

## Формирование графена на поликристаллическом никеле

© А.Б. Логинов,<sup>1</sup> И.В. Божьев,<sup>2</sup> С.Н. Бокова-Сирош,<sup>3</sup> Е.Д. Образцова,<sup>3</sup> Р.Р. Исмагилов,<sup>1</sup> Б.А. Логинов,<sup>4</sup> А.Н. Образцов<sup>1,5</sup>

<sup>1</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, физический факультет, 119991 Москва, Россия

<sup>2</sup> Центр квантовых технологий, МГУ им. М. В. Ломоносова, физический факультет, 119991 Москва, Россия

<sup>3</sup> Институт общей физики им. А.М. Прохорова РАН, 119991 Москва, Россия

<sup>4</sup> Национальный исследовательский университет «МИЭТ», 124498 Зеленоград, Россия

<sup>5</sup> University of Eastern Finland, Department of Physics and Mathematics, 80101 Joensuu, Finland  
e-mail: loginov.ab15@physics.msu.ru

Поступило в Редакцию 28 марта 2019 г.

В окончательной редакции 28 марта 2019 г.

Принято к публикации 15 апреля 2019 г.

Представлены результаты исследования процесса формирования графеновых слоев при термическом пиролизе метана на поверхности поликристаллического никеля. Исследования проведены с использованием методики, позволяющей контролировать изменение топологии поверхности с высоким пространственным разрешением, используя сканирующий туннельный микроскоп, расположенный непосредственно в реакционной камере при исключении контакта формирующегося графена с воздушной средой. Проведенные измерения выявили формирование графеновых слоев в виде совокупности нанопузырьков с характерными размерами около 100 nm. Было также обнаружено, что локальная топология графенового слоя может изменяться под воздействием зонда туннельного микроскопа в зависимости от приложенного напряжения.

**Ключевые слова:** СТМ, углеродные материалы, графен, CVD-синтез.

DOI: 10.21883/JTF.2019.11.48340.138-19

### Введение

Углеродные наноструктурированные материалы обладают рядом уникальных свойств, которые делают их привлекательными для разработки перспективных приборов и устройств в электронике, фотонике и оптоэлектронике [1–4]. Одним из самых распространенных методов синтеза таких материалов в виде тонких пленок и покрытий является метод химического осаждения из газовой фазы (chemical vapor deposition — CVD). Несмотря на широкое использование CVD-методик, их дальнейшая оптимизация и получение с их помощью материалов с заданными характеристиками требуют дальнейших исследований механизмов формирования тонких углеродных пленок. В частности, большое значение имеет изучение начальных стадий (нуклеации), которые определяют тип и характеристики получаемого тонкопленочного материала. Известно, что с использованием углеродосодержащей газовой среды при соответствующем выборе параметров процесса осаждения (температура подложки, давление газа, способ активации газовой фазы [5]) могут быть получены различные материалы, включая моно- или поликристаллический алмаз и графит, однослойный и многослойный графен, углеродные нанотрубки и др. За исключением ограниченного числа исследований, проводившихся с использованием *in situ* измерений [6,7], для определения взаимосвязи между

параметрами процесса осаждения и характеристиками получаемых материалов используются аналитические методы, обеспечивающие только *ex situ* измерения. В ходе таких измерений получаемые образцы исследуются после их контакта с окружающей воздушной средой, которая может оказывать существенное влияние на их характеристики [8,9]. Проведение *in situ* исследований связано со значительными техническими проблемами, как правило, возможно только для локальных областей формирующихся углеродных пленок [6]. Кроме того, в *in situ* экспериментах в большинстве случаев условия синтеза заметно отличаются от используемых в практически реализуемых CVD-технологиях. В настоящей работе предложен метод, позволяющий проводить анализ формирующихся пленок непосредственно в реакционной камере без их контакта с воздушной средой. Разработанный метод позволяет проводить исследование морфологии поверхности с высоким разрешением с помощью сканирующего зондового микроскопа в одной и той же области подложки (размером  $1 \times 1 \mu\text{m}$ ) до и после осаждения углерода из окружающей газовой среды.

Разработанная методика использовалась для изучения процесса формирования графеновых слоев на поверхности поликристаллического никеля. В соответствии с общепринятой моделью каталитического роста графена [10] углеродосодержащие молекулы газа вблизи

нагретой поверхности металла диссоциируют, и образующиеся атомы углерода растворяются в материале подложки, нагретой до высокой температуры (около  $1000^{\circ}\text{C}$ ). При дальнейшем охлаждении подложки до комнатной температуры растворимость в ее материале углерода снижается, и часть атомов углерода выделяется на ее поверхности. При определенных условиях эти атомы формируют гексагональную кристаллическую структуру графена. Данная модель предполагает, что поверхность раздела между подложкой и газовой фазой представляет собой атомарно гладкую поверхность, а сама подложка рассматривается как монокристалл с определенной кристаллической ориентацией поверхности. В реальности металлические подложки, используемые для получения графена, в большинстве случаев являются поликристаллическими, а шероховатость их поверхности, даже при идеальной шлифовке, намного больше, чем у атомарно гладкой поверхности. Такое несоответствие может привести к существенному отличию предсказаний относительно процесса формирования графена на основе такого модельного рассмотрения от практически получаемых результатов, что требует дополнительных исследований, явившихся целью настоящей работы.

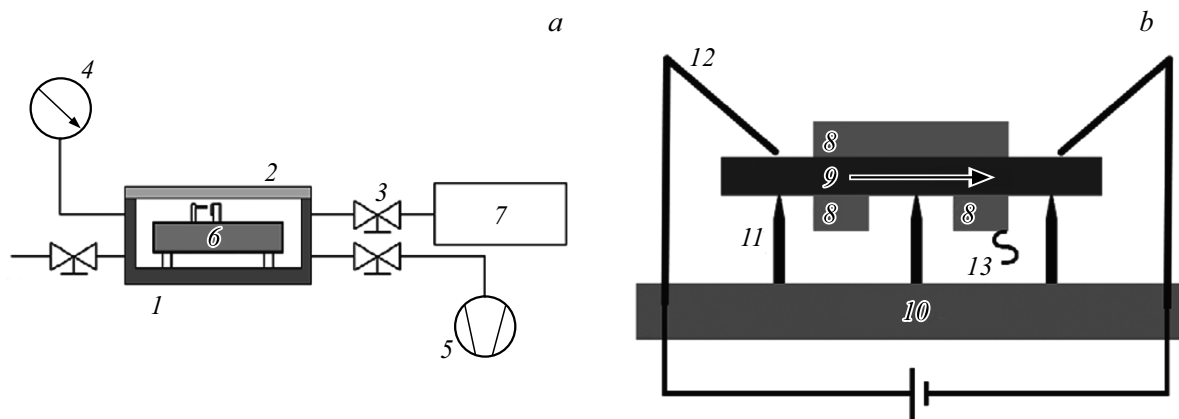
## Экспериментальная часть

В ходе проводившихся исследований использовалась установка, принципиальная схема которой представлена на рис. 1, *a*. Установка представляет собой сравнительно небольшую вакуумную камеру, объемом 5 л. Внутри камеры находится модифицированный сканирующий зондовый микроскоп (СММ-2000), серийно производимый АО „Завод ПРОТОН“, который может использоваться для исследований как в режиме сканирующего туннельного микроскопа (СТМ), так и в режиме сканирующего атомно-силового микроскопа (АСМ). В настоящей работе использовался режим СТМ, поскольку исследовались хорошо электропроводящие поверхности. Камера может соединяться через натекаль с окружающей атмосферой и/или с газовой магистралью, обеспечивающей ее наполнение чистым метаном (ОСЧ метан 99.999%). В камере предусмотрены вакуумметр и вакуумные электрические разъемы для управления микроскопом. Для обеспечения необходимой температуры в процессе формирования графена подложка располагалась на специальном столике, конструкция которого обеспечивала наблюдение одного и того участка на ее поверхности до и после нагрева образца до требуемой температуры (около  $1000^{\circ}\text{C}$ ) и его последующего остывания до комнатной температуры. Схема столика представлена на рис. 1, *b*. Подложка, изготовленная из металлической фольги в форме *U*-образной клипсы, закреплялась на нагревателе (за счет собственной упругости *U*-образной формы клипсы), который представляет собой кремниевую пластину толщиной  $600\ \mu\text{m}$  прямоугольной ( $20\ \text{mm}$  в длину и  $7\ \text{mm}$  в ширину) формы. С ее обратной от

образца стороны с помощью лазерного резака (установка Signatone CM-250) формировались три углубления диаметром около  $50\ \mu\text{m}$  и глубиной  $100\ \mu\text{m}$ . Углубления фиксировали положение кремниевой пластины на трех заостренных стальных иглах, которые своей обратной (тупой) стороной юбки приклеены высокотемпературным эпоксидным клеем к основанию из кварцевого стекла. В данной конструкции при тепловом расширении нагревателя (кремниевой пластины), происходящем в результате нагрева, острия игл оставались фиксированными по центру углублений. Термическое расширение кремниевой пластины приводило к относительно небольшому обратимому изгибу игл и возврату подложки в исходное положение после охлаждения до комнатной температуры. Кварцевое стекло выбрано с учетом низких коэффициентов теплопроводности (около  $1.4\ \text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ) и теплового расширения ( $0.54\cdot 10^{-6}\ \text{K}^{-1}$ ). Это обеспечивает минимизацию теплопередачи к остальным частям микроскопа от нагреваемых элементов (кремниевая пластина-нагреватель с подложкой) и соответствующего уменьшения эффектов, связанных с тепловым расширением кварцевого основания. Кремниевая пластина-нагреватель резистивно разогревается вплоть до  $1200^{\circ}\text{C}$  путем пропускания постоянного тока с использованием молибденовых электродов, изготовленных из проволоки диаметром  $0.6\ \text{mm}$ , которые также плотно поджимают пластину к иглам. Температура образца определялась с помощью пирометра (Land Cyclops 100). Дополнительная медная проволока диаметром  $50\ \mu\text{m}$  подводит к образцу туннельное напряжение со стороны стальных игл. Столик лежит на теле микроскопа таким образом, что плоскость образца находится в вертикальной плоскости. Грубый подвод столика к СТМ игле осуществляется с помощью линейного пьезодвигателя.

Для реализации процесса каталитического синтеза графена в качестве подложки была использована никелевая фольга толщиной  $50\ \mu\text{m}$  в форме *U*-образной клипсы. Основная часть имеет форму прямоугольника ( $3\ \text{mm}$  в длину и  $2\ \text{mm}$  в ширину), задняя часть имеет форму двух прямоугольников ( $1\ \text{mm}$  в ширину и  $2\ \text{mm}$  в длину) и осуществляет поджим со стороны стальных игл и закрепление образца на кремниевом нагревателе. Непосредственно перед помещением в камеру образцы подложек тщательно отшлифовались до зеркального блеска и промывались чистым ацетоном. С целью обеспечения обратимости смещения, возникающего в результате термического расширения никеля, относительно нагревателя, углы фольги были немного загнуты в сторону нагревателя. Для фиксации положения подложки относительно нагревателя такие загнутые углы (аналогично стальным иглам) располагались в углублениях, образованных в виде царапин на кремниевой пластине.

Образцы подложек нагревались до  $300^{\circ}\text{C}$  в течение  $30\ \text{s}$  в откачанной камере при давлении  $2\ \text{Pa}$  для удаления адсорбентов. Изображения поверхности, полученные с помощью СТМ, после такого предварительного отжига подтвердили эффективность шлифовки, проведение которой обеспечивало получение шероховатости поверхности (максимальная разность высот, взятая в области



**Рис. 1.** *a* — схема установки CVD-синтеза со встроенным СТМ; *b* — схема держателя для образцов: 1 — вакуумная камера, 2 — просмотровое окно, 3 — газовые накатели, 4 — вакуумметр, 5 — форвакуумный насос, 6 — СТМ, 7 — баллон с высокочистым метаном, 8 — подложка из никелевой фольги в виде U-образной клипсы, 9 — кремниевая пластина-нагреватель, 10 — кварцевое основание, 11 — стальные иглы, 12 — молибденовые электроды, 13 — медная проволока для подвода туннельного напряжения. Стрелка указывает направление постоянного тока через кремниевый нагреватель.

площадью  $250 \times 250 \text{ nm}$ ) около  $10 \text{ nm}$ , при размерах зерен поликристаллической фольги от  $30$  до  $50 \text{ nm}$ . При этом в поле СТМ кадров также наблюдались протяженные царапины глубиной около  $50 \text{ nm}$ , оставшиеся после полировки. Эти царапины служили как опорные объекты для сравнения СТМ кадров до и после процедуры нагрева. После предварительных СТМ исследований образец отодвигался от СТМ зонда на безопасное для сканера расстояние около  $1 \text{ cm}$  с помощью встроенных в микроскоп пьезодвигателей.

CVD-синтез графена проводился путем нагрева подложки в атмосфере чистого метана при давлении  $103 \text{ Pa}$ . Постоянная температура подложек  $750^\circ\text{C}$  поддерживалась в течение  $20 \text{ s}$  для одной серии и  $10 \text{ s}$  для другой серии экспериментов. После такого нагрева ток через нагреватель плавно уменьшался таким образом, чтобы температура образца спадала со скоростью около  $80^\circ\text{C/s}$ . После этого осуществлялся процесс подвода образца к СТМ зонду, что занимает примерно  $10 \text{ min}$ . За это время образец успевает остыть почти до комнатной температуры, и СТМ зонд оказывается над тем же местом на поверхности образца, что и до нагрева. Далее снимались СТМ кадры измененной поверхности образца с осажденным на нее углеродным материалом. Для сравнения, полученные на поликристаллическом никеле материалы были исследованы с помощью растрового электронного микроскопа (РЭМ, Supra 40, Carl Zeiss) и микро-спектрометра комбинационного рассеяния света (КРС, HORIBA LabRAM HR Evolution UV-VIS-NIR-Open, лазер Nd:YAG  $532 \text{ nm}$ ,  $14 \text{ mW}$ ).

## Результаты и обсуждение

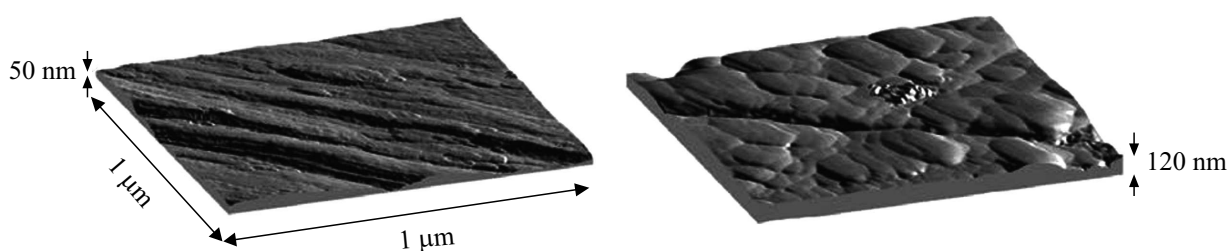
Для выявления параметров CVD-синтеза созданной установки, обеспечивающих получение преимущественно углеродных пленок, был проведен ряд пробных

экспериментов. В ходе этих экспериментов было, в частности, обнаружено, что при нагреве поликристаллической никелевой фольги в атмосфере метана с давлением в камере  $10^3 \text{ Pa}$  в течение  $20 \text{ s}$ , и последующем охлаждении до комнатной температуры со скоростью  $80^\circ\text{C/s}$ , на подложке формируются пленки, состоящие из нескольких атомарно тонких слоев графена.

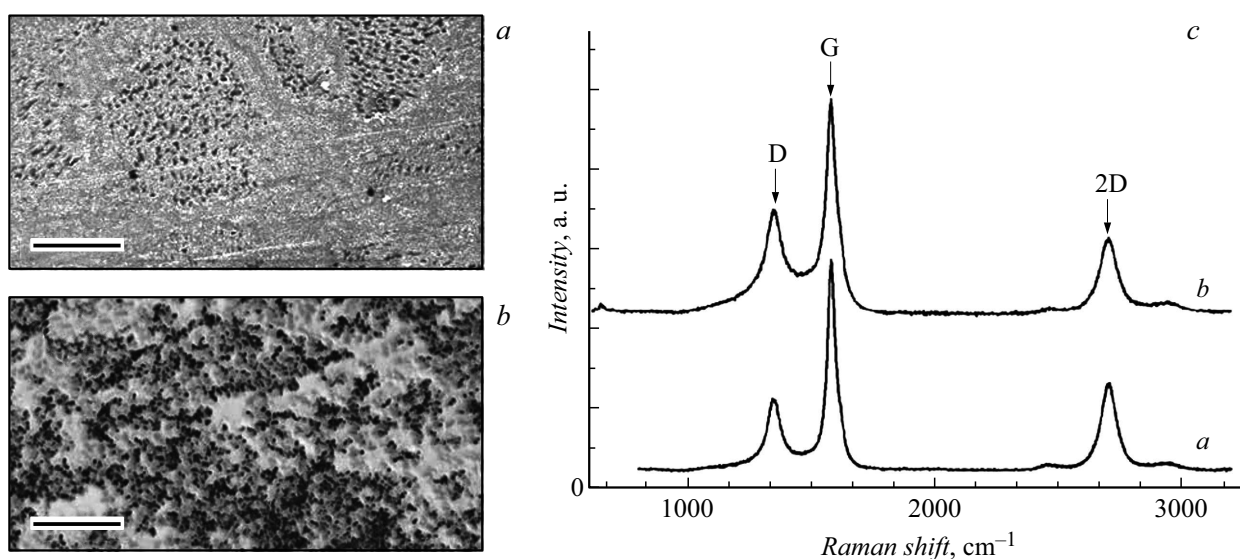
Типичные СТМ кадры поверхности образца до и после CVD-синтеза приведены на рис. 2. Характерной особенностью полученных пленок, выявленной в СТМ изображениях, является морфология поверхности в виде совокупности структурных образований размером около  $150 \text{ nm}$  в диаметре и  $60 \text{ nm}$  в высоту.

Проведенное КРС исследование свидетельствует, что полученные пленки представляют собой многослойный графен. В спектре графитоподобных материалов, таких как графит, графен [11], углеродные нанотрубки [12], обычно присутствуют два пика, расположенных на  $1580 \text{ cm}^{-1}$  (G-линия) и  $1350 \text{ cm}^{-1}$  (D-линия). G-линия в КРС спектре связана с продольной модой колебаний атомов углерода вдоль графенового двумерного слоя с гексагональной структурой [13]. D („Defect“) линия возникает при наличии дефектов в гексагональной структуре  $sp^2$ -атомов, включая межкристаллитные границы в поликристаллическом материале. Отличительной особенностью КРС спектров графена (одно- и многослойного) является наличие относительно узкой и интенсивной линии  $2\text{D } 2700 \text{ cm}^{-1}$  [14], которая является вторым порядком D-линии. По отношению интенсивности 2D-линии к интенсивности G-линии, в частности, можно сделать вывод о количестве графеновых слоев в материале. Характерные КРС спектры, полученные для исследованных в настоящей работе образцов приведены на рис. 3, *a*. В этих спектрах присутствуют все характерные для многослойного графена линии.

Исследования с помощью РЭМ (рис. 3, *b, c*) показали, что полученные образцы представляют собой неоднород-



**Рис. 2.** Трехмерные СТМ кадры одной и той же области на поверхности никеля до (слева) и после (справа) CVD-синтеза. На изображении видны царапины глубиной 50 nm и графеновые структуры со средней высотой 60 nm. СТМ кадры получены при туннельном напряжении 0.2 V и токе 3.5 nA.



**Рис. 3.** РЭМ изображения (*a, b*) полученных пленок с различной степени однородности, и КРС спектр (*c*) для этих пленок. Масштабный отрезок на РЭМ изображениях соответствует 10 μm.

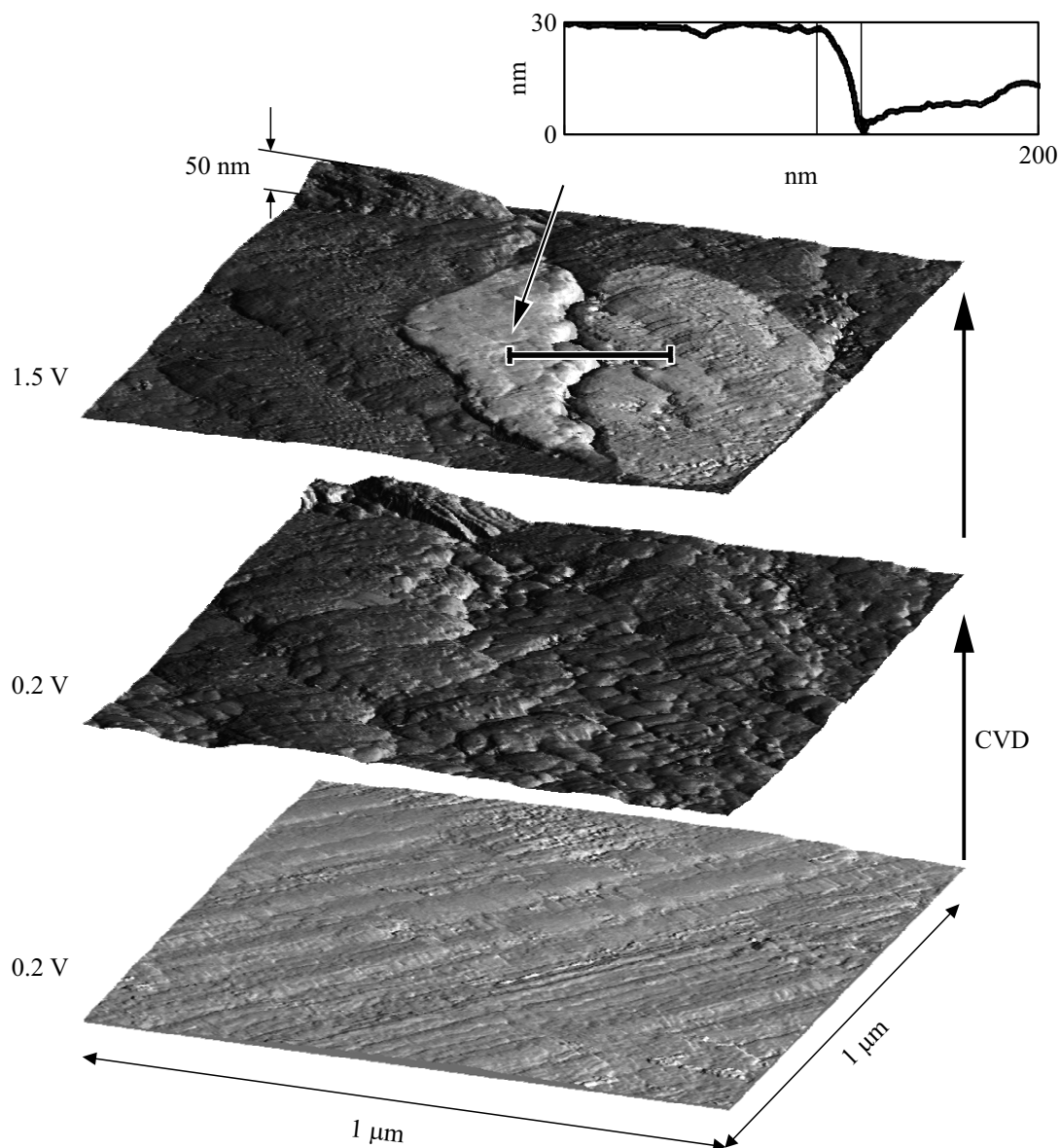
ные пленки. Такая неоднородность может быть связана с нанометровой толщиной пленки и с ее способностью легко отделяться в некоторых местах от поликристаллического никеля, что будет подробнее описано далее. Необходимо отметить, что РЭМ наблюдения оказались возможны только при малом ускоряющем напряжении электронов в пучке (0.5 kV) аналогично результатам, представленным в [15]. Это объясняется тем, что сечение рассеяния электронов в графене сильно растет при уменьшении их энергии, а их глубина проникновения в материал падает. По этой причине использование малых ускоряющих напряжений позволяет получить информацию с тонкого слоя (толщиной несколько нанометров), расположенного на поверхности поликристаллического никеля, в то время как использование стандартных высоких напряжений (10–20 kV) — только морфологию самого никеля. Однако существенным недостатком использования малых ускоряющих напряжений является относительно слабое пространственное разрешение РЭМ.

Проведенные экспериментальные исследования указывают на то, что при увеличении напряжения, при приложении между пленкой и СТМ зондом, от 0.2 V

(при котором производилось исходное сканирование образца) до 1.5 V происходит значительное изменение морфологии поверхности. Такие изменения представлены в виде СТМ изображений на рис. 4. Как можно увидеть из этого рисунка, после воздействия повышенного электрического поля образуются две области, имеющие заметные отличия в морфологии. На одной из этих областей четко видна структура, аналогичная образованиям, представленным на рис. 2. На другой из этих областей такие структуры практически полностью исчезли. Кроме этого, можно отметить образование ступеньки в 28 nm между этими двумя этими областями. Указанный эффект хорошо воспроизводится и на серии полученных пленок.

Причиной отмеченных изменений в морфологии графеновых пленок может служить сильное электрическое поле, создаваемое вокруг СТМ зонда. Пондеромоторные силы со стороны этого поля могут вызывать смещение тонких слоев графена из-за его относительно высокой поляризуемости. Величина такой пондеромоторной силы пропорциональна второй производной потенциала электростатического поля [16].

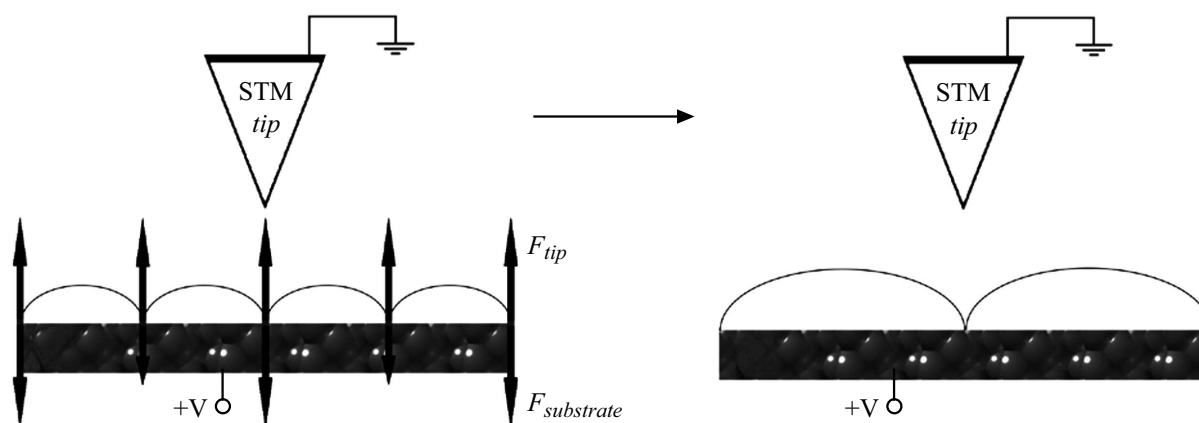
Полученные многочисленные результаты СТМ исследований позволяют предложить следующую модель фор-



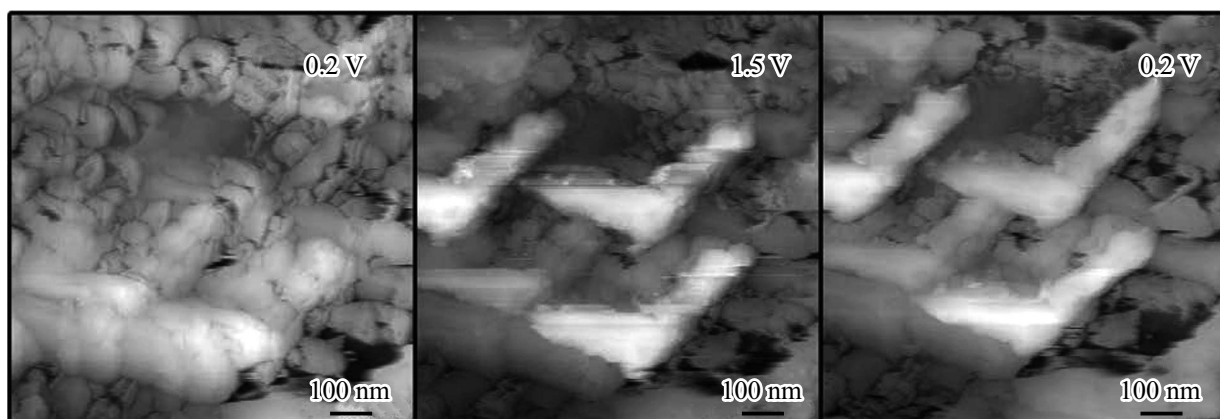
**Рис. 4.** Трехмерные СТМ изображения одной и той же области поверхности на образце. Снизу — поверхности исходной никелевой фольги; посередине — изображение графеновых наноструктур; сверху — изображение тех же наноструктур после сканирования с повышенным туннельным напряжением. Высветленные области отвечают указанным в тексте изменениям в морфологии поверхности. СТМ кадры получены при туннельном токе 3.5 нА. Слева от каждого СТМ кадра указано значение туннельного напряжения, при котором оно было получено.

мирования и модификации графеновых наноструктур, которая схематически представлена на рис. 5. В рамках предложенной модели предполагается, что получаемые структуры обусловлены поликристаллическостью никелевой подложки, размер зерен на поверхности которой лежит в диапазоне 20–50 нм. Грани кристаллических зерен на поверхности подложки имеют различную кристаллографическую ориентацию. Ввиду совпадения постоянных решеток и симметрий плоскости (111) и плоскости графена, которая имеет гексагональную структуру, между зернами никеля с такой ориентацией и графеном величина ван-дер-ваальсового взаимодействия оказывается значительно выше, чем между графеном и зернами

других ориентаций. Из-за этого различия на поверхности поликристаллического никеля может возникать сильно неоднородное поле притяжения по отношению к графену. Прямые экспериментальные наблюдения свидетельствуют о том, что заметные морфологические изменения графеновых слоев могут быть созданы приложением туннельного напряжения около 1.5 В. Поле, созданное таким напряжением, по-видимому, приводит к отрыву графеновой пленки от никеля в тех местах, где она наиболее слабо связана с подложкой. В то же время при указанных полях (напряжениях) неподвижными и прочно связанными с подложкой остаются те участки графена, кристаллическая структура которых имеет



**Рис. 5.** Предполагаемый механизм слияния нанопузырьков. Стрелки, направленные вверх, соответствуют силе притяжения к СТМ зонду, вниз — к подложке. Длина стрелок соответствует абсолютному значению силы. Длинные стрелки, направленные вниз, отвечают притяжению к зернам (111), короткие — к зернам других ориентаций. Текстура никелевой подложки иллюстрирует ее поликристаллическую структуру.



**Рис. 6.** Последовательность СТМ кадров, описывающая возникновение бумеранго-подобных графеновых структур при повышении туннельного напряжения во время сканирования. СТМ кадры получены при туннельном токе 3.5 nA.

минимальное рассогласование с параметрами кристаллической решетки зерен никеля, соответствующей их (111) ориентации.

Морфология исследованных графеновых наноструктур указывает на формирование пленок в виде совокупности наполненных газом пузырей нанометрового размера. Появление аналогичных пузырей отмечалось ранее для графеновых пленок, получаемых CVD-способом [11]. Однако в этих работах размер пузырей был на несколько порядков больше и составлял несколько микрометров. В работе [11] также предполагается, что в состав газа, наполняющего такие пузыри, входит водород, который является основной компонентой газовой смеси, используемой в CVD-процессе. Также похожие нанопузыри наблюдались при формировании графена на подложке из монокристаллического рутения с ориентацией (0001) [17], а эффект модификации нанопузырей в виде их слияния (аналогично нашим наблюдениям) отмечался в этой работе при увеличении концентрации

кислорода в камере. В этих работах предполагается, что внутри таких nano- и микропузырей находится газ. Слияние таких пузырей является термодинамически выгодным для инкапсулированного газа [18], поскольку объединение двух объемов газа приводит к увеличению энтропии и уменьшению ее свободной энергии.

В серии экспериментов с уменьшенным временем осаждения (10 s) исследовались особенности более тонких графеновых пленок, состоящих из меньшего количества атомных слоев. За исключением нескольких деталей результаты таких исследований показали аналогичный характер морфологических характеристик получаемых пленок. Анализ с помощью КРС спектроскопии не выявил заметного уменьшения количества слоев в графене, получаемом при снижении длительности процесса осаждения. Существенным отличием таких пленок является то, что они гораздо менее однородны по сравнению с пленками, полученными при осаждении в течение 20 s. На 10 s пленках также были обнаружены нанопузырьки,

которые аналогичным образом модифицировались при увеличении туннельного напряжения. На рис. 6. представлены СТМ кадры, полученные для таких пленок при разном туннельном напряжении. При сканировании с туннельным напряжением от 0.2 до 1.5 V морфология поверхности не менялась, однако при сканировании с туннельным напряжением 1.5 V было обнаружено существенное изменение морфологии поверхности. Характерной особенностью является то, что в этом случае графеновые пузырьки объединяются в упорядоченные бумеранго-подобные структуры. Видно, что имеется два выделенных направления, задаваемые плечами этих бумеранго-подобных образований. По-видимому, одно из таких выделенных направлений связано с направлением шлифовки исходной никелевой поверхности.

Следует отметить, что разработанная установка позволяет снизить время осаждения углеродного материала до 10–20 s, что существенно меньше по сравнению с другими „ультра-быстрыми“ методами синтеза графена [19], время осаждения в которых составляет порядка нескольких минут. Кроме этого, использованная в настоящей работе методика обеспечивает быстрый и информативный анализ получаемых пленок. Предложенная модель формирования структуры графеновой пленки в виде совокупности наполненных газом нанопузырей может быть справедлива также и для других слоистых материалов, таких как WS<sub>2</sub>, MoS<sub>2</sub> [20,21]. Воздействие СТМ зонда на пузырьки в таких материалах должно приводить к их модификациям (слиянию), аналогичным тем, которые наблюдались в данном исследовании для графеновых пленок. Это может оказаться полезным при получении и использовании тонкопленочных материалов этого типа в различных приборных структурах.

## Заключение

В результате работы была предложена новая разновидность методики CVD-синтеза графеновых пленок, с помощью пиролиза газообразного углеводорода (метана), а также изучения процессов формирования графена с помощью зондового сканирующего микроскопа, установленного непосредственно в ростовой камере. Особенностью предложенной методики является возможность получения СТМ изображений морфологии формирующейся графеновой пленки с одной и той же области на поверхности образца без его контакта с воздушной средой. На основании анализа полученных в работе экспериментальных данных предложена модель формирования графеновых пленок в виде совокупности наполненных газом пузырьков нанометрового размера. Обнаружена возможность контролируемой модификации морфологии полученных пленок путем слияния таких пузырьков под действием напряжения, приложенного к СТМ зонду. Данные методика, модель и метод модификации структуры могут быть использованы для пленок других слоистых двумерных материалов.

## Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант № 17-72-10173) и Российского фонда фундаментальных исследований (грант № 18-02-01103\_A; КРС исследования). Использовалось оборудование Учебно-методического центра литографии и микроскопии МГУ им. М.В. Ломоносова.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] Kleshch V.I., Bandurin D.A., Orekhov A.S., Purcell S.T., Obratsov A.N. // *Appl. Surf. Sci.* 2015. Vol. 357. P. 1967–1974.
- [2] Arnoldi L., Spies M., Houard J., Blum I., Etienne A., Ismagilov R., Obratsov A. // *Appl. Phys. Lett.* 2018. Vol. 112. N 14. P. 143104.
- [3] Calado V., Shou-En Zhu, Goswami S., Xu Q., Watanabe K., Taniguchi T., Janssen G.C.A.M., Vandersypen L.M.K. // *Appl. Phys. Lett.* 2014. Vol. 104. N 2. P. 023103.
- [4] Конов В.И. Углеродная фотоника. М.: Наука, 2017.
- [5] Spear K.E., Dismukes J.P. Synthetic diamond: emerging CVD science and technology. Vol. 25. John Wiley & Sons, 1994.
- [6] Nasibulin A.G., Sun L., Hämmäläinen S., Shandakov S.D., Banhart F., Kauppinen E.I. // *Cryst. Growth Des.* 2009. Vol. 10. N 1. P. 414–417.
- [7] Ismagilov R.R., Zolotukhin A.A., Shvets P.V., Obratsov A.N. // *J. Nanoelectron. Optoelectron.* 2012. Vol. 7. N 1. P. 90–94.
- [8] Yang Y., Brenner K., Murali R. // *Carbon.* 2012. Vol. 50. N 5. P. 1727–1733.
- [9] Reckinger N., Felten A., Santos C.N., Hackens B., Colomer J.-F. // *Carbon.* 2013. Vol. 63. P. 84–91.
- [10] Obratsov A.N. // *Nat. Nanotechnol.* 2009. Vol. 4. N 4. P. 212.
- [11] Tyurnina A.V., Ismagilov R.R., Chuvilin A.V., Obratsov A.N. // *Phys. Stat. Sol. B.* 2010. Vol. 247. N 11–12. P. 3010–3013.
- [12] Ismagilov R.R., Shvets P.V., Zolotukhin A.A., Obratsov A.N. // *Chem. Vap. Depos.* 2013. Vol. 19. N 10–11–12. P. 332–337.
- [13] Jorio A., Dresselhaus M.S., Saito R., Dresselhaus G. Raman Spectroscopy in Graphene Related Systems. Wiley, 2011.
- [14] Obratsov A.N., Tyurnina A.V., Obratsova E.A., Zolotukhin A.A., Liu B., Chin K.-C., Wee A.T.S. // *Carbon.* 2008. Vol. 46. N 6. P. 963–968.
- [15] Hiura H., Miyazaki H., Tsukagoshi K. // *Appl. Phys. Express.* 2010. Vol. 3. N 9. P. 095101.
- [16] Smythe W.R. Static and Dynamic Electricity. London, 1939.
- [17] Lu J., Neto A.H.C., Loh K.P. // *Nature Commun.* 2012. Vol. 3. P. 823.
- [18] Filk T., Honerkamp J. Statistical Physics: An Advanced Approach with Applications. Springer Berlin Heidelberg, 2013.
- [19] Lee I., Bae D.J., Lee W.K., Yang C.-M., Cho S.W., Nam J., Lee D.Y., Jang A., Shin H.S., Hwang J.Y., Hong S., Kim K.S. // *Carbon.* 2019. Vol. 145. P. 462–469.
- [20] Jeon J., Jang S.K., Jeon S.M., Yoo G., Jang Y.H., Park J.-H., Lee S. // *Nanoscale.* 2015. Vol. 7. N 5. P. 1688–1695.
- [21] Tyurnina A.V., Bandurin D.A., Khestanova E., Kravets V.G., Koperski M., Guinea F., Grigorenko A.N., Geim A.K., Grigorieva I.V. // *ACS Photonics.* 2019. Vol. 6. N 2. P. 516–524.