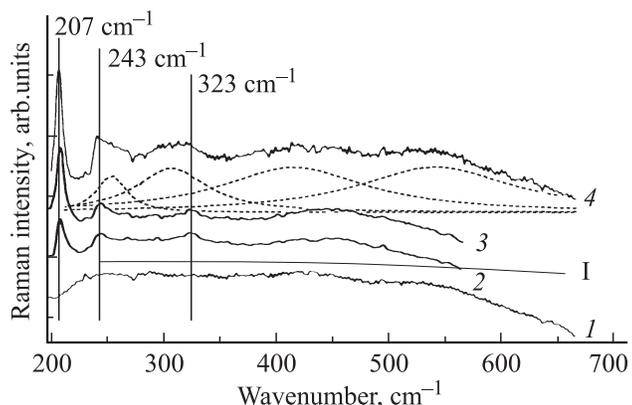


Рис. 6. Спектры КР образца SiC-2 (1) и образца SiC-4 (кривые 1–4 соответствуют разным точкам образца). Штриховые линии — лоренцевские контуры аппроксимирующие кривую 4.

преобладание фазы 3C (в которой такие линии отсутствуют), так и просто низкую интенсивность и большую ширину имеющихся там линий других фаз.

Теперь рассмотрим спектры образца SiC-4 (сплошная кривая на рис. 5). В этом спектре видны те же линии, что и у образца SiC-2, за исключением широкой особенности 850–1000 cm^{-1} . Поскольку остальные линии по сравнению со спектрами образца SiC-2 сузились, можно предположить, что частицы были слишком редко и неравномерно расположены, отчего этот LO-фон очень сильно расплылся. Видно, что линия вблизи 796 cm^{-1} является составной (см. вставку). Она с высокой точностью аппроксимируется суммой двух лоренцианов: 790 cm^{-1} (полуширина $\Delta = 10 \text{ cm}^{-1}$) и 796 cm^{-1} ($\Delta = 7 \text{ cm}^{-1}$). В чистой кубической фазе эта линия не была бы расщеплена. Это свидетельствует о наличии в образце значительного количества гексагональных либо ромбоэдрических фаз.

Поэтому рассмотрим КР в этих фазах. В одноосном кристалле входящий луч разделяется на обыкновенный и необыкновенный. Вектор поляризации первого перпендикулярен плоскости главного сечения (образованной осью c кристалла и нормалью к фронту волны), второго — параллелен. Обыкновенный луч возбуждает моду вблизи $\omega_1 = 797 \text{ cm}^{-1}$ независимо от угла его распространения (назовем ее модой 1). Волновое же число моды, возбуждаемой необыкновенным лучом (моды 2) ω_2 , зависит от угла между его волновым вектором и оптической осью кристалла α . При изменении α от 0 до $\pi/2$ ω_2 уменьшается: $\omega_2(\alpha) = \omega_1 - \delta(\alpha)$. Наибольшее отклонение $\delta(\pi/2) = \delta_0$ меняется от 8 до 29 cm^{-1} в зависимости от политипа, а при $\alpha = 0$ различия между двумя лучами исчезают (детальное изложение содержится в работах [24–27]).

В нашем случае картина усложняется тем, что среда является пространственно неоднородной, причем масштаб неоднородностей — порядка длины волны распространяющегося света. Для примерной оценки можно

рассмотреть модель, в которой частички ведут себя как хаотически ориентированные монокристаллы. Свет глубоко проникает в порошок, многократно при этом рассеиваясь. При этом в каждом микрокристаллике компонента волны, поляризованная перпендикулярно главному сечению, по-прежнему будет возбуждать „неподвижную“ моду 1, а оставшаяся компонента — зависящую от случайного угла между 2.

Предположим, что все направления волнового фронта и поляризации внутри каждого микрокристаллика равновероятны. Тогда моды 1 и 2 должны иметь сравнимые интенсивности. Равновероятной же ориентации необыкновенного луча по отношению к оси c соответствует распределение угла α , пропорциональное $\sin(\alpha)$. Согласно [27], смещение спектрального положения моды 2 относительно моды 1 $\delta(\alpha)$ зависит от угла примерно пропорционально $\sin^2(\alpha)$. Тогда интенсивность моды 2 пропорциональна $\sqrt{\delta}$, а ее средневзвешенное значение $\langle \delta \rangle = \delta_0 / \sqrt[3]{4} \approx 0.63\delta_0$. При усреднении по углам мода 2 предстанет в виде сильно несимметричной линии с центром $\omega_1 - 0.63\delta_0$ и полушириной $0.63\delta_0$. В реальности все линии будут еще дополнительно уширены.

Примерно такую картину мы и наблюдаем на вставке к рис. 5. Ширина „неподвижной“ линии 796 cm^{-1} примерно на 3 cm^{-1} меньше, чем „усредненной по углам“ линии 790 cm^{-1} , их интегральные интенсивности примерно равны. Исходя из экспериментально наблюдаемого расщепления 6 cm^{-1} , получаем $\delta_0 \approx 6.0/0.63 \approx 10 \text{ cm}^{-1}$, что может соответствовать нескольким политипам, например 6H, 15R, 21R и, возможно, 4H [28]. Поли типы с существенно различающимся значением δ_0 — это 2H и, конечно, 3C. Их доля в фазовом составе образца не должна быть значительной.

Спектры люминесценции (рис. 7) показали, что образцы SiC-4 и SiC-2 имеют одинаковый политипный состав. Полоса, образованная перекрывающимися линиями мод 1 и 2, должна иметь центр на 793 cm^{-1} (на 2 cm^{-1} больше,

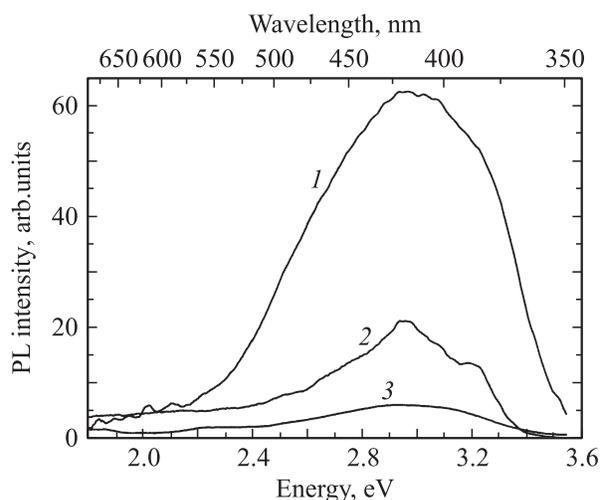


Рис. 7. Спектры люминесценции. 1 — нанокристаллы SiC-2; 2 — нанокристаллы SiC-4; 3 — монокристалл 6H-SiC.

чем в нашем эксперименте). Не исключено, что так проявляется сдвиг ТО-фонона, обусловленный малым размером частичек. Что касается линии 766 см^{-1} , обусловленной влиянием приповерхностных слоев наночастиц, то отношение их интегральной интенсивности к сумме интенсивностей линий 796 и 790 см^{-1} уменьшилось в 7 раз в образце SiC-2 по сравнению с образцом SiC-4. Поскольку частицы SiC в образце SiC-4 крупнее, это вполне ожидаемый эффект.

Теперь обратимся к спектрам образца SiC-4 в области $100\text{--}700\text{ см}^{-1}$, изображенным на рис. 6. Оказалось, что в этом случае спектры меняются от одного места образца к другому. В некоторых точках наблюдался бесструктурный спектр КР (спектр 1 на рис. 6).

В спектрах 2–4 обнаружены три относительно узкие линии: 207 , 243 , 323 см^{-1} . Наиболее интенсивная и резко выраженная линия 207 см^{-1} может быть приписана фазе 4С [28]. Однако не видны линии 266 и 610 см^{-1} , которые имели сравнимую интенсивность в спектрах, полученных в [24]. Возможно, это обстоятельство связано с тем, что моды 266 и 610 см^{-1} более чувствительны к приповерхностным эффектам. Так, в работе [29] именно приповерхностными эффектами объяснялось исчезновение линии 266 см^{-1} при переходе от ультрафиолетового к красному лазеру, возбуждающему КР в наночастицах SiC. Линия 243 см^{-1} с помощью аналогичных рассуждений может быть приписана фазе 6Н. Тем более что спектры люминесценции лучше всего соответствуют именно политипам 4Н и 6Н (рис. 7). Линия 323 см^{-1} , по-видимому, обусловлена дефектами или примесями. Линии 172 , 132 см^{-1} , характерные для фаз 15R и 21R, у нас не наблюдаются. Скорее всего, эти фазы в наших образцах отсутствуют.

5. Спектры люминесценции

На рис. 7 представлены спектры фотолюминесценции (ФЛ) нанокристаллического (НК) SiC (SiC-2 — кривая 1 и SiC-4 — кривая 2), размеры нанокристаллов $5\text{--}10\text{ нм}$ (SiC-2) и $25\text{--}40\text{ нм}$ (при дисперсии размеров от 10 до 50 нм для SiC-4). Для сравнения на рис. 7 приведен спектр люминесценции массивного монокристалла 6Н-SiC с прослойками политипа 4Н. Максимум свечения этого образца находится при $\lambda \sim 420\text{ нм}$ (кривая 3).

Максимумы фотолюминесценции НК SiC-2 и SiC-4 ($\lambda_{\text{max}} \sim 420\text{ нм}$) совпадают с λ_{max} массивного монокристалла 6Н-SiC. Наличие в спектрах люминесценции НК-SiC небольшого плеча при длине волны $\sim 390\text{ нм}$ свидетельствует о присутствии политипа 4Н. Согласно работе [30], наблюдаемая нами люминесценция может отвечать как связанным на примесях, так и свободным экситонам в 6Н-SiC.

В то же время спектры люминесценции SiC-2 и SiC-4 имеют заметные различия. Если полуширина (δ) ФЛ SiC-4 близка к δ массивного 6Н-SiC (они равны ~ 0.62 и $\sim 0.65\text{ eV}$ соответственно), то полуширина ФЛ SiC-2

значительно больше (она равна $\sim 0.85\text{ eV}$). Причем уширение спектра наблюдается в области как больших, так и меньших энергий. Следует отметить, что сдвиг спектра свечения в область меньших длин волн (больших энергий) при уменьшении размеров нанокристаллов наблюдается в целом ряде веществ [31], однако существенные изменения спектральных характеристик происходят при размерах, наночастиц, меньших 10 нм ($\sim 3\text{--}5\text{ нм}$). По-видимому, наблюдаемое нами уширение линий в спектре люминесценции может быть обусловлено присутствием в образцах наряду с основным политипом 6Н также 4Н- и 3С-политипов. При этом определенный вклад в уширение линий может вносить и размерный эффект. В частности, известно, что плотность наночастиц уменьшается от центра к периферии. Для малых частиц доля рыхлых приповерхностных областей растет, что может приводить к длинноволновому уширению линий люминесценции.

Наиболее заметный вклад размерного эффекта наблюдается в интенсивность люминесценции. Как видно из рис. 7, не только полуширина спектра люминесценции увеличивается при уменьшении размеров наночастиц, но и интенсивность свечения карбида кремния, имеющего меньшие размеры НК (SiC-2), заметно (более чем в 3 раза) выше, чем у SiC-4 с большим размером НК. Можно полагать, что при дальнейшем уменьшении размера нанокристаллов будут наблюдаться более значительные изменения спектральных характеристик карбида кремния.

6. Заключение

Карботермическим восстановлением сферических частиц аморфного диоксида кремния синтезированы нанокристаллы гексагональных политипов 6Н- и 4Н-SiC. В зависимости от диаметра исходных частиц диоксида кремния получены нанокристаллы карбида кремния с размерами в интервале $5\text{--}50\text{ нм}$. Наблюдаемые дифракционные линии образцов SiC в основном соответствуют гексагональной модификации карбида кремния и могут быть проиндексированы общей формулой (hkl^*), где $l^* = lxn$; $n = 1$ соответствует фазе 2Н, $n = 2$ — фазе 4Н и т.д. По наблюдаемым линиям мы не можем определенно сказать, какая из этих модификаций присутствует в образцах. Дифракционные линии, которые могли бы указать на определенную гексагональную модификацию (определенное значение n), на спектрах не наблюдается. Причиной является присущая плотноупакованным структурам большая плотность дефектов упаковки. Спектры таких материалов содержат острые пики только с (hkl), для которых выполняется условие $h-k = 3n$. Первый пик на дифрактограмме на $2\theta = 42.7^\circ$ соответствует асимметричным размытым дифракционным максимумам (100) гексагональных модификаций. Наличие дифракционной линии на $2\theta = 52.7^\circ$ указывает на при-

существование в образце небольшого количества кубической модификации карбида кремния (отражение (200)).

Детальный анализ спектров КР по положению линий, их уширению и сдвигу позволяет определенно установить наличие в исследуемых образцах в основном политипов карбида кремния $6H$ и $4H$ и в незначительных долях фаз $2H$ и $3C$. Политипы $15R$ и $21R$ в исследуемых образцах отсутствуют.

Спектры фотолуминесценции подтвердили наличие политипов $6H$ и $4H$ в образцах. Отмечен заметный размерный эффект: интенсивность свечения карбида кремния, имеющего меньшие размеры НК (SiC-2), более чем в 3 раза выше, чем у SiC-4 с большим размером НК.

Авторы благодарят А.С. Аронина за полезные советы при анализе структуры, Н.В. Безрукавникова за подготовку образцов.

Список литературы

- [1] C.E. Weitzel, J.W. Palmour, C.H. Carter, Jr., K. Moore, K.J. Nordquist, S. Allen, C. Thero, M. Bhatnager. IEEE Trans. Electron Devices **43**, 1732 (1996).
- [2] H. Dai, E.W. Wong, Y.Z. Lu, S. Fan, C.M. Lieber. Nature **375**, 769 (1995).
- [3] Y. Zhang, T. Ichihashi, E. Landree, F. Nihey, S. Iijima. Science **285**, 1719 (1999).
- [4] J.J. Biernacki, G.P. Wotzak. J. Am. Ceram. Soc. **72**, 122 (1989).
- [5] G.W. Ho, A.S.W. Wong, D.-J. Kang, M.E. Melland. Nanotechnology **15**, 996 (2004).
- [6] G. Shen, D. Chen, K. Tang, Y. Qian, S. Zhang. Chem. Phys. Lett. **375**, 177 (2003).
- [7] A.I. Diaz Cano, T. Torchynska, M. Moralez Rodriguez, S. Jiménez Sandoval, M. Minbaeva. J. Phys.: Conf. Ser. **61**, 243 (2007).
- [8] W. Zhou, X. Liu, Y. Zhang. Appl. Phys. Lett. **89**, 223 124 (2006).
- [9] E.W. Wong, P.E. Sheehan, C.M. Lieber. Science **277**, 1971 (1997).
- [10] G. Li, L.W. Burggraf, J.R. Shoemaker, D. Eastwood, A.E. Stiegman. Appl. Phys. Lett. **76**, 3373 (2000).
- [11] X. Liu, J. Zhang, Z. Yan, S. Ma, Y. Wang. Mater. Phys. Mech. **4**, 85 (2001).
- [12] T. Nychyporuk, O. Marty, J.M. Bluet, V. Lysenko, G. Guillot, D. Barbier, R. Perrin. Mater. Sci. Forum **527–529**, 763 (2006).
- [13] W. Zhou, L. Yan, Y. Wang, Y. Zhang. Appl. Phys. Lett. **89**, 013 105 (2006).
- [14] I.S. Seog, C.H. Kim. J. Mater. Sci. **28**, 3227 (1993).
- [15] P. Tougne, H. Hommel, A. Legrand, N. Nerlin, M. Luce, M. Cauchetier. Diamond Related Mater. **2**, 486 (1993).
- [16] J. Narayan, R. Raghunathan, R. Chowdhury, K. Jagannadham. J. Appl. Phys. **75**, 7252 (1994).
- [17] J.Y. Guo, F. Gitzhofer, M.I. Boulos. J. Mater. Sci. **30**, 5589 (1995).
- [18] G.W. Meng, L.D. Zhang, C.M. Mo, S.Y. Zhang, Y. Qin, S.P. Feng, H.J. Li. J. Mater. Res. **13**, 2533 (1998).
- [19] W. Stober, A. Fink, E. Bohn. J. Colloidal Interface Sci. **26**, 62 (1968).
- [20] И.И. Бардышев, А.Д. Мокрушин, А.А. Прибылов, Э.Н. Самаров, В.М. Масалов, И.А. Карпов, Г.А. Емельченко. Коллоид. журн. **68**, 1, 25 (2006).
- [21] А.А. Русаков. Рентгенография металлов. Атомиздат, М. (1977). 480 с.
- [22] А. Гинье. Рентгенография кристаллов. Гос. изд-во физ.-мат. лит., М. (1961). 458 с.
- [23] Y. Sasaki, Y. Nishima, M. Sato, K. Okamura. Phys. Rev. B **40**, 1762 (1989).
- [24] D.W. Feldman, J.H. Parker, Jr., W.J. Choyke, L. Patrik. Phys. Rev. **173**, 787 (1968).
- [25] L. Patrik. Phys. Rev. **167**, 809 (1968).
- [26] D.W. Feldman, J.H. Parker, Jr., W.J. Choyke, L. Patrik. Phys. Rev. **170**, 698 (1968).
- [27] R. Loudon. Adv. Phys. **13**, 423 (1964).
- [28] S. Nakashima, H. Harima. Phys. Status Solidi A **162**, 39 (1997).
- [29] S. Nakashima, T. Mitani, T. Tomita, T. Kato, S. Nishizawa, H. Okumura, H. Harima. Phys. Rev. B **75**, 115 321 (2007).
- [30] P.J. Dean, R.L. Hartman. Phys. Rev. B **5**, 4911 (1972).
- [31] А.И. Гусев. Наноматериалы, структуры и технологии. Физматлит, М. (2005). 416 с.