

**Ибраев Е.С.<sup>1</sup>, Суюндыкова А.С.<sup>1</sup>, Партизан Г.<sup>1,2</sup>,  
Накысбеков Ж.Т.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Казахский национальный университет им. аль-Фараби,  
Физико-технический факультет, Казахстан, г. Алматы

<sup>2</sup>Центр инновационных технологий Института проблем горения, Казахстан, г. Алматы  
e-mail: gulmira.partizan@mail.ru

## **ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОПОРОШКОВ МЕТАЛЛОВ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ**

В работе представлены результаты экспериментов по исследованию нанопорошков металлов методом сканирующей электронной микроскопии сверхвысокого разрешения и просвечивающей микроскопии. Электронная микроскопия является одним из основных методов изучения наноматериалов, позволяющим непосредственно увидеть исследуемые объекты. В сканирующем электронном микроскопе для получения изображения поверхности образца используются вторичные, отраженные и поглощенные электроны. Остальные излучения применяются как дополнительные источники информации. Результаты сканирующей электронной микроскопии показали, что нанокластеры никеля и железа имеют форму, близкую к сферической со средними диаметрами 50 и 65 нм, соответственно. Результаты исследований методом просвечивающей электронной микроскопии НП никеля и железа согласуются с результатами, полученными с помощью сканирующей электронной микроскопии сверхвысокого разрешения. В отличие от НП никеля и железа гистограмма распределения по размерам НП меди имеет бимодальное распределение. Средний диаметр частиц первой и второй фракций равен 23.6 и 81 нм, соответственно. Исследования НП меди методом сканирующей электронной микроскопии сверхвысокого разрешения и просвечивающей электронной микроскопии показали, что нанокластеры меди обладают четко выраженными кристаллографическими гранями и ребрами.

**Ключевые слова:** нанопорошки, электрический взрыв проводников, сканирующая электронная микроскопия, просвечивающая электронная микроскопия.

Ibraev E.S.<sup>1</sup>, Suyundykova A.S.<sup>1</sup>, Partizan G.<sup>1,2</sup>, Nakysbekov Zh.T.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Al-Farabi Kazakh National University, Physical-Technical Faculty, Kazakhstan, Almaty

<sup>2</sup>Center for Innovative Technologies the Institute of Combustion Problems, Kazakhstan, Almaty  
e-mail: gulmira.partizan@mail.ru

### **Investigation of metal nanopowders by the method of electron microscopy**

This article presents the results of experiments on the study of metal nanopowders by the method of ultrahigh resolution scanning electron microscopy and transmission microscopy. Electron microscopy is one of the main methods of studying nanomaterials that allows you to directly see the objects under study. In a scanning electron microscope, secondary, reflected and absorbed electrons are used to obtain the image of the sample surface. The remaining emissions are used as additional sources of information. The results of scanning electron microscopy showed that nickel and iron nanoclusters are close to a spherical shape with an average diameter of 50 and 65 nm, respectively. The results of studies by transmission electron microscopy of NP of nickel and iron are consistent with the results obtained using ultrahigh resolution scanning electron microscopy. In contrast to NP of nickel and iron, the histogram of the size distribution of copper NP has a bimodal distribution. The average particle diameter of the first and second fraction is 23.6 and 81 nm, respectively. The results of scanning and

transmission electron microscopy showed that copper nanoclusters have distinct crystallographic faces and edges.

**Key words:** nanopowders, electrical explosion of conductors, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy.

Ибраев Е.С.<sup>1</sup>, Суюндыкова А.С.<sup>1</sup>, Партизан Г.<sup>1,2</sup>, Нақысбеков Ж.Т.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Қазақстан, Алматы қ.

<sup>2</sup>Инновациялық технологиялар орталығы Жану проблемалар институты, Қазақстан, Алматы қ.  
e-mail: gulmira.partizan@mail.ru

### Металл наноұнтақтарын электрондық микроскопия әдісімен зерттеу

Мақалада металл наноұнтақтарын жоғары ажырату қабілетіне ие сканирлеуші электрондық микроскопия және жарықтандырушы микроскопия әдістерімен зерттеудің нәтижелері келтірілген. Электрондық микроскопия әдісі зерттеп отырған объектіні көруге бірден-бір мүмкіндік беретін наноматериалдарды зерттеу әдістерінің бірі болып табылады. Сканирлеуші электрондық микроскопта үлгінің беттік қабатының суретін алу үшін жұтылған, шашыраған және екінші реткі электрондар қолданылады. Қалған сәулешығарулар қосымша ақпарат көзі ретінде қолданылады. Сканирлеуші электрондық микроскопия нәтижелері никель мен темір наноұнтақтарының сәйкесінше 50 және 65 нм тең болатын диаметрлі сфералық формаға жақын пішінге ие екендігін көрсетті. Никель мен темір наноұнтақтары үшін жарықтандырушы электрондық микроскопия әдісінің нәтижелері сканирлеуші электрондық микроскопия әдісімен алынған нәтижелермен сәйкес келетіндігін көрсетті. Мыс наноұнтағының никель мен темір наноұнтақтарынан айырмашылығы өлшемі бойынша таралу гисторграммасы бимодальды таралуға ие екендігінде. Бірінші және екінші фракциясындағы бөлшектердің орташа өлшемі сәйкесінше 23.6 және 81 нм ие. Сканирлеуші электрондық микроскопия және жарықтандырушы электрондық микроскопия әдістерімен зерттеу нәтижелері бойынша мыс наноұнтақтары нақты айқындалған кристаллографиялық қыры мен жақтары бар пішінге ие екендігін көрсетті.

**Түйін сөздер:** наноұнтақтар, өткізгіштердің электрлік жарылуы, сканирлеуші электрондық микроскопия, жарықтандырушы электрондық микроскопия.

### Введение

В развитии современных нанотехнологий значительную роль играют исследования наночастиц металлов. Это обусловлено, прежде всего, широким спектром возможностей их практического применения, в которых используются специфические свойства как самих наночастиц, так и модифицированных ими материалов. Наиболее разработаны, на сегодняшний день, возможности использования наночастиц металлов при создании новых материалов в качестве катализаторов [1-14].

В настоящее время разработан ряд общих методов получения наночастиц, большинство из которых могут быть использованы для получения металлических наночастиц. Одним из перспективных методов получения нанопорошков (НП) является электрический взрыв проводников (ЭВП) – неравновесный процесс, при котором под действием импульсного электрического тока проводник диспергируется, и продукты взрыва перемешиваются с окружающей средой [15-20]. Электровзрывные НП обладают рядом преимуществ в сравнении с НП, полученными другими способами: устойчивы к окислению и

спеканию при комнатной температуре, при нагревании характеризуются высокой химической и диффузионной активностью [21-23].

В работе представлены результаты исследований морфологии и структуры НП металлов, полученных методом ЭВП методами сканирующей и просвечивающей микроскопий.

### Детали эксперимента

НП металлов были получены методом электровзрывного испарения металлической проволоки в атмосфере аргона. Процедура и детали экспериментов детально описаны в работах [24, 25].

Образцы были изучены методом растровой электронной микроскопии с использованием автоэмиссионного сканирующего электронного микроскопа сверхвысокого разрешения фирмы Zeiss модели Gemini Ultra 55 вместе с устройством для рентгеноспектрального микроанализа исследуемого образца в микроскопе от фирмы – «Thermo Scientific». Кроме того, для оценки чистоты образцов был проведен рентгеноспектральный микроанализ (EDX).

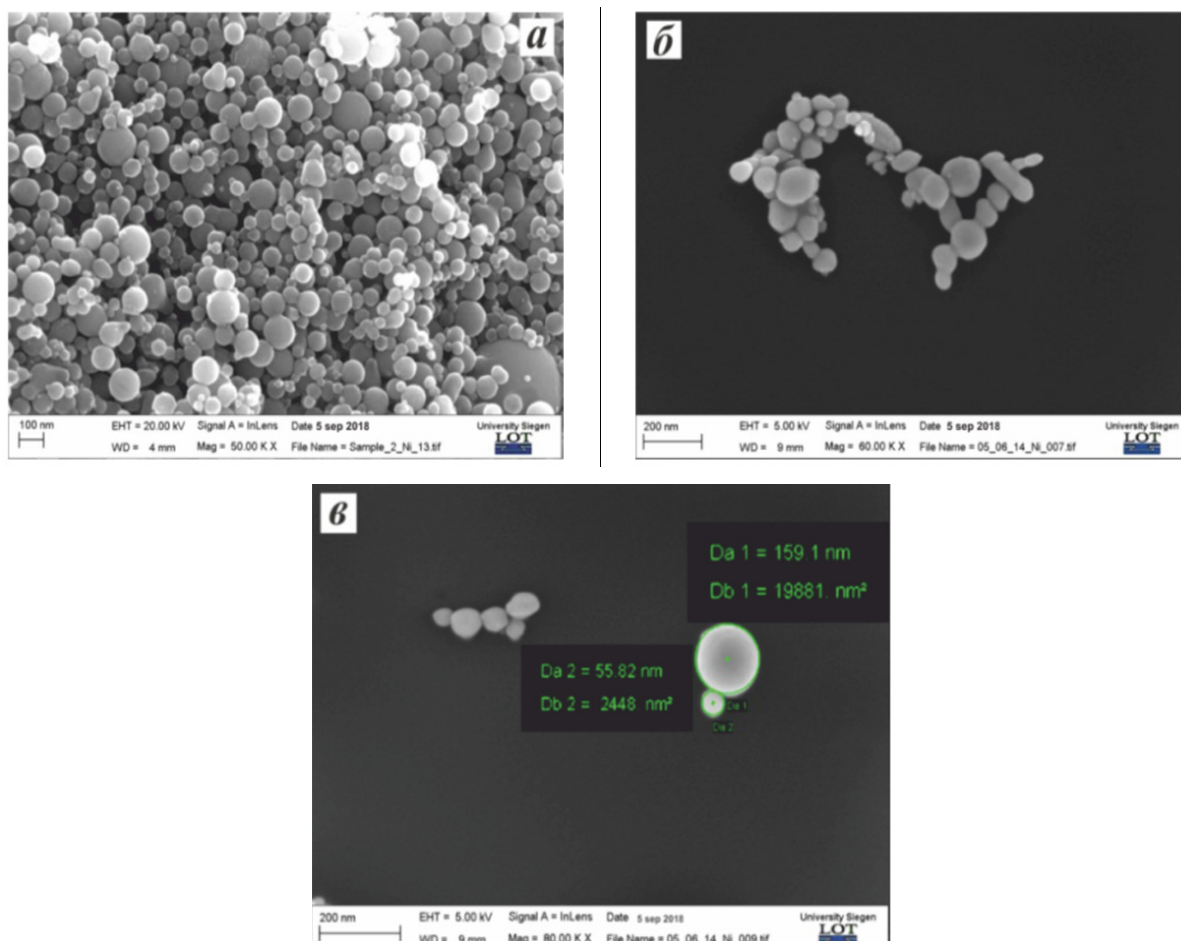
Так же были проведены исследования в центре электронной микроскопии и спектро-

скопии Эрнста Руска (Ernst Ruska-Centre for Microscopy and Spectroscopy with Electrons, Германия) с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) FEI Titan (60-300) и в Институте ядерной физики (Алматы, Казахстан) с помощью ПЭМ JEM-2100 JEOL. Для проведения сепарации образцы НП суспензировались в химических растворах (гексан, изопропанол). Далее проводилась ультразвуковая обработка раствора (объем

суспензии 30 мл, частота ультразвука 27 кГц, мощность генератора 120 Вт, воздействие проводилось в течение 30 минут), после чего капли суспензии с частицами металла наносились на кремниевую подложку.

### Результаты и обсуждение

На рисунке 1 представлены СЭМ изображения НП никеля и сепарированных образцов.



нанопорошки (а), агломераты нанокластеров (б) и отдельные нанокластеры (с) после сепарации в гексане

**Рисунок 1** – СЭМ изображения НП никеля

На СЭМ изображениях Ni видно, что размеры подавляющего числа частиц не превышает 100 нм. При этом наблюдается образование цепочечных структур из мелких частиц (от 10 до 30 нм), а также частичное их спекание между собой (образуются так называемые шейки). Форма частиц Ni так же близка к сферической. На

рисунке 2 представлен энергодисперсионный спектр ЭВП НП Ni.

Как видно из спектра EDX, в составе порошка Ni присутствуют в незначительном количестве примеси углерода и кислорода, что в принципе является нормальным т.к. наиболее устойчивым для никеля является состояние окисления. На-

личие примеси углерода объясняется условиями процедуры пассивации порошков.

На рисунке 3 представлены ПЭМ-изображение и гистограмма распределения по размерам ЭВП НП Ni.

Результаты ПЭМ исследований НП никеля согласуются с результатами, полученными с помощью СЭМ. На рисунке 3а видно, что частицы

НП никеля имеют сферическую форму. Из данных гистограммы следует, что в образце преобладают частицы диаметром 40-70 нм, средний диаметр которых равен 50 нм. Анализ гистограммы показывает, что распределение наночастиц никеля по размерам является гауссовым со значением среднеквадратического отклонения = 36,6 нм.

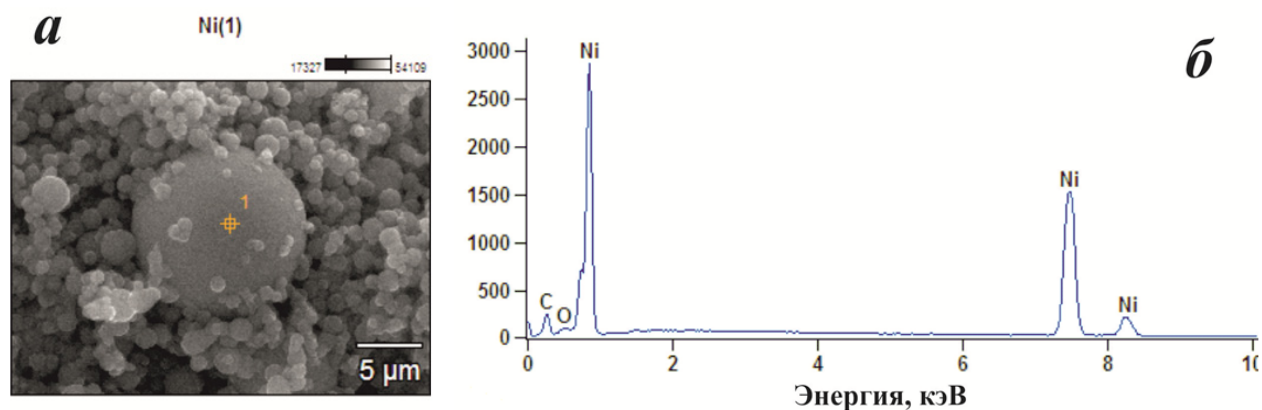


Рисунок 2 – Микрофотография порошка Ni (а) и энергодисперсионный рентгеновский спектр (б)

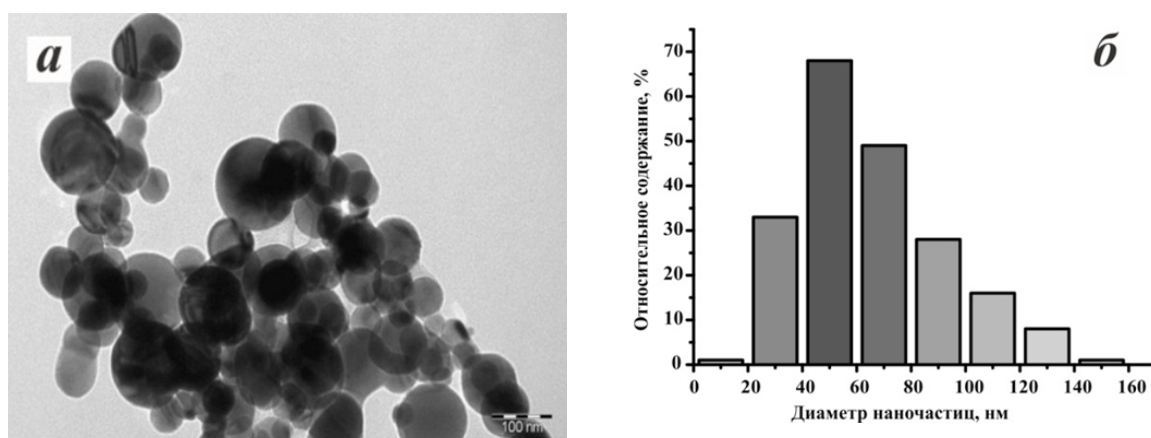
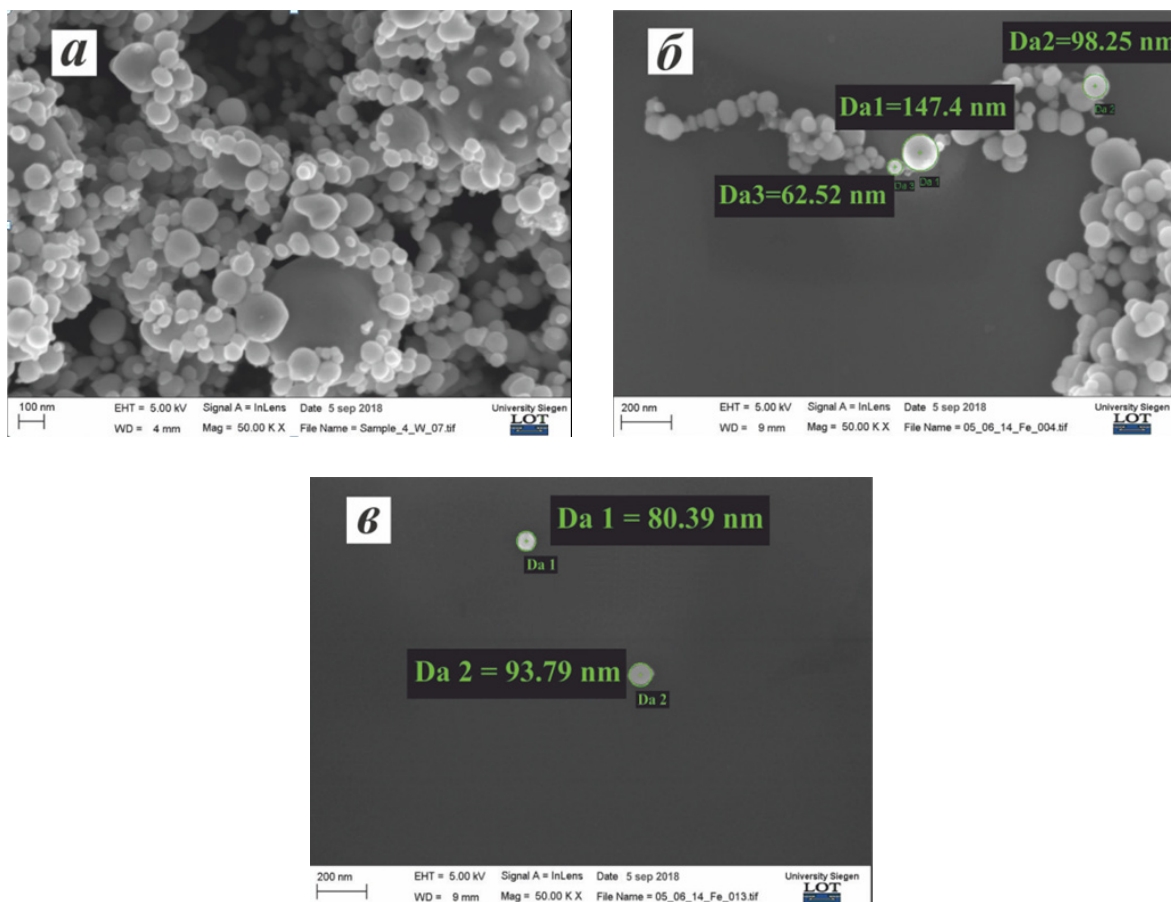


Рисунок 3 – ПЭМ-изображение НП никеля (а) и гистограмма распределения по размерам (б)

На рисунке 4 представлены СЭМ-изображения НП железа и сепарированных образцов. На СЭМ изображениях порошка Fe видно, что присутствует агломерация вокруг кластеров размерами от 100 до 200 нм металлических частиц с меньшими размерами (от 10 до 50 нм). При этом наблюдается образование цепочечных структур из мелких частиц (от 10 до 30 нм). Форма частиц Fe близка к сферической.

В агломератах частицы с большим диаметром, как правило, коагулируют с более мелкими кластерами. Из рисунков 4б и 4в видно, что гексан позволяет сепарировать отдельные нанокластеры железа. При этом диаметр кластеров колеблется от 50 до 100 нм.

На рисунке 6 представлены ПЭМ-изображение и гистограмма распределения по размерам НП железа.



нанопорошки (а), агломераты нанокластеров (б) и отдельные нанокластеры (в) после сепарации в гексане

Рисунок 4 – СЭМ изображения НП железа

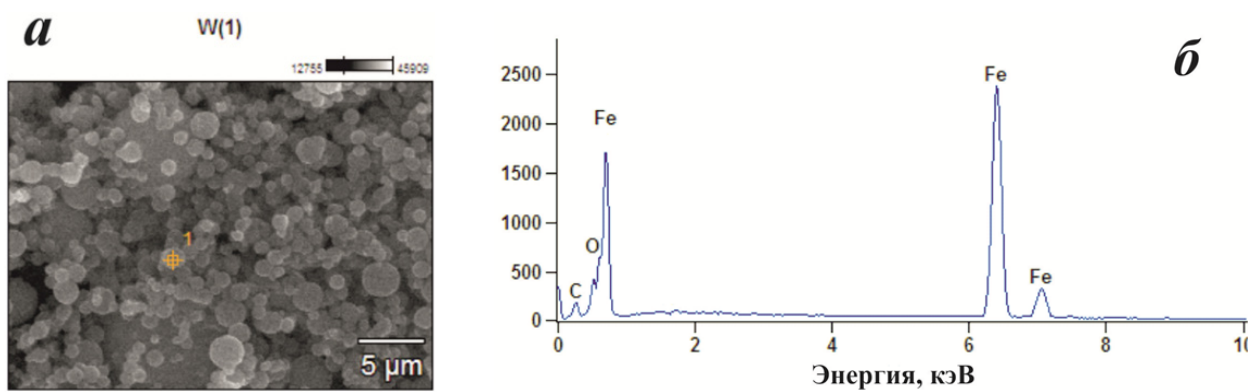


Рисунок 5 – Микрофотография порошка Fe (а) и энергодисперсионный рентгеновский спектр (б)

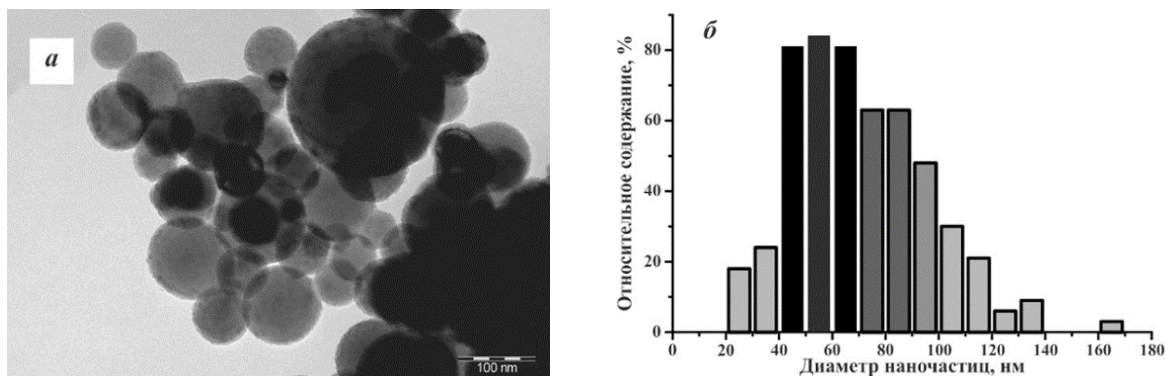
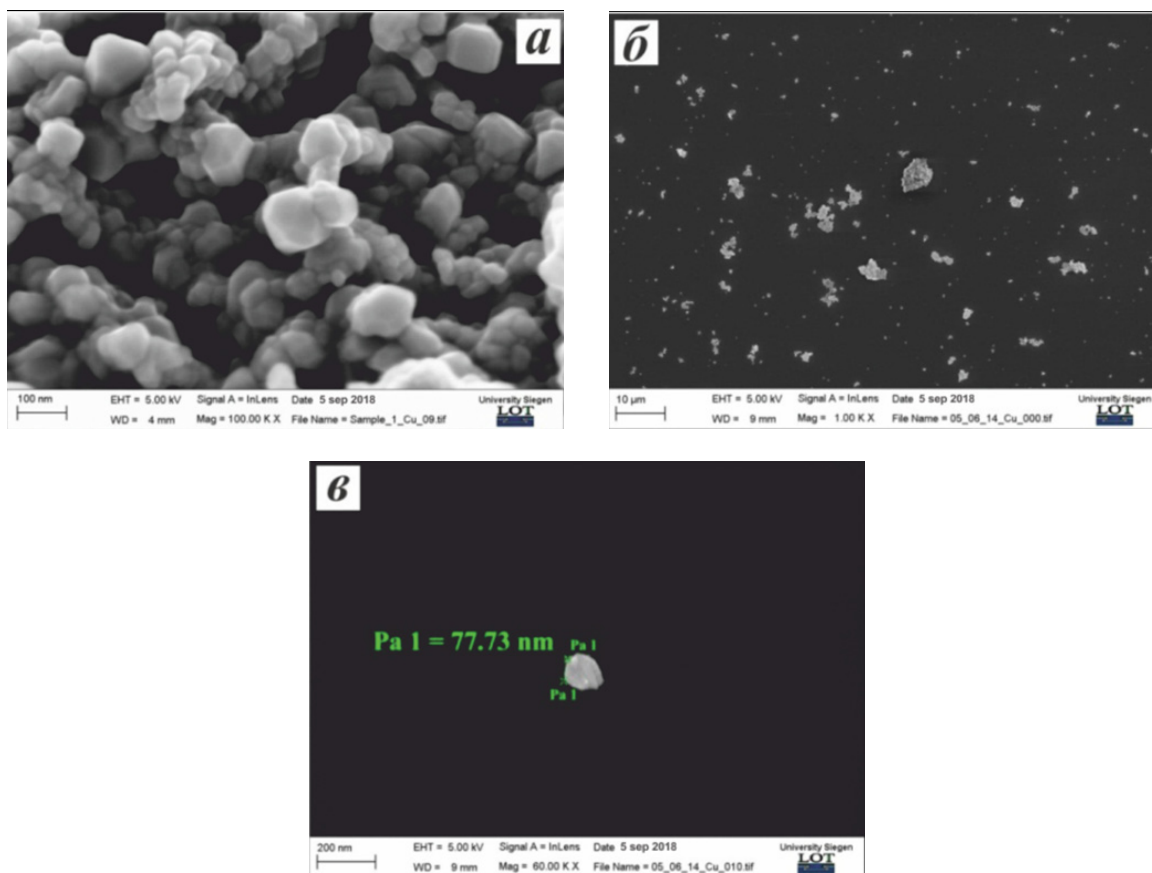


Рисунок 6 – ПЭМ-изображение НП железа (а) и гистограмма распределения по размерам (б)

Результаты ПЭМ исследований НП железа согласуются с результатами, полученными с помощью СЭМ. На рисунке 6а видно, что частицы НП железа имеют сферическую форму. Из данных гистограммы следует, что в образце преобладают частицы диаметром 40-70 нм, средний диаметр которых равен 65,5 нм. Анализ гисто-

граммы показывает, что распределение наночастиц железа по размерам является гауссовым со значением среднеквадратического отклонения = 30 нм.

На рисунках 7, 8 представлены результаты исследований порошков Cu методом сканирующей электронной микроскопии



нанопорошки (а), агломераты нанокластеров (б) и отдельные нанокластеры (с) после сепарации в гексане

Рисунок 7 – СЭМ изображения НП меди

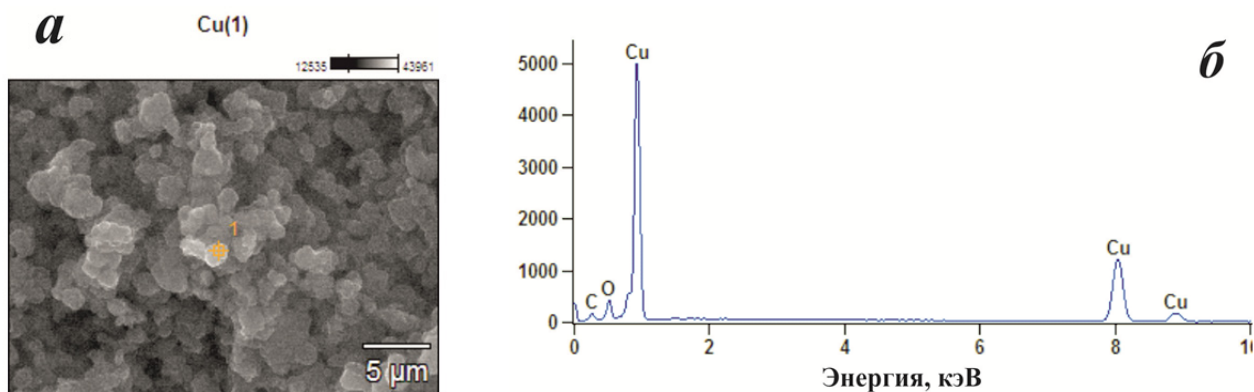


Рисунок 8 – Микрофотография порошка Cu (а), энергодисперсионный рентгеновский спектр (б)

На рисунке 9 представлены ПЭМ изображение и гистограмма распределения по размерам НП меди.

Результаты ПЭМ исследований НП меди согласуются с результатами, полученными с помощью СЭМ. В отличие от НП никеля и железа НП меди имеют бимодальное распределение. Средний диаметр частиц первой и второй

фракции равен 23,6 и 81 нм соответственно. На рисунке 10 представлены микрофотографии нанокластеров меди, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). На СЭМ и ПЭМ-изображениях порошка Cu видно, что нанокластеры меди (размеры от 20 до 50 нм) обладают четко выраженными кристаллографическими гранями и ребрами.

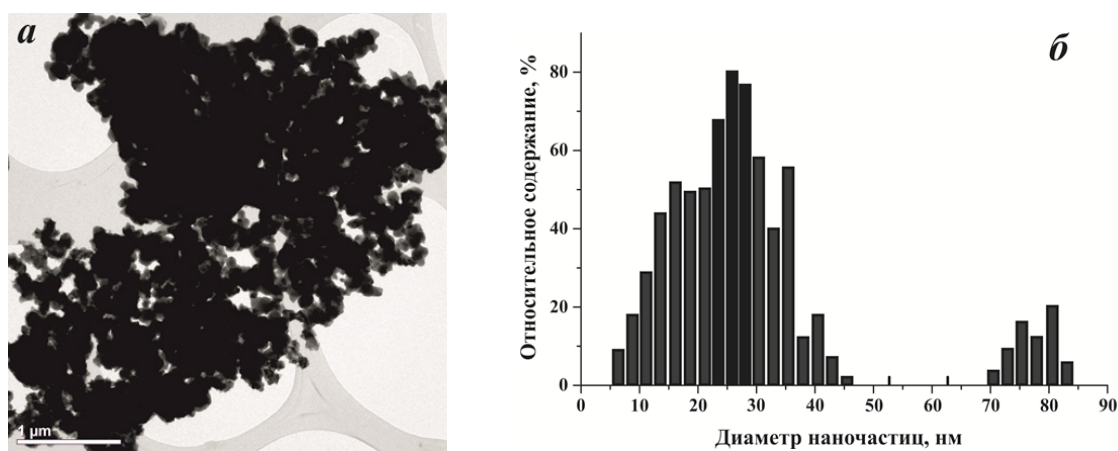


Рисунок 9 – ПЭМ-изображение НП меди (а) и гистограмма распределения по размерам (б)

Кроме того, вид многогранников нанокластеров меди не совсем идентичны простым формам роста кристаллов, характерных для кубической сингонии и точечной группе  $m\bar{3}m$ . Можно сказать, что это несколько искаженные (деформированные) простые формы соответствующие кристаллам с точечной группой  $m\bar{3}m$ . По-видимому, это объясняется сверхнеравновесными условиями получения порошков.

Это подтверждает и электроннограмма нанокластера меди, приведенная на рисунке 10в, где присутствуют запрещенные для ГЦК решетки и характерные для примитивной кубической решетки максимумы от плоскостей (110) и (211). Возможно, что искажение формы кристаллитов происходит за счет встраивания в структуру не типичной для меди сверхрешетки с примитивной решеткой.

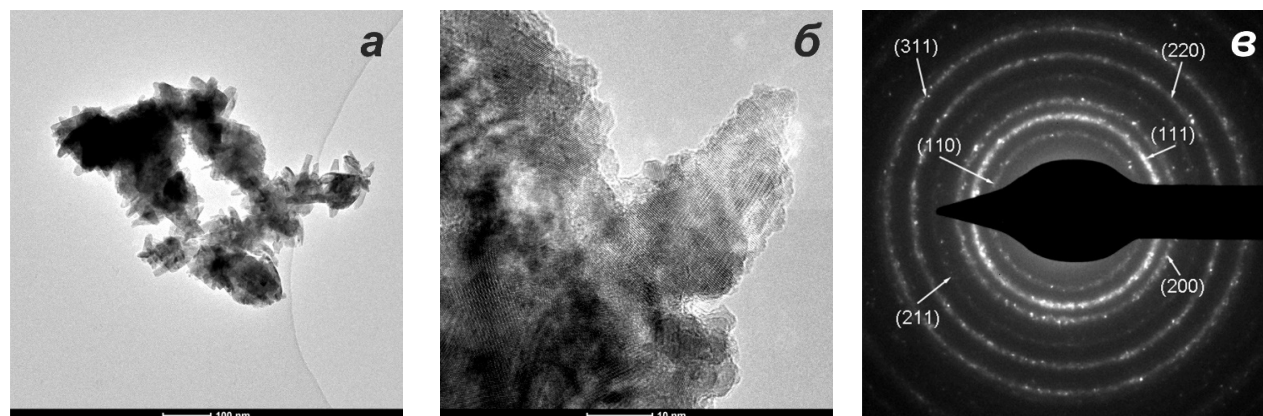


Рисунок 10 – ПЭМ-изображения (а), ПЭМ-изображение высокого разрешения (б) и электроннограмма нанокластеров меди (в)

### Заключение

СЕМ исследования НП Ni показали, что размеры подавляющего числа частиц не превышает 100 нм. При этом наблюдается образование цепочечных структур из мелких частиц (от 10 до 30 нм), а так же частичное их спекание между собой (образуются так называемые шейки). Форма частиц Ni близка к сферической. Результаты ПЭМ исследований НП никеля согласуются с результатами, полученными с помощью СЭМ. Анализ данных ПЭМ подтвердил, что в образцах преобладают частицы диаметром 40-70 нм, средний диаметр которых равен 50 нм. Исследования порошка Fe методом СЭМ показали, что присутствует агломерация вокруг кластеров размерами от 100 до 200 нм металлических частиц с меньшими размерами (от 10 до 50 нм). При этом наблюдается образование цепочечных структур из мелких частиц (от 10 до

30 нм). Форма частиц Fe близка к сферической. В агломератах частицы с большим диаметром, как правило, коагулируют с более мелкими кластерами, это отражено нами в работе. Результаты ПЭМ исследований НП железа согласуются с результатами, полученными с помощью СЭМ. Из данных гистограммы распределения по размерам следует, что в образце преобладают частицы диаметром 40-70 нм, средний диаметр которых равен 65.5 нм. Результаты ПЭМ исследований НП меди согласуются с результатами, полученными с помощью СЭМ. В отличие от НП никеля и железа гистограмма распределения по размерам НП меди имеет бимодальное распределение. Средний диаметр частиц первой и второй фракции равен 23.6 и 81 нм, соответственно. СЭМ и ПЭМ-исследования НП Cu показали, что нанокластеры меди (размеры от 20 до 50 нм) обладают четко выраженными кристаллографическими гранями и ребрами.

### Литература

- 1 Lai W.T., Hwang C.J., Wang A.T., Yau J.C., Liao J.H., Chen L.H., Adachi K., Okamoto S. Etch uniformity control by gap and DC superposition at 65 nm metal hard-mask dual damascene // Proc. of the Intern. Symposium on Dry Process. Japan: Nagoya, Institute of Electrical Engineers. – 2006. – Vol. 6. – P.109-110.
- 2 Thieme M., Frenzel R., Schmidt S., Simon F., Henning A., Worch H., Lunkwitz K., Scharnweber D. Generation of Ultra hydrophobic Properties of Aluminium – A first Step to Self-cleaning Transparently Coated Metal Surfaces // Advanced engineering materials – 2001. – Vol. 3. – No. 9. – P. 691–695.
- 3 Shiratani M., Kawasaki H., Fukuzawa T., Yoshioka T., Ueda Y., Singh S. and Watanabe Y., Simultaneous in situ measurements of properties of particulates in RF silane plasmas using a polarization-sensitive laser-light-scattering method // J. Appl. Phys. – 1996. – Vol. 79. – P. 104–109.
- 4 Kersten H., Deutsch H., Stoffels E., Stoffels W. W., Kroesen G. M. W. and Hippler R. Micro disperse particles in plasmas: From disturbing side effects to new applications // Contrib. Plasma Phys. – 2001. – Vol. 41. – P. 598–609.
- 5 Shikha Jain, Niharika Nagar and Vijay Devra. Synthesis and characterization of highly efficient copper nanoparticles and their catalytic application in oxidative kinetic study // Advances in Applied Science Research – 2015. – Vol. 6(6). – P. 171–180.
- 6 Muhammad Imran Din & Rida Rehan. Synthesis, Characterization, and Applications of Copper Nanoparticles // Analytical Letters. – 2017. – Vol. 50. – No. 1. – P. 50–62.



- 7 Galletti A.M.R., Antonetti C., Marracci M., Piccinelli F. Tellini B. Novel microwavesynthesis of Cu nanoparticles in the absence of any stabilizing agent and their antibacterial and antistatic applications // *Applied Surface Science*. – 2013. – Vol. 280. – P. 610–618.
- 8 Mohammad J. Hajipour, Katharina M. Fromm, Ali Akbar Ashkarran, Dorleta Jimenez de Aberasturi, Idoia Ruiz de Larramendi, Teofilo Rojo, Vahid Serpooshan, Wolfgang J. Parak and Morteza Mahmoudi. Antibacterial properties of nanoparticles // *Trends in Biotechnology*. – 2012. – Vol. 30. – No. 10. – P. 499–511.
- 9 Linlin Wang, Chen Hu, Longquan Shao The antimicrobial activity of nanoparticles: present situation and prospects for the future // *International Journal of Nanomedicine*. – 2017. – Vol. 12. – P. 1227–1249.
- 10 Hosseini A. A., Allahyari M. and Daftari Besheli S. Synthesis of carbon nanotubes, nano fibbers and nano union by electric arc discharge method using NaCl accuse as solution and Fe and Ni particles and catalysts // *International Journal of Science. Environment and Technology*. –2012. –Vol.1. –P.217 – 229.
- 11 Yanjie Su, Hao Wei, Tongtong Li, Huijuan Geng, Yafei Zhang. Low-cost synthesis of single-walled carbon nanotubes by low-pressure air arc discharge // *Materials Research Bulletin*. –2014. –Vol. 50. –P.23–25.
- 12 Yanjie Su, Yaozhong Zhang, Hao Wei, Zhi Yang, Eric Siu-Wai Kong, Yafei Zhang. Diameter-control of single-walled carbon nanotubes produced by magnetic field-assisted arc discharge // *Carbon*. –2012. –Vol. 50. –P.2556 – 2562.
- 13 Борман В.Д., Борисюк П.В., Васильев О.С. и др. Наблюдение локализации эклектронов в шероховатых наноклстерах золота на поверхности графита // *Письма в ЖЭТФ*. – 2007. – Т. 86. – С.450-455.
- 14 Castro T., Reifengerger R., Choi E. et al. Size-dependent melting temperature of individual nanometer-sized metallic clusters // *Phys. Rev. B*. – 1990. – Vol. 42, No. 13. –P.8548–8556.
- 15 Barnard A.S., Young N.P., Kirkland A.I. et al. Nanogold: a quantitative phase map // *ACS nano*. – 2009. – Vol. 3. – P.1431-1436.
- 16 Buffat P., Borel J.P. Size effect on the melting temperature of gold particles // *Phys. Rev. A*. – 1976. – Vol. 13. – P.2287.
- 17 Kotov Yu.A., Electric Explosion of Wires as a Method for Preparation of Nanopowders // *Journal of Nanoparticle Research*. – 2003. –Vol. 5. Issue 5–6. –P. 539–550.
- 18 Yacaman M.J., Herrera R., Tehuacanero S. et al. Surface roughness studies in small particles using HREM // *Ultramicroscopy*. – 1990. – Vol. 33. – P.133-141.
- 19 Castro T., Reifengerger R., Choi E. et al. Size-dependent melting temperature of individual nanometer-sized metallic clusters // *Phys. Rev. B*. – 1990. – Vol. 42, No. 13. –P.8548–8556.
- 20 Partizan G., Yao Ma, Mansurov B.Z., Medyanova B.S., Xin Jiang, Aliyev B.A. SEM studies of carbon nanotubes synthesized on metal nanopowders // *Proceedings of the Annual International World Conference on Carbon (Carbon 2014)*, Jeju island, Korea, June 29 – July 4, –2014. –POT2-01.
- 21 Buranbaev M.Zh., Partizan G., Aliev B.S., Entibekov Zh., Nakysbekov Zh. Radiation modification of the structure of nano-sized metal powders // *Proceedings of the Future Information Communication Technology and Applications*, Shenyang, China. – 2013.– Vol. 52. – P. 471-476.
- 22 Партизан Г., Мансуров Б.З., Медянова Б.С., Алиев Б.А., Xin Jiang, Синтез углеродных наноструктур на нанопорошках никеля, полученных методом электрического взрыва проводников // *Инженерно-физический журнал (Journal of Engineering Physics and Thermophysics)*. – 2015. – Т. 88, № 6. –P. 1403-1408.
- 23 Partizan G., Mansurov B.Z., Medyanova B.S., Koshanova A.B., Aliyev B.A., Xin Jiang Synthesis of carbon nanostructures on iron nanopowders obtained by electric explosion of conductors // *Eurasian Chemical-technological Journal*, – 2015. – Vol. 17. – P. 201-207.
- 24 Ильин А.П. Развитие электровзрывной технологии получения нанопорошков в НИИ высоких напряжений при Томском политехническом университете // *Известия ТПУ*. –2003. –Т. 306, №1. – С. 133-139.
- 25 Nepijko S.A., Pippel E., Woltersdorf J. Dependence of lattice parameter on particle size // *Physica status solidi (a)*. – 1980. – Vol. 61, № 2. – P. 469-475.

## References

- 1 W.T. Lai, C.J. Hwang and et al., *Proc. of the Intern. Symposium on Dry Process*. Japan: Nagoya, Institute of Electrical Engineers, 6, 109-110 (2006).
- 2 M. Thieme, R. Frenzel and et al., *Advanced engineering materials*, 3 (9), 691–695 (2001).
- 3 M. Shiratani, H. Kawasaki and et al., *J. Appl. Phys.*, 79, 104–109 (1996).
- 4 H. Kersten, H. Deutsch and et al., *Contrib. Plasma Phys.*, 41, 598–609 (2001).
- 5 J. Shikha, N. Niharika and D. Vijay, *Advances in Applied Science Research*, 6(6), 171–180 (2005).
- 6 M. Imran Din & R. Rehan, *Analytical Letters*, 50 (1), 50–62 (2017).
- 7 A.M.R. Galletti, C. Antonetti and et al., *Applied Surface Science*, 280, 610–618 (2013).
- 8 M.J. Hajipour, K.M. Fromm and et al., *Trends in Biotechnology*, 30 (10), 499–511 (2013).
- 9 L. Wang, C. Hu, L. Shao, *International Journal of Nanomedicine*, 12, 1227–1249 (2017).
- 10 A.A. Hosseini, M. Allahyari and S. Daftari Besheli, *International Journal of Science. Environment and Technology*, 1, 217-229 (2012).
- 11 Su Yanjie, Wei Hao and et al., *Materials Research Bulletin*, 50, 23–25 (2014).
- 12 Su Yanjie, Zhang Yaozhong and et al., *Carbon*, 50, 2556 – 2562 (2012).
- 13 V.D. Borman, V.D. Vasiliev and et al., *Pis'ma v ZHETF*, 86, 450-455 (2007).

- 14 T. Castro, R. Reifenger, E. Choi et al., *Phys. Rev. B.* 42(13), 8548–8556 (1990).
- 15 A.S. Barnard, N.P. Young, A.I. Kirkland et al., *ACS nano*, 3, 1431-1436 (2009).
- 16 P. Buffat, J.P. Borel, *Phys. Rev. A.*, 13, 2284 (1976).
- 17 Yu.A. Kotov, *Journal of Nanoparticle Research*, 5-6, 539-550 (2003).
- 18 M.J. Yacaman, R. Herrera, S. Tehuacanero et al., *Ultramicroscopy*, 33, 133-141 (1990).
- 19 T. Castro, R. Reifenger, E. Choi et al., *Phys. Rev. B.*, 13, 8548–8556 (1990).
- 20 G. Partizan, B.Z. Mansurov and et al., *Proceedings of the Annual International World Conference on Carbon, Jeju island, Korea, June 29 – July 4, POT2-01* (2014).
- 21 M.Zh. Buranbaev, G. Partizan and et al., *Proceedings of the Future Information Communication Technology and Applications, Shenyang, China*, 52, 471-476 (2013).
- 22 G. Partizan, B.Z. Mansurov and et al., *Inzhenerno-physicheski jurnal*, 6, 1403-1408 (2015) (in Russ).
- 23 G. Partizan, B.Z. Mansurov and et al., *Eurasian Chemical-technological Journal*, 17, 201-207 (2015).
- 24 A.P. Iliyn, *Izvestya TPU*, 306(1), 133-139 (2003) (in Russ).
- 25 S.A. Nepijko, E. Pippel, *Physica status solidi (a)*, 2, 469-475 (1980).