

N₂ 流量对 GaN 的形貌及光学和电学性能的影响

翟化松^{1,2,3} 王坤鹏^{1,2,3} 余春燕^{1,2,3} 翟光美^{1,2,3} 董海亮^{1,2,3} 许并社^{*,1,2,3}

(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 山西省新材料工程技术研究中心, 太原 030024)

(³ 太原理工大学材料科学与工程学院, 太原 030024)

摘要: 采用化学气相沉积法(CVD)在 Si(100)衬底上以 Ni 为催化剂, 金属 Ga 和 NH₃ 为原料合成了 GaN 微纳米结构, 并研究了 N₂ 流量对产物 GaN 的形貌及光学和电学性能的影响。利用场发射扫描电子显微镜(SEM)、透射电镜(TEM)、X 射线衍射仪(XRD)、X-ray 能谱仪(EDS)、光致发光谱(PL)和霍尔效应测试仪(HMS-3000)等测试手段对样品的形貌、结构、成分、光学和电学性能进行了分析。结果表明, 随着 N₂ 流量的增加, 产物 GaN 的形貌发生了由微米棒到蠕虫状线再到光滑纳米线的转变; 生成的 GaN 均为六方纤锌矿结构; 样品均表现出 383 nm 的近带边紫外发射峰和 470 nm 左右的蓝光发射峰; 所有样品均为 p 型; 并对产物 GaN 的形貌转变机理进行了分析。

关键词: N₂ 流量; GaN 微米棒; 蠕虫状 GaN; GaN 纳米线; 化学气相沉积

中图分类号: TN304

文献标识码: A

文章编号: 1001-4861(2013)10-2027-07

DOI: 10.3969/j.issn.1001-4861.2013.00.323

Effect of N₂ Flow Rate on Morphology, Optical and Electrical Properties of GaN

ZHAI Hua-Song^{1,2,3} WANG Kun-Peng^{1,2,3} YU Chun-Yan^{1,2,3}

ZHAI Guang-Mei^{1,2,3} DONG Hai-Liang^{1,2,3} XU Bing-She^{*,1,2,3}

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

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

(²Shanxi Research Center of advanced Materials Science and Technology, Taiyuan 030024, China)

(³College of Material Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: GaN micro/nanostructures were synthesized by chemical vapor deposition method (CVD) on Si (100) substrate with catalyst Ni, Ga and NH₃ as raw materials. Effect of N₂ flow rate on the morphology as well as optical and electrical properties of GaN were researched. The morphology, structure, composition, optical and electrical properties were characterized by Field emission scanning electron microscopy (SEM), Transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffraction (XRD), Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS), Photoluminescence (PL) and Hall effect measurement system (HMS-3000). The results indicate that with the increase of N₂ flow rate, the morphology of GaN evolved from microrods to vermicular-like wires and then to smooth nanowires. All samples are hexagonal wurtzite, and show near-band-edge UV emission peaks of 383 nm and blue light emission peaks of about 470 nm. Hall test results show that all samples are p-type. Furthermore, the morphology evolution mechanisms of GaN are analyzed.

Key word: N₂ flow rate; GaN microrods; vermicular-like GaN; GaN nanowires; CVD

收稿日期: 2013-05-13。收修改稿日期: 2013-06-06。

国家自然科学基金(No.51002102)和山西省回国留学人员重点科研(2009-03)资助项目。

*通讯联系人。E-mail: xubs@tyut.edu.cn, Tel: (0351)6011311; 会员登记号: E63080002GJ。

0 引言

GaN 是一种重要的 III-V 族半导体材料,具有带隙宽(室温下禁带宽度为 3.4 eV)、发光效率高、耐高温、抗辐射、电子漂移饱和速度高、介电常数小、化学性质稳定、热产生率低和击穿电场高等特点,在激光器^[1]、LEDs^[2]、LDs^[3]等方面有广泛的应用。由于材料的性能与其尺寸和形貌有关^[4],近年来研究者对 GaN 的形貌,如纳米线^[5-7]、纳米带^[8]、纳米管^[9]、纳米棒^[10-12]、纳米环^[13]和微纳米薄膜^[14]等进行了大量的研究。如何进一步提高 GaN 的发光效率^[15]和解决 GaN 器件制造中存在的欧姆接触问题^[16]也引起了材料学家的广泛关注。

合成 GaN 微纳米结构的方法有很多,例如氢化物物气相外延 (HVPE)^[17],该方法的优点是生长速度快、所得产物的尺寸大、位错密度小,缺点是所制的样品容易出现凹凸和裂纹;金属有机化学气相沉积 (MOCVD)^[18],其主要优点是适合于生长各种单质和化合物薄膜材料,缺点是原料毒性大、价格昂贵;分子束外延(MBE)^[19],优点是生长温度低、可控性好,缺点是设备昂贵、生长速率较慢、需要高真空;化学气相沉积(CVD)^[20-21],在所有的制备方法中,由于 CVD 设备成本低且操作程序简单,引起了人们极大的兴趣,但是,CVD 方法也有不足之处,比如无法精确控制薄膜沉积速率和厚度。

在合成 GaN 微纳米结构的过程中,存在许多影响其形貌和性能的因素,例如温度^[4]、氨气流量^[22]、基底种类^[23]、Ga 源的量^[24]、气体流量^[24]和氨化时间^[25]等。在众多影响因素中,气体流量是一个非常重要的因素,但到目前为止,对 N_2 流量如何影响产物 GaN 的形貌演化和性能的研究却报道甚少。本研究采用化学气相沉积法(CVD)以熔融态的金属 Ga 和气态的 NH_3 为原材料, N_2 作为载气,系统研究了在 NH_3 流量一定的情况下, N_2 流量对 GaN 的形貌,光学性能和电学性能的影响,并对其形貌的演化机理进行了分析。

1 实验部分

本实验中 GaN 微纳米结构的合成装置如图 1 所示。首先,将 Si(100)片依次置入 $V_{H_2O_2}:V_{H_2SO_4}=5:15$ 、 $V_{NH_3 \cdot H_2O}:V_{H_2O_2}:V_{H_2O}=5:10:25$ 和 $V_{HCl}:V_{H_2O_2}:V_{H_2O}=3:4:6$ (均为体积比)的溶液中超声 5 min,随后置入 HF 溶液中超声 1 min,并在丙酮、乙醇中各超声 10 min,

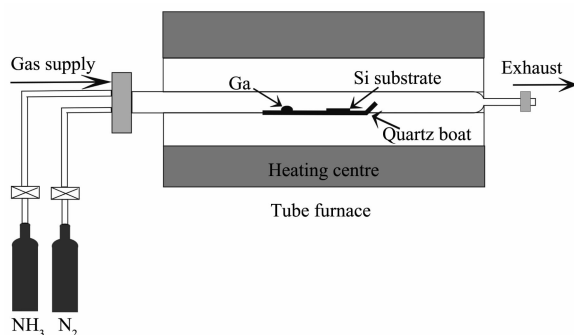


图 1 GaN 合成装置示意图

Fig.1 Schematic illustration of synthesis GaN reactor

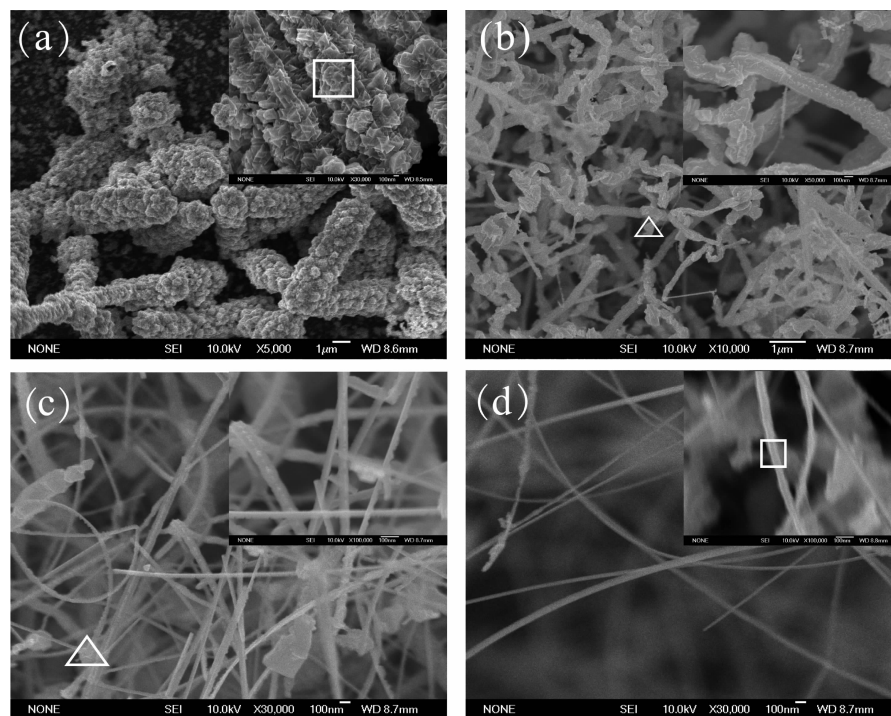
最后用去离子水冲洗干净,在 N_2 流下吹干。其次,将清洗好的硅片放入高真空电子束蒸发镀膜机(JT-550),镀 5 nm 厚的 Ni 薄膜。再次,将 0.15 g 的金属 Ga 放入一端开口的石英舟内,再将镀有金属缓冲层的 Si 片放在 Ga 源的气流下游处,两者相距 1 cm,然后将石英舟送入管式炉中央。通入流量为 150 sccm(sccm 表示在标准压力温度下 $cm^3 \cdot min^{-1}$)的 N_2 1 h,以排出管中的空气。随后将流量降至 100 sccm 并开始升温,当温度达到 950 $^{\circ}C$ 时开始通入 40 sccm 的 NH_3 (99.999%) 和一定流量的 N_2 (99.999%),反应 30 min 后关闭电源和氨气阀,继续通 80 sccm N_2 待反应产物冷却至室温后取出。

样品的表征方法:用 JSM-6700F 型场发射扫描电镜对样品的表面形貌进行观察;X-Ray 能谱仪(Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy,EDS)对产物的成分进行测定;用 XRD(Y-2000 Automated X-Ray Diffractometer)对样品的物相结构进行分析,测试条件:Cu $K\alpha$ 射线 ($\lambda=0.15418$ nm),扫描速度 $0.05^{\circ} \cdot s^{-1}$,扫描范围 $20^{\circ} \sim 80^{\circ}$,以连续扫描方式收集数据;光致发光谱(PL)采用 NAN-RPM2000 型光致发光谱扫描仪,该仪器采用 YAG 作激发光源,测量中使用的激发波长为 266 nm,测试范围为 200~1100 nm,采用单点或多点测试;采用霍尔效应测试仪 HMS-3000 对样品的电学性能进行测定。

2 结果与讨论

2.1 SEM 分析

图 2 是不同 N_2 流量下的 GaN 样品的 SEM 图。从图 2 可以看出, N_2 流量对合成低维 GaN 材料的形貌有显著的影响。对比图 2 的(a)、(b)、(c)和(d)可知,随着 N_2 流量的增加,产物 GaN 的形貌由微米棒变为蠕虫状线再到光滑纳米线且直径呈下降趋势。



(a) 30 sccm, (b) 60 sccm, (c) 90 sccm, (d) 120 sccm; Inserts are high magnification SEM of corresponding sample

图 2 不同 N_2 流量下的 GaN 样品的 SEM 图

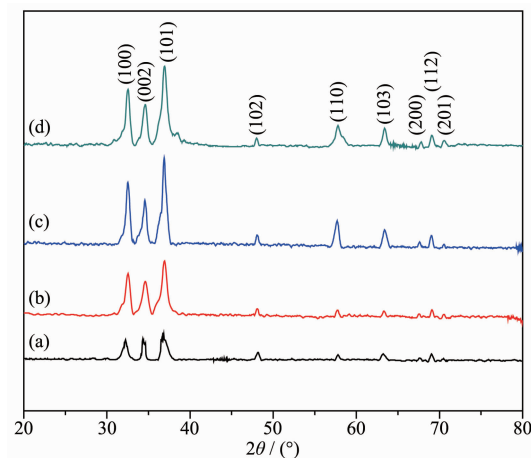
Fig.2 SEM images of GaN samples grown at different N_2 flow rate

图 2(a)GaN 微米棒的直径在 $2\ \mu\text{m}$ 左右,图 2(b)蠕虫状 GaN 的直径在 $240\ \text{nm}$ 左右。图 2(c)与图 2(d)对比可知,随着 N_2 流量的进一步增加,GaN 纳米线变得更加光滑,产物的量明显减少,但纳米线的直径基本不变,都在 $50\ \text{nm}$ 左右。通过分析图 2(a)和图 2(d)中长方形区域的 EDS 能谱,得出有 N 和 Ga 两种元素, $n_{\text{Ga}}:n_{\text{N}}$ 比分别为 1:1.02 和 1:1.05,表明产物 GaN 的纯度较高。

2.2 XRD 分析

图 3 为不同 N_2 流量下的 GaN 样品的 XRD 衍射图,所有样品的衍射峰分别对应六方纤锌矿 GaN ($a=0.3186\ \text{nm}$, $c=0.5178\ \text{nm}$) 的 (100)、(002)、(101)、(102)、(110)、(103)、(200)、(112)、(201) 晶面衍射,且与标准卡片 PDF 50-0792 一致。XRD 谱图中没有发现其他的杂质峰,表明得到的产物是纯物相的六方纤锌矿 GaN 晶体。从图 2 可以看到,所有样品中 GaN 纳米线(微米棒)都是随机取向,使得 GaN 纳米线(微米棒)的侧壁大部分都暴露出来,这导致从侧壁采集到的衍射比较强。而所有样品中(101)的衍射峰最强,因此,GaN 纳米线(微米棒)的侧壁可能属于(101)晶面。为了对样品侧壁所属的晶面做进一步的确定,我们对 N_2 流量为 90 sccm 时的样品进行了

TEM 分析,结果如图 4 所示。图 4(a)显示的是 GaN 纳米线的 TEM 图,从图中可以看出其直径大约 $50\ \text{nm}$ 。图 4(b)是样品的 HRTEM,从图中测量可以得到样品的晶面间距为 $0.24\ \text{nm}$,这与六方纤锌矿 GaN 的(101)晶面接近,从而证实了样品的侧壁属于(101)晶面。如图 3(c)和(d)所示,当 N_2 流量增大到一定程度,样品的衍射峰有所下降,这可能是 N_2 流量过



(a) 30 sccm, (b) 60 sccm, (c) 90 sccm, (d), 120 sccm

图 3 不同 N_2 流量下的 GaN 样品的 XRD 图

Fig.3 XRD patterns of GaN samples grown at different N_2 flow rate

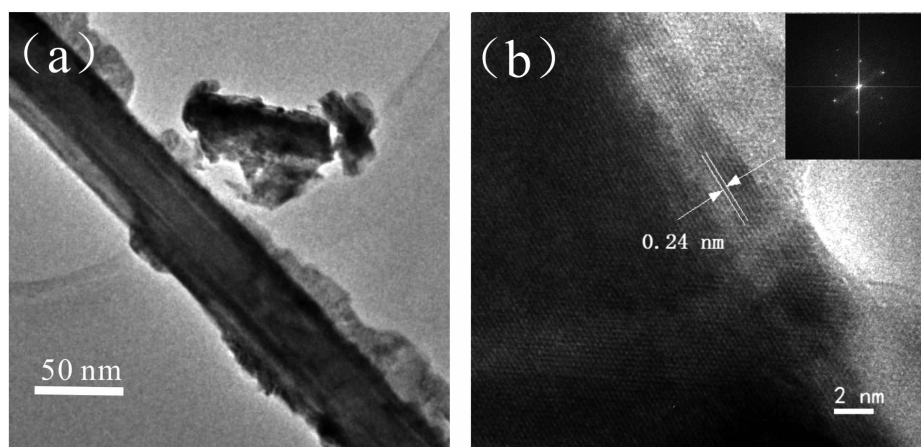


图 4 GaN 纳米线的 TEM 图(a), 以及 HRTEM 图(b); 图(b)插图为对应 FFT 图谱
Fig.4 TEM (a) and HRTEM (b) of GaN nanowires, Insert is FFT image of corresponding sample

大, 导致产物 GaN 的量太少, 使得衍射峰有所下降。为了了解 GaN 微米棒和纳米线的受力情况, 将所有样品的 XRD 的三强峰与标准卡片 PDF50-0792 进行对比, 结果如表 1 示。将 N_2 流量为 30、60、90、120 sccm 所制的样品分别标号为 A、B、C、D。样品 A 的(100)、(002)和(101) 3 个晶面的衍射都向更低的角度偏移, 表明这 3 个面受压应力, 而 B、C、D 3 个样品的(100)、(002)和(101)晶面衍射都向更高的角度偏移, 说明这 3 个样品都受拉应力^[23]。随着 N_2 流量的增加, 样品 3 个晶面的受力基本呈下降趋势。但是, A 样品受压应力, B、C、D 受拉应力, 不同的受力情况还需要进一步的研究。

表 1 XRD 观测值与标准 PDF 卡片 No.50-0792 峰位的差值

Table 1 Deviations between the observation peak of the the XRD and the standard PDF card No.50-0792

Crystal plane	Sample			
	A	B	C	D
(100)	-0.137	0.131	0.116	0.103
(002)	-0.109	0.088	0.085	0.071
(101)	-0.099	0.097	0.096	0.099

2.3 GaN 的形貌演变过程

如图 5 所示, 随着 N_2 流量的增加, GaN 的形貌发生了由微米棒到蠕虫状线再到光滑纳米线的演变。当 N_2 流量较低时, Ga 和 N 蒸汽在硅片处的浓度较高, 而且分布不均匀, 导致生成的 GaN 微米棒各个部分的浓度不同, 为了维持自身浓度的平衡, 在内部会产生应力, 如表 1 中 A 样品所示, (100)、(002)和(101) 3 个晶面此时受力最大, 但不规则的

GaN 颗粒之间有足够的空间来释放这些应力。所以, 虽然此时应力最大但不会造成 GaN 微米棒的弯曲。当 N_2 流量较大时, Ga 和 N 的浓度均匀性有所提高, 但线内部浓度的不均匀会造成应力的存在, 如表 1 中 B 样品所示, 和 A 样品相比 3 个晶面的应力都有所下降, 但由于在线内部没有足够的空间来释放应力, 只能通过弯曲来释放应力, 最终形成蠕虫状的 GaN。当 N_2 流量足够大时, Ga 和 N 的浓度均匀性较好, 如表 1 所示, 和 B 样品相比, C、D 样品 3 个晶面的受力进一步的下降, 生长的 GaN 纳米线因内部应力较小而比较光滑平直。

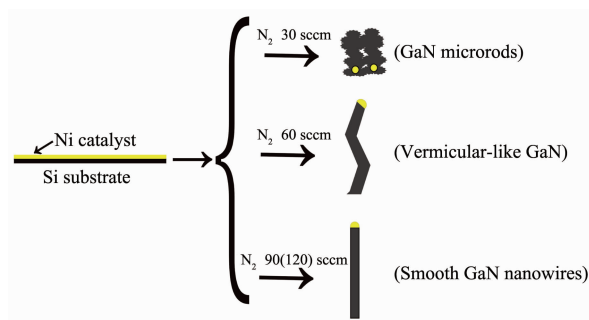
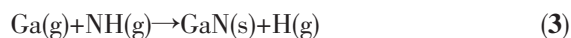
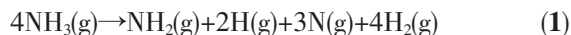


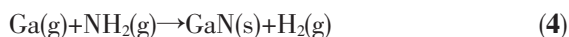
图 5 N_2 流量对 GaN 产物形貌的影响变化示意图

Fig.5 Schematic illustration of the morphological evolution process of GaN as a function of the N_2 flow rate

2.4 GaN 微米棒的形成机理

GaN 微米棒具体的生长示意图如图 6 所示。当温度为 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$, NH_3 分解为 NH_2 、 NH 、 N , 发生如下的化学反应:





总反应式为:

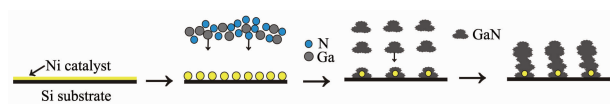
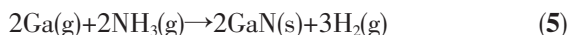


图 6 GaN 微米棒的生长机理

Fig.6 Proposed mechanism for the formation of GaN microrods

催化剂在 950 °C 的高温下已经融化^[26-28],在基体表面形成纳米小液滴,纳米小液滴充当了积极的形核中心,吸附了 Ga 和 N 的蒸汽形成了 Ni-Ga-N 的合金小液滴,当 Ga 和 N 在液相合金中过饱和时,就会从过饱和的液相中析出固相 GaN 晶核,此时的生长遵循气-液-固 (VLS) 生长机制,由于析出的 GaN 晶核过大覆盖了催化剂液滴,使得后来生成的 GaN 颗粒以此晶核为基点团聚在一起,这时的生长为气-固(VS)生长机制,这一点从图 2(a)得到了证明,因为在图 2(a)上没有发现催化剂小液滴,最终生成了 GaN 微米棒。综上所述,GaN 微米棒的生长先遵循 VLS 机制,然后遵循 VS 机制。

2.5 GaN 纳米线的形成机理

在 950 °C 的高温下,Ga 和 N 原子不断地溶解在液相 Ni 中形成过渡阶段合金相 Ni-Ga-N。当 Ga 和 N 原子在 Ni-Ga-N 液体合金相中过饱和时会析出 GaN 晶核,析出后液相中的 GaN 成分又低于平衡状态时的成分,这时 Ga 和 N 原子又溶入液相合金中,当 Ga 和 N 原子再次溶入液相合金中时其浓度会升高,当再次达到饱和时,在 GaN 晶核上析出固相的 GaN,并沿着一个方向择优生长,一维线状的 GaN 开始形成。在图 2(b)和图 2(c)中的三角形区域发现有小液滴的存在^[29],说明该结构的生长遵循 VLS 生长机制。当 N₂ 流量为 60 sccm 时,Ga 和 N 的浓度均匀性较差,线状的 GaN 因受力而弯曲,形成蠕虫状的 GaN,如图 7(a)所示。当 N₂ 流量足够大时,

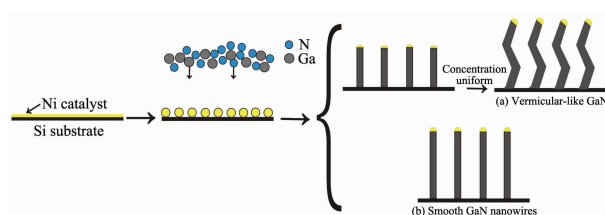


图 7 GaN 纳米线的生长机理

Fig.7 Proposed mechanism for the formation of GaN nanowires

Ga 和 N 的浓度均匀性较好,生成光滑平直的 GaN 纳米线,如图 7(b)所示。

2.6 光学性能分析

图 8 是不同 N₂ 流量下生成 GaN 的室温 PL 谱图,测试中采用 YAG 作为激发光源,激发波长为 266 nm。如图 8 所示,所有样品都表现出了 383 nm 的近带边紫外发射峰和 470 nm 左右的蓝光发射峰。所有样品中 383 nm 的近带边发射峰都是主峰,该发射峰是由纳米线边界位错中的束缚激子态引起的^[30]。对比图 8 的(a)、(b)和(c)可知,随着 N₂ 流量的增加,近带边发射峰的强度逐渐增加,这是由于随着 N₂ 流量增加,产物 GaN 的直径降低引起边界的聚结密度增加,导致有更多的激子态被束缚在 GaN 边界的位错中,致使峰的强度增加。然而,从图 8 的(c)与(d)中可以看出,随着 N₂ 流量增加,近带边发射峰下降,这可能是由于 N₂ 流量过大,GaN 纳米线的产量太少,纳米线边界的聚结密度减少,束缚激子态减少,所以峰的强度下降。与 GaN 体材料的发光峰(365 nm)相比,所有样品都发生了明显的红移,这与文献^[31-33]的报道相一致。通常,对于低维纳米材料,PL 峰的红移可能是由于应变、结构缺陷、斯托克斯位移、杂质等^[34]引起的。对于 470 nm 处的蓝光发射峰,可能是由于由 Ga 空位产生的受主和由 O

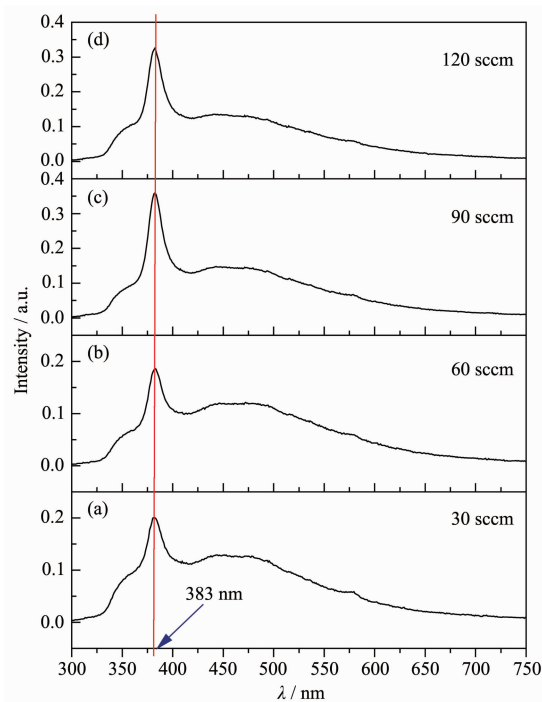


图 8 不同 N₂ 流量下的 GaN 样品的室温 PL 图

Fig.8 PL spectra at room temperature of GaN samples grown at different N₂ flow rate

表 2 GaN 样品的 Hall 测量结果

Table 2 Hall measurement results of GaN samples

N ₂ flow rate / sccm	Mobility / (cm ² ·V ⁻¹ ·s ⁻¹)	Carrier concentration / cm ⁻³	Hall coefficient / (cm ³ ·C ⁻¹)
30	75.15	5.186×10 ¹⁵	1.204
60	70.43	4.789×10 ¹⁷	1.303×10 ⁻²
90	42.51	4.576×10 ¹⁹	1.363×10 ⁻⁴
120	47.79	3.005×10 ¹⁸	2.007×10 ⁻³

空位产生的施主辐射复合发光所致^[35]。受激发后,施主产生的电子将会被受主的空穴捕获,形成受困的施主-受主对,辐射复合后发出蓝光。但是,对于蓝光发射峰还没有确切的解释,其发射的机理有待进一步的研究。

2.7 电学性能分析

表 2 列出的是不同 N₂ 流量下制备样品的霍尔测量结果。如表 2 所示所有样品的霍尔系数测量值都为正值,说明所有样品均为 p 型。这是由于受 Ni 的影响,使生成的 GaN 的空穴浓度增加。通常情况下,非故意掺杂的 GaN 为 n 型半导体^[36]。随着 N₂ 流量的增加,迁移率先减小再增加,这是由于产物 GaN 的直径减小,导致有更多的边界出现,这阻碍了载流子的运动,因此迁移率会下降;N₂ 流量过大时,纳米线的生成量较少,阻碍载流子运动的边界减少,所以迁移率会有所上升。这与文献^[37-38]当 Ga 过量时所制的样品有较低的电阻率相一致。所有样品中,载流子浓度与霍尔系数变化趋势相反,这与公式 $RH=1/(Nq)$ (RH: 霍尔系数, N : 载流子浓度, q : 电荷量) 一致。

3 结 论

采用化学气相沉积法(CVD)在 Si 衬底上以 Ni 为催化剂,金属 Ga 和 NH₃ 为原料,研究了 N₂ 流量对 GaN 微纳米结构的形貌及光学和电学性能的影响。结果表明:随着 N₂ 流量的增加,产物 GaN 实现了由微米棒到蠕虫状线再到光滑纳米线的转变;生成的 GaN 均为纯物相的六方纤锌矿结构;样品均表现出 383 nm 的近带边紫外发射峰和 470 nm 左右的蓝光发射峰;所有样品均为 p 型,迁移率先减小再增大,载流子浓度与霍尔系数变化趋势相反。当 N₂ 流量较小时,按 VLS 生长机制析出 GaN 晶核,以 VS 机制生成的 GaN 颗粒以此晶核为基点团聚在一起形成了 GaN 微米棒。随着 N₂ 流量的增大,生成的线因内应力较大而形成蠕虫状的 GaN; 当 N₂ 流量足够大时,生成的线因内应力较小而形成平滑的

GaN 纳米线。

参考文献:

- [1] Qian F, Li Y, Gradecak S, et al. *Nat. Mater.*, **2008**, *7*:701-706
- [2] Tomioka K, Motohisa J, Hara S, et al. *Nano Lett.*, **2010**, *10*(5): 1639-1644
- [3] Schwarz U T, Pindl M, Wegscheider W, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2005**, *86*(16):161112-161115
- [4] ZHU Lin(朱琳), YU Chun-Yan(余春燕), LIANG Jian(梁建), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.(Wuji Huaxue Xuebao)*, **2013**, *29*(1):63-68
- [5] Seryogin G, Shalish I, Moberlychan W, et al. *Nano Technol.*, **2005**, *16*:2342-2345
- [6] Dong Z H, Xue C S, Zhuang H Z, et al. *Nano struct.*, **2005**, *27*:32-37
- [7] Cai X M, Djurišić A B, Xie M H, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2005**, *87*(18):183103-183105
- [8] Wang L, Zhang X, Huang R, et al. *Solid State Commun.*, **2004**, *130*(11):769-772
- [9] Yin L W, Bando Y, Zhu Y C, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2004**, *84*(19):3912-3914
- [10] Tu L W, Hsiao C L, Chi T W, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2003**, *82*(10):1601-1603
- [11] Kim H M, Kim D S, Kim D Y, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2002**, *81*(12):2193-2195
- [12] Kim H M, Kim D S, Park Y S, et al. *Adv Mater.*, **2002**, *14*(13-14):991-993
- [13] Li Z J, Chen X L, Li H J, et al. *Appl. Phys. A*, **2001**, *72*(5): 629-632
- [14] LIANG Jian(梁建), LIU Hai-Rui(刘海瑞), WANG Xiao-Ning(王晓宁), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.(Wuji Huaxue Xuebao)*, **2013**, *29*(5):1019-1024
- [15] Chung R B, Han C, Pan C C, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **2012**, *101*(13):131113-131116
- [16] WANG Xiao-Yong(王晓勇), ZHONG Ming(种明), ZHAO De-Gang(赵德刚), et al. *Acta Phys. Sin.(Wuli Xuebao)*, **2012**, *61*(21):217302-217307
- [17] Kwon H Y, Shin M J, Choi Y J, et al. *Cryst. Growth Des.*,

- 2009,311**(16):4146-4151
- [18]Hersee S D, Sun X Y, Wang X. *Nano Lett.*, **2006,6**(8):1808-1811
- [19]Seong H K, Jeong H, Ha R, et al. *Mater. Int.*, **2008,14**(3):353-356
- [20]Xiang X, Cao C B, Zhai H Z, et al. *Appl. Phys. A*, **2005,80**(5):1129-1132
- [21]Lü W, Wu L L, Wu Y S, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2007,307**(1):1-5
- [22]CAO Yu-Ping(曹玉萍), XUE Cheng-Shan(薛成山), SHI Feng(石锋), et al. *J. Funct. Mater.(Gongneng Cailiao)*, **2010,41**(2):264-267
- [23]Beh K P, Yam F K, Low L L, et al. *Acuum*, **2013,95**:6-11
- [24]Cai X M, Djurišić A B, Xie M H, *Thin Solid Films.*, **2006,515**(3):984-989
- [25]Shi F, Zhang D D, Xue C S. *Mater. Sci. Eng. B*, **2010,167**(2):80-84
- [26]Huang C T, Song J H, Lee W F, et al. *J. Am. Chem. Soc.*, **2010,132**(13):4766-4771
- [27]Low L L, Yam F K, Beh K P, et al. *Appl. Surf. Sci.*, **2011,258**(1):542-546
- [28]Kang S, Kang B K, Kim S W, et al. *Cryst. Growth Des.*, **2010,10**(6):2581-2584
- [29]Wei X F, Shi F. *Appl. Surf. Sci.*, **2011,257**(23):9931-9934
- [30]Furtmayr F, Vielemeyer M, Stutzmann M, et al. *J. Appl. Phys.*, **2008,104**(3):034309-034315
- [31]Navamathavan R, Ra Y H, Song K Y, et al. *Appl. Phys.*, **2011,11**(1):77-81
- [32]Wang Y, Xue C, Zhuang H, et al. *Appl. Surf. Sci.*, **2009,255**:7719-7722
- [33]Seryogin G, Shalish I, Moberlychan W, et al. *Nanotechnology*, **2005,16**:2342-2345
- [34]Low L L, Yam F K, Beh K P, et al. *Appl. Surf. Sci.*, **2011,258**(1):542-546
- [35]Su Y, Gao M, Meng X, et al. *J. Phys. Chem. Solids.*, **2009,70**(7):1062-1065
- [36]Zhang G Y, Tong Y Z, Yang Z J, et al. *Appl. Phys. Lett.*, **1997,71**(23):3376-3378
- [37]Kim J R, Kim B K, Lee I J, et al. *Phys. Rev. B*, **2004,69**(23):233303-233306
- [38]Li J Y, An L, Lu C G, et al. *Nano Lett.*, **2006,6**(2):148-152