

УДК 548.314.5

Задача 3

Визуализация атомной решетки графита

© О.В. Сеницына, Г.Б. Мешков, О.И. Киселева,
И.В. Яминский

Описание задачи физического практикума “Визуализация атомной решетки графита”. Цель работы: Приобретение навыков работы на сканирующем туннельном микроскопе с атомным разрешением. Студенты знакомятся со сканирующим туннельным микроскопом и режимами работы для получения атомного разрешения на поверхности графита. Анализируют структуру атомной решетки поверхности графита. При выполнении работы используется туннельный микроскоп ФемтоСкан, выпускаемый Центром перспективных технологий и программа для обработки изображений ФемтоСкан Онлайн.

1. Введение

История создания сканирующей зондовой микроскопии начинается с изобретения в 1981 году сотрудниками IBM Г. Биннигом и Г. Рорером сканирующего туннельного микроскопа (СТМ).

Работа такого микроскопа основана на явлении туннелирования электронов через узкий потенциальный барьер между острым металлическим зондом (иглой) и проводящим образцом во внешнем электрическом поле. Туннельный эффект находит свое объяснение только в рамках квантовой физики.

Пространственное разрешение СТМ по нормали к поверхности при сканировании атомарно гладких поверхностей достигает долей ангстрема и позволяет визуализировать отдельные атомы. Латеральное разрешение зависит от качества иглы и определяется не столько макроскопическим радиусом закругления, сколько локальным распределением атомов на острие. При правильной подготовке иглы можно получить латеральное разрешение порядка единиц ангстрем и визуализировать отдельные атомы на гладких поверхностях. Однако такие эксперименты, как правило, требуют помещения образца в вакуум и поддержания низких температур, что требует создания сложных экспериментальных установок. При комнатной температуре на воздухе получить атомное разрешение можно лишь на немногих материалах. Один из них – графит – мы и рассмотрим в данной работе.

Цель данной лабораторной работы — освоение базовых принципов работы на СТМ и получение атомарного разрешения на поверхности графита.

2. Принцип работы СТМ

В СТМ проводящий зонд подводят к исследуемой поверхности на расстояние нескольких ангстрем. При этом между зондом и образцом образуется потенциальный барьер, который можно в первом приближении считать прямоугольным с высотой, равной средней работе выхода материалов иглы и образца (Рис. 1.). Вероятность туннелирования электрона через прямоугольный потенциальный барьер дается формулой:

$$W = \frac{|A_1|^2}{|A_0|^2} \cong e^{-k \Delta z} \quad (1),$$

где A_0 — амплитуда волновой функции падающего электрона, A_1 — амплитуда волновой функции прошедшего барьер электрона, k — константа затухания волновой функции в области потенциального барьера, Δz — ширина барьера. Подробный вывод этой формулы можно найти в [1].

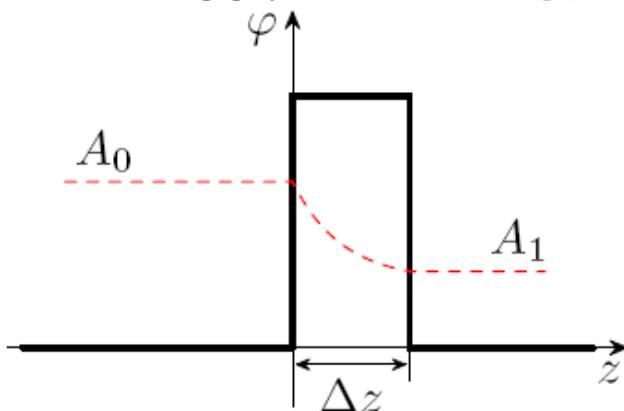


Рис.1. Изображение потенциального барьера и амплитуды волновой функции электрона до (A_0) и после прохождения барьера (A_1).

Константу k в случае контакта двух металлов можно пред-

ставить в виде: $k = \frac{4\pi \sqrt{2m \frac{(\varphi_1 + \varphi_2)}{2}}}{h}$, где m — масса электрона, φ_1, φ_2 — работа выхода электронов из металлов, h — постоянная Планка.

Зная формулу для вероятности можно получить выражение для плотности туннельного тока, возникающего при приложении напряжения V между образцом и иглой [2]. Но для оценок и качественных рассуждений, как правило, пользуются упрощенной формулой:

$$j_1 = j_0(V) e^{-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\varphi^*} \Delta z} \quad (2),$$

где $j_0(V)$ — величина падающего тока, $\varphi^* = \frac{\varphi_1 + \varphi_2}{2}$ — средняя работа выхода электрона из металлов, составляющих туннельный контакт. Типичное значение $\varphi^* \approx 4 \text{ эВ}$ дает значение константы затухания $k = 2 \text{ \AA}^{-1}$. Это означает, что при изменении ширины туннельного барьера Δz на 1 \AA , величина тока изменится на порядок. Таким образом, СТМ оказывается чувствителен даже к очень маленьким изменениям расстояния между зондом и образцом (Подробнее см. в [3]).

2.1. Получение профиля поверхности в СТМ

Пользуясь зависимостью туннельного тока от величины зазора между иглой и образцом, можно строить изображения поверхности. Чтобы получить изображение необходимо перемещать зонд над поверхностью образца (или наоборот), т.е. осуществлять построчную развертку, или, сканирование. Для этого образец помещают на специальный столик (сканер), который осуществляет перемещение в трех взаимно перпендикулярных направлениях с высокой точностью (порядка долей ангстрема). Работа сканера основана на обратном пьезоэлек-

трическом эффекте - возникновении механических деформаций в материале под действием электрического поля.

В туннельном микроскопе ФемтоСкан сканер состоит из пьезокерамического цилиндра (трубки), на внутренней и внешней стороне которого сформированы электроды (Рис. 2). Нижний конец трубки жестко закреплен, а верхний конец трубки, к которому прикрепляется образец, остается свободным. Если разность потенциалов между внутренним электродом и внешними электродами положительна, то пьезокерамическая трубка растягивается и образец перемещается по оси Z вверх. При отрицательной разности потенциалов трубка сжимается.

Внешняя поверхность цилиндра разделена на четыре электрода, которые управляют движением сканера по осям X и Y (в латеральной плоскости). Например, для перемещения образца по оси X на электроды X и $-X$ подаются одинаковые по величине напряжения, но с различной полярностью. В результате, одна сторона трубки сжимается, а другая – растягивается. Это приводит к наклону трубки и смещению образца в латеральной плоскости.

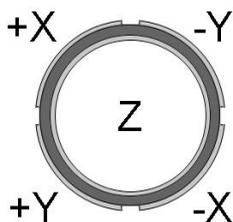


Рис. 2. Схематическое изображение сечения пьезокерамической трубки.

При сканировании в каждой точке поверхности регистрируется туннельный ток. Изображение рельефа может быть сформировано одним из двух методов. Первый — это режим постоянного тока. Выбирается опорное значение туннельного тока, а система обратной связи регистрирует отклонение величины тока от опорного значения и подает сигнал на сканер, который перемещает иглу над поверхностью так, что-

бы величина туннельного тока оставалось постоянной. В качестве профиля поверхности регистрируется перемещение пьезосканера по оси Z .

Второй метод отслеживания рельефа — это режим постоянной высоты, когда игла движется все время на одной и той же высоте над поверхностью (не перемещается по нормали к образцу), при этом регистрируются изменения туннельного тока. По изменениям туннельного тока судят о рельефе поверхности. Этот метод оказывается более эффективным при сканировании атомарно-гладких поверхностей. Однако этот метод дает лишь правильное расположение атомов в плоскости образца (XY), тогда как для восстановления данных о вертикальном масштабе структур требуется проведение квантово-механических расчетов.

Как уже было сказано, высокое разрешение СТМ связано с локальным распределением атомов на острие иглы и с экспоненциальной зависимостью тока от ширины туннельного барьера. На Рис. 3 схематически изображено атомарное строение зонда и исследуемой поверхности. Считается, что при сканировании хорошей иглой, с поверхностью реально взаимодействует только один атом острия (Рис. 3. а), и разрешение в этом случае очень высокое. Если же игла сломана и имеет другую форму, то изображение будет недостаточно резким (Рис. 3. б) или даже искаженным из-за формы иглы.

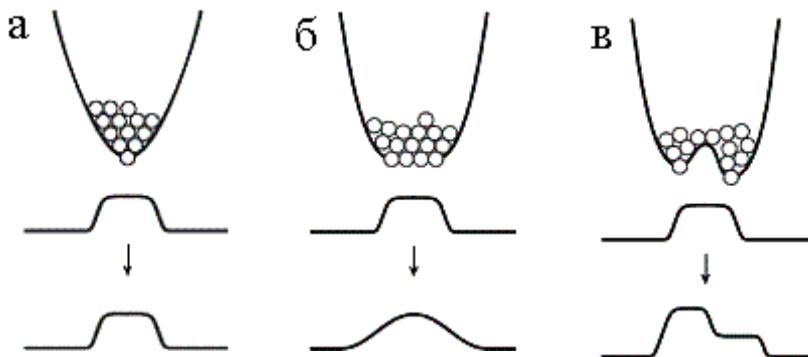


Рис. 3. Влияние формы иглы на изображение.

2.2. Получение атомарного разрешения в СТМ и возникающие артефакты

Для получения атомарного разрешения с помощью СТМ ФемтоСкан сканирование необходимо вести в режиме постоянной высоты с отключенной обратной связью или со скоростью, превышающей скорость реакции обратной связи.

При сканировании неизбежно происходит локальный нагрев образца за счет работы прибора. Разные части микроскопа имеют разный коэффициент температурного расширения, вследствие этого можно наблюдать так называемый температурный дрейф. В результате дрейфа при повторном сканировании одного участка происходит смещение образца. Этот эффект практически не заметен при сканировании участков большой площади (больше 100 мкм^2), но существенен на малых полях сканирования.

3. Атомная решетка графита

Графит — слоистый кристаллический материал, состоящий из атомов углерода. Эта аллотропная модификация углерода наиболее устойчива при нормальных условиях. В каждом слое атомы углерода упорядочены в гексагональную решетку. Каждый такой «двумерный» слой в отдельности представляет собой материал, называемый графеном. Три из четырех валентных электрона атомов углерода находятся в состоянии sp^2 -гибридизации, угол между орбиталями составляет 120° , что и объясняет гексагональную упаковку внутри каждого слоя, где атомы связаны между собой посредством σ -связей. Четвертый валентный электрон участвует в образовании π -связей между атомами углерода в слое. Эти связи образуют делокализованную ароматическую π -систему. В ряде случаев для расчета электронных свойств графита достаточно учесть только π -электроны. Энергия связи между атомами углерода в слое составляет 524 кДж/моль [4]. Между слоями графита действуют

слабые ван-дер-ваальсовы силы, поэтому графит легко расслаивается в продольном направлении с образованием атомарно-гладких поверхностей значительной протяженности. Энергия связи между слоями составляет 7 кДж/моль [4]. В зависимости от того, как располагаются друг относительно друга соседние слои графита, выделяют гексагональный и ромбоэдрический графит (Рис. 4.). Характерные параметры трехмерной кристаллической решетки (вид элементарной ячейки) в этих двух случаях различаются, а вот периодичность атомов в слое остается одной и той же.

Гексагональный графит является термодинамически устойчивой формой твердого углерода при нормальных условиях. Пространственная группа симметрии гексагонального графита $R\bar{6}_3/mmc$, параметры ячейки: $a = 2,416 \text{ \AA}$, $c = 6,7078 \text{ \AA}$. Элементарная ячейка содержит 4 атома. В слое два соседних атома углерода не являются эквивалентными (см. Рис. 5.). Три атома из шести имеют соседей в слое, лежащем ниже (позиция А). Другие три атома углерода располагаются над дырками (центрами шестиугольников, позиция В).

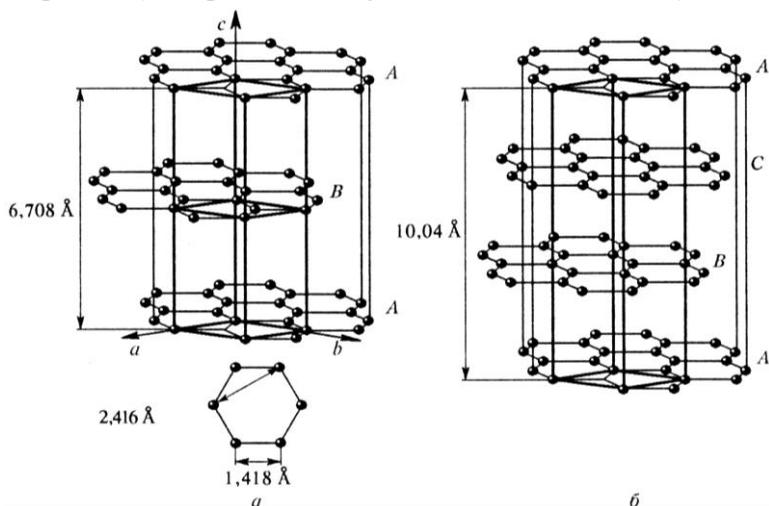


Рис. 4. Структура гексагонального (а) и ромбоэдрического (б) графита.

Слоистое строение кристаллов графита обуславливает анизотропию их физических свойств: вдоль слоев электро- и теплопроводность значительно выше, чем в поперечном направлении (Табл. 1.).

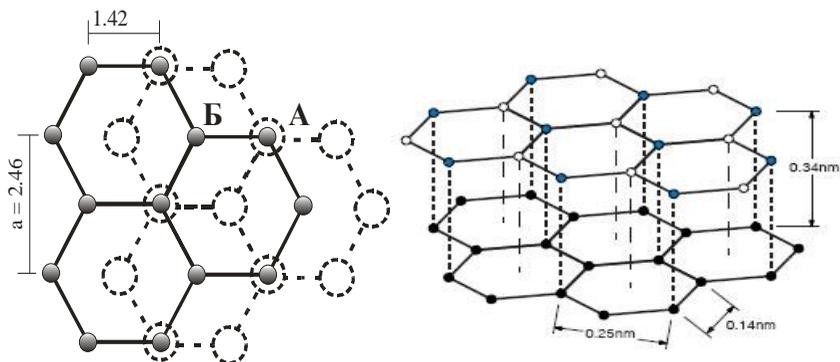


Рис. 5. Расположение атомов в двух соседних слоях гексагонального графита. Параметры решетки указаны в ангстремах. На правом рисунке атомы в положении Б показаны прозрачными кружочками.

В природе кристаллы графита высокого качества встречаются редко, и в настоящее время большинство исследований проводят на высокоориентированном пиролитическом графите (ВОПГ), который получают путем пиролиза газообразных углеводородов при температурах выше 2000°C . Такой графит является поликристаллическим, однако направления осей c всех кристаллитов почти совпадают (средний угол разориентации кристаллитов для пиролитического графита высокого качества составляет $0,4^{\circ}$, размеры кристаллитов могут достигать нескольких десятков микрон).

Табл. 1. Электрическое сопротивление и теплопроводность для ВОПГ и для монокристаллического графита.

Сопротивление, Ом \times м	ВОПГ	Монокристалл графита
Вдоль слоев	$3,5 \cdot 10^{-7} - 4,5 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-7}$
Поперек слоев	$0,15 \cdot 10^{-2} - 0,25 \cdot 10^{-2}$	$0,01 \cdot 10^{-2} - 1,0 \cdot 10^{-2}$

3.1. Атомное разрешение СТМ на поверхности графита

На Рис. 6 показано изображение поверхности графита с атомным разрешением, полученное при работе микроскопа на воздухе. Можно выделить две основные особенности СТМ-изображений поверхности графита: большая гофрировка поверхности (до 24 \AA) и асимметрия максимумов, соответствующих атомам углерода в позициях А и Б.

По данным экспериментов по рассеянию гелия, а также атомно-силовой микроскопии в режиме модуляции частоты, реконструкции поверхности графита не происходит, а ее гофрировка составляет $0,2 \text{ \AA}$. Завышенные значения гофрировки, получаемые по данным СТМ, объясняются как особенностями электронного строения графита, так и силовым воздействием иглы микроскопа на поверхность при сканировании. Увеличение напряжения, приложенного между образцом и иглой, приводит к уменьшению значений гофрировки.

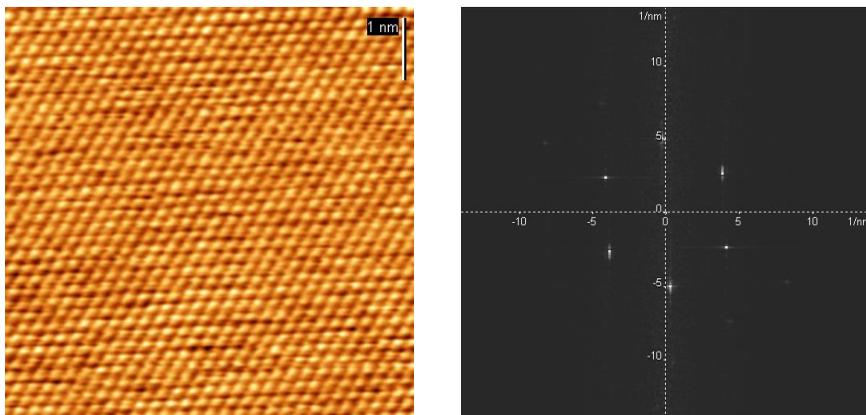


Рис. 6. Изображение поверхности графита в СТМ (слева) и Фурье-образ этого изображения (справа).

Большой интерес представляет вторая особенность СТМ-изображений поверхности графита — неэквивалентность максимумов, соответствующих соседним атомам углерода, находящимся в положениях А и Б (рис. 6). На данном изображении

вместо гексагональной видна тригональная упаковка. Подробно вопрос о том, куда «прячутся» атомы углерода на поверхности графита, и какие из них видны, был рассмотрен авторами работы [5]. Асимметрия туннельного тока при низких напряжениях связана с различием локальной плотности состояний, которое в случае графита определяется межслоевым взаимодействием и структурной неэквивалентностью атомных позиций. Расчеты показали, что максимумы на СТМ изображении соответствуют атомам в позиции Б.

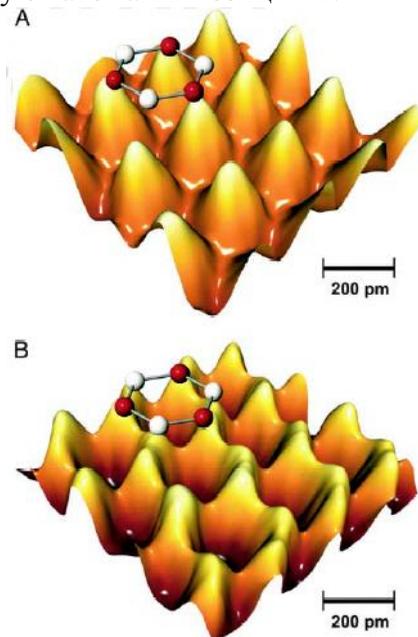


Рис. 7. Сравнение изображений поверхности графита в СТМ (А) и АСМ (В). Шестиугольниками показано положение атомов. Красные шарики соответствуют атомам в положении Б (β -атомы), белые – атомам в положении А (α -атомы). Видно, что на изображении А, α -атомы отсутствуют. Изображение заимствовано из работы [5].

С помощью атомно-силовой микроскопии, в которой, изображения не чувствительны к энергии электронных состояний, было показано, что все 6 атомов присутствуют на поверхности. На рис. 7 показаны 3D изображения поверхности

графита в СТМ (А) и АСМ (В). Шестиугольник показывает положения атомов решетки. Красные шарики соответствуют атомам в положении Б (β -атомы), белые – атомам в положении А (α -атомы). Видно, что на изображении А, α -атомы отсутствуют.

Асимметрия туннельного тока уменьшается при увеличении напряжения и не зависит от полярности приложенного к образцу напряжения. В некоторых экспериментах асимметрия оказывается настолько большой, что удается зарегистрировать только три атома из шести.

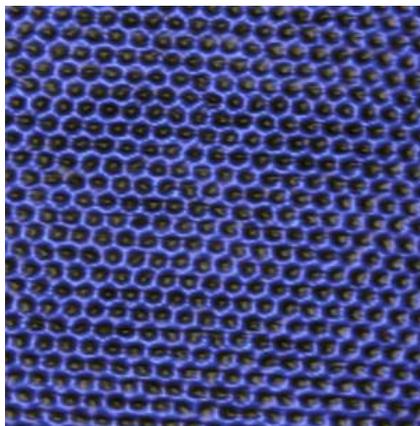


Рис. 8. Пример СТМ изображения графита, на котором отсутствует асимметрия, и видны «соты» гексагональной упаковки. Изображение взято с сайта компании Asylum research.

Наблюдать все шесть атомов с одинаковой интенсивностью удается редко (рис. 8). Отсутствие асимметрии может объясняться сдвигом верхнего слоя относительно субстрата в процессе сканирования. Действительно, изменение характера изображений в большинстве случаев сопряжено с изменением условий сканирования на более «жесткие»: а именно, увеличение туннельного тока или уменьшение туннельного напряжения между иглой и образцом. Легче всего смещение слоя должно происходить вблизи дефекта (дислокации, вакансии). Так как

сканируется очень маленький участок поверхности, вероятность того, что он находится вблизи дефекта, весьма небольшая, что объясняет редкое появление сотообразной структуры. Существуют и другие теории, объясняющие отсутствие асимметрии.

3.2. Дефекты на поверхности графита

Наиболее достоверно истинность атомного разрешения в СТМ подтверждается способностью визуализировать дефекты в атомной структуре графитового слоя.

На поверхности ВОПГ различного качества концентрация точечных дефектов в нормальных условиях составляет от 0,1 до 20 мкм⁻². Дефекты проявляются яркими пятнами на СТМ-изображениях, но при сильном приближении иглы к поверхности они перестают быть видимыми, так как в данных условиях основной вклад в туннелирование вносят объемные состояния графита. По вольтамперным характеристикам туннельного контакта можно определить энергетический спектр электронов и установить тип примесного атома. Для каждого типа внедренного атома характерна своя зависимость высоты дефекта от расстояния между иглой и поверхностью. Вакансии могут быть легко визуализированы с помощью СТМ, т.к. вблизи них локальная плотность состояний возрастает.

На СТМ изображениях графита вблизи точечных дефектов, а также краев ступеней наблюдается образование интерференционной сверхрешетки, ее появление не связано с реконструкцией поверхности, а объясняется возникновением фриделевских осцилляций.

Из линейных дефектов графита могут быть обнаружены ступени, межзеренные границы и дислокации. Ступени образуются на поверхности исследуемого образца графита в результате его скола. Доказательством этого служит зависимость направления ступеней от направления скола. На рис. 9 слева можно видеть, что все ступени скола имеют одинаковое направление. На поверхности графита могут быть найдены

изогнутые ступени, высота которых часто меньше межатомного расстояния в графите. Подобные ступени возникают, если обрыв углеродного слоя произошел под поверхностью в процессе получения графита.

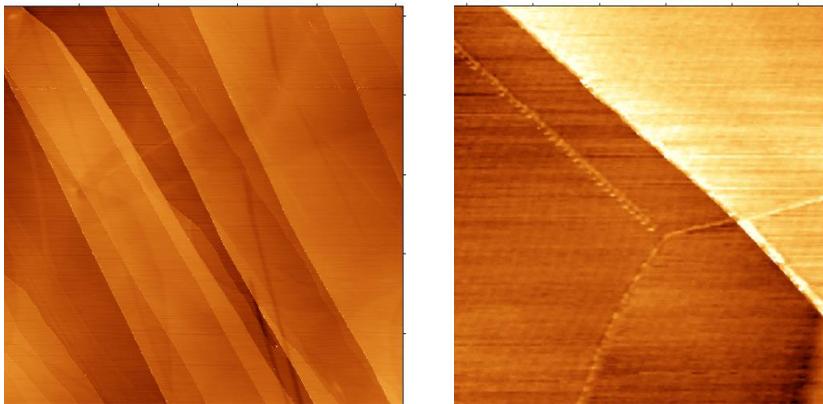


Рис. 9. Слева: изображение поверхности графита, размер кадра $3,5 \times 3,5$ мкм². Справа — Стык трех зерен, видна спиралеобразная периодическая структура границ.

Границы зерен на СТМ–изображениях графита проявляются в виде спиралеобразных или точечных протяженных периодических структур. Чем больше угол разориентации двух кристаллитов, тем меньше период структуры, возникающей на их границе. В месте стыка трех зерен границы встречаются под углом близким к 120° , что объясняется тригональной симметрией графитовых слоев (Рис. 9 справа).

На поверхности графита часто наблюдаются полосы с высотой $1 - 2 \text{ \AA}$ и шириной до 100 нм , которые соответствуют рядам частичных дислокаций с вектором Бюргерса, лежащим в плоскости графитовых слоев. Полная дислокация в графите расщепляется на две частичных, между которыми образуется дефект упаковки. При сканировании игла может оказывать значительное давление на поверхность, особенно, если процесс сканирования происходит при большом токе ($> 1 \text{ нА}$) и маленьком напряжении ($< 40 \text{ мВ}$). Под силовым воздействием

иглы дислокационные полосы могут перемещаться вдоль поверхности графита.

К двумерным дефектам, наблюдаемым на СТМ-изображениях поверхности графита, также можно отнести различные сверхрешетки. Пример сверхрешетки показан на Рис. 10 слева. Гексагональные сверхрешетки возникают на графите при повороте верхних слоев относительно друг друга. Визуализированы решетки с периодами от 1,7 до 44 нм и высотой от 0,5 до 20 Å. Причина данного явления аналогична причине появления муаров в оптике, возникающих при вращении одной периодической структуры относительно другой. Для данного типа сверхрешеток на СТМ изображениях можно выделить два типа максимумов.

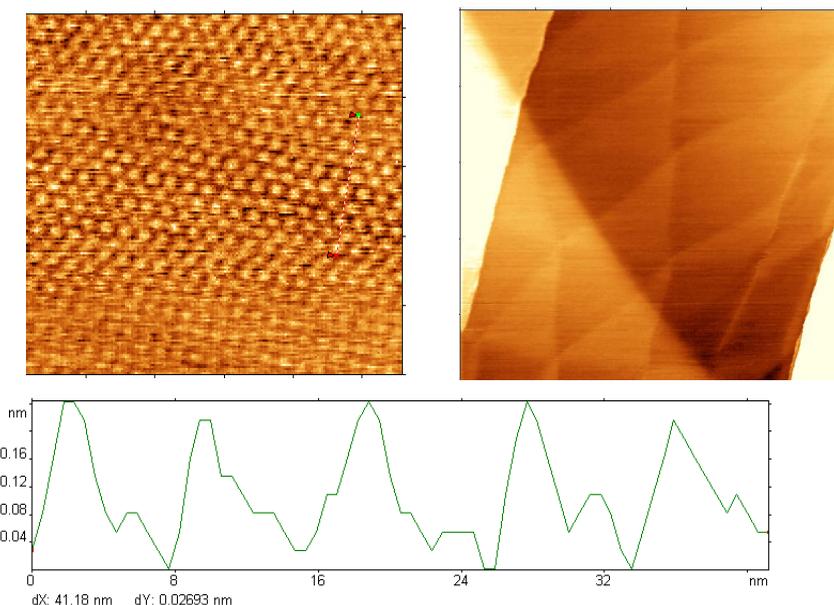


Рис. 10. Слева — гексагональная сверхрешетка на поверхности графита. Снизу показано ее сечение. Высота узлов решетки 2 – 2,5 Å, период $(5,3 \pm 0,3)$ нм, угол разориентации графитовых слоев $\theta = (2,7 \pm 0,2)^\circ$. Справа — Дислокационная сетка. Светлые области соответствуют дефектным областям.

Гексагональные решетки с различной периодичностью можно создать искусственно на поверхности графита, сдвигая верхний слой. Потенциально они могут применяться в нанотехнологии для изготовления шаблонов, на которые затем будут адсорбированы различные наночастицы.

В заключение, рассмотрим сверхрешетки, причина возникновения которых — дислокационная сетка, расположенная вблизи поверхности графита. Чаще всего на СТМ-изображениях наблюдают дислокационные сетки, состоящие из треугольных областей, размеры сторон которых от 50 до 300 нм (Рис. 10. справа). Границы треугольников соответствуют частичным дислокациям, разделяющим области с дефектом упаковки (чешуйки ромбоэдрического графита) и нормальным графитом. Так как дефект упаковки энергетически невыгоден для кристалла, то треугольники с дефектом упаковки имеют вогнутые стороны. СТМ-изображения дислокационных сеток меняются при варьировании параметров сканирования. Увеличение туннельного напряжения приводит к ослаблению контраста между соседними треугольниками. Так как межслоевые расстояния в гексагональном и ромбоэдрическом графите одинаковы, и вектор Бюргера, образующий сеть дислокаций лежит в плоскости $[0001]$, то возникающий в СТМ контраст между областями не связан с топографией поверхности, а объясняется различием в локальной плотности состояний между нормальным и ромбоэдрическим графитом.

4. Экспериментальная часть

Лабораторная работа выполняется на сканирующем туннельном микроскопе ФемтоСкан с использованием программного обеспечения ФемтоСкан Онлайн. Для успешного выполнения работы необходимо освоить простейшие навыки работы на СТМ и основные методы обработки изображений СТМ.

В качестве исследуемых объектов для эксперимента используется свежесколотый высокоориентированный пиролитический графит (ВОПГ).

4.1. Порядок работы на микроскопе

В лабораторной работе используются образцы графита уже приклеенные на столик СТМ. Для скола графита используется липкая лента, кусочек которой наклеивается на поверхность образца графита. Затем она аккуратно разглаживается пинцетом для удаления пузырьков воздуха и обеспечения плотного прилегания липкой ленты к поверхности графита. Лента медленно удаляется с поверхности образца за один из свободных краев, при этом пинцетом следует придерживать столик СТМ. Необходимо убедиться, что вместе с липкой лентой с поверхности графита был удален верхний слой. Проверьте тестером наличие электрического соединения между свежесколотой поверхностью образца и подвижным контактом СТМ столика.

Разместите на магнитном держателе механического блока столик с образцом графита. Подсоедините подвижный контакт столика СТМ к одноконтактному разъему механического блока.

Проверьте, что блок электроники выключен. Отсоедините головку СТМ от механического блока. **При работе с головкой СТМ всегда берите ее только за корпус. Не допускайте**

случайных прикосновений к держателю иглы, из-за статического электричества это может привести к сгоранию усилителя головки. При замене игл сначала возьмите головку СТМ за корпус одной рукой, затем другой рукой с помощью пинцета вытащите старую иглу из держателя на головке СТМ, для этого нужно немного ослабить прижимной винт. Для приготовления игл используется платиново-иридиевая проволока (20% иридия). Перед «скусовыванием» иглы убедитесь, что на поверхности проволоки, а также на лезвиях ножниц или кусачек отсутствуют загрязнения. При необходимости удалите загрязнения механически при помощи кусочка бумаги. Скусите проволоку ножницами или кусачками под 45° , оптимальная длина иглы 1 - 2 см. Вставьте иглу в держатель на СТМ головке (рис. 11), с небольшим усилием прижмите иглу винтом. Помните, одной рукой нужно держаться за корпус головки. Подсоедините СТМ головку к блоку механики, точка на разъеме кабеля должна совпадать с точкой на головке.



Рис. 11. Установка иглы в держатель головки СТМ

Включите блок электроники. Запустите программу ФемтоСкан, подключитесь в режиме **Master**. В меню **старт** выберите пункт **загрузка**. Приподнимите головку и попробуйте поставить ее над образцом так, чтобы игла не коснулась поверхности графита. Если этого не получается, то нужно отвести образец вниз (используйте кнопку **перемещение образца** в программе ФемтоСкан). Сдвигая головку, выберите место

для сканирования (наиболее чистый и гладкий участок поверхности). Осуществите грубый подвод иглы с помощью кнопки перемещения образца, расстояние между иглой и образцом контролируйте визуально. После окончания грубого подвода должен оставаться видимый зазор между иглой и образцом. Аккуратно накройте микроскоп металлическим колпаком, заземлите колпак.

В окне **Параметры** выберите на левой панели режим сканирования **СТМ**, на правой панели режим **Топография**. Установите параметры съемки как в Табл. 2:

Образец	графит
Туннельный ток	500 пА
Туннельное напряжение	40 мВ
Интегральное звено обратной связи	0,03125
Пропорциональное звено обратной связи	0,03125

Табл. 2. Начальные параметры сканирования в СТМ.

Осуществите окончательный подвод образца (в меню **Старт** опция **Подвод**). Индикатор текущего положения образца (бегунок в центре окна **Параметры**) должен приподняться при приближении образца к игле.

Размер первого кадра лучше выбрать менее 2 мкм, а частоту сканирования – менее 1 Гц. Запустите сканирование (меню **Старт, Z(X,Y)**). Варьируя звенья обратной связи и другие параметры, добейтесь четкого изображения поверхности. Руководствуйтесь следующими правилами:

- а.** при увеличении размера поля следует понижать частоту сканирования для сохранения постоянной скорости;
- б.** при увеличении скорости сканирования следует увеличивать значения звеньев обратной связи;
- в.** при увеличении туннельного напряжения и уменьшении туннельного тока игла отдаляется от поверхности, поэтому значения звеньев обратной связи нужно увеличивать;

г. при маленьких звеньях обратной связи изображение будет расплывчатым или профили строк окажутся пилообразными;

д. при больших звеньях будет наблюдаться автогенерация в цепи обратной связи;

е. сложный профиль иглы (например, двойное острие) может приводить к удвоению элементов рельефа поверхности. В этом случае нужно остановить сканирование и заменить иглу.

Получите несколько обзорных кадров поверхности графита. Затем уменьшите поле сканирования до 30 нм и, постепенно увеличивая скорость сканирования, добейтесь атомного разрешения. Получите несколько кадров с атомной решеткой в разном масштабе (20×20 нм², 40×40 нм² и 80×80 нм²).

Если при прохождении практикума Вы не работали на реальном приборе, то преподаватель предложит Вам несколько изображений для дальнейшей обработки.

4.2. Обработка результатов эксперимента

Для выполнения этого задания вы можете использовать полученные изображения или открыть файлы с изображениями атомной решетки графита.

Внимательно рассмотрите изображение атомной решетки графита. В контекстном меню выберите режим курсора **Выделение**. Выделите наиболее совершенную область изображения и скопируйте ее в новое окно с помощью команды **Создать копию** (меню **Операции**). Постройте профили строки и столбца скопированного изображения, для этого в контекстном меню выберите режимы курсора **Выделить строку** и **Выделить столбец**. Чем отличаются профили строки и столбца? Если изображение содержит горизонтальные ступеньки или общий наклон, то устраните эти дефекты с помощью команд **Усреднение по строкам** и **Выравнивание** в меню **Математика**. Какие изменения произошли с профилями после применения этих операций?

Закройте окна с профилями стоки и столбца. Выберите режим курсора **Сечение**. Проведите сечение по вершинам атомов. Для удаления шумов используйте **медианную фильтрацию** и фильтр **Усреднение** (меню **Математика**). Как фильтрация с использованием различных окон влияет на вид сечения и изображения?

4.3. Презентация изображений

В этом задании продолжаем работать с изображением, подготовленным в ходе выполнения задания по п. 4.2.

Выберите палитру, которая в большей мере подчеркивает детали изображения. Для этого щелкните правой кнопкой мыши на палитру, и перед вами появится список уже готовых палитр. Вы можете создать свою палитру. В контекстном меню палитры выберите пункт **Фиксированная шкала** и, сузив цветовой диапазон, добейтесь увеличения контрастности изображения.

Постройте трехмерное изображение поверхности.

Примените к изображению фильтр **Подсветка**. Как изменился профиль поверхности после применения фильтра подсветки? Цвет точки на изображении уже не соответствует ее высоте, поэтому необходимо удалить цветовую шкалу из окна с изображением. Для этого щелчком правой кнопки мышки на изображении вызовите панель **Настройки** и в первой закладке **Общее** снимите галочку напротив пункта **Показать шкалу Z**.

4.4. Измерение параметров атомной решетки графита

Используйте одно из полученных самостоятельно изображений или откройте файл `sample_3.`, обработайте изображение (см. задание в п. 4.2).

Выберите режим курсора **Расстояние** (измерение расстояний) и измерьте параметр решетки графита a (Так как на изображении видны только атомы в положении Б, расстояние между соседними максимумами равно a). Для большей точно-

сти следует измерять расстояние между 5-10 атомами и затем находить среднее. Объясните, почему могут отличаться расстояния между атомами, измеренные по разным направлениям.

Постройте преобразование Фурье для изображения атомной решетки графита (**Операции/Фурье**). По максимумам на Фурье-образе определите период решетки графита a . Для этого определите величину периода, соответствующего каждому рефлексу на Фурье-образе (всего независимых пиков 3), и найдите среднее значение. Чтобы определить период, наведите курсор на интересующий рефлекс, значение L появится внизу окна программы ФемтоСкан. Так как период, которому соответствует рефлекс, равен расстоянию между соседними рядами атомов, полученное значение $L = a \cos 30^\circ = a\sqrt{3}/2$.

Измерьте гофрировку поверхности графита по сечениям (разницу между высотой максимумов и минимумов). Атомам в какой позиции соответствуют максимумы на изображении?

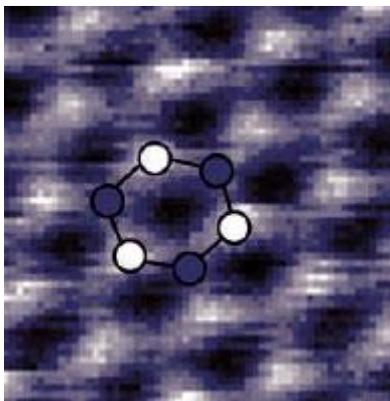


Рис. 11. Изображение атомной решетки графита. Кружками обозначены атомы углерода в различных позициях, вдоль σ -связей между атомами углерода проведены линии.

Определите асимметрию максимумов, соответствующих атомам в разных позициях. Для этого нужно построить сечения вдоль ломаной линии в форме ребер углеродных шестиугольников, аналогично тому, как показано на Рис. 11. Для

этого воспользуйтесь функцией **Кривая (выделить кривую)**. Построенную ломаную линию в форме шестиугольника преобразуйте в сечение, воспользовавшись **операцией Преобразовать кривую в сечение** (меню **Операции**). По полученному сечению найдите разницу высот в точках, соответствующих атомам в положении А и Б ($h(B) - h(A)$).

Асимметрию следует вычислять по формуле: $(h(B) - h(A)) / (h(B) + h(A))$, где $h(A)$ и $h(B)$ – разности высот между атомом в соответствующей позиции и минимумом (центром углеродного шестиугольника). Для определения $h(A)$ и $h(B)$ проведите сечение, которое проходило бы через максимумы, соответствующие атомам в позициях А и Б, и минимумы (центры шестиугольников).

В чем причина неэквивалентности максимумов на СТМ - изображениях? Будут ли видны все углеродные атомы при сканировании графена (углеродного монослоя)?

4.5. Токовые изображения атомной решетки графита

Откройте и обработайте изображение `sample_4`.

Измерьте разницу в туннельном токе между максимумами и минимумами на изображении. Для этого постройте сечение, проходящее через максимумы и минимумы. В меню **Вид** выберите пункт **Параметры**. В открывшемся списке приведены параметры сканирования данного изображения. Найдите в списке параметров опорное значение туннельного тока (**stm.setpoint**). Определите, сколько процентов от этого значения составляют вариации туннельного тока, связанные с гофрировкой атомного слоя.

Пользуясь формулой (2), найдите величину гофрировки поверхности графита (разницу высот для максимумов и минимумов). Туннельные токи, регистрируемые при прохождении иглы над атомами и над центрами углеродных шестиугольников, следует измерять по сечению, проходящему через максимумы и минимумы на токовом изображении. Сравните

полученное значение с данными атомно-силовой микроскопии, приведенными в разделе 3.1 описания к данной задаче.

Используя полученное значение гофрировки поверхности графита, оцените коэффициент чувствительности в методе СТМ. Для оценки возьмите отношение разницы величины тока в максимумах и минимумах к величине гофрировки. Как изменится коэффициент чувствительности, если уменьшить величину туннельного зазора между зондом и образцом при сканировании?

Для получения зачета по данной лабораторной работе необходимо предъявить печатный отчет, состоящий из изображений поверхности графита в крупном масштабе и с атомарным разрешением, построенных трехмерных изображений, сечений, расчетов периодичности атомной решетки, количество слоев графита, составляющих ступени на поверхности.

5. Литература

1. Л.Д. Фаддеев, О.А. Якубовский, Лекции по квантовой механике для студентов–математиков, Л.: Издательство ленинградского университета (1980).
2. J.G. Simons, Generalized formula for the electric tunnel effect between similar electrodes separated by a thin insulating film, *J. Appl. Phys.*, 34, 1793 (1963).
3. В.Л. Миронов, Основы сканирующей зондовой микроскопии, Н.Н. (2004)
4. Н.О. Pierson, Handbook of carbon, graphite, diamond and fullerenes. Properties, processing and application, Noyes Publications (1993), p. 45.
5. S. Hembacher, F. J. Giessibl, J. Mannhart, and C. F. Quate, Revealing the hidden atom in graphite by low-temperature atomic force microscopy, *Proc. Natl. Acad. Sci. U S A.* 100(22), 12539–12542(2003).