

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОВ ПОЛУЧЕНИЯ НИТЕВИДНЫХ КРИСТАЛЛОВ В КОМПОЗИЦИОННОМ МАТЕРИАЛЕ

Артемьев С. Р., Шапоров В. П., Цымбал Б. М.

1. Введение

Методы получения нитевидных кристаллов достаточно долгое время продолжают оставаться достаточно актуальной проблемой исследования современной науки. Об этом свидетельствует увеличение проблематики данных вопросов при проведении научных конференций и семинаров, поскольку любой полученный экспериментальный результат заслуживает обсуждения и рассмотрения. Учеными четко должен приветствоваться тот факт, что целесообразно и необходимо освещать полученные результаты и вносить при этом критические замечания и конструктивные предложения.

Методы получения нитевидных кристаллов как раз и относятся к вопросам широкого обсуждения и конструктива. Ведь именно эта область знаний приобретает в современных условиях все большее и большее значение. Причем спектр ее практического применения постоянно расширяется, затрагивая уже электронику, физику твердого тела и другие направления.

Методы получения нитевидных кристаллов и их выращивание еще в 20 веке зависели очень часто исключительно от мастерства ученого, проводящего тот или иной эксперимент. Однако за последние 30 лет промышленность сделала шаги вперед, благодаря чему спектр получения этой группы кристаллов очень изменился.

Указанные успехи имели и имеют место, благодаря пониманию тех явлений, которые могут проходить в аппаратах кристаллизации и тем более на поверхности растущего кристалла. Не смотря на всю сложность проводимых процессов и имеющейся большой совокупности физико-химических явлений, исследования в данной области успешно продолжают и не теряют актуальности.

2. Объект исследования и его технологический аудит

Объектом данного исследования являются методы получения нитевидных кристаллов в композиционных материалах.

В частности, был рассмотрен и исследован метод получения нитевидных кристаллов восстановлением галоидных солей металлов на примере принципиальной схемы проведения данного процесса. Исследовалась суть такого метода и процессы химического газофазного взаимодействия, которые протекают внутри кварцевой трубы.

Согласно другой принципиальной схемы был исследован процесс выращивания нитевидных кристаллов SiC методом «пар – жидкость – твердое» (ПЖТ). Сущность данного процесса – протекаемые реакции и выводы по проведенным процессам каждого из исследуемых методов.

Проблемным вопросом применения обеих методов является вопрос температурного интервала проведения процессов, который может быть связан с

процессом рекристаллизации того или иного нитевидного кристалла. И при этом следует учесть тот факт, что у каждого кристалла он свой. Причем диапазон температур достаточно широк – от комнатной температуры и до температуры обжига. Поэтому сложно определить, какой из процессов рекристаллизации более успешен при применении каждого из методов и использовании конкретного кристалла.

3. Цель и задачи исследования

Цель исследования – обзор существующих представлений о некоторых методах получения нитевидных кристаллов в композиционном материале.

Для достижения поставленной цели необходимо решить такие задачи:

1. Исследовать метод получения нитевидных кристаллов в процессе химического взаимодействия между газом и нитевидным кристаллом с последующим переносом продукта реакции в зону осаждения и его кристаллизацией.
2. Исследовать метод получения нитевидных кристаллов ПЖТ («пар – жидкость – твердое») в процессе конденсации нитевидных кристаллов из паровой фазы в твердую фазу через промежуточную – жидкую фазу.

4. Исследование существующих решений проблемы

Среди источников литературы, которые рассматривают вопросы, имеющие отношение к выращиванию и росту нитевидных кристаллов, можно отнести следующие.

Так, в [1] автор детально изучал вопросы роста нитевидных и пластинчатых кристаллов из пара, а акцент проведенных исследований по вопросам получения нитевидных кристаллов из газовой фазы был указан в [2].

Источник [3] рассматривает газофазную металлизацию металлических кристаллов в среде карбониллов, а в [4] обсуждаются вопросы осаждения металлических пленок и покрытий через процесс разложения металлоорганических соединений.

Не были в стороне и вопросы выращивания нитевидных кристаллов, которые выращивались в газовой фазе в процессе химического взаимодействия, что описано в [5], в том числе и в среде расплавов [6].

Именно во второй половине 20-го века перспективы данного вопроса нашли широкое отражение во время проведения конференций и научных семинаров, разработки проведения усовершенствованных технологических процессов с использованием нитевидных кристаллов [7–11].

Также следует отметить, что отдельным аспектом рассматривались вопросы получения (выращивания) таких кристаллов в электрическом поле, например, с использованием дополнительного электронагрева в камерах кристаллизации [12]. Вопросы получения пленок нитевидных кристаллов обсуждались в [13, 14], что также нашло отражение и в [7, 8].

В [10] были опубликованы результаты использования выращенных (полученных) групп нитевидных кристаллов в различных отраслях промышленности. Конечно, нельзя не отметить, что такая тематика отчасти рассматривалась и в диссертационных исследованиях последних лет, например, в [15].

В рамках проведенного литературного обзора данные вопросы были систематизированы в работах [16–18].

Развитие промышленности, науки и техники подтверждают тот факт, что все шире становится тот круг металлов, которые можно получать в монокристаллическом виде. Но выращивание такой группы кристаллов реально называют «искусством», ведь сам кристалл своего рода – это совершенство. Более того выращенный кристалл, который получен при заданных свойствах далеко не означает тот факт, что он пригоден к выполнению тех задач, для которых он создан. Это уже технологии и новые технологические процессы.

«Если необходимо измерить какое-либо свойство, то 80 % усилий и изобретательности затрачивается либо на получение металла или сплава в очень чистом виде и на выращивание монокристалла соответствующей чистоты ... и только 20 % всех усилий затрачивается на само измерение исследуемого свойства» [19].

Литературный обзор показал, что наиболее широко применяемым методом получения кристаллов как легкоплавких, так и тугоплавких, является метод выращивания кристаллов из расплава в различных интерпретациях. Достоинство именно данного метода состоит в том, что он позволяет практически полностью осуществлять контроль процесса затвердевания кристалла и, таким образом, получать кристаллы необходимой ориентации, что описано в [20, 21].

Контейнерные методы выращивания кристаллов были подробно рассмотрены в [22–25]. Данные методы получения позволяли нагреть исходный материал до температуры, которая будет выше, чем его температура плавления, а потом оставить кристалл остывать, что позволяло обеспечить образование твердой фазы в определенном месте. В этих же источниках указывалось, что условия роста кристаллов могут быть выше при использовании магнитных полей, предназначенных для уменьшения эффектов конвекции.

Метод получения нитевидных кристаллов, именуемый методом Чохральского или «вытягивания», был описан в [26–29].

Процессы выращивания кристаллов из расплавленных металлов нашли отражение в [30], а в результате электропереноса в твердой фазе в [31, 32]. Результаты исследований по данным вопросам легли в основу метода приготовления небольших количеств кристаллов из тугоплавких материалов, что было отображено в [33, 34]. Вопросы сохранения высокотемпературной фазы до комнатной температуры рассматривались в [35], где было показано проведенными экспериментами, что полученная модификация кристалла может быть не стабильной при низких температурах, а применяемый для этого метод электроосаждения – не эффективен. Вопросы получения нитевидных кристаллов с применением электронно-лучевого нагрева описаны в [36], где показано, что при таком методе вероятность получения монокристалла значительно возрастает, что напрямую зависит от чистоты материала.

Методы получения кристаллов тугоплавких металлов рассматривались в различных вариантах:

- в [37] – с использованием дуговых печей;
- в [38] – с использованием метода переноса в дуге;
- в [39] – с помощью лазеров;

– в [40] – с использованием бестигельной зонной плавки с индукционным нагревом. Правда, в последнем случае эксперименты имели место не с металлами, а с твердыми сплавами.

Следует отметить, что в конце прошлого века очень популярным был метод получения нанокристаллов, который описан в [41–46]. Указанные источники литературы описывают технологии методов испарения и конденсации для получения таких нанокристаллов при вращающемся цилиндре, в атмосфере разреженного инертного газа, как правило, гелия и ряд других направлений.

Вопросы, связанные с микроструктурой нанокристаллических материалов также рассматривались во многих источниках, например, в [47, 48]. Именно здесь было экспериментально подтвержден тот факт, что типовой нанокристалл, как правило, содержит два компонента – кристаллиты и межкристаллические границы. Правда, такой нанокристалл должен состоять из атомов одного сорта.

Таким образом, результаты литературного анализа позволяют сделать вывод о том, что вопросы методов выращивания различных групп нитевидных кристаллов изучены достаточно обширно. Хотя следует отметить, что более детально изучение такого процесса пришлось на вторую половину 20-го века.

Перспективность проблемы исследования показывает на то, что в данном направлении исследований еще достаточно много «пятен» и нерешенных вопросов. И окончательный выбор технически-оптимальных решений по методам выращивания каждой из групп нитевидных кристаллов еще впереди.

5. Методы исследований

В ходе исследований были использованы следующие методы:

- статистического анализа (для определения существующих изменений в совершенствовании методов получения нитевидных кристаллов за определенный период);
- анализа результатов исследований (для определения положительных и отрицательных сторон применения того или иного метода получения нитевидных кристаллов);
- гипотетико-дедуктивный метод (при ознакомлении фактического материала исследований в области нитевидных кристаллов, который дополнительно требует анализа конкретного источника информации);
- метод обобщения результатов (для установления общих свойств и тенденций, характерных разным методам получения нитевидных кристаллов).

6. Результаты исследований

6.1. Метод восстановления галоидных солей металлов

При применении этого метода происходит выращивание нитевидных кристаллов за счет проведения химической реакции взаимодействия между веществом, которое испаряется, и газом, который вводится. В дальнейшем продукты реакции за счет массопереноса уходят в, так называемую, зону осаждения, где происходит кристаллизация вещества, что описано в [49].

На рис. 1 представлена принципиальная схема процесса получения нитевидного кристалла в результате такой реакции между парами галоидной соли, которые образовались в результате нагрева, и газа-восстановителя, который подавался в зону проведения реакции.

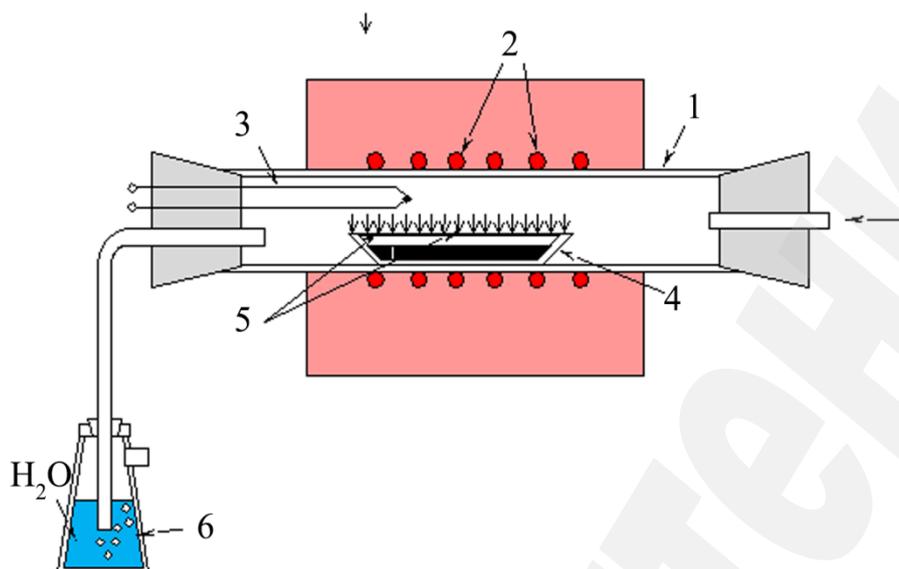
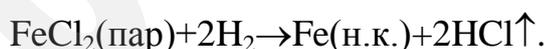


Рис. 1. Схема процесса получения металлических нитевидных кристаллов методом восстановления галоидных солей металлов: 1 – кварцевая труба; 2 – нагреватель; 3 – термопара; 4 – «лодочка» с галоидной солью; 5 – металлический нитевидный кристалл; 6 – емкость для улавливания газа

При использовании первого рассматриваемого метода следует заметить, что через нагреватель (2) пропускается электрический ток, что обеспечивает нагрев и заданную температуру. В свою очередь, температура поддерживается и контролируется термопарой (3). Объем кварцевой трубы будет заполнен галоидной солью, что при указанной поддерживаемой температуре обеспечит необходимую концентрацию испаряемого вещества.

Наиболее простым газом-восстановителем является водород, который, в свою очередь, дополнительно разбавляется инертным газом. При использовании, например, соли FeCl₂, внутри кварцевой трубы будет протекать следующая химическая реакция, что указано в [50]:



Поддерживая все параметры процесса, нитевидные кристаллы, например, железа будут вырастать прямо на стенке в виде наростов, имеющих пушистую форму.

6.2. Метод ПЖТ (пар – жидкость – твердое)

При применении данного метода нитевидные кристаллы конденсируются из пара, но при этом проходят жидкую (промежуточную) фазу.

На рис. 2 также показана принципиальная схема установки для выращивания нитевидных кристаллов SiC. На данной схеме роль подложки играет съемная крышка (4) на водоохлаждаемом контейнере (3).

Контейнер на данной схеме и является реактором, где происходит газофазное взаимодействие. Температура взаимодействия может достигать до 1500°. Внутри контейнера помещают чистый Si, либо шихту (2), которая при нагреве

обеспечивает выделение паров, в данном случае, кремния. В лодочке (1) находится металл-каплеобразователь (например, Fe или Ni), который способен к разложению с выделением паров свободного металла.

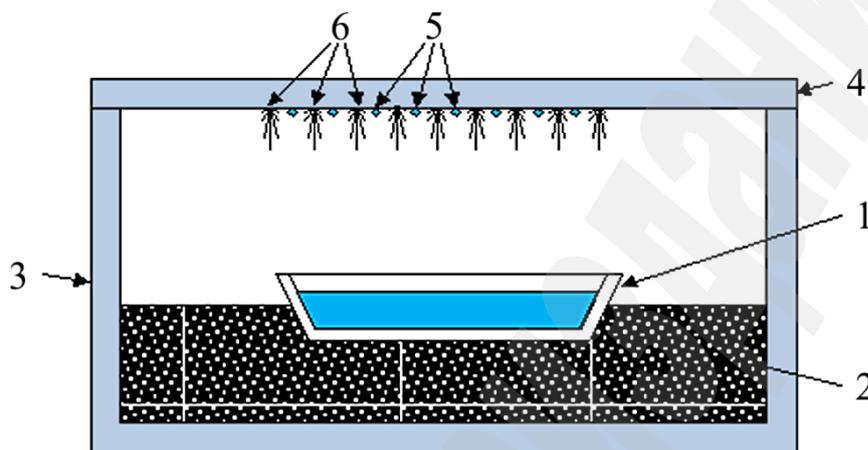
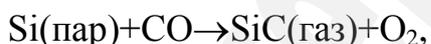


Рис. 2. Схема процесса выращивания нитевидных кристаллов SiC методом «пар – жидкость – твердое»: 1 – лодочка с металлом-каплеобразователем; 2 – шихта; 3 – контейнер; 4 – съемная крышка; 5 – капли металла; 6 – нитевидный кристалл

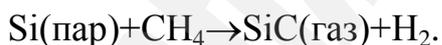
Пространство внутри контейнера заполняется газовой смесью, которая должна содержать углеводороды. С помощью нагрева происходит испарение металла, который конденсируется на крышке в виде капель (5).

Одновременно происходит и испарение шихты, являющейся источником паров кремния. Пары, в свою очередь, взаимодействуют с углеводородами, и образуют газообразный продукт SiC.

Это взаимодействие можно описать такими реакциями:



или



Конденсация капель металла должна быть в течение всего процесса роста нитевидных кристаллов. Это, своего рода, подпитка газовой фазы в реакторе соответствующими парами металла-каплеобразователя. Именно тогда металлические капли улавливают атомы SiC, растворяют их и выделяют в твердую фазу.

При использовании второго метода, показанного на принципиальной схеме (рис. 2), – металлические капли представляют собой многочисленные центры кристаллизации нитевидного кристалла, в данном случае карбида кремния (6). При данном методе кристаллизация соединения в жидкой фазе происходит при

значительно меньших степенях пересыщения. А это определяет затраты по времени (они будут меньшими).

7. SWOT-анализ результатов исследований

Strengths. При использовании метода ПЖТ («пар – жидкость – твердое») сильными сторонами являются следующие:

1. Большая площадь кристаллизации за счет испарения капель металла. Количество центров кристаллизации постоянно увеличивается при соблюдении параметров процесса.

2. В жидкой фазе кристаллизация имеет меньшую степень пересыщения, это, в свою очередь, уменьшает затраты времени на получение кристалла и его выращивание.

3. Атомы осаждаемого вещества имеют более высокий коэффициент accommodation атомов этого вещества жидкостью, что, в свою очередь, приводит к увеличению скорости роста кристаллов.

Weaknesses. К слабым сторонам, которые касаются различных методов выращивания кристаллов тугоплавких металлов можно отнести такие:

1. Проблема «чистоты» и «совершенства» того или иного металла, выращенный кристалл далеко не означает тот факт, что он соответствует нужным требованиям, а это экономические затраты, роль человеческого фактора, несовершенство оборудования.

2. В процессе выращивания кристалла сложно отследить перераспределение его компонентов, это приводит к сложностям получения кристалла нужного состава и часто не позволяет получить нужную фазу при заданной температуре.

3. Даже имея «совершенство», «чистоту» и нужную ориентацию он может быть и не пригоден, так как ему необходимо придать нужную форму достаточно сложными методами профилирования.

4. Сложность модификации методик выращивания кристаллов, которая могла бы позволить одновременно получать кристаллы нужной чистоты, формы, а также ориентации одновременно.

5. Выполняя даже существующие (идеальные) требования по выращиванию кристалла всегда нужно иметь исходный материал, например, монокристаллический материал для получения монокристалла, что не всегда возможно.

Opportunities. Проведенные исследования по первому из методов получения нитевидных кристаллов в композиционном материале показали:

1. Используя указанную схему процесса и применяя галоидные соли различных металлов, можно в итоге получить достаточно высокую концентрацию паров испаряемого вещества.

2. Экономически выгодно использовать в данном методе водород, как газ-восстановитель.

3. Процесс происходит достаточно быстро и наглядно (кристаллы растут прямо «на глазах»).

Threats. К проблемным сторонам, которые препятствуют внедрению данного продукта можно отнести такие:

1. Невозможность совмещения в одной операции по выращиванию кристаллов различных технологических факторов, что приводит к невозможности значительно экономить время и силы.

2. Дороговизна, совершенство и уникальность аппаратуры, которая позволила бы использовать выращенные кристаллы без дополнительной обработки.

8. Выводы

1. Проведено исследование метода получения нитевидных кристаллов в процессе химического взаимодействия между газом и нитевидным кристаллом с последующим переносом продукта реакции в зону осаждения и его кристаллизацией. Показано, что использование такого метода позволяет получать высокую концентрацию растворяемого вещества, что в итоге влияет на структуру кристалла.

2. Проведено исследование метода получения нитевидных кристаллов «пар – жидкость – твердое» в процессе конденсации нитевидных кристаллов из паровой фазы в твердую фазу через жидкую фазу. Обосновано, что при применении такого метода количество центров кристаллизации значительно увеличивается, что приводит к ускорению процесса роста кристаллов.

Литература

1. Givargizov E. I. Rost nitevidnykh i plastinchatykh kristallov iz para. Moscow: Nauka, 1977. 304 p.

2. Berezhkova G. V. Nitevidnye kristally. Moscow: Gosizdat, 1969. 158 p.

3. Syrkin V. G. Karbonily metallov. Moscow: Khimiya, 1983. 200 p.

4. Gribov B. G., Domrachev G. A., Zhuk B. V. Osazhdenie plenok i pokrytiy razlozheniem metalloorganicheskikh soedineniy: handbook. Moscow: Nauka, 1981. 322 p.

5. Gabor B., Blocher V. Blocher Neposredstvenno nabliudaemyi pod mikroskopom rost zheleznykh viskerov, himicheski vyrashchivaemyh iz gazovoi fazy // Journal of Applied Physics. 1969. Vol. 7. P. 224–226.

6. Ivanova V. S., Gordenko L. K. Novye puti povysheniya prochnosti metallov: handbook. Moscow: Nauka, 1964. 118 p.

7. Nitevidnye kristally i tonkie plenki: proceedings // Nitevidnye kristally. Voronezh: VPI, 1975. 466 p.

8. Nitevidnye kristally dlya novoy tekhniki: proceedings. Voronezh: VPI, 1979. 231 p.

9. Ammer S. A., Postnikov V. S. Nitevidnye kristally: handbook. Voronezh: Politekh. Institut., 1974. 284 p.

10. Nitevidnye kristally / Shishelova T. I. et al. // Uspekhi sovremennogo estestvoznaniya. 2009. Vol. 8. P. 12–13.

11. Nitevidnye kristally: proceedings // Issledovaniya i razrabotki po prioritetnomu napravleniyu razvitiya nauki, tekhnologiy i tekhniki «Industriya nanosistem i materialy / ed. by Gudilin E. A. Moscow: FGU «Rossiyskiy nauchnyy tsentr «Kurchatovskiy institut». 2007.

12. Givargizov E. I. Teoriya rosta i metody vyrashhivaniya kristallov. Moscow: Mir, 1981. 220 p.

13. Nitevidnye kristally i neferromagnitnye plenki: proceedings // Part 1. Nitevidnye kristally. Voronezh: VPI, 1970. 287 p.

14. Nitevidnye kristally i neferromagnitnye plenki: proceedings // Part 2. Tonkie plenki. Voronezh: VPI, 1970. 300 p.

15. Nomeri M. A. K. Poluchenie i issledovanie opticheskikh svoystv poluprovodnikovyx oksidov ZnO_2 i Zn_2O_3 : PhD thesis. Voronezh, 2011. 128 p.

16. Artemev S. R. Present concepts of non-traditional methods of growing of metal whisker crystals. Pulling of whiskers from solution // Technology Audit and Production Reserves. 2015. Vol. 3, No. 4 (23). P. 8–12. doi:[10.15587/2312-8372.2015.42409](https://doi.org/10.15587/2312-8372.2015.42409)

17. Artemev S. R. Current concepts of non-traditional methods of cultivation metal whisker crystals. Pulling whisker pole from melt // Technology Audit and Production Reserves. 2015. Vol. 2, No. 4 (22). P. 16–19. doi:[10.15587/2312-8372.2015.40499](https://doi.org/10.15587/2312-8372.2015.40499)

18. Artemev S. R., Belan S. V. Properties and basic methods of receipt of thread-like crystals // Eastern-European Journal of Enterprise Technologies. 2013. Vol. 5, No. 1 (65). P. 22–26. URL: <http://journals.uran.ua/eejet/article/view/18160>

19. Les Elements Des Terres Rares. Vol. 1 / Spedding F. H. et al. Editions du Centre Nat. de la Recherche Scientifique, 1970. P. 25.

20. Chalmers B. Principles of Solidification. New York: Wiley, 1964. 319 p.

21. Liquid Metals and Solidification. Cleveland: American Society for Metals, 1958.

22. Gow K. V., Chalmers B. The preparation of high melting point metal single crystals and bicrystals with pre-determined crystallographic orientation // British Journal of Applied Physics. 1951. Vol. 2, No. 10. P. 300–303. doi:[10.1088/0508-3443/2/10/305](https://doi.org/10.1088/0508-3443/2/10/305)

23. Hurlle D. T. J. Temperature oscillations in molten metals and their relationship to growth striae in melt-grown crystals // Philosophical Magazine. 1966. Vol. 13, No. 122. P. 305–310. doi:[10.1080/14786436608212608](https://doi.org/10.1080/14786436608212608)

24. Utech H. P., Flemings M. C. Elimination of Solute Banding in Indium Antimonide Crystals by Growth in a Magnetic Field // Journal of Applied Physics. 1966. Vol. 37, No. 5. P. 2021–2024. doi:[10.1063/1.1708664](https://doi.org/10.1063/1.1708664)

25. Nacken R., Neues J. B. Uber das Wachstum von Kristallpolyedern in ihrem Schmelzfluß // Mineralog. Geol. Palaontol. Ref. Teil. 1915. No. 2. P. 133–164.

26. Kyropoulos S. Ein Verfahren zur Herstellung großer Kristalle // Zeitschrift Für Anorganische Und Allgemeine Chemie. 1926. Vol. 154, No. 1. P. 308–313. doi:[10.1002/zaac.19261540129](https://doi.org/10.1002/zaac.19261540129)

27. Czochralski J. Ein neues Verfahren zur Messung des Kristallisationsgeschwindigkeit der Metalle // Zeitschrift für Physikalische Chemie. 1918. Vol. 92. P. 219.

28. Sworn C. H., Brown T. E. The growth of dislocation-free copper crystals // Journal of Crystal Growth. 1972. Vol. 15, No. 3. P. 195–203. doi:[10.1016/0022-0248\(72\)90119-4](https://doi.org/10.1016/0022-0248(72)90119-4)

29. Howe S., Elbaum C. The occurrence of dislocations in crystals grown from themelt // Philosophical Magazine. 1961. Vol. 6, No. 70. P. 1227–1240. doi:[10.1080/14786436108243373](https://doi.org/10.1080/14786436108243373)

30. Hukin D. A. The Levitational Zone Refining (LZR) of photovoltaic silicon // Journal of Crystal Growth. 1990. Vol. 104, No. 1. P. 93–97. doi:[10.1016/0022-0248\(90\)90314-b](https://doi.org/10.1016/0022-0248(90)90314-b)

31. Carlson O. N., Schmidt F. A., Peterson D. T. Electrotransport of interstitial atoms in yttrium // Journal of the Less Common Metals. 1966. Vol. 10, No. 1. P. 1–11. doi:[10.1016/0022-5088\(66\)90038-5](https://doi.org/10.1016/0022-5088(66)90038-5)

32. Schmidt F. A., Warner J. C. Electrotransport of carbon, nitrogen and oxygen in vanadium // *Journal of the Less Common Metals*. 1967. Vol. 13, No. 5. P. 493–500. doi:[10.1016/0022-5088\(67\)90084-7](https://doi.org/10.1016/0022-5088(67)90084-7)
33. Peterson D. T., Schmidt F. A. Electrotransport of carbon, nitrogen and oxygen in lutetium // *Journal of the Less Common Metals*. 1969. Vol. 18, No. 2. P. 111–116. doi:[10.1016/0022-5088\(69\)90129-5](https://doi.org/10.1016/0022-5088(69)90129-5)
34. Peterson D. T., Schmidt F. A. Preparation of high purity thorium and thorium single crystals // *Journal of the Less Common Metals*. 1971. Vol. 24, No. 2. P. 223–228. doi:[10.1016/0022-5088\(71\)90099-3](https://doi.org/10.1016/0022-5088(71)90099-3)
35. Bradley A. J. CX. The allotropy of manganese // *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*. 1925. Vol. 50, No. 299. P. 1018–1030. doi:[10.1080/14786442508628546](https://doi.org/10.1080/14786442508628546)
36. Mills D., Craig G. Etching dislocations in zirconium // *Journal of Electrochemical Technology*. 1966. Vol. 4. P. 300.
37. Field W. G., Wagner R. W. Thermal imaging for single crystal growth and its application to ruby // *Journal of Crystal Growth*. 1968. Vol. 3–4. P. 799–803. doi:[10.1016/0022-0248\(68\)90270-4](https://doi.org/10.1016/0022-0248(68)90270-4)
38. Drabble J. R. The arc transfer process of crystal growth // *Journal of Crystal Growth*. 1968. Vol. 3–4. P. 804–807. doi:[10.1016/0022-0248\(68\)90271-6](https://doi.org/10.1016/0022-0248(68)90271-6)
39. Gasson D. B., Cockayne B. Oxide crystal growth using gas lasers // *Journal of Materials Science*. 1970. Vol. 5, No. 2. P. 100–104. doi:[10.1007/bf00554627](https://doi.org/10.1007/bf00554627)
40. Precht W., Hollox G. E. A floating zone technique for the growth of carbide single crystals // *Journal of Crystal Growth*. 1968. Vol. 3–4. P. 818–823. doi:[10.1016/0022-0248\(68\)90274-1](https://doi.org/10.1016/0022-0248(68)90274-1)
41. Esenski B., Khartman E. Nekotorye zamechaniya o roste i mekhanicheskikh svoystvakh nitevidnykh kristallov NaCl // *Kristallografiya*. 1962. Vol. 7. P. 433–436.
42. Berezhkova G. V., Rozhanskiy V. N. K voprosu o mekhanizmax rosta ionnykh nitevidnykh kristallov iz rastvorov // *Kristallografiya*. 1963. Vol. 8. P. 420–426.
43. Glester H. Materials with ultra-fine grain size // *Deformation of Polycrystals: Mechanisms and Microstructures*. Roskilde: Ris. Nat. Laboratory, 1981. P. 21.
44. Glester H., Marquardt P. Nanocrystalline structures – on approach to new materials // *Zeitschrift fur Metallkunde*. 1984. Vol. 75, No. 4. P. 263–267.
45. Biiringer R., Herr U., Gleiler H. Nanocrystalline materials: a first report // *Trans. Japan/Inst. Met. Suppl*. 1986. Vol. 27. P. 43–52.
46. Gleiter H. Nanocrystalline materials // *Progress in Materials Science*. 1989. Vol. 33, No. 4. P. 223–315. doi:[10.1016/0079-6425\(89\)90001-7](https://doi.org/10.1016/0079-6425(89)90001-7)
47. Siegel R. W., Hahn H. Nanophase materials // *Current Trends in Physics of materials*. Singapore: World Sci. Publ. Co, 1987. P. 403–420.
48. Siegel R. W. What do we really know about the atomic-scale structures of nanophase materials? // *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 1994. Vol. 55, No. 10. P. 1097–1106. doi:[10.1016/0022-3697\(94\)90127-9](https://doi.org/10.1016/0022-3697(94)90127-9)
49. Matthews M. D., Pechenik A. Rapid Hot-Pressing of Ultrafine PSZ Powders // *Journal of the American Ceramic Society*. 1991. Vol. 74, No. 7. P. 1547–1553. doi:[10.1111/j.1151-2916.1991.tb07138.x](https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1991.tb07138.x)
50. Chen D.-J., Mayo M. J. Densification and grain growth of ultrafine 3 mol % Y₂O₃-ZrO₂ ceramics // *Nanostructured Materials*. 1993. Vol. 2, No. 5. P. 469–478. doi:[10.1016/0965-9773\(93\)90164-7](https://doi.org/10.1016/0965-9773(93)90164-7)