

不同形貌 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米材料的制备及发光性能研究

刘海瑞^{1,2} 赵 丹^{1,2} 梁 建^{1,2} 张竹霞^{1,2} 刘旭光^{1,3} 贾虎生^{*,1,2} 许并社^{1,2}

(¹ 太原理工大学新材料界面科学与工程教育部重点实验室, 太原 030024)

(² 太原理工大学材料科学与工程学院, 太原 030024)

(³ 太原理工大学化学化工学院, 太原 030024)

摘要: 采用常压化学气相沉积法(APCVD), 分别以金属镓(Ga), 铟(In)和氨气(NH_3)为镓源, 铟源和氮源, 在 Si 衬底上利用催化剂 Au 成功合成了不同形貌的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米材料。利用 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、X 射线光电子能谱(XPS)和光致发光谱(PL)对比研究了 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0, 0.25$) 纳米材料在形貌, 化学成分, 晶体结构以及发光特性的变化。分析结果表明: 当没有催化剂时, 所生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 样品形貌由片状结构自组装成花状结构, 而在催化剂 Au 的作用下, 生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米晶的形貌变为以纳米线为轴在其上生长的片状的“塔”状结构; 虽然在催化剂 Au 的作用下生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) 形貌发生了很大变化, 但晶体结构未发生改变, 均为六方纤锌矿结构; PL 分析结果显示 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米结构的发光性能随着 In 含量的增加, 发光谱的强度增加且同时出现了蓝光区, 在催化剂 Au 的作用下生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 的发光强度最强。最后对不同形貌 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 其生长机理做简单分析。

关键词: InGaN 纳米晶; Au 催化; 六方纤锌矿结构; PL 谱

中图分类号: O649

文献标识码: A

文章编号: 1001-4861(2012)06-1177-06

Fabrication and Optical Property of Different Morphologies $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ Nano-Crystals

LIU Hai-Rui^{1,2} ZHAO Dan^{1,2} LIANG Jian^{1,2} ZHANG Zhu-Xia^{1,2}

LIU Xu-Guang^{1,3} JIA Hu-Sheng^{*,1,2} XU Bing-She^{1,2}

(¹Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials

(Ministry of Education), Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(²College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(³College of Chemistry and Chemical Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: Different morphologies of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0, 0.25$) nanomaterials were prepared upon Si substrates by Atmospheric Pressure Chemical Vapor Deposition (APCVD), metal Ga, In, NH_3 gas as the source of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, respectively. Gold (Au) as catalyst has an important role for the change of morphology. The morphology, chemical composition, crystalline, and PL properties of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ were investigated by XRD, SEM, XPS, and PL, respectively. The results show that all samples are Wurtzite structure, however, the morphology has been changed from flower to pagoda with the effect of Au catalyst; with the increase of In content, the intensity of PL for $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ nano-crystals increases and blue light zone appears. In addition, the intensity of PL of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ prepared with the catalysis of Au is the strongest comparing with others samples. Finally, a possible formation process for growing different morphologies $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ nano-structures is proposed.

Key words: InGaN nano-crystal; Au catalyst; wurtzite structure; PL spectrum

收稿日期: 2011-11-15。收修稿日期: 2012-01-06。

高校长江学者和创新团队(No.IRT0972); 国家自然科学基金(No.51002102); 山西省自然科学基金(No.2009021026); 山西省研究生优秀创新项目(No.20113033)和山西省高等学校优秀青年学术带头人资助项目。

*通讯联系人。E-mail: jiahusheng@126.com, liuhairui1@hotmail.com

0 引言

Ⅲ-V 族氮化物,具有禁带宽度大、击穿场强大、介电常数小、高饱和电子漂移速度和导热性能良好等优点,已成为世界上最先进的半导体材料之一,如 AlN, GaN, InN 和它们的合金^[1-6]。其中 GaN 的禁带宽度为 3.4 eV (~365 nm)^[7],载流子带间跃迁产生辐射波短,掺杂后不仅可以在高温、高频、大功率和高密度集成下工作,还可使发光波长移至可见光区域。常见的 p 型掺杂元素有 II A 族、III A 族、过渡族^[8-10]以及稀土族元素^[11-12]。其中 In 属于 III A 族,且 InN 的禁带宽度为 0.7 eV (~1770 nm)^[13],因此,合金 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 的禁带宽度可随 In 含量的变化而变化,介于 0.7 eV 到 3.4 eV 之间^[7],即从紫外到红外之间,从而决定了其在固态照明和光伏设备的广泛应用^[14]。此外,还可应用于多节太阳能电池^[15]。目前为止,研究者尝试采用不同方法来制备不同形貌的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米材料,例如 Kim 等用氢化物气相外延技术(HVPE)生长纳米棒并且合成了高亮度的 LED 纳米棒^[16]。然而,金属有机化学气相沉积法(MOCVD)^[17],分子束外延(MBE)^[18]和化学气相沉积法(CVD)^[19]也是生长 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 基纳米材料的常用方法。由于外延层和衬底之间的晶格常数和热扩散系数不同,采用外延方法合成 InGaN 薄膜存在很多缺陷,尽管 MOCVD 生长 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 的质量较好,但该设备昂贵且操作复杂,与 MOCVD, MBE 等方法相比较, CVD 法具有独特的优点:成本较低,操作简单。

在本研究中,我们利用简单的 CVD 方法,分别以金属镓和氨气为镓源和氮源,钨丝为钨源,在 Si 衬底上制备了不同形貌的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0, 0.25$) 纳米晶,并对其形貌、结构、成分和发光性能进行了表征,同时分析了催化剂 Au 的作用及其生长机理。

1 实验部分

前期准备:首先将 Si(001)切成 $0.5 \times 0.5 \text{ cm}^2$ 的小片,然后分别用盐酸,氨水,丙酮,酒精,去离子水,超声 15 min,最后在需要喷金的 Si 片上用溅射镀膜仪溅射 50 nm Au。

$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 的生长过程:首先将 Si 衬底放在石英舟内,在舟内距离衬底 1 cm 左右(近气源端)放置一定量的钨丝,再在距离钨丝 1 cm 左右(近气源端)放置 0.15 g 的金属镓,再将石英舟放入简易水平管式炉的石英管中高温区的位置,管式炉的结构如图 1

所示;然后通入流量为 120 sccm 的氩气(纯度 99.999%)30 min 使石英管内为无氧环境,随后开始加热,升温过程中始终保持通入氩气(流量为 80 sccm)。当升至 950 °C 时,开始通入 90 sccm 的氨气(纯度 99.999%),同时调节通入氩气的流量为 25 sccm,反应 20 min 后关闭氨气流量计和加热电源,样品在氩气环境下降温。最后随炉冷却至常温后,将样品从石英管中取出并关闭氩气。

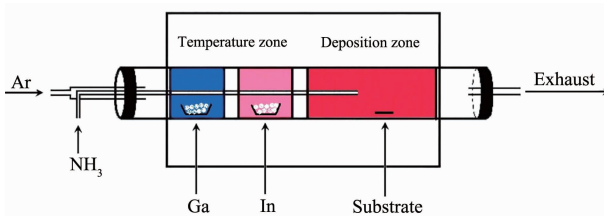


图 1 APCVD 体系示意图

Fig.1 Schematic diagram of APCVD system

样品的晶体结构由 X 射线衍射仪(XRD)测试: Cu 靶 $K\alpha$ 射线(30 kV, 20 mA)测试, $\lambda=0.15406 \text{ nm}$; 表面形貌由 (JEOL JSM-6700F 型) 发射扫描电镜 (FESEM) 表征, 附带的 X 射线能谱仪 (EDS) 测定产物的成分; AMICUS 生产的型号为 KRATOS 的 X 射线光电子能谱 (XPS) 表征样品的成分; 光致发光谱 (PL) 采用 Nanometrics Inc. 制造的 NAN-RPM2000 型光致发光谱扫描仪, 采用 YAG 作激发光源, 激发波长为 266 nm。

2 结果与讨论

2.1 形貌与成分

保持生长温度和气体使用相同的情况下, 所制备的样品 S1, S2, S3 对催化剂 Au 和单质 In 的使用如表 1 所示。

当反应完成取出样品后, 与反应前的 Si 衬底比较, 发现 Si 衬底表面均已生长出了一层淡黄色物质。图 2(a) 是在喷 Au 的 Si 衬底上生长的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0$) 纳米线 (S1) 的 SEM 图, 从图中可以发现纳米线的直径约为 60~100 nm, 其中有曲线也有直线, 纳米线的末端存在金属小球, 表明 Au 在 InGaN 纳米线的生长过程中起了催化剂的作用, 与早期的研究相一致^[20]。图 2(b) 显示的是样品 S2 在 Si 上直接生长 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) 纳米材料的 SEM 图, 样品由大量片状晶粒组成, 厚度大约为 50~80 nm, 片状晶粒按一定规则互相吸附呈现花状结构团聚在一起。图 2(c) 是在喷 Au 的 Si 片上生长的样品 S3 的 SEM 图, 从

表 1 样品的生长条件和 EDS

Table 1 EDS results of the samples and respective growth conditions

Sample number	Au catalyst	In precursors / g	Atomic ratio In:Ga:N	Lattice parameters / nm	
				<i>a</i>	<i>c</i>
S1	With	0	0:47.2:52.8	0.319 1	0.518 2
S2	Without	0.3	15.2:43.7:41.1	0.321 7	0.519 8
S3	With	0.3	15.8:43.6:41.6	0.322 1	0.520 4

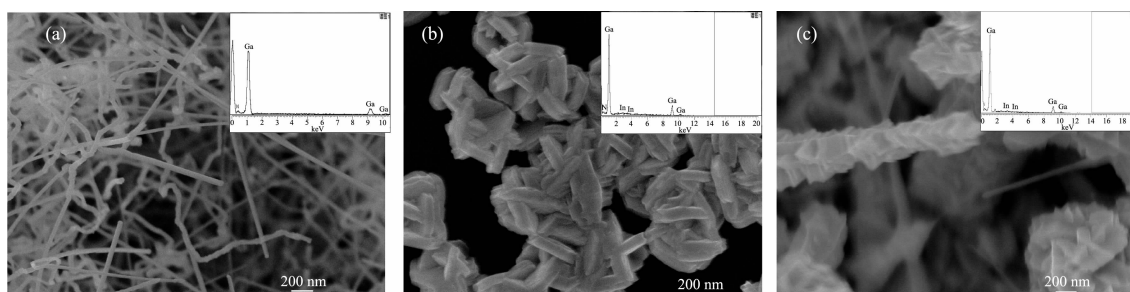


图 2 (a)、(b)、(c)分别为样品 S1、S2、S3 的 SEM 图, 嵌入图分别为对应样品的 EDS 图

Fig.2 (a), (b), (c) SEM images and insets corresponding EDS spectra of S1, S2, S3

图可以看出,在 Au 催化作用下,首先生成 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) 纳米线,后续生成的纳米片以纳米线为轴,吸附在其表面,在纳米线生长的同时,生成的纳米片也在长大,同时有新生成的片状吸附在新生成的纳米线上,从而形成了“塔”状结构,从底部到端部越来越细,且表面很粗糙,而且顶端的纳米线因没有吸附片状结构仍保持光滑的表面。图 2(a)、(b)、(c) 嵌入的小图分别对应的是样品 S1, S2, S3 的 EDS 图,从图中可以看出,生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0$) 纳米线主要以 Ga 和 N 为主,而在加催化剂 Au 前后生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) 除了以 Ga 和 N 为主,也有相应 In 的出现。3 个样品 S1, S2, S3 中 EDS 显示 In, Ga, N 的原子百分比如表 1 所示。由此可见,在相同的生长条件下, Au 作为催化剂,直接影响着 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米材料的形貌。

2.2 结构表征

图 3 为样品 S1, S2, S3 的 XRD 图。3 个样品均为六方纤锌矿结构, 峰值分别对应于 InGa_xN 的 (100)、(002) 和 (101) 晶面, 没有发现其它峰的出现, 说明生成的样品为纯 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$, 且结晶度较高。从图中可以发现, 和样品 S1 的衍射峰相比较, 可以发现样品 S2 和 S3 的峰位均依次向小角度方向偏移。图 3 插图是衍射峰 (101) 的局部放大图, 从图中可以很清楚的发现样品 S1, S2, S3 的最强峰 (101) 分别对应于 37.8° , 37.1° 和 36.8° 。通过谢乐公式计算得到 3 个样品的晶格常数, 如表 1 所示, 同 S1 相比, 晶格常数 *a* 和 *c* 均增加。随着 In 含量的增加, 峰位偏移说明了

$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 固体相形成, 在晶相中 In 原子替代了部分 Ga 原子, 从而导致了晶格常数的变化以及相分离。Ruterana 等也曾经发现, 随着 In 含量的增加, 生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x<15\%$) 的结晶度有所降低, 相分离反而增加, 从而造成了样品衍射峰的偏移^[21]。从衍射峰强弱来看, 样品 S3 和 S2 相比, 样品 S3 的衍射峰明显强, 说明样品 S3 结晶化更好。

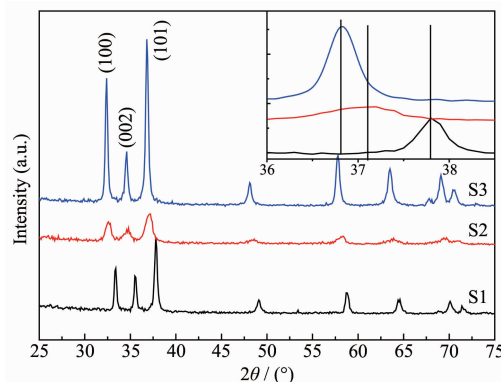


图 3 样品 S1, S2, S3 的 XRD 图, 插图是 (101) 衍射峰的放大图

Fig.3 XRD patterns of S1, S2, S3; the inset is high magnification of (101) reflection peak

为了进一步对样品成分进行分析, 对样品 S3 进行了 X 射线光电子能谱 (XPS) 测量, 如图 4 所示。图 4(a) 是样品的快速扫描 XPS 图谱, 可以很清晰的看出样品中 Ga, N, In 为主要元素, 但也有相应的 C, O 峰出现。图 4(b) 显示的是 $\text{In}3d$ 的 XPS 图, $\text{In}3d_{5/2}$ 和 $\text{In}3d_{3/2}$ 分别对应结合能的 447.4 eV 和 454.9 eV; $\text{N}1s$ 的 XPS 峰对应的结合能为 400 eV, 半峰宽为

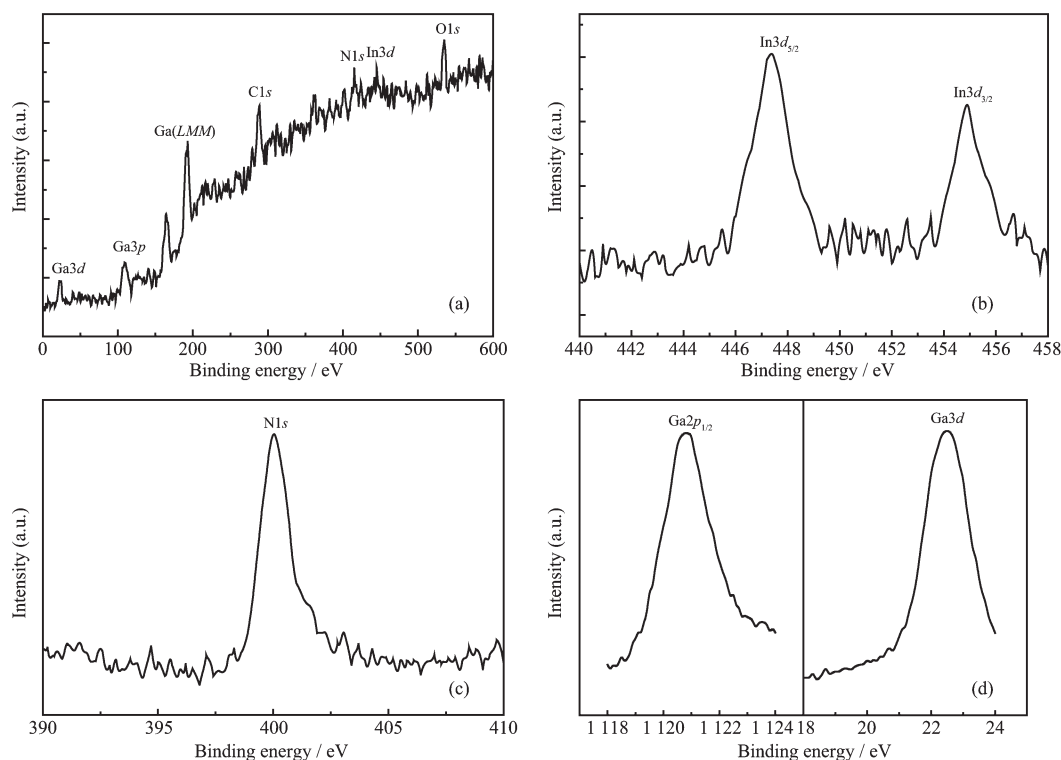


图 4 样品 S3 的 XPS 图谱: (a)快速扫描; (b) In 3d; (c) N 1s; (d) Ga 表面原子态能级图谱

Fig.4 X-ray photoelectron spectrums of S3: (a) survey scan; (b) In core level; (c) N 1s core level; (d) Ga core level

2.0 eV, N 1s 峰的不对称可能是有少量的 N 吸附在 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 表面造成的。Ga 2p_{1/2} 和 Ga 3d 的表面原子态能级谱显示在图 4 (d) 中, 对应的结合能分别为 1120.8 eV, 22.5 eV, 这和早期的报告相符合^[21-22]。对于测量的样品, 除了能测到 In 3d, Ga 2p, Ga 3d, N 1s 峰外, 还检测到了 C 1s, O 1s 峰, 它们分别对应的结合能为 288 eV, 535 eV, C 峰的出现可能来自于真空腔的污染, O 峰的来源可能是由于样品制备后, 暴露于空气中表面氧化造成的。

2.3 发光性能分析

为了考察样品的发光性能, 对其进行了光致发光测试。图 5(a)、(b)、(c) 曲线对应于 S1, S2, S3 室温光致发光谱, 所用的激发光源的波长为 266 nm。从谱图中可以看出, 曲线 a、b、c 的近带边发射峰的中心波长分别为 358.5 nm、363.5 nm 和 363.5 nm, 按照 $\lambda = 1.24/E_g(\text{eV}) \times 10^{-3}$ 计算, 对应的能量分别为 3.459 eV、3.468 eV 和 3.459 eV, 带边发射峰一般认为是由于激子从导带边到价带的跃迁产生^[23]。样品带隙相对于块体 GaN(3.4 eV) 均发生了蓝移, 可能是由于样品的尺寸效应和不同形貌的样品表面态的变化引起的^[7,24]; 也有人认为, 在 InGa_xN 纳米材料的制备中, 一些富 In 相或者富 Ga 相的产生和缺陷也会造

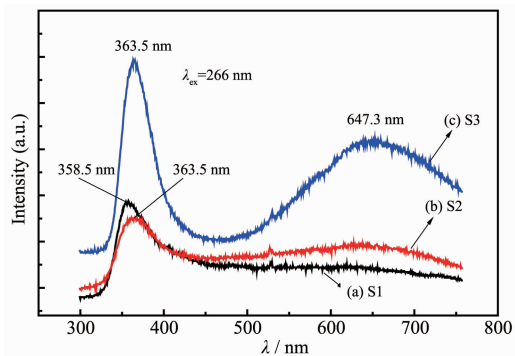


图 5 样品 S1, S2, S3 的光致发光谱

Fig.5 Photo-luminescence spectra of S1, S2, S3

成样品带隙的蓝移^[5,25-26]。

从图 5 也可以发现, 曲线 b 和 c 在中心波长为 647.3 nm 处出现了较宽的红光发光峰, 和曲线 a 相比, 峰强也有明显的增加, Ye 等也发现了相似的结果^[27]。众所周知, 随着 In 含量在 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 中所占比例的变化, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米材料的禁带宽度可在 0.7~3.4 eV 之间变化, 而 647.3 nm 的波长对应的禁带宽度 1.92 eV, 正好对应 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 中 In 含量在 0.1~0.15 时的禁带宽度; 红光峰的变宽可能与制备的样品 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 中 x 的波动有关, Yang 等^[26]也曾发现在生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 纳米线中, In 含量从内到外有较大

的变化,由于不同含量的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 的都会对 PL 的发光有影响,从而导致红光发光峰的变宽。

3 形成机理

一维纳米材料的生长机理可以用气-液-固(VLS)模式^[28]解释:当达到一定温度时,生长材料的组元不断从气相中获得,催化剂与生长材料的组元互熔形成液态的共熔物,随着共熔物的不断增多,液态中的溶质组元逐渐达到过饱和,晶须将沿着固液界面生长速率快的方向析出形成一维状晶体。

(1) 本实验中使用 Au 催化剂所得产物末端有液滴存在,因此可以认为是按照 VLS 模式生长。这种生长模式一般认为是以液相 Au 团簇或者催化剂的点作为一个吸收气相反应物的活跃点发生反应,当达到一定温度后,金属 Ga 开始气相蒸发,并从 Ga 源转到 Si 衬底表面,与催化剂相互作用。与此同时,进入石英管的 NH_3 分解出 N 原子,在各种作用力下,形成了 Au-Ga-N 的过渡阶段合金相,当 Ga-N 原子的浓度超过了 Au-Ga-N 液体合金相的饱和点,且轴向生长速度大于径向生长速度,一维 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0$) 开始形成^[20,29-30],如图 6(a)所示。

(2) 在没有 Au 作为催化剂的情况下,当加热到一定温度时,由于 In 和 Ga 的熔点均较低,最初阶段有一部分 In 和 Ga 小液滴在载气 Ar 的携带下,任意的吸附在衬底上。当达到 950 °C 时,通入的 NH_3 分解的 N 原子同时会和 Ar 气携带的 In 和 Ga 反应

生成 InGaN ,由于 In 和 Ga 小液滴有自催化作用,生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 在 In 或 Ga 液滴的表面结晶生长。由于 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 呈现六方结构,在(0001)面的表面能最小,因此生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 首先会沿着[0001]方向生长,同时也沿着其他 3 个方向生长,其生长速度依次为 $r_{[0001]} > r_{[10\bar{1}1]} > r_{[10\bar{1}0]} > r_{[10\bar{1}\bar{1}]} > r_{[100\bar{1}]}$ ^[31],随着纳米晶的长大,小液滴会被蒸发和扩散而消耗,从而抑制了[0001]方向的生长,形成片状结构,当小液滴被消耗完,片状纳米晶的生长就会停止^[32]。在载气的作用下,不断有单质 In 或 Ga 小液滴吸附在生成的片状 InGaN 表面,在 In 和 Ga 自催化作用下,沿不同方向生长的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 片状结构就会自组装形成花状的纳米结构。简易生长示意图如图 6(b)所示。

(3) 当有 Au 作为催化剂时,首先生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 在 Au 的催化作用下生成并沿着 [0001] 方向生长成纳米线,但同时有少量的 In 和 Ga 小液滴吸附在其纳米线表面,所以当 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 沿着[0001]方向生长的同时,也会有一部分 In 和 Ga 沿着小液滴表面的 [0001] 方向生长,最后呈片状结构的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 吸附在纳米线表面,如图 6(c)所示。随着纳米线的生长,不断有小液滴吸附在纳米线表面,从而有新的纳米片状结构形成。由于底部纳米片的不断生长,和新的纳米片在纳米线上的积累,所以生成的纳米线,在不断变长的同时也在变粗,从下到上,呈现逐渐变细的倾向,而且表面的吸附使得纳米线表面变得很粗糙。

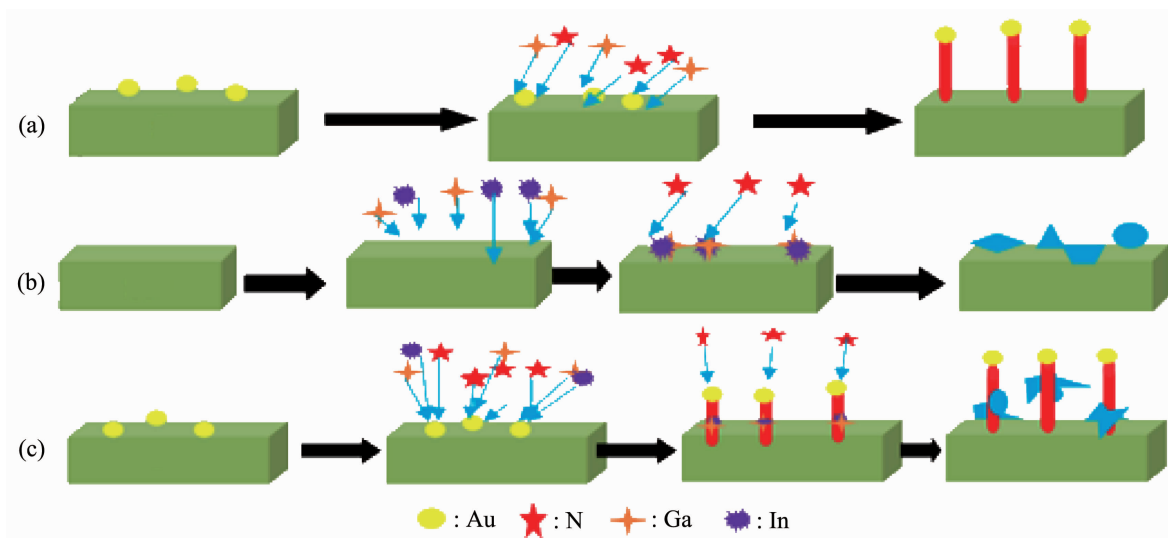


图6 简易生长示意图: (a) $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0$) 纳米线; (b) 没有催化剂 Au 时生成的花状 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) 纳米材料; (c) 在催化剂 Au 作用下生成的塔状 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) 纳米晶

Fig.6 Proposed schematic mechanism for $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0$) nanowire (a); $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) nano plate without catalyst Au (b); $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ ($x=0.25$) nano-crystal with the catalyst Au

4 结 论

本文采用简单的 APCVD 成功制备出了 InGaN 纳米材料。着重研究了不同 In 含量的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 的形貌,结构和发光性能的变化;从形貌上看,在没有 Au 作为催化剂的情况下,生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ 形貌为片状纳米晶自组装而成的花状结构,而在有催化剂 Au 的作用下生成的 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}(x=0.25)$ 的形貌则是以纳米线为轴,片状纳米晶吸附在纳米线周围的“塔”形结构,但是它们的晶体结构均为六方纤锌矿,在 Au 的催化下的结晶度更好。同时从光学性能上发现,Au 催化作用下的样品其发光性能增强,而且同时出现了 GaN 和 $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}(x>0)$ 两个本征峰。最后根据本实验研究结果对生成的不同形貌纳米材料的生长机制做了简单的分析。

参考文献:

- [1] Deb P, Kim H Y, Qin Y X, et al. *Nano Lett.*, **2006**,**6**(12): 2893-2898
- [2] Liu N, Wu Q, He C Y, et al. *Appl. Mater. Interfaces*, **2009**,**1**(9):1927-1930
- [3] Chen J, Cheng G S, Stern E, et al. *Nano Lett.*, **2007**,**7**(8): 2276-2280
- [4] Mei Y F, Thurmer D J, Deneke C, et al. *ACS Nano*, **2009**,**3**(7):1663-1668
- [5] Xu B S, Zhai L Y, Liang J, et al. *J. Cryst. Growth*, **2006**, **291**:34-39
- [6] FANG Xiao-Sheng(方晓生), Zhang Li-De(张立德). *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2006**,**22**(9):1555-1567
- [7] Chin A H, Ahn T S, Li H W, et al. *Nano Lett.*, **2007**,**7**(3): 626-631
- [8] Seong H K, Kim J Y, Kim J J, et al. *Nano Lett.*, **2007**,**7**(11): 3366-3371
- [9] XUE Cheng-Shan(薛成山), ZHANG Dong-Dong(张冬冬), ZHUANG Hui-Zhao(庄惠照), et al. *Acta Phys.-Chim. Sin. (Wuli Huaxue Xuebao)*, **2009**,**25**(1):113-115
- [10] Radovanovic P V, Barrelet C J, Gradečak S, et al. *Nano Lett.*, **2005**,**5**(7):1407-1411
- [11] Song S F, Chen W D, Su F H, et al. *J. Cryst. Growth*, **2004**, **267**(3-4):400-404
- [12] Carvajal J J, Aguiló M, Díaz F, et al. *J. Chem. Mater.*, **2007**, **19**(26):6543-6547
- [13] Cimalla V, Pezoldt J, Eicke G, et al. *J. Appl. Phys. Lett.*, **2003**,**83**:3468-3470
- [14] Kuykendall T, Ulrich P, Aloni S, et al. *Nature Mater.*, **2007**,**6**:951-956
- [15] Wu J, Walukiewicz W, Yu K M, et al. *J. Appl. Phys.*, **2003**,**94**:6477-6482
- [16] Yang J, Elim H L, Zhang Q B, et al. *J. Am. Chem. Soc.*, **2006**,**128**(36):11921-11926
- [17] Wang X, Kong X G, Yu Y, et al. *J. Phys. Chem. C*, **2007**, **111**(10):3836-3841
- [18] Chen P, Chua S J, Wang Y D, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2005**,**87**:143111-143113
- [19] Cai X M, Ye F, Jing S Y, et al. *J. Alloys Compd.*, **2009**,**467**: 472-476
- [20] Hou W C, Chen L Y, Tang W C, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2011**,**11**(4):990-994
- [21] Kumar M, Bhat T N, Rajpalke M K, et al. *Bull. Mater. Sci.*, **2010**,**33**(3):221-226
- [22] Xue S B, Zhang X, Huang R, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2008**,**8**(7):2177-2181
- [23] Nishida T, Kobayashi N. *Phys. Status Solidi (A)*, **2001**,**188**(1):113-116
- [24] Westover T, Jones R, Huang J Y, et al. *Nano Lett.*, **2009**,**9**(1):257-263
- [25] Wu J, Walukiewicz W, Yu K M, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2002**,**80**(25):4741-4743
- [26] Cai X M, Leung Y H, Cheung K Y, et al. *Nanotechnology*, **2006**,**17**:2330-2333
- [27] Ye F, Cai X M, Wang X M, et al. *J. Cryst. Growth*, **2007**, **304**:333-337
- [28] Mohammad S N. *Nano Lett.*, **2008**,**8**(5):1532-1538
- [29] Li J Y, Lu C G, Maynor B, et al. *J. Phys. Chem. C*, **2010**, **114**:17263-17266
- [30] Li J Y, Liu J, Wang L S, et al. *Inorg. Chem.*, **2008**,**47**(22): 10325-10329
- [31] He C Y, Wu Q, Wang X Z, et al. *ACS Nano*, **2011**,**5**(2): 1291-1296
- [32] Bierman M J, Albert Lau Y K, Jin S. *Nano Lett.*, **2007**,**7**(9): 2907-2912