

Received: 25.10.2023

Revised: 28.11.2023


Accepted: 29.12.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.5.026-034

EFFECT OF LOW-TEMPERATURE ANNEALING IN AIR ON THE DEFECT STRUCTURE OF OXIDE NANOPARTICLES

V. B. Vykhodets^{a)} and T. E. Kurennykh^{b), *}

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0001-9522-9147>;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-9859-3374>  kurennykh@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: kurennykh@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia

Тел.: +7 (343) 378-3846

It has been found that low-temperature annealing in air changes the defect structure of YSZ10 oxide nanoparticles synthesized by means of the laser evaporation of a ceramic target. The study is carried out with the use of deuterium probes. At a temperature of 350 °C, with increasing annealing time, a monotonic decrease in the concentration of oxygen vacancies near the surface of nanoparticles is observed. This dependence is extreme at 200 °C; at its first stage, the concentration of vacancies in the surface atomic layer of nanoparticles increases with time. An approach is proposed for the synthesis of nanoparticles with severe oxygen deficiency near the surface of oxide nanoparticles.

Keywords: nuclear reaction techniques, deuterium probes, YSZ10, nanopowder, defect structure

Acknowledgment

The research was carried out under the state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme Function, No. 122021000035-6).

References

1. Chen, Z., Zhao, Y., Ma, J., Liu, C., and Ma, Y. Detailed XPS analysis and anomalous variation of chemical state for Mn- and V-doped TiO₂ coated on magnetic particles. *Ceramics International*, 2017, 43 (18), 16763–16772. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.09.071.
2. Salazar Cuaila, J.L., Alayo, W., and Avellaneda, C.O. Ferromagnetism in spin-coated cobalt-doped TiO₂ thin films and the role of crystalline phases. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017, 442, 212–217. DOI: 10.1016/j.jmmm.2017.06.122.
3. Li, D., Li, D.K., Wu, H.Z., Liang, F., Xie, W., Zou, C.W., and Shao, L.X. Defects related room temperature ferromagnetism in Cu-implanted ZnO nanorod arrays. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 591, 80–84. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.205.
4. Kamat, P.V. TiO₂ nanostructures: recent physical chemistry advances. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2012, 116 (22), 11849–11851. DOI: 10.1021/jp305026h.
5. Jraba, A., Anna, Z., and Elaloui, E. Effects of Sr²⁺, Fe³⁺ and Al³⁺ doping on the properties of TiO₂ prepared using the sol-gel method. *Comptes Rendus Chimie*, 2019, 22, 648–658. DOI: 10.1016/j.crci.2019.10.003.

6. Krutikova, I., Ivanov, M., Murzakaev, A., and Nefedova, K. Laser-synthesized Ce^{3+} and Pr^{3+} doped Y_2O_3 nanoparticles and their characteristics. *Materials Letters*, 2020, 265, 127435. DOI: 10.1016/j.matlet.2020.127435.
7. Ghosh, S. and Nambissan, P.M.G. Evidence of oxygen and Ti vacancy induced ferromagnetism in post-annealed undoped anatase TiO_2 nanocrystals: a spectroscopic analysis. *Journal of Solid State Chemistry*, 2019, 275, 174–180. DOI: 10.1016/j.jssc.2019.04.010.
8. Gunkel, F., Christensen, D.V., Chen, Y.Z., and Pryds, N. Oxygen vacancies: the (in)visible friend of oxide electronics. *Applied Physics Letters*, 2020, 116, 120505. DOI: 10.1063/1.5143309.
9. Liu, T., Chen, W., Ju, H., Yan, S., and Ma, W. Characterization of YSZ ceramic nanopowders synthesized at different temperatures via polyacrylamide gel method. *J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit.*, 2020, 35, 528–534. DOI: 10.1007/s11595-020-2289-2.
10. Vykhodets, V.B. and Kurennykh, T.E. Characterization of defect structure of oxide nanoparticles with the use of deuterium probes. *RSC Advances*, 2020, 10, 3837–3843. DOI: 10.1039/C9RA05451K.
11. Jarvis, E.A.A., Carter, E.A. Metallic character of the $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)-(\sqrt{31}\times\sqrt{31})\text{R}\pm 9^\circ$ surface reconstruction. *The Journal of Physical Chemistry B*, 2001, 105 (18), 4045–4052. DOI: 10.1021/jp003587c.
12. Vykhodets, V.B., Jarvis, E.A.A., Kurennykh, T.E., Beketov, I.V., Obukhov, S.I., Samatov, O.M., Medvedev, A.I., Davletshin, A.E., and Whyte, T. Inhomogeneous depletion of oxygen ions in oxide nanoparticles. *Surface Science*, 2016, 644, 141–147. DOI: 10.1016/j.susc.2015.10.011.
13. Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemical Society*, 1938, 60 (2), 309–319. DOI: 10.1021/JA01269A023.
14. Vykhodets, V.B., Nefedova, O.A., Obukhov, S.I., Kurennykh, T.E., Danilov, S.E., and Vykhodets, E.V. Application of the nuclear reaction analysis online technique to study the diffusion of deuterium in metals. *JETP Letters*, 2018, 107, 211–215. DOI: 10.1134/S0021364018040148.

Подана в журнал: 25.10.2023

УДК 546.02; 546.06



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.5.026-034

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ОТЖИГОВ НА ВОЗДУХЕ НА ДЕФЕКТНУЮ СТРУКТУРУ ОКСИДНЫХ НАНОЧАСТИЦ

В. Б. Выходец^{а)}, Т. Е. Куренных^{б), *}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-9522-9147>;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-9859-3374>  kurennykh@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: kurennykh@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: +7 (343) 378-38-46

Установлено, что низкотемпературные отжиги на воздухе приводят к изменению дефектной структуры наночастиц оксида YSZ10, синтезированных по технологии лазерного испарения керамической мишени. Исследование выполнено с помощью методики дейтериевых зондов. При температуре 350 °С при увеличении времени отжига наблюдалось монотонное уменьшение концентрации кислородных вакансий вблизи поверхности наночастиц. При 200 °С эта зависимость была экстремальной, на ее первом этапе концентрация вакансий в поверхностном атомном слое наночастиц возрастала со временем. Предложен подход для синтеза наночастиц с сильным дефицитом кислорода вблизи поверхности оксидных наночастиц.

Ключевые слова: метод ядерных реакций, дейтериевые зонды, YSZ10, нанопорошок, дефектная структура

1. Введение

Оксидные нанопорошки широко применяются в различных областях техники [1–6]: электронике, электрохимических устройствах, преобразователях солнечной энергии, фотокатализе, водородной энергетике, при производстве конструкционных материалов, в медицине и других. Физико-химические и функциональные свойства нанопорошков в значительной мере определяются дефектной структурой наночастиц: концентрацией точечных дефектов, их типом и пространственным распределением [7–9]. Для их исследования применяется широкий набор методик, в том числе метод дейтериевых зондов (ДЗ) [10]. В его основе лежит тот факт, что при отжиге нанопорошков в дейтерии образуются кластеры, состоящие из атомов дейтерия и точечных дефектов. Концентрацию дейтерия в нанопорошках при применении метода ДЗ определяли с помощью анализа ядерных реакций (NRA). С помощью методики ДЗ была исследована дефектная структура наночастиц диоксида титана TiO₂ и кубического диоксида циркония YSZ10, допированного на 10 мол. % оксидом иттрия. Было установлено, что с помощью методики ДЗ регистрируются дефекты, характеризующиеся дефицитом кислорода и расположенные в поверхностном атомном слое наночастиц. В нанопорошках TiO₂ и YSZ10 они представляют собой комплексы кислородных вакансий, а в нанопорошках TiO₂, допированных кобальтом, – вакансионные диски. Отсутствие атомов кислорода в поверхностном атомном слое оксидов при их термодинамическом равновесии с вакуумом или воздухом было предсказано в нескольких теоретических работах, в частности в [11], и получило подтверждение для наночастиц нескольких оксидов, в том числе YSZ10, в работе [12]. В них предметом исследований было состояние наночастиц вблизи температур плавления,

которое реализуется при синтезе нанопорошков с помощью технологии лазерного распыления керамической мишени. Получению результата, предсказанного теориями, благоприятствовала высокая температура наночастиц при их синтезе, она обеспечивала быстрое достижение термодинамического равновесия в системе. При охлаждении наночастицы поглощали кислород, их химический состав приближался к стехиометрическому и становился практически таковым при комнатной температуре. Это происходило из-за взаимодействия наночастиц с окружающей атмосферой. Состояние оксидных наночастиц с большим дефицитом кислорода в поверхностном атомном слое представляет интерес для теории и практики, и актуальной является задача их получения при комнатной температуре.

В работе исследовано влияние отжига порошков YSZ10 на воздухе на дефектную структуру оксидных наночастиц, синтезированных по технологии лазерного испарения керамической мишени. При постановке работы мы исходили из предположения, что во время отжига могут протекать процессы, приводящие как к уменьшению, так и к увеличению концентрации дефектов в наночастицах. Следовательно, может быть получена информация о механизме формирования наночастиц с дефицитом кислорода. Уменьшение концентрации дефектов будет происходить, например, из-за поступления кислорода в наночастицы из воздуха, а возрастание – из-за протекания процессов, приводящих систему в состояние термодинамического равновесия, характеризующееся, как отмечалось выше, структурой с отсутствием атомов кислорода в наружном атомном слое оксида. Для получения информации об этих процессах в работе применена методика ДЗ, рамках которой возрастание концентрации дейтерия в порошках будет свидетельствовать об образовании на поверхности наночастиц комплексов кислородных вакансий, а уменьшение, напротив, – о формировании оксида стехиометрического состава. Основанием для применения этого подхода является то обстоятельство, что метод ДЗ регистрирует наличие дефектов в поверхностном атомном слое наночастиц TiO_2 и YSZ10, хотя эти наночастицы при комнатной температуре являются практически стехиометрическими. Эти факты не противоречат друг другу, поскольку кислород, поступающий в наночастицы YSZ10 при их охлаждении, является адсорбированным или хемосорбированным, т. е. не входит в состав кристаллической решетки оксида. Об этом свидетельствуют данные об изменении химического состава нанопорошка YSZ10 при его нагреве в вакуумной камере ускорительной установки до 400 °C [12]. При такой операции состав оксида по кислороду вернулся к тому, который был к моменту завершения высокотемпературного синтеза, т. е. с отсутствием кислорода в поверхностном атомном слое наночастиц.

2. Образцы и методики

Образцы нанопорошков получали методом лазерного испарения керамической мишени. Исходным материалом для изготовления мишени являлся коммерческий микропорошок YSZ10 ($ZrO_2 - 10$ мол. % Y_2O_3). Рентгеновский анализ показал кубическую структуру с параметрами решетки 0,5145 нм. При синтезе нанопорошков использовался волоконный иттербиевый лазер с длиной волны 1,07 мкм и максимальной мощностью 1 кВт. При синтезе лазерное испарение керамической мишени проводили в инертной атмосфере (аргон или гелий). Для получения частиц с различным средним размером варьировали тип инертного газа (аргон или гелий), давление газа и мощность лазера, при синтезе использовался как импульсный, так и непрерывный режимы лазерного облучения мишени [12]. Было получено три нанопорошка с удельными поверхностями 41, 83 и 171 м²/г.

Удельную поверхность порошков (S) определяли методом БЭТ [13]. По данным просвечивающей электронной микроскопии, нанопорошки имели узкие распределения частиц по размерам и не содержали частиц размером более 1 мкм, поскольку аппарат синтеза оборудован для удаления более крупных частиц. Рентгеноструктурный анализ (РФА) нанопорошков проводили на дифрактометре Discover D8 (Bruker), работающем при напряжении 40 кВ и токе 40 мА, с Cu-K α -излучением ($\lambda = 0,1542$ нм), оснащенном графитовым монохро-

матором на вторичном дифрагированном пучке. Для количественного анализа использовалось программное обеспечение Bruker TOPAS-3 с полнопрофильной доработкой по Ритвельду. Средний размер областей когерентной дифракции (размер кристаллитов) оценивали с использованием подхода Шеррера с поправочным коэффициентом 0,89. Спектры рентгеновской дифракции свидетельствовали о том, что все нанопорошки являются однофазными с кубической решеткой. Ширина дифракционных линий монотонно увеличивается с увеличением удельной поверхности порошков. Форма линий показывает, что в нанопорошках практически отсутствуют аморфная фаза и микронапряжения [12].

Отжиги порошков проводили в кварцевой трубе. Порошки с разной удельной поверхностью размещали в ячейках кварцевой лодочки, что исключало перемешивание порошков при отжигах и позволяло одновременно отжигать порошки с разной S в разных температурно-временных режимах. Температуру измеряли с помощью хромель-алюмелевой термопары с точностью 1 °С. Градиент температуры в зоне расположения образцов практически отсутствовал. При выполнении исследования отжиги проводились первоначально на воздухе, а затем в атмосфере дейтерия. Температура отжигов на воздухе была 200 и 350 °С, время отжига менялось от 15 минут до 2 часов. Время отжига в дейтерии составляло 15 минут при температуре 400 °С и давлении дейтерия 0,6 атм.

Измерения концентраций дейтерия и кислорода с помощью NRA проводили на 2 МВ ускорителе Ван де Граафа, использовали реакции ${}^2\text{H}(d,p){}^3\text{H}$ и ${}^{16}\text{O}(d,p_0){}^{17}\text{O}^*$ при энергии частиц первичного пучка 650 кэВ. Для проведения исследований частицы нанопорошков впрессовывались в индиевую пластину, которая располагалась перпендикулярно первичному пучку дейтронов, диаметр которого составлял 2 мм. Регистрацию продуктов ядерной реакции (протонов) проводили с помощью кремниевого поверхностно-барьерного детектора, угол регистрации продуктов реакции был 160°. Дозу облучения определяли с помощью вторичного монитора со статистической погрешностью около 1 %. Для определения значений S_D из спектров продуктов ядерных реакций использовали процедуру сравнения [10, 12, 14] спектров от исследуемых образцов и эталонного образца с постоянной по глубине концентрацией дейтерия. Эталоном был дейтерид $\text{ZrCr}_2\text{D}_{0.12}$. Среднеквадратичная ошибка в измерении S_D была ~5 %. Подробно методика исследований на ускорителе описана в работах [10, 12, 14].

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены выборочные спектры продуктов ядерных реакций ${}^{16}\text{O}(d,p_0){}^{17}\text{O}^*$ и ${}^2\text{H}(d,p){}^3\text{H}$, полученных в работе. Они иллюстрируют состав исследованных образцов по изотопам легких элементов, а также влияние условий обработки нанопорошков на содержание в них дейтерия. Исследования проводили при 200 и 350 °С, за пределами этого температурного интервала они были нецелесообразны. При $T < 200$ °С отжиги порошков на воздухе не приводили к заметному изменению содержания дейтерия, а при $T > 350$ °С при отжигах значительно увеличивался размер наночастиц, что осложняло интерпретацию результатов.

При анализе данных, представленных на рис. 2 и 3, нужно иметь в виду, что короткие и даже более длительные отжиги порошков в дейтерии при 400 °С не приводят к заметному изменению дефектной структуры YSZ10. Этот результат был получен в работе [10]. Это дает основания считать зависимости концентраций дейтерия S_D от времени отжига на воздухе на рис. 2 и 3 обусловленными исключительно изменениями дефектной структуры наночастиц. Видно, что данные для 200 и 350 °С, при получении которых проводились одинаковые отжиги порошков в дейтерии, существенно отличаются друг от друга.

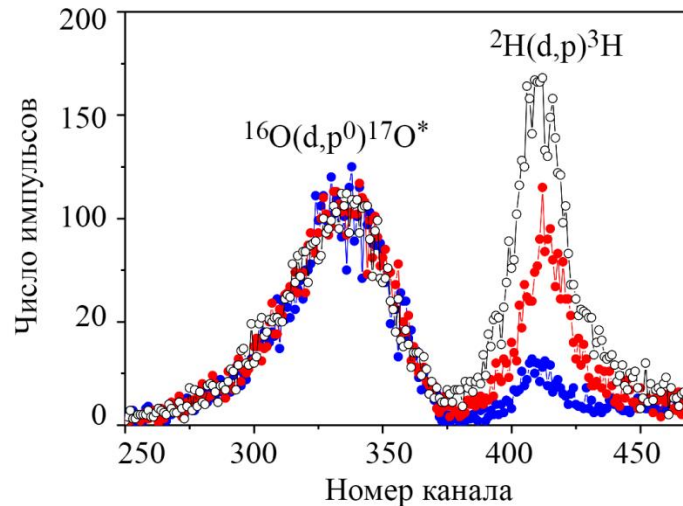


Рис. 1. Влияние продолжительности отжига на воздухе при 350 °С на спектры продуктов ядерных реакций $^{16}\text{O}(\text{d},\text{p})^{17}\text{O}^*$ и $^2\text{H}(\text{d},\text{p})^3\text{H}$ от нанопорошка YSZ10 с $S = 171 \text{ м}^2/\text{г}$: черный – исходный, без отжига; красный – 45 мин; синий – 2 ч

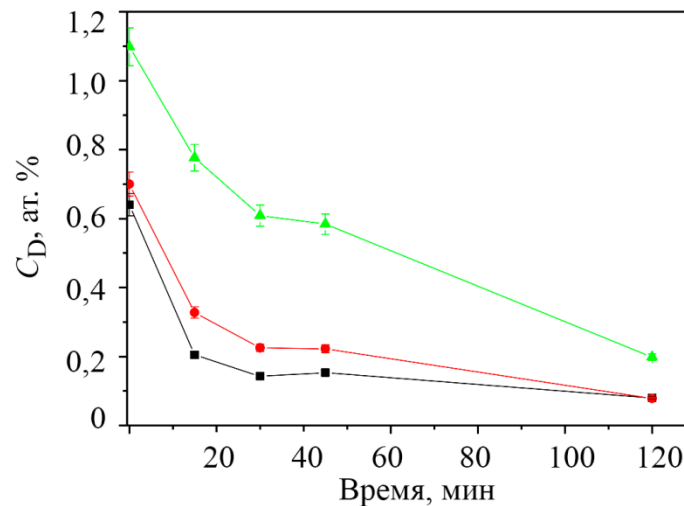


Рис. 2. Зависимость концентрации дейтерия в нанопорошках YSZ10 от времени отжига на воздухе при 350 °С: зеленый – $S = 171 \text{ м}^2/\text{г}$; красный – $S = 83 \text{ м}^2/\text{г}$; черный – $S = 41 \text{ м}^2/\text{г}$

Данные на рис. 2 для 350 °С имеют простое объяснение, их можно считать тривиальными. Наблюдаемое в экспериментах уменьшение концентрации дейтерия при увеличении времени отжига обусловлено поступлением кислорода в нанопорошки из воздуха, следствием чего было уменьшение дефицита кислорода и концентрации дефектов в наночастицах. Не вызывает сомнений, что при $T > 350 \text{ °С}$ будут иметь место аналогичные закономерности, и при возрастании температуры отжига скорость уменьшения концентрации дейтерия будет увеличиваться.

При температуре отжига 200 °С результаты кардинально отличаются от таковых для 350 °С. Из рис. 3 видно существование двух механизмов влияния отжигов на дефектную структуру наночастиц. Это нашло свое выражение в экстремальных зависимостях концентрации дейтерия от времени отжига образцов на воздухе. Эффект был зарегистрирован для нанопорошков с удельными поверхностями 83 и 171 $\text{м}^2/\text{г}$, он не проявил себя для порошка с наименьшей удельной поверхностью 41 $\text{м}^2/\text{г}$, для которого концентрации дейтерия были

наименьшими среди всех порошков. Таким образом, можно констатировать, что при временах отжига менее 40 мин доминировал механизм изменения дефектной структуры, при котором наружный атомный слой наночастиц покидали атомы кислорода, т. е. формировалась термодинамически равновесная структура. Более того, этот механизм не был доминирующим при более продолжительных отжигах. Сопоставление результатов на рис. 2 и 3 показывает, что поведение порошков во время отжигов при 200 и 350 °C отличается очень сильно. При 350 °C уменьшение концентрации дейтерия в порошках с удельной поверхностью 171 м²/г за 2 ч отжига составило около 5 раз, а при 200 °C для этого же порошка наблюдалось даже небольшое увеличение этого параметра примерно на 15 %.

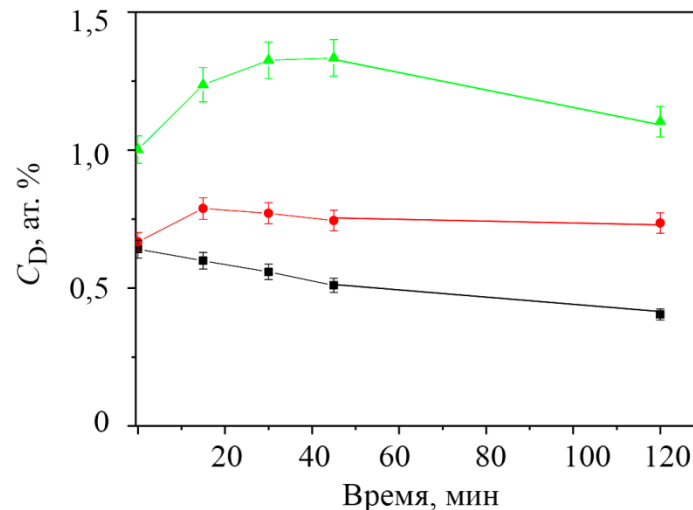


Рис. 3. Зависимость концентрации дейтерия в нанопорошках YSZ10 от времени отжига на воздухе при 200 °C: зеленый – $S = 171 \text{ м}^2/\text{г}$; красный – $S = 83 \text{ м}^2/\text{г}$; черный – $S = 41 \text{ м}^2/\text{г}$

Как уже отмечалось, в работе [12] было показано, что вблизи температуры плавления термодинамически равновесной является структура наночастиц YSZ10, при которой в ее наружном атомном слое отсутствуют атомы кислорода. Из данных, полученных в работе, следует, что это относится также к температурам ниже 200 °C, однако равновесные структуры не были сформированы по кинетическим причинам, а именно из-за поступления кислорода из окружающей атмосферы в наночастицы при их охлаждении. Эти результаты дают основание предложить следующий подход к получению наночастиц с термодинамически равновесным дефицитом кислорода в наружном атомном слое: проводить охлаждение наночастиц до комнатной температуры без их контакта с кислородом, например в вакууме или в атмосфере нейтральных газов. Этот вопрос нуждается в дальнейших исследованиях.

4. Заключение

Таким образом, в работе установлено, что нанопорошки оксида YSZ10, синтезированные лазерным испарением керамической мишени и подвергнутые отжигам на воздухе при 200 и 350 °C в течение разного времени, характеризуются существенно отличающимися зависимостями растворимости дейтерия от времени отжига на воздухе. При температуре отжига 350 °C концентрация дейтерия монотонно уменьшалась при увеличении времени отжига. Для отжигов при 200 °C зависимость растворимости дейтерия от времени отжига на воздухе была экстремальной с максимумом вблизи 40 мин. Эти результаты получены при применении метода дейтериевых зондов и означают, что вблизи комнатной температуры термодина-

мически равновесным является состояние наночастиц YSZ10 с отсутствием атомов кислорода в наружном атомном слое, а при повышенных температурах и наличии в окружающей атмосфере кислорода реализуются состояния, отличные от равновесного. На основе полученных в работе данных предложен подход для синтеза при комнатной температуре оксидных наночастиц с термодинамически равновесным дефицитом кислорода в наружном атомном слое. Он состоит в охлаждении порошков после высокотемпературного синтеза без их контакта с кислородосодержащей атмосферой.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Функция», № 122021000035-6).

Литература

1. Detailed XPS analysis and anomalous variation of chemical state for Mn- and V-doped TiO₂ coated on magnetic particles / Z. Chen, Y. S. Zhao, J. Q. Ma, C. Liu, Y. Ma // *Ceramics International*. – 2017. – Vol. 43, iss. 1. – P. 16763–16772. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.09.071.
2. Salazar Cuaila J. L., Alayo W., Avellaneda C. O. Ferromagnetism in spin-coated cobalt-doped TiO₂ thin films and the role of crystalline phases // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2017. – Vol. 442. – P. 212–217. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2017.06.122.
3. Defects related room temperature ferromagnetism in Cu-implanted ZnO nanorod arrays / D. Li, D. K. Li, H. Z. Wu, F. Liang, W. Xie, C. W. Zou, L. X. Shao // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – Vol. 591. – P. 80–84. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.205.
4. Kamat P. V. TiO₂ nanostructures: recent physical chemistry advances // *The Journal of Physical Chemistry C*. – 2012. – Vol. 116. – P. 11849–11851. – DOI: 10.1021/jp305026h.
5. Jraba A., Anna Z., Elaloui E. Effects of Sr²⁺, Fe³⁺ and Al³⁺ doping on the properties of TiO₂ prepared using the sol-gel method // *Comptes Rendus Chimie*. – 2019. – Vol. 22. – P. 648–658. – DOI: 10.1016/j.crci.2019.10.003.
6. Laser-synthesized Ce³⁺ and Pr³⁺ doped Y₂O₃ nanoparticles and their characteristics / I. Krutikova, M. Ivanov, A. Murzakaev, K. Nefedova // *Materials Letters*. – 2020. – Vol. 265. – P. 127435. – DOI: 10.1016/j.matlet.2020.127435.
7. Ghosh S., Nambissan P. M. G. Evidence of oxygen and Ti vacancy induced ferromagnetism in post-annealed undoped anatase TiO₂ nanocrystals: a spectroscopic analysis // *Journal of Solid State Chemistry*. – 2019. – Vol. 275. – P. 174–180. – DOI: 10.1016/j.jssc.2019.04.010.
8. Oxygen vacancies: the (in)visible friend of oxide electronics / F. Gunkel, D. V. Christensen, Y. Z. Chen, N. Pryds // *Applied Physics Letters*. – 2020. – Vol. 116. – P. 120505. – DOI: 10.1063/1.5143309.
9. Characterization of YSZ ceramic nanopowders synthesized at different temperatures via polyacrylamide gel method / T. Liu, W. Chen, H. Ju, S. Yan, W. Ma // *J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit.* – 2020. – Vol. 35. – P. 528–534. – DOI: 10.1007/s11595-020-2289-2.
10. Vykhodets V. B., Kurennykh T. E. Characterization of defect structure of oxide nanoparticles with the use of deuterium probes // *RSC Advances*. – 2020. – Vol. 10. – P. 3837–3843. – DOI: 10.1039/C9RA05451K.
11. Jarvis E. A. A., Carter E. A. Metallic character of the Al₂O₃(0001)-(√31×√31)R±9° surface reconstruction // *The Journal of Physical Chemistry B*. – 2001. – Vol. 105. – P. 4045–4052. – DOI: 10.1021/jp003587c.
12. Inhomogeneous depletion of oxygen ions in oxide nanoparticles / V. B. Vykhodets, E. A. A. Jarvis, T. E. Kurennykh., I. V. Beketov S. I. Obukhov, O. M. Samatov, A. I. Medvedev, A. E. Davletshin, T. Whyte // *Surface Science*. – 2016. – Vol. 644. – P.141–147. – DOI: 10.1016/j.susc.2015.10.011.

13. Brunauer S., Emmett P., Teller E. Absorption of gases in multimolecular layers // Journal of the American Chemical Society. – 1938. – Vol. 60 (2). – P. 309–319. – DOI: 10.1021/JA01269A023.
14. Application of the nuclear reaction analysis online technique to study the diffusion of deuterium in metals / V. B. Vykhodets, O. A. Nefedova, S. I. Obukhov, T. E. Kurennykh, S. E. Danilov, E. V. Vykhodets // JETP Letters. – 2018. – Vol. 107. – P. 211–215. – DOI: 10.1134/S0021364018040148.