

09,12

Люминесценция алмаза, индуцированная ионной имплантацией He^+ в композиты SiC/C со структурой инвертированного опала

© А.Н. Терещенко¹, В.И. Зиненко², И.И. Ходос², Ю.А. Агафонов², А.А. Жохов¹,
В.М. Масалов¹, Э.А. Штейнман¹, Г.А. Емельченко¹

¹ Институт физики твердого тела РАН,
Черноголовка, Московская обл., Россия

² Институт проблем технологии микроэлектроники и особочистых материалов РАН,
Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: emelch@issp.ac.ru

(Получена в Редакцию 17 августа 2011 г.)

Исследованы фотолюминесценция образцов нанокompозитов SiC/C , индуцированная имплантацией ионов гелия, и их структура, выявленная методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. В структуре композитов кроме кристаллитов карбида кремния, графита и аморфного углерода обнаружены сферические частицы углерода, содержащие концентрические графитоподобные оболочки (луковицеобразные частицы). Установлено, что луковицеобразные частицы образуются в процессе изготовления нанокompозитов SiC/C при высокотемпературной обработке. Показано, что после имплантации с последующей термообработкой образцы демонстрируют люминесценцию, характерную для $\text{N}-\text{V}$ -центров в алмазе. Сделано предположение, что кристаллиты алмаза образуются в центре луковицеобразных частиц в процессе высокотемпературной обработки композита.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 10-02-00460).

1. Введение

В последние годы значительно возрос интерес исследователей к получению и изучению светоизлучающих свойств нановключений элементов IV группы в матрице оксида кремния [1]. Ряд работ посвящен синтезу и исследованию нанокompозитов углерод-диоксид кремния. Такие структуры получали методами магнетронного распыления, плазмохимического осаждения, имплантацией углерода в слои оксида кремния, карбонизации/окисления пористого кремния [2–8]. Наноструктуры SiC/C , синтезированные в результате пиролиза органосилана или ароматических соединений в нанопористом золь-гель-стекле [8], показали интенсивную фотолюминесценцию (ФЛ) в видимой и ближней ИК-области спектра. Причем видимая люминесценция значительно возрастала при повышении температуры образца до 950 К. При введении углерода в матрицу диоксида кремния наблюдали белую люминесценцию [7]. В нашей недавней работе [9] были синтезированы нанокompозиты SiC/C со структурой инвертированного опала, в которых наблюдали широкую полосу ФЛ в видимой области спектра с несколькими неразрешенными максимумами. Было показано, что полосу люминесценции с максимумом ~ 570 nm можно связать с углеродными кластерами в композите. На основании данных рентгеновской дифракции, комбинационного рассеяния и ИК-спектроскопии было сделано предположение о присутствии в композите фрагментов гексагонального алмаза [9].

В алмазе известны азот-вакансионные центры люминесценции двух типов: $(\text{N}-\text{V})^0$ –нейтральный центр с мак-

симумом бесфононной линии при 575 nm; $(\text{N}-\text{V})^-$ — отрицательно заряженный центр с максимумом бесфононной линии при 638 nm [10,11]. Указанные электронные переходы сопровождаются испусканием фононов. В результате спектр люминесценции $\text{N}-\text{V}$ -центра лежит в интервале длин волн от 550 до 800 nm. Бесфононная линия даже при низких температурах имеет интенсивность на два порядка меньше интенсивности всего излучаемого $\text{N}-\text{V}$ -центром света [11,12].

Известно, что дефектные центры $\text{N}-\text{V}$ в алмазе образуются при облучении материала электронами высокой энергии (порядка 2 MeV) с последующим отжигом при умеренных температурах [13,14], а также ионами гелия или водорода [11]. Ионы He^+ химически инертны и не изменяют ощутимо фотофизические свойства алмазов, создавая при этом на порядок больше вакансий, чем ионы водорода [11].

В настоящей работе исследована ФЛ образцов нанокompозита SiC/C , индуцированная имплантацией ионов гелия, и изучена их наноструктура, выявленная методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, с целью обнаружения центров люминесценции алмаза.

2. Экспериментальная часть

Нанокompозиты SiC/C со структурой инвертированного опала синтезированы методом высокотемпературной термохимической обработки опаловых матриц, заполненных углеродными соединениями, с последующим растворением и выведением из них диоксида кремния.

Подробное описание методики синтеза и микроструктуры приведено в работе [9]. Микроструктура образца представляет собой трехмерную реплику пустот исходной опаловой решетки. Основные фазы композита — углерод и карбид кремния. Кроме этих фаз в образцах присутствует в небольшом количестве диоксид кремния, до конца не растворенный при травлении композита в плавиковой кислоте. Имплантация образцов инвертированного опала проводилась на имплантере Extrion/Varian 200-1000. Энергия ионов He^+ составляла 40 keV, дозы имплантации 10^{13} – 10^{15} ion/cm². Имплантации были подвергнуты две серии образцов, различающиеся содержанием углерода в исходном композите SiO_2/C . В первой серии концентрации углерода в композите до карботермического восстановления составляла ~ 6.5 wt.% во второй серии — ~ 1.5 wt.%. В каждой серии имплантации подвергались четыре образца и один образец сравнения. В качестве образца сравнения использовался нанокристаллический графит, не прошедший такой высокотемпературной обработки, как композит опал–углерод. Измерение ФЛ проводилось при комнатной температуре по стандартной фазочувствительной методике с использованием решеточного монохроматора МДР-2. ФЛ возбуждалась гелий-кадмиевым лазером с длиной волны 325 nm и мощностью накачки 0.5 W/cm^2 . Спектры ФЛ регистрировались с помощью фотоэлектронного умножителя ФЭУ-79. Структура образцов изучалась в просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100.

3. Результаты и обсуждение

Типичный спектр ФЛ исходного образца инвертированного опала (рис. 1, кривая 1) представляет собой широкую полосу в области 3.5–1.9 eV (350–650 nm) с несколькими неразрешенными максимумами. Для сравнения (рис. 1, кривая 2) приведен спектр ФЛ композита

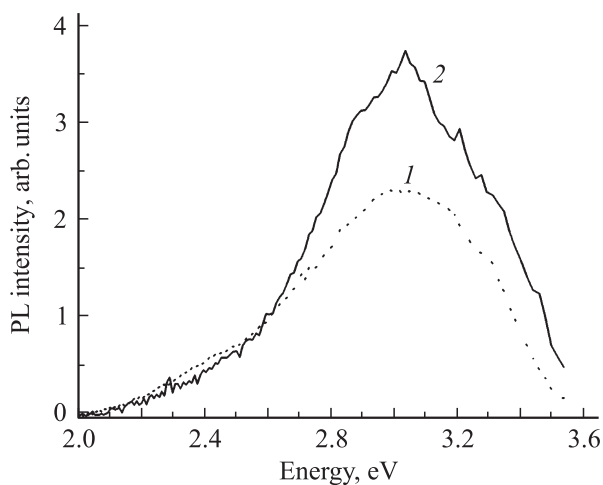


Рис. 1. Типичные спектры ФЛ исходного образца инвертированного опала (1) и композита опал–углерод до процедуры удаления из него диоксида кремния травлением (2).

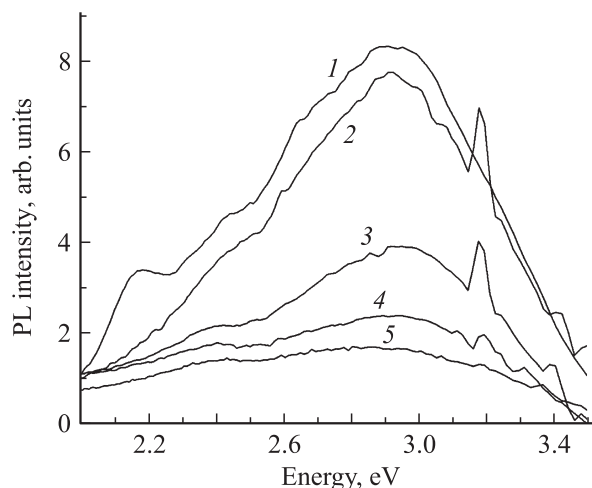


Рис. 2. Спектры ФЛ исходного композита SiC/C со структурой инвертированного опала (после травления в HF) (1). Кривые 2–5 относятся к образцу после отжига в атмосфере кислорода при температуре 500°C и длительности 15 (2), 38 (3), 106 h (4) и в режиме 500°C 106 h плюс $700^\circ\text{C}/25$ h (5).

опал–углерод до процедуры удаления из него диоксида кремния травлением в растворе плавиковой кислоты. Характер спектра ФЛ после травления изменяется слабо. Широкая полоса с максимумом при 2.8–3.2 eV является доминирующей в спектрах обоих образцов.

Источником этой ФЛ могут быть как частицы карбида кремния SiC , так и остаточные частицы SiO_2 , которые сохранились после травления в HF. Нельзя исключать и образование центров люминесценции, связанных с наличием углеродных квантовых точек [15–18] и дефектов в SiO_2 с примесью углерода [7,19–22]. Для некоторых образцов, вырезанных из объема композита, в спектре ФЛ наблюдали полосу с энергией 2.15 eV (575 nm) (рис. 2, кривая 1).

Поскольку эта полоса исчезла после удаления углерода из композита при отжиге в атмосфере кислорода [9], мы провели серию последовательных отжигов одного образца разной длительности (от 15 до 68 h) при температурах 500 и 700°C с целью выяснить вклад разных центров люминесценции в спектр ФЛ композита. На рис. 2 представлены спектры ФЛ этой серии: кривая 1 относится к исходному композиту SiC/C со структурой инвертированного опала (после травления в HF); кривые 2–4 — к образцу после отжига в кислородной атмосфере при температуре 500°C в течение 15 (2), 38 (3) и 106 h (4), кривая 5 соответствует дополнительному отжигу в течение 25 h при 700°C . После первого отжига (500°C , 15 h) в спектре исчезает полоса с энергией 2.15 eV (575 nm) и появляется узкий пик с энергией 3.18 eV, в остальном спектр подобен исходному спектру, наблюдаемому до удаления углерода. Таким образом, полосу при ~ 2.15 eV (575 nm) можно связать с углеродными кластерами в композите. По данным [23] люминесценция при ~ 570 nm обусловлена

присутствием нанокристаллов углерода с sp^3 -связями и ее интенсивность коррелирует с ростом количества этих связей.

Пик с энергией 3.18 eV (390 nm) свидетельствует о присутствии в образце кристаллов карбида кремния политипа 4H, что согласуется с результатами [24]. Этот пик едва заметен в спектре исходного композита опал-углерод до травления его в растворе HF (рис. 1, кривая 2). После травления в образцах, вырезанных из объема композита, пик 3.18 eV не виден (рис. 2, кривая 1). Это объясняется тем, что в глубине образца доля карбида кремния составляет порядка 1% [9]. Однако когда углерод был удален при отжиге (массовая доля углерода в композите 96%), в остатке были обнаружены фазы аморфного SiO_2 и кристаллического SiC (по данным рентгенофазового анализа (РФА)). Доля карбида кремния в остатке значительно выросла, и мы видим отчетливый пик в спектре ФЛ (рис. 2, кривая 2). В процессе отжига в атмосфере кислорода в спектрах образца наблюдается постепенное падение интенсивности пика 3.18 eV (рис. 2, кривые 2–5) с полным его исчезновением после отжига при 700°C (рис. 2, кривая 5). Такое поведение объясняется окислением нанокристаллов SiC по реакции $SiC + 3O_2 = SiO_2 + CO_2$. РФА подтверждает снижение доли фазы SiC в образце в процессе термообработки.

В процессе отжига произошло значительное изменение интенсивности доминирующей полосы с максимумом при 2.8–3.2 eV (рис. 2). На конечной стадии отжига (рис. 2, кривая 5) спектр ФЛ содержит две широкие полосы с энергиями 2.4 и 2.7–3.1 eV. Во многих публикациях [7, 19–22, 25–29] люминесценцию в области 2.7–3.1 eV связывают с наличием кислородных дефектов и примесей углерода в SiO_2 . Снижение интенсивности ФЛ в интервале 2.7–3.1 eV (рис. 2) естественно связать с уменьшением дефектных центров в результате термообработки образца в атмосфере кислорода. Учитывая длительное время термообработки (более 130 h), следует заметить, что не все дефекты были отожжены, так как слабая полоса в области 2.7–3.1 eV еще наблюдается. Можно предположить, что при термообработке часть центров (C– SiO_2) остается недоступной кислороду вследствие спекания наночастиц диоксида кремния вокруг них.

Полоса около 2.4 eV (517 nm) ранее наблюдалась в слоях $SiO_2:Si:C$, полученных при имплантации кремния и углерода в SiO_2 [30], а также в пленках $SiO_2:C$, осажденных плазмохимическим методом [3] и путем карбонизации окисления пористого кремния [7]. Авторы данных работ связали ФЛ при 2.4 eV с нанокластерами SiC в матрице диоксида кремния. В наших композитах наличие карбида кремния подтверждено как методом РФА, так и с помощью ИК-спектроскопии [9]. Кроме того, в работе [24] показано, что в аналогичных условиях карботермического восстановления диоксида кремния образуется кубический политип 3C-SiC [31].

Таким образом, анализ спектров ФЛ наноконпозитов SiC/C до имплантации их ионами гелия показал,

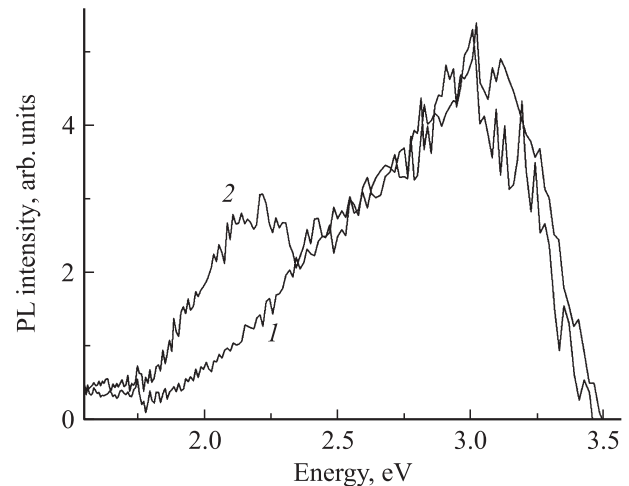


Рис. 3. Спектры ФЛ образца SiC/C из первой серии, измеренные до имплантации (1) и после имплантации ионами He^+ с энергией 40 keV дозой $1 \cdot 10^{15}$ ion/cm² (2).

что основное излучение наблюдается в синей области (2.8–3.2 eV) и обусловлено дефектными центрами в SiO_2 -матрице, связанными с вакансиями кислорода и примесями углерода. Некоторый вклад в излучение вносят нанокристаллы SiC, причем, видимо, зеленая часть спектра ФЛ связана в основном с наличием нанокристаллов кубического политипа 3C-SiC (2.4 eV).

Теперь перейдем к обсуждению спектров ФЛ образцов, подвергнутых имплантации ионами He^+ . На рис. 3 представлены спектры ФЛ одного и того же образца SiC/C первой из серии, измеренные до имплантации (кривая 1) и после имплантации ионами He^+ с энергией 40 keV дозой $1 \cdot 10^{15}$ ion/cm² (кривая 2). Следует отметить, что имплантированный образец без дополнительной термообработки демонстрирует такой же спектр ФЛ, как и до имплантации. Это слабая ФЛ в сине-зеленой области спектра около 3.1–2.5 eV (400–500 nm) (рис. 3, кривая 1). Отжиг после имплантации при температуре 800°C в инертной атмосфере приводит к появлению локальных точек в образце (размером менее 1 nm), светящихся оранжево-красным цветом. Спектр люминесценции, измеренный на площади, включающей одну из этих точек, представлен на рис. 3 (кривая 2). Изменения в спектре связаны с появлением широкой полосы с энергией 2.15 eV (575 nm), аналогичной полосе на кривой 1 рис. 2. Однако в спектре на рис. 3 (кривая 2) в этой полосе явно просматривается плечо около 1.95 eV (635 nm).

Во второй серии на одном из образцов после отжига при 800°C были обнаружены пять точек на площади около 1 cm², светящихся оранжево-красным цветом под действием УФ-лазера. Спектры ФЛ двух типичных точек приведены на рис. 4 (кривые 1 и 2). Кривая 3 (рис. 4) измерена на площади образца, где отсутствовали точки, светящиеся оранжево-красным цветом. Ее интенсивность в синей области спектра почти на два порядка

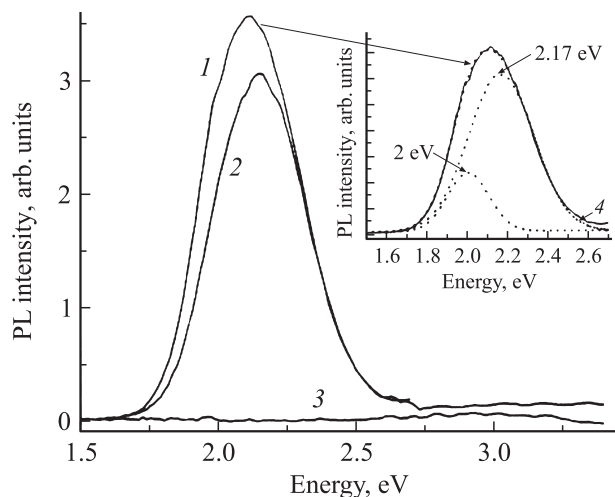


Рис. 4. Спектры ФЛ двух типичных точек (ОКТ) (1 и 2), 3 — измерения на площади образца, где отсутствовала ОКТ. На вставке показано разложение полосы с максимумом около 2.12 eV (кривая 1) на две полосы с максимумами около 2.17 eV (517 nm) и 2.0 eV (620 nm), которые характерны для двух типов N–V-центров в алмазе. Пунктирная кривая 4 является суммой двух полос разложения с максимумами около 2.17 и 2.0 eV.

ниже интенсивности излучения оранжево-красных точек (ОКТ) в образце из второй серии (рис. 4, кривые 1 и 2).

Следует отметить, что ОКТ были обнаружены только на одном из четырех образцов второй серии.

Полоса с максимумом около 2.16 eV (574 nm) (рис. 4, кривая 2), имеющая полуширину 0.40 eV, аналогична полосе на кривой 2 рис. 3, также наблюдаемой в работе [9]. Излучение второй ОКТ (кривая 1) представляет собой более широкую полосу с максимумом около 2.12 eV (585 nm), которая допускает разложение (см. вставку на рис. 4) на две полосы с максимумами около 2.17 eV (517 nm) и 2.0 eV (620 nm), которые характерны для двух типов N–V-центров в алмазе: нейтрального (N–V)⁰-центра (575 nm) и отрицательно заряженного (N–V)⁻-центров (638 nm) [10,11].

Сдвиг максимумов и большая ширина линий указывают на малый размер центров излучения, сравнимый с размером наноалмазов в [32] (5 nm). В процессе исследований обнаружена нестабильность этих центров ФЛ: через несколько месяцев ОКТ в исследованных образцах исчезли. Следует отметить, что образцы сравнения, использованные при облучении ионами гелия, не обнаруживали оранжево-красной люминесценции.

С целью структурной идентификации фрагментов алмаза образцы были исследованы методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения (HRTEM). В структуре композитов кроме кристаллитов карбида кремния, графита и аморфного углерода обнаружены сферические частицы углерода, содержащие концентрические графитоподобные оболочки, — луковичеобразные (onion-like) частицы (рис. 5). Целенаправленно

такие луковичеобразные частицы были синтезированы при облучении электронами углеродных материалов в колонне электронного микроскопа [33]. Ранее такую структуру наблюдали в работе [34]. В работах [35–38] было установлено, что высокотемпературный отжиг частиц алмаза приводит к образованию луковичеобразных частиц, состоящих из фуллереноподобных сфер, вставленных одна в другую. В работе [39] было показано, что, когда такие частицы нагреваются до 700°C и облучаются электронами, их ядра могут трансформироваться в алмаз. Расстояние между углеродными плоскостями на изображениях луковичеобразных частиц уменьшается по мере удаления от наружных оболочек к внутренним в интервале 0.34–0.22 nm. Такое уменьшение межплоскостного расстояния является результатом сжатия облученной частицы, которое и приводит к образованию алмаза в ее ядре. В [39] проведены оценки давления внутри частицы, показавшие, что оно может превосходить равновесное давление перехода графит–алмаз. Образование алмазных ядер наблюдали для многих луковичеобразных частиц с числом оболочек более 15. Размер кристаллических алмазов в ядре изменяется от 2 до 50 nm. При комнатной температуре, однако, решетка облученной луковичеобразной частицы разрывается из-за множества дефектов типа границ, которые уменьшают стабильность этой частицы [39].

На рис. 5 показано изображение участка композита SiC/C, содержащего луковичеобразные частицы. Стрелка с правой стороны указывает на ядро в центре такой частицы. Размер ядра 2 × 3.5 nm. Межплоскостное расстояние в ядре соответствует графитовой фазе углерода. На одном из двадцати различных участков образца была обнаружена гигантская луковичеобразная частица диаметром около 100 nm. На рис. 6 приведено изображение верхней половины этой частицы. Видимо, такая гигантская частица образовалась на месте октаэдрической пустоты в решетке опала, полностью заполненной углеродом, так как размер октапустоты равен 0.42D_{SiO₂}, где D_{SiO₂} — диаметр шара. Мы использовали в настоя-

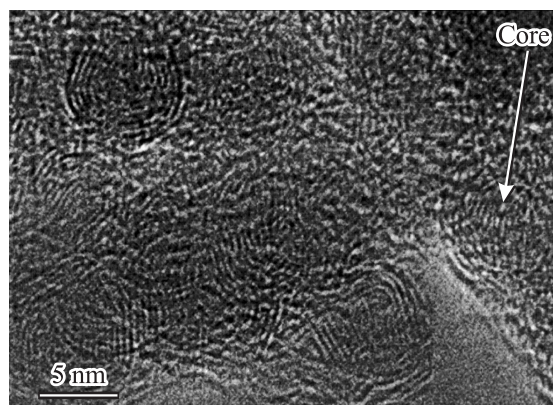


Рис. 5. HRTEM-изображение участка композита SiC/C, содержащего луковичеобразные частицы.

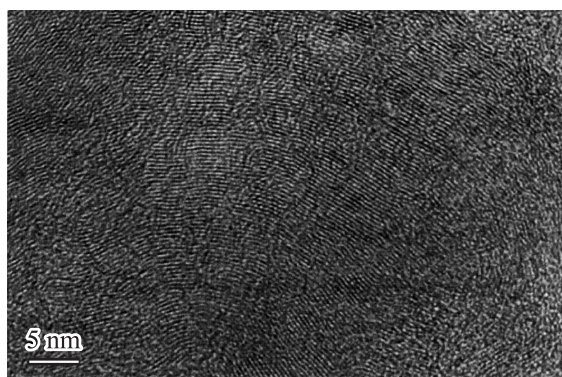


Рис. 6. HRTEM-изображение гигантской луковичеобразной частицы диаметром около 100 нм (верхняя половина частицы).

шей работе опалы с размером шаров диоксида кремния около 260 нм. Размеры октапоров в такой матрице соответствуют вписанной сфере диаметром около 100 нм. Как видно из изображения (рис. 6), сплошность графитовых слоев нарушена во многих местах. Встречаются области разориентации графитовых слоев и разупорядочения на атомном уровне, что согласуется с наблюдениями работы [39].

Анализируя результаты измерений множества частей композита, можно отметить, что типичный размер луковичеобразных частиц составляет около 10 нм. Ядро в такой частице имеет размер около 2 нм (рис. 5), что согласуется с данными, приведенными в [39]. Такой малый размер частиц логично объясняет их нестабильность. Можно предположить, что ядро на рис. 5 образовалось в виде алмазной фазы в результате высокотемпературной обработки композита опал–углерод, так как в некоторых случаях мы наблюдали люминесценцию, характерную для N–V-центров, в композитах без имплантирования ионов гелия. Имплантация композита ионами гелия инициирует образование N–V-центров в алмазной фазе, что подтверждает люминесценция ОКТ. Со временем термодинамически нестабильная фаза алмаза при комнатной температуре трансформируется в графит. После трансформации алмаза в графит ОКТ также исчезают.

Таким образом, на основе более ранних данных [9] и результатов настоящей работы было установлено, что в процессе изготовления нанокompозитов SiC/C со структурой инвертированного опала в структуре образуются сферические частицы углерода, содержащие концентрические графитоподобные оболочки (луковичеобразные частицы). Образцы нанокompозитов, имплантированные ионами He^+ , после отжига при 800°C в инертной атмосфере демонстрируют люминесценцию, характерную для N–V-центров в алмазе. В редких случаях мы наблюдали такую люминесценцию в композитах без имплантирования ионов гелия. На основании данных рентгеновской дифракции, комбинационного рассеяния и ИК-спектроскопии в работе [9] было сделано предположение о присутствии в композите фрагментов гек-

сагонального алмаза. Учитывая результаты работы [39] и данные HRTEM настоящей работы, можно предположить, что кристаллиты алмаза образуются в центре луковичеобразных частиц в процессе высокотемпературной обработки композита. N–V-центры образовывались в результате отжига образцов при 800°C, который инициировал миграцию вакансий и их захват атомами азота [40]. В исследованных образцах нам не удалось обнаружить фрагментов алмазной фазы, в том числе и в ядрах луковичеобразных частиц. Это неудивительно, если учесть крайне низкую концентрацию ОКТ в образцах (~ 1 ОКТ на cm^2), локальность метода HRTEM и термодинамическую нестабильность малых (2–3 нм) кластеров алмаза.

4. Заключение

В настоящей работе исследована ФЛ образцов нанокompозита SiC/C со структурой инвертированного опала и изучена их наноструктура, выявленная методом просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения. Люминесценция измерена при возбуждении УФ-лазером как в исходных образцах, так и в образцах после имплантации их ионами гелия He^+ дозой $10^{13} - 10^{15}$ ion/cm^2 . Метод HRTEM выявил, что в структуре композитов кроме кристаллитов карбида кремния, графита и аморфного углерода присутствует сферические частицы углерода с концентрическими графитоподобными оболочками — луковичеобразные частицы. Установлено, что эти частицы образуются в процессе изготовления нанокompозитов SiC/C при высокотемпературной обработке. Показано, что после имплантации с последующей термообработкой образцы демонстрируют люминесценцию, характерную для N–V-центров в алмазе. Сделано предположение, что кристаллиты алмаза образуются в центре луковичеобразных частиц в процессе высокотемпературной обработки композита.

Список литературы

- [1] L. Rebohle, J.von Borany, H. Frob, W. Skorupa. Appl. Phys. B **71**, 131 (2000).
- [2] S. Hayashi, M. Kataoka, K. Yamamoto. Jpn. J. Appl. Phys. **32**, L 274 (1993).
- [3] S.-Y. Seo, K.-S. Cho, J.H. Shin. Appl. Phys. Lett. **84**, 717 (2004).
- [4] Y.H. Yu, S.P. Wong, I.H. Wilson. Phys. Status. Solidi A **168**, 531 (1998).
- [5] J. Zhao, D.S. Mao, Z.X. Lin, B.Y. Jiang, Y.H. Yu, X.H. Liu, H.Z. Wang, U.Q. Yang. Appl. Phys. Lett. **73**, 1838 (1998).
- [6] J. Zhao, D.S. Mao, Z.X. Lin, B.Y. Jiang, Y.H. Yu, X.H. Liu, G.Q. Yang. Mater. Lett. **38**, 321 (1999).
- [7] А.В. Васин, В.И. Кушниренко, В.С. Лысенко, А.Н. Назаров, Y. Ishikawa, J. Salonen. Письма в ЖТФ **35**, 12, 45 (2009).
- [8] G. Li, L.W. Burggraf, J.R. Shoemaker, D. Eastwood, A.E. Stiegman. Appl. Phys. Lett. **76**, 3373 (2000).

- [9] Г.А. Емельченко, В.М. Масалов, А.А. Жохов, М.Ю. Максимук, Т.Н. Фурсова, А.В. Баженов, И.И. Зверькова, С.С. Хасанов, Э.А. Штейнман, А.Н. Терещенко. ФТТ **53**, 1059 (1059) (2011).
- [10] G. Davies, M.F. Hamer. Proc. R. Soc. Lond. A **348**, 285 (1976).
- [11] Y.-R. Chang, H.-Y. Lee, K. Chen, C.-C. Cheng, D.-S. Tsai, C.-C. Fu, T.-S. Lim, Y.-K. Tzeng, C.-Y. Fang, C.-C. Han, H.-C. Chang, W. Fann. Nature Nanotechnol. **3**, 284 (2008).
- [12] C.-C. Fu, H.-Y. Lee, K. Chen, T.-S. Lim, H.-Y. Wu, P.-K. Lin, P.-K. Wei, P.-H. Tsao, H.-C. Chang, W. Fann. PNAS **104**, 727 (2007).
- [13] A. Gruber, A. Dräbenstedt, C. Tietz, L. Fleury, J. Wrachtrup, C. von Borczyskowski. Science **276**, 2012 (1997).
- [14] F. Treussart, V. Jacques, E. Wu, T. Gacoin, P. Grangier, J.F. Roch. Physics B **376**, 926 (2006).
- [15] H. Liu, T. Ye, C. Mao. Angew. Chem. Int. Ed. **46**, 6473 (2007).
- [16] R.L. Liu, D.Q. Wu, S.H. Liu, K. Koynov, W. Knoll, Q. Li. Angew. Chem. Int. Ed. **48**, 4598 (2009).
- [17] Y. Liu, C.-Y. Liu, Z.-Y. Zhang. J. Colloid Interface Sci. **356**, 416 (2011).
- [18] Y. Wei, Y. Liu, H. Li, X. He, Q. Zhang, Z. Kang, S.-T. Lee. J. Colloid Interface Sci. **358**, 146 (2011).
- [19] A.J. Kontkiewicz, A.M. Kontkiewicz, J. Sejka, S. Sen, J. Nowak, A.M. Hoff, P. Sakthivel, K. Ahmed, P. Mukherjee, S. Watanachchi, J. Lagowski. Appl. Phys. Lett. **65**, 1436 (1994).
- [20] H. Коума. J. Appl. Phys. **51**, 2228 (1980).
- [21] N. Sagawa, T. Uchino. Appl. Phys. Lett. **87**, 251 923 (2005).
- [22] L. Shi, Q. Wang, Y. Li, Ch. Xue, H. Zhuang. Appl. Surf. Sci. **252**, 8224 (2006).
- [23] В.А. Караванский, Н.Н. Мельник, Т.Н. Заварицкая. Письма в ЖЭТФ **74**, 204 (2001).
- [24] 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. ФТТ **51**, 1626 (2009).
- [25] D. Kong, C. Zhang, Z. Xu, G. Li, Z. Hou, J. Lin. J. Colloid Interface Sci. **352**, 278 (2010).
- [26] J.L. Shen, P.N. Chen, Y.C. Lee, P.W. Cheng, C.F. Cheng. Solid State Commun. **122**, 65 (2002).
- [27] D.P. Yu, Q.I. Hang, Y. Ding, H.Z. Zhang, Z.G. Bai, J.J. Wang, Y.H. Zou, W. Qian, G.C. Xiong, S.Q. Feng. Appl. Phys. Lett. **73**, 3076 (1998).
- [28] В.С. Коргов, А.С. Зацепин, С.В. Горбунов, А.М. Мурзакаев. ФТТ **48**, 1205 (2006).
- [29] H. Nishikawa, T. Shiroyama, R. Nakamura, Y. Ohki, K. Nagasawa, Y. Hama. Phys. Rev. B **45**, 586 (1992).
- [30] A. Perez-Rodriguez, O. Gonzalez-Varona, B. Garrido, P. Pellegrino, J.R. Morante, C. Bonafos, M. Carrada, A. Claverie. J. Appl. Phys. **94**, 254 (2003).
- [31] Л.К. Орлов, Ю.Н. Дроздов, Н.А. Алябина, Н.Л. Ивина, В.И. Вдовин, И.Н. Дмитрук. ФТТ **51**, 446 (2009).
- [32] C. Bradac, T. Gaebel, N. Naidoo, M.J. Sellars, J. Twamley, L.J. Brown, A.S. Barnard, T. Plakhotnik, A.V. Zvyagin, J.R. Rabeau. Nature Nanotechnol. **5**, 345 (2010).
- [33] D. Ugarte. Nature **359**, 707 (1992).
- [34] S. Iijima. J. Cryst. Growth **5**, 675 (1980).
- [35] V.L. Kuznetsov, A.L. Chuvili, E.M. Moroz, V.N. Kolomiichuk, Sh.K. Shaikhutdinov, Yu.V. Butenko, I.Yu. Mal'kov. Carbon **32**, 873 (1994).
- [36] V.L. Kuznetsov, A.L. Chuvilin, Y.V. Butenko, I.Y. Mal'kov, V.M. Titov. Chem. Phys. Lett. **222**, 343 (1994).
- [37] V.L. Kuznetsov, I.L. Zilberberg, Yu.V. Butenko, A.L. Chuvilin, B. Segall. J. Appl. Phys. **86**, 863 (1999).
- [38] Yu.V. Butenko, V.L. Kuznetsov, A.L. Chuvilin, V.N. Kolomiichuk, S.V. Stankus, R.A. Khairulin, B. Segall. J. Appl. Phys. **88**, 4380 (2000).
- [39] F. Banhart, P.M. Ajayan. Nature **382**, 433 (1996).
- [40] G. Davies. Nature **269**, 498 (1977).