

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
профессионального образования
«Московский физико-технический институт (государственный университет)»

Институт Физических Проблем РАН им П.Л.Капицы
Факультет общей и прикладной физики
Кафедра физики и техники низких температур

Шалашугина Елена Андреевна

Исследование квазидвумерного графита методом сканирующей
туннельной микроскопии

Магистерская диссертация

Направление подготовки 03.04.01 «Прикладные математика и физика»

Магистерская программа 010911 – Физика низких температур

Заведующий кафедрой – акад. Андреев А.Ф.

Научный руководитель – к.ф.м.н Трояновский А.М.

Студент – Шалашугина Е.А.

Москва 2014

Содержание

1	Введение	3
2	Методика эксперимента	4
2.1	Принцип работы СТМ	4
2.2	Общая схема установки	5
2.3	Принцип работы шагового пьезодвигателя и пьезотрубки	6
2.4	Измерительная программа	9
2.5	Характерные особенности графита и графена на СТМ изображениях	9
3	Исследование квазидвумерного графита методом СТМ	11
3.1	Свойства поликристаллического квазидвумерного графита	11
3.2	Локальные магнитные свойства квазидвумерного графита	11
3.3	Подготовка образца к эксперименту	13
4	Результаты эксперимента	15
4.1	Изображение поверхности в большом масштабе	15
4.2	Изображение поверхности с атомным разрешением	16
4.3	Ориентация атомной решетки и размер кристаллитов в поликристалле графита	17
5	Заключение	20
6	Литература	21

1 Введение

В последнее время проводятся интенсивные исследования материалов на основе углерода, в том числе большой интерес к углероду появился после открытия монокристаллических углеродных слоев – графена (см. обзор [1]). К настоящему времени опубликовано большое число работ по исследованию транспортных свойств графена, но при этом получено еще довольно мало экспериментальной информации о его магнитных свойствах. Непосредственное измерение намагниченности затруднено в связи с очень малой массой графенового листка, парамагнитный вклад локализованных магнитных моментов затрудняет точное определение диамагнитной восприимчивости с помощью СКВИД-магнетометра [2], а отсутствие вклада в локальное поле от намагниченности образца перпендикулярной плоскости листа ограничивает использование локальных методов, например ЯМР.

В то же время давно известен углеродный материал – поликристаллический графит с увеличенными расстояниями между слоями или иначе квазидвумерный графит (КДГ) [3, 4], существующий в виде объемных образцов и дающий представление о магнитных свойствах графена. В работе [4] было установлено, что величина магнитной восприимчивости вдоль оси, перпендикулярной направлению слоев, при 4,2 К составляет $-7,5 \cdot 10^{-5}$ СГСМ/г. Это значение рекордно после сверхпроводников. Температурная зависимость восприимчивости описывается на основе формулы для отдельной углеродной плоскости [5]. При этом восприимчивость ограничена размером кристаллитов в графите, поэтому представляло интерес проверить связь локальной восприимчивости с размером кристаллитов.

Целью данной работы было изучение структуры квазидвумерного графита на различных уровнях, вплоть до атомного, для определения границ кристаллитов и их размеров. Наиболее подходящий инструмент для решения подобных задач – сканирующий туннельный микроскоп (СТМ). В работе описаны эксперименты по исследованию структуры поликристаллического квазидвумерного графита методом СТМ и приведены полученные результаты, которые согласуются с значениями магнитной восприимчивости.

2 Методика эксперимента

2.1 Принцип работы СТМ

Сканирующая туннельная микроскопия [6] является методом, позволяющим получать изображения поверхности в реальном времени вплоть до атомных масштабов. Метод подходит для определения структуры и изучения локальных электронных свойств проводящих поверхностей и относится к неразрушающим методам.

Работа сканирующего туннельного микроскопа основана на явлении электронного туннелирования через барьер, являющийся вакуумным промежутком. Электронное туннелирование может происходить между двумя проводниками, разделенными достаточно тонким изолирующим слоем, или, в физических терминах, потенциальным барьером.

Формулу зависимости тока от приложенного напряжения и характеристик барьера можно получить в случае распространенного туннельного перехода, состоящего из параллельных слоев проводник-диэлектрик-проводник. Для свободных электронов, туннелирующих через плоский барьер под действием небольшого напряжения, плотность тока j можно выразить как $j = (e^2/\hbar)(\kappa_0/4\pi^2s)V \exp(-2\kappa_0s)$ [7]. Здесь s — эффективный туннельный промежуток в Å , κ_0 — константа затухания волновой функции в области потенциального барьера, задаваемая выражением $2\kappa_0 \approx 1.025\sqrt{\phi}$ в $1/\text{Å}$, где $\phi \approx \frac{\phi_1 + \phi_2}{2}$ — эффективная высота барьера в эВ, ϕ_i — работа выхода).

Для произвольной формы туннельного промежутка такая простая формула не работает, но остается верной экспоненциальная зависимость от эффективного туннельного расстояния и от высоты барьера. Множитель же перед экспонентой изменяется из-за эффектов, связанных с плотностью состояний. Причем больший вклад в ток вносят электроны, близкие к Ферми-уровню $E_F(1)$ первого проводника (соответствующие пустым состояниям $E_F(2) + V$ второго), так как для них эффективный барьер минимален. Такой отбор по энергиям отражается в вольтамперной характеристике, и является основой для электронной туннельной спектроскопии. Спектроскопия таким образом дает информацию о плотности занятых и свободных состояний.

Основой работы СТМ является экспоненциальное убывание туннельного тока при увеличении расстояния между электродами. За счет этого возможно поддержание с хорошей точностью расстояния между двумя электродами достаточно малого для протекания туннельного тока определенной величины. Если один из электродов выполнен в форме иглы, то область, в которой происходит туннелирование, сокращается до нити между острием иглы и поверхностью образца. При единственном атоме на острие иглы, область туннелирования сокращается до атомного порядка. Перемещая иглу вдоль поверхности образца и записывая значение туннельного тока или коор-

динаты z , можно получить изображение поверхности образца с разрешением вплоть до атомного.

Первая рабочая модель СТМ использовала пьезоэлектрический трипод для точного позиционирования иглы. Два пьезопреобразователя (направления x, y) использовались для перемещения вдоль поверхности образца, а третий (z -координата) – для регулирования величины туннельного промежутка. Поддерживая туннельный ток перемещением иглы по оси z , можно получить контуры постоянного тока, которые соответствуют топографии для поверхности с однородными электронными свойствами. В общем случае туннельный ток зависит еще и от локальной электронной структуры, о чем надо помнить при анализе изображений.

Электронные свойства поверхности проявляются явно в зависимости тока от напряжения и расстояния. На практике, изображения, отображающие электронные свойства поверхности, получаются записью dI/ds (связано с локальной высотой барьера, работой выхода) или dI/dV (связано с локальной плотностью состояний) при поддержании постоянным среднего тока для контроля ширины промежутка. Влияние электронных свойств более заметно на атомных масштабах, на больших масштабах их влияние не мешает получать топографические изображения поверхности.

2.2 Общая схема установки

В данной работе использовалась установка [8], выполненная в виде вставки в гелиевый транспортный дьюар, и позволяющая работать при комнатных и гелиевых температурах. Положение иглы туннельного микроскопа относительно образца задается с помощью нанопозиционера на основе шаговых пьезодвигателей. Сканирование иглой вдоль поверхности образца и поддержание величины туннельного промежутка осуществляется пьезотрубкой. Управление работой микроскопа осуществляется с помощью компьютера. Для уменьшения помех аналоговая часть установки соединена с управляющим компьютером при помощи платы NI-6229 через оптический кабель.

На рис. 1 схематически изображен процесс управления сканирующим туннельным микроскопом на основе пьезотрубки с помощью компьютера. Высокочувствительный преобразователь ток-напряжение располагается вблизи туннельного микроскопа (на вставке) и предназначен для преобразования туннельного тока в напряжение, измеряемое с помощью АЦП. Рабочая программа цепи обратной связи вычисляет величину напряжения, подаваемого на z -координату пьезотрубки. Показанный на схеме переключатель диапазонов необходим для расширения возможностей установки и позволяет исследовать как большие участки (несколько микрон), так и малые (с атомным разрешением).

Микроскоп рассчитан на работу в диапазоне температур от комнатной до низкой

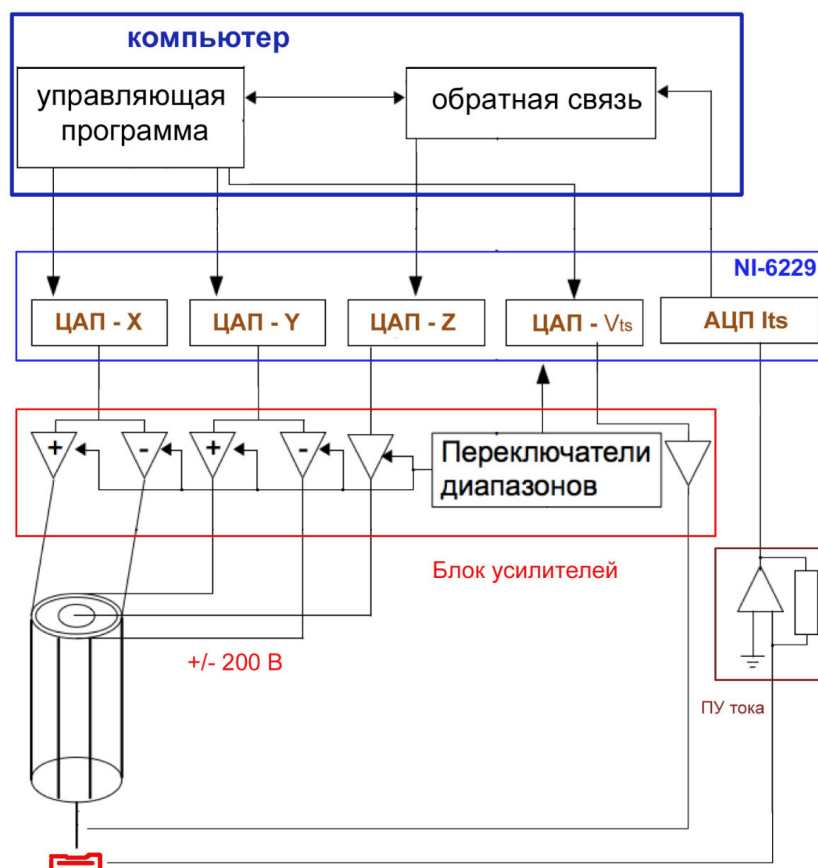


Рис. 1. Схема управления сканированием.

(4.2 К). Прибор выполнен из вакуумно-чистых немагнитных материалов, поэтому позволяет работать в условиях сверхвысокого вакуума и сильных магнитных полях. Микроскоп (рис. 2) состоит из отдельных модулей сканера и нанопозиционера с одинаковыми узлами крепления монтажного столика для образца или иглы. Достаточная жесткость конструкции СТМ позволяет использовать для защиты от вибраций помещенный под установку слой поролона.

2.3 Принцип работы шагового пьезодвигателя и пьезотрубки

Система грубого подвода иглы к образцу обеспечивает подвод иглы с расстояния нескольких миллиметров до расстояния от плоскости образца, обеспечивающего работу цепи обратной связи (порядка сотен нанометров). Также есть возможность для исследования различных участков образца, удаленных на расстояния большие диапазона развертки сканера. Это обеспечивается компактным 3D-нанопозиционером [8], содержащим два независимых шаговых пьезодвигателя для подвода иглы и позиционирования в плоскости образца.

Пьезодвигатели имеют конструкцию на основе трехфазного устройства переме-

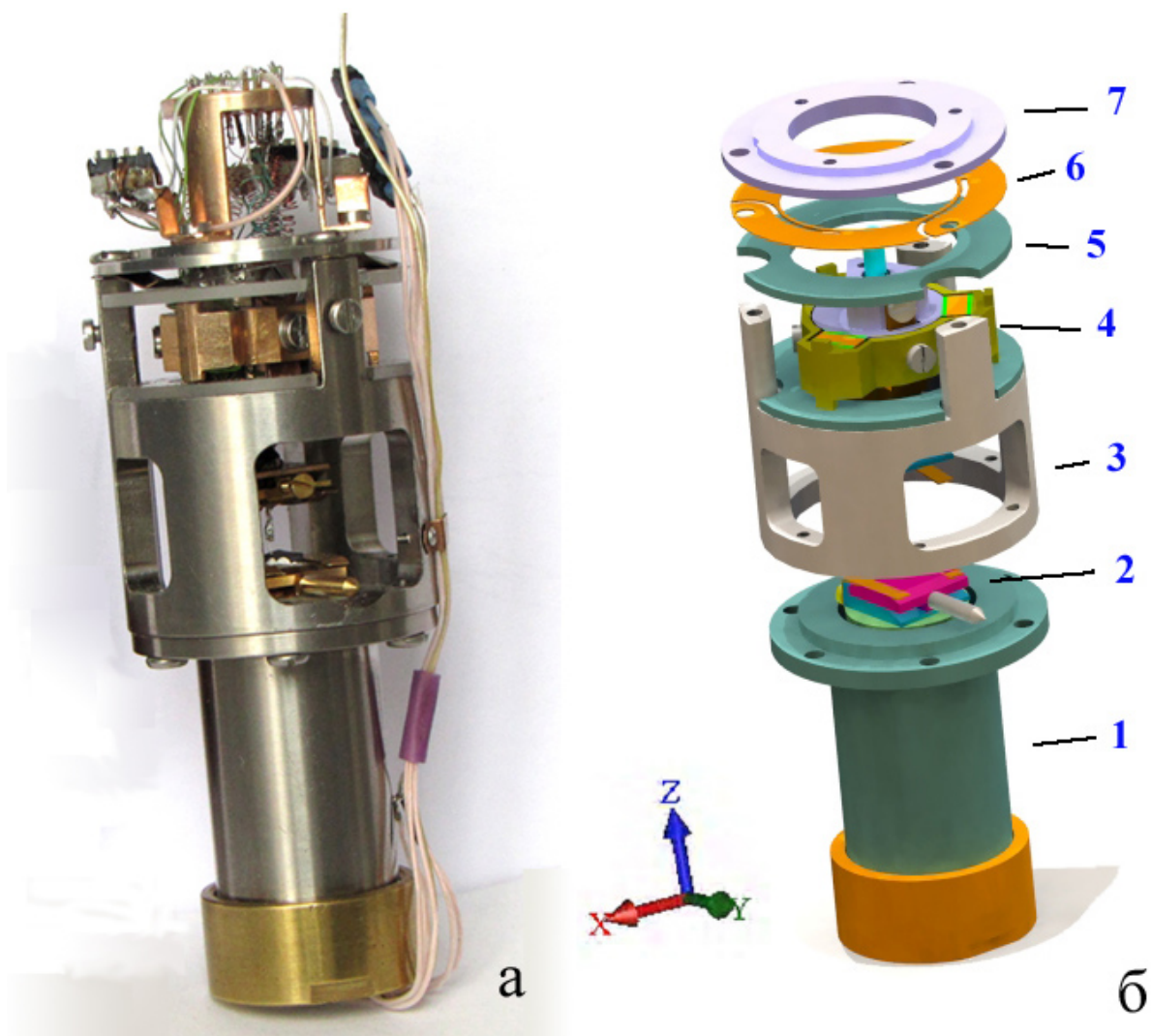


Рис. 2. а) — общий вид, б) — конструкционная схема сканирующего туннельного микроскопа. 1 — модуль сканера, 2 — столик образца, 3 — корпус модуля нанопозиционера, 4 — опорное кольцо (сапфир), 5 — подвижная часть нанопозиционера, 6 — прижимное кольцо (сапфир), 7 — прижимная пружина (бронза), 8 — верхняя крышка модуля позиционера.

щения. Для управления расстоянием от иглы до образца используется подвижный шток, удерживаемый тремя прижимными пластинами, которые могут перемещаться пьезокерамикой вдоль штока. При этом каждая пластина создает силу трения покоя такую, что перемещение одной пластины не приводит к перемещению штока, а совместное перемещение двух пластин приводит. Таким образом, передвинув пластины по одной, а потом вернув их вместе в изначальное положение, получим сдвиг штока и возврат в исходное состояние пьезоблоков, что позволяет повторять перемещение. Аналогичный принцип используется и для перемещения в плоскости образца.

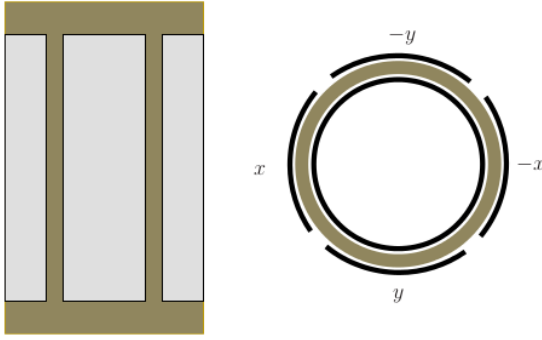


Рис. 3. Сканирующая пьезотрубка – вид сбоку (левая часть рисунка) и сверху (справа).

При приложении к паре противоположных внешних электродов напряжения одной величины, но разных знаков, возникает сокращение одной и удлинение другой стороны трубки (рис. 4). Это приводит к изгибу трубки, который, в свою очередь, вызывает сдвиг свободного конца в плоскости основания. Движение в перпендикулярном направлении вызывается приложением напряжения к внутреннему электроду.

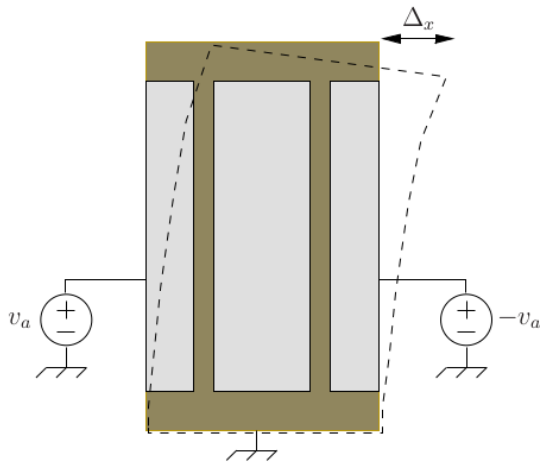


Рис. 4. Изгиб пьезотрубки и связанные с ним напряжения на электродах.

Для малых значений приложенного напряжения перемещение незакрепленного конца трубки выражается соотношением $\Delta_x = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2}{\pi Dh}v_a$ [9], где Δ_x – отклонение вдоль оси x в плоскости сканирования, d_{31} – пьезоэлектрический модуль, L – длина трубки, D – ее внешний диаметр, h – толщина стенок и v_a – приложенное к электродам напряжение. Отклонения по осям x, y при малых амплитудах считаются независимыми. Вертикальный сдвиг под действием напряжения v_z задается выражением $\Delta_z = \frac{d_{31}L}{h}v_z$. Коэффициент пьезоматериала d_{31} зависит от температуры, поэтому для определения этого коэффициента при разных температурах использовалась калибровка.

Стандартная сканирующая пьезотрубка [9] является трубкой из радиально поляризованного пьезоэлектрического материала, с одним электродом с внутренней и с четырьмя электродами с внешней стороны (рис. 3). Внешние электроды расположены в различных секторах по 90 градусов вдоль оси трубки. Один из концов трубки закреплен. При приложении к паре противоположных внешних электродов напряжения одной величины, но разных знаков, возникает сокращение одной и удлинение другой стороны трубки (рис. 4). Это приводит к изгибу трубки, который, в свою очередь, вызывает сдвиг свободного конца в плоскости основания. Движение в перпендикулярном направлении вызывается приложением напряжения к внутреннему электроду.

Для малых значений приложенного напряжения перемещение незакрепленного конца трубки выражается соотношением $\Delta_x = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2}{\pi Dh}v_a$ [9], где Δ_x – отклонение вдоль оси x в плоскости сканирования, d_{31} – пьезоэлектрический модуль, L – длина трубки, D – ее внешний диаметр, h – толщина стенок и v_a – приложенное к электродам напряжение. Отклонения по осям x, y при малых амплитудах считаются независимыми. Вертикальный сдвиг под действием напряжения v_z задается выражением $\Delta_z = \frac{d_{31}L}{h}v_z$. Коэффициент пьезоматериала d_{31} зависит от температуры, поэтому для определения этого коэффициента при разных температурах использовалась калибровка.

2.4 Измерительная программа

Характерной особенностью управляющей экспериментом программы [10] является то, что работа обратной связи выполняется с помощью процессора управляющего компьютера и не требует дополнительного оборудования. Программа состоит из модуля интерфейса пользователя и цепи обратной связи, работающей в режиме ядра операционной системы. Цепь обратной связи обеспечивает поддержание постоянным тока или средней высоты над поверхностью в зависимости от режима работы.

Программа позволяет осуществлять грубый подвод и позиционирование иглы. Она позволяет изменять параметры обратной связи, устанавливать напряжение туннелирования, запоминать параметры для различных условий измерения. Программа позволяет сканировать поверхность, снимать вольт-амперную характеристику в точке или на линии (для определения локальной плотности состояний), снимать зависимость расстояния от напряжения при постоянном токе.

Работа режима сканирования была проверена на высокоориентированном пиро-литическом графите (далее ВОПГ). Были получены изображения с атомными разрешениями при комнатной и гелиевой температуре, которые использовались для калибровки параметров сканирующей пьезотрубки.

2.5 Характерные особенности графита и графена на СТМ изображениях

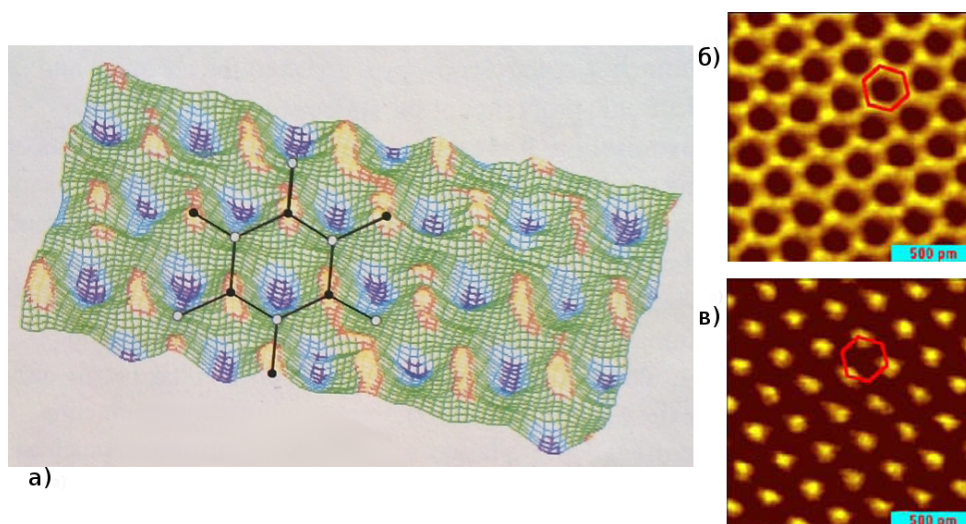


Рис. 5. СТМ изображения графита и графена. а) – трехмерное изображение графита, б) – изображение графена, в) – изображение графита.

Для графита СТМ с атомным разрешением отображает не столько позиции атомов, сколько локальную плотность состояний на Ферми-уровне. Каждый слой гра-

фита представляет собой гексагональную решетку, причем в связи с взаимным расположением слоев соседние атомы в слое не эквивалентны. Локальная плотность состояний у атомов, связанных с атомами лежащего ниже слоя (белые круги рис. 5.а)), ниже, чем у тех, которым не соответствуют атомы другого слоя (черные круги). Из-за этого СТМ изображение (рис. 5.в)) становится скорее спектроскопическим, а не топографическим, и не показывает, что атомы упорядочены в плоские шестиугольные ячейки.[6]

Для графена нет лежащего ниже слоя, поэтому нет двух типов атомов в ячейке с разными электронными свойствами, и видна шестигранная (сотовая) решетка атомов (рис. 5.б)). Для графита такая решетка может быть видна при большом значении тока, если произошло смещение верхнего слоя относительно остальных.

3 Исследование квазидвумерного графита методом СТМ

3.1 Свойства поликристаллического квазидвумерного графита

Квазидвумерный графит(КДГ) – это поликристаллический графит, получаемый, например, осаждением продуктов пиролиза углеводородов при 2100 С на плоскую подложку. В результате в поликристаллической пластине кристаллиты выстроены так, что углеродные слои в основном ориентированны параллельно плоскости подложки. При этом полученное методом рентгеновской дифракции расстояние между слоями равно 3.42 Å, что больше 3.36 Å для высокоориентированного пиролитического графита(ВОПГ), и указывает на отсутствие корреляции между слоями.

Графиты обладают наибольшей диамагнитной восприимчивостью после сверхпроводников, составляющей порядка $-2 \cdot 10^{-5}$ СГСМ/г для ВОПГ и до $-7.5 \cdot 10^{-5}$ СГСМ/г при 4.2 К у КДГ вдоль оси *c*. Зависимость восприимчивость от температуры достаточно хорошо описывается с помощью формулы для отдельной графитовой плоскости [5], измененной с учетом рассеяния электронов на структурных дефектах. Важную роль играет взаимная ориентация углеродных слоев. При отсутствии взаимного упорядочения слоев применим линейный закон дисперсии, характерный для графена и определяющий ряд его свойств. Система, состоящая из бездефектных разориентированных графеновых слоев, должна обладать при низких температурах почти идеальным диамагнетизмом. Но реально существующий КДГ принципиально обладает структурными дефектами, которые и позволяют реализовать структуру с отсутствием корреляции между плоскостями. Дефекты ограничивают размер кристаллитов, что, в свою очередь, ограничивает магнитную восприимчивость.

КДГ является неоднородной системой, поэтому локальное значение восприимчивости может заметно отличаться от среднего по образцу, что может быть связано с разбросом размеров кристаллитов, значение которых можно получить с помощью СТМ. Целью описанных в данной работе экспериментов было измерение размеров и определение ориентации кристаллитов для оценки их вклада в общую диамагнитную восприимчивость образцов КДГ.

3.2 Локальные магнитные свойства квазидвумерного графита

Для образцов, аналогичных исследованным в данной работе с помощью СТМ, Е.Г. Николаевым были проведены измерения средней восприимчивости и спектра

ЯМР [11]. Из измерений намагниченности с помощью баллистического магнитометра было получено значение $-(5.63 \pm 0.05) \cdot 10^{-5}$ СГСМ/г при 4.2 К, что почти в два раза больше значения для ВОПГ.

Приведен спектр ЯМР (рис. 6) ^{13}C образца КДГ для магнитного поля, ориентированного параллельно оси текстуры. Для графита в форме цилиндра, с осью, перпендикулярной оси текстуры, связь сдвига с восприимчивостью записывается как $\chi_C = \delta_C / 2\pi\rho$ [11]. Этот спектр с хорошей точностью имеет гауссову форму, что указывает на статистическую природу уширения. К тому же величина уширения слишком велика, чтобы ее можно было объяснить одним разупорядочиванием кристаллитов. Поэтому естественно связать уширение спектра с разбросом размеров кристаллитов.

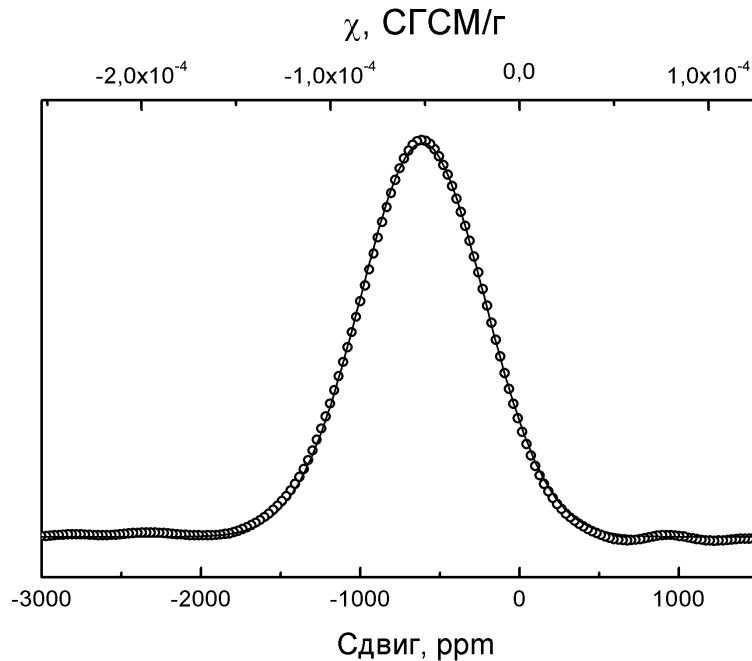


Рис. 6. Спектр ЯМР квазидвумерного графита, $T=4.2$ К, $H=21$ кЭ, точки – эксперимент, сплошная кривая – аппроксимация гауссовой формой

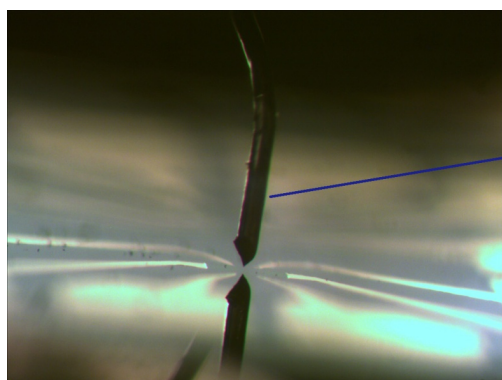
Транспортные свойства КДГ хорошо интерпретируются в предположении, что основным источником носителей являются дислокационные границы двумерных кристаллитов. Отсюда имеем прямую связь среднего размера кристаллитов L и числа носителей в системе, которое определяет температуру Ферми T_{F0} . $L = 1.48 \cdot 10^4 / T_{F0}$ нм [12]. Связь T_{F0} с диамагнитной восприимчивостью берется из соотношений для температурной зависимости восприимчивости и уравнения электронейтральности. При $T \ll T_{F0}$ восприимчивость КДГ получается обратно пропорциональна температуре Ферми $\chi_C = -1.63 \cdot 10^{-2} / T_{F0}$, что дает для $\chi_C(4.2) = -5.63 \cdot 10^{-5}$ СГСМ/г значение $T_{F0} = 290$. С учетом записанного выше соотношения получаем среднее зна-

чение $L = 0.91 \cdot 10^6 \chi_C = 51$ в исследованном образце КДГ [11].

Предполагая, что полученная связь между восприимчивостью и размером кристаллитов справедлива не только для средних величин, получим, что спектр ЯМР отражает распределение не только локальной восприимчивости, но и размеров кристаллитов. Исходя из этого, величина кристаллитов не должна превышать 120 нм для данного образца.

3.3 Подготовка образца к эксперименту

Для получения чистой поверхности, на которой видно границы отдельных кристаллитов, поликристаллический графит раскалывался вдоль преимущественного направления слоев перед установкой в СТМ. Полученный образец приклеивался с помощью серебряной пасты на столик, и столик с образцом устанавливался в СТМ. Также для дополнительного экранирования СТМ помещался в металлический корпус.



Pt-Ir tip of the STM

Игла представляет из себя проволоку из платиново-иридиевого сплава диаметром 100 мкм. Для получения качественного изображения важен не столько макроскопический радиус закругления иглы, сколько локальное распределение атомов на острие. Практика работы с СТМ показала,

Рис. 7. Вид установленной иглы СТМ.

что для получения СТМ изображения с атомным разрешением достаточно отрезать конец проволоки для формирования острия иглы предварительно очищенными ножницами.

При проведении экспериментов при низких температурах микроскоп помещался в транспортный дьюар и медленно погружался в жидкий гелий для постепенного установления теплового равновесия. Работа СТМ в жидком гелии позволяет получать стабильные изображения с атомным разрешением за счет высокой температурной стабильности (избавляющей от влияния теплового дрейфа) и низких тепловых шумов.

Однако, при гелиевых температурах из-за уменьшения коэффициента d_{31} пьезоэлектрика (примерно в 5 раз) уменьшается максимальный диапазон сканирования, и в нашем случае он составлял около 1.6 мкм. Также высокая температурная стабиль-

ность не так важна для сканирования больших участков без необходимости атомного разрешения. Поэтому топографические измерения больших участков производились при комнатной температуре без расхода гелия и с большим максимальным диапазоном.

Типичное значение туннельного тока устанавливалось в пределах 75-150 пА. Напряжение на туннельном промежутке выбиралось в пределах от -0.5 до 0.5 В. Сигнал (значение туннельного тока) снимался с образца, закрепленного на пьезотрубке, напряжение прикладывалось к игле.

4 Результаты эксперимента

4.1 Изображение поверхности в большом масштабе

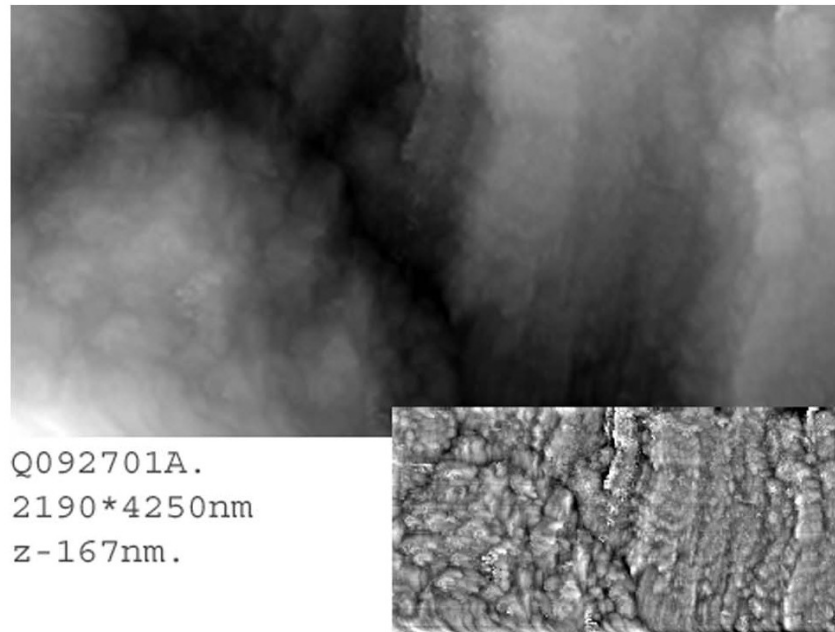


Рис. 8. СТМ изображение поликристаллического графита и результат его высокочастотной обработки.

Для получения статистики размеров кристаллитов было произведено большое количество сканирований на различных участках. Эксперименты проводились с различными образцами, изготовленными в двух партиях. Всего было получено более сотни изображений.

Сначала делался обзорный кадр на близком к максимальному диапазоне (до 6 микрометров), а затем выбирались области, где производились сканирования меньших участков (порядка ста нанометров) для получения более подробных изображений. Пример такого изображения приведен на рис. 9. Размер общего кадра – 710 на 650 нанометров, $z = 55$ нм – диапазон шкалы от черного к белому. На изображении показаны отсканированные участки меньшей площади.

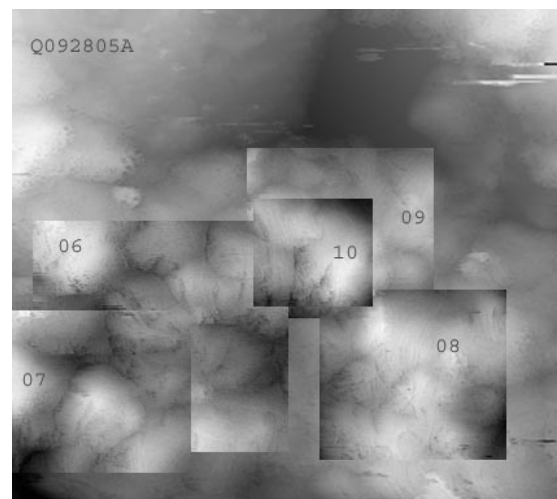


Рис. 9. Обзорное сканирование с отмеченными участками, выбранными для более подробного изучения.

Исходные изображения обрабатывались с помощью высокочастотного фильтра (рис. 8), при этом терялась информация о наклоне отдельных участков, зато становились более выраженными границы между ними.

Благодаря обработке выявлялись потенциальные местоположения границ кристаллитов, но для проверки предположения о том, что четкие границы на таком изображении соответствуют границам кристаллитов, имело смысл проверить ориентацию соседних участков.

4.2 Изображение поверхности с атомным разрешением

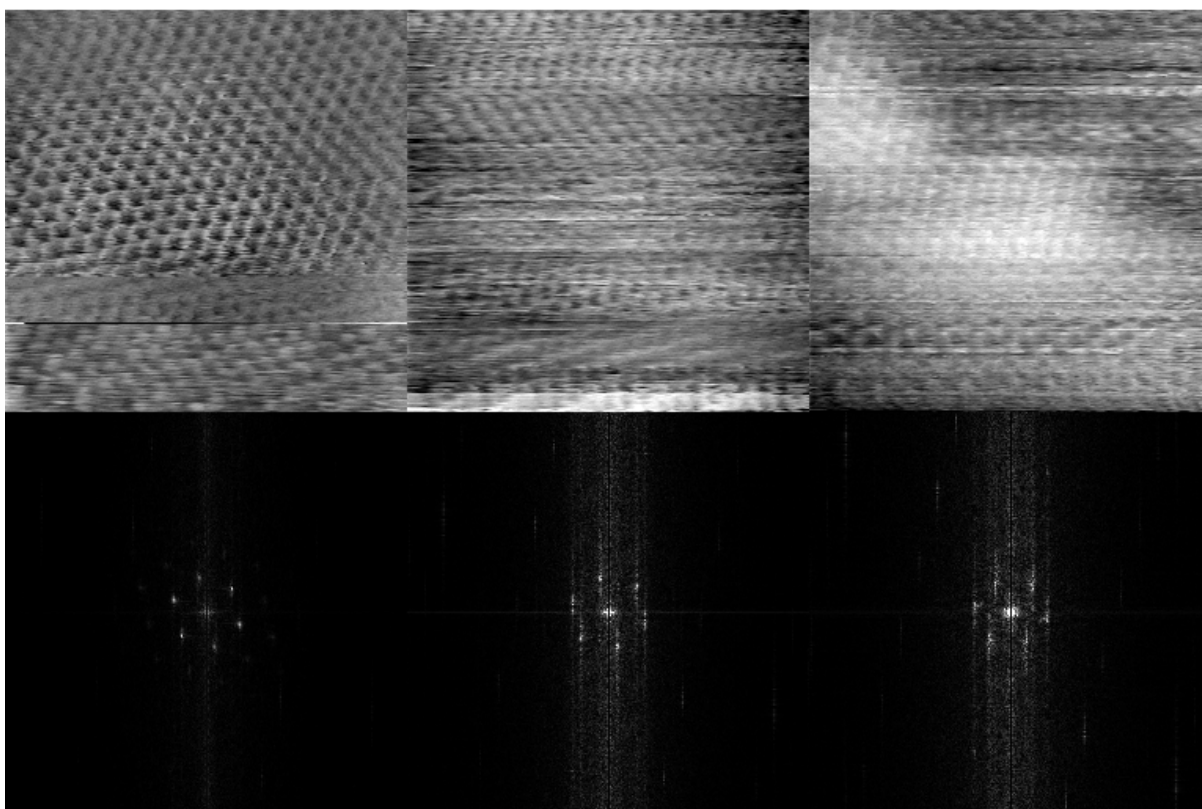


Рис. 10. Участки с атомным разрешением размера 55 на 55 Å и соответствующие им Фурье-преобразования.

Изображения небольших участков поверхности образца с атомным разрешением и хорошо различимой сотовой структурой можно использовать для определения ориентации. Если взять такие участки по разные стороны от предполагаемой границы кристаллитов, ориентация должна оказаться разной. Для большей наглядности определения ориентации было применено Фурье-преобразование, по которому видны направления векторов решетки.

Левые два изображения на рис. 10 получены на одном участке, третье на другом.

По самим сканированиям определить направления в данном случае довольно трудно, зато на Фурье-преобразованиях хорошо видно, что направления основных рефлексов одинаковы для первых двух и отличаются для третьего. Этот прием использовался для проверки ориентаций различных участков большего скана.

4.3 Ориентация атомной решетки и размер кристаллитов в поликристалле графита

На рисунке 11 приведено изображение сканированного участка с достаточно большим числом видимых границ. Обработка изображения высокочастотным фильтром помогает их выявить. Справа приведены полученные изображения с атомным разрешением и на обработанном изображении указаны их местоположения. Заметно (хоть для некоторых участков только по Фурье-преобразованию), что на выбранных различных участках отличаются ориентации атомной решетки.

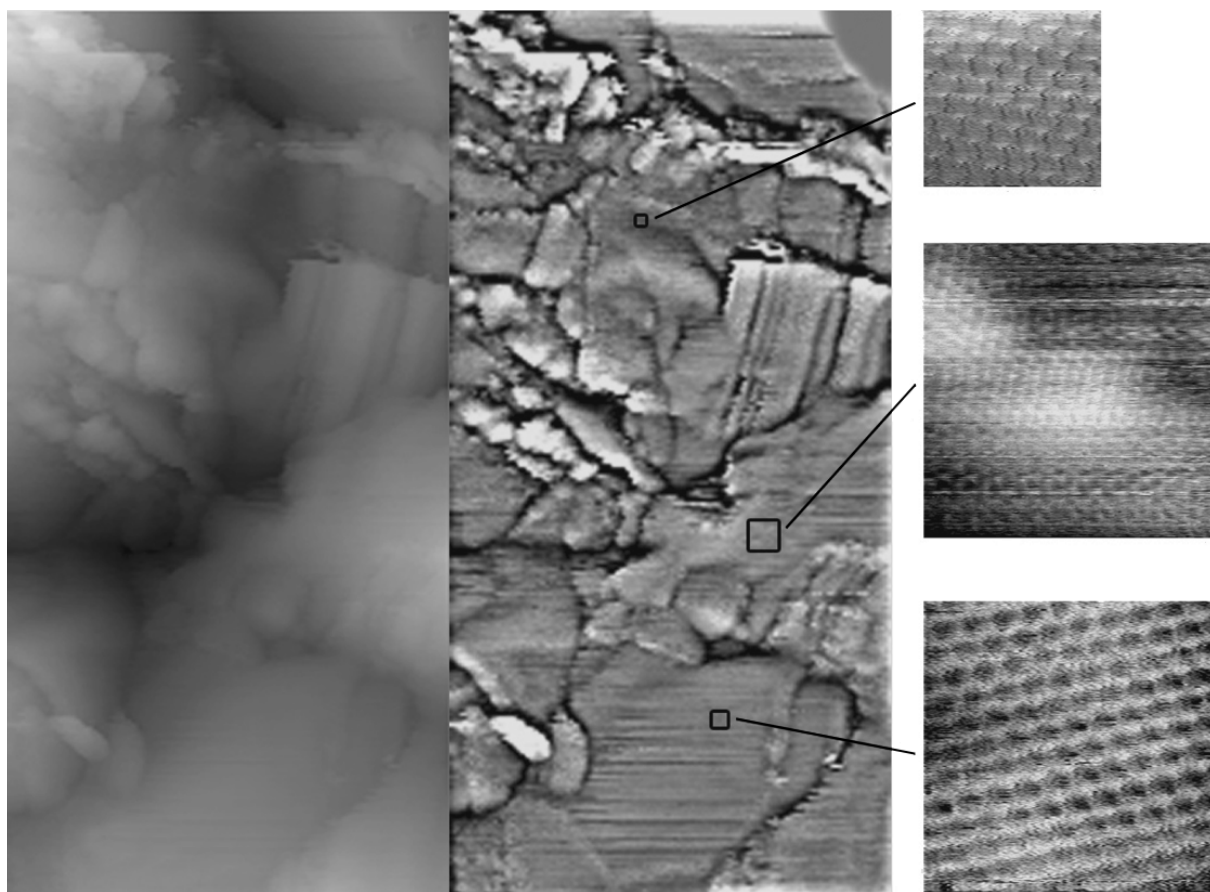


Рис. 11. Слева – исходное изображение (180 на 90 нм), в центре – после обработки ВЧ фильтром, справа – участки с атомным разрешением.

Также, рассмотрев профиль, пересекающий границы, было обнаружено, что эти участки имеют разный наклон. Вместе с различной ориентацией плоскостей из этого

можно сделать вывод, что участки, разделенные четко видимой границей, принадлежат к разным кристаллитам.

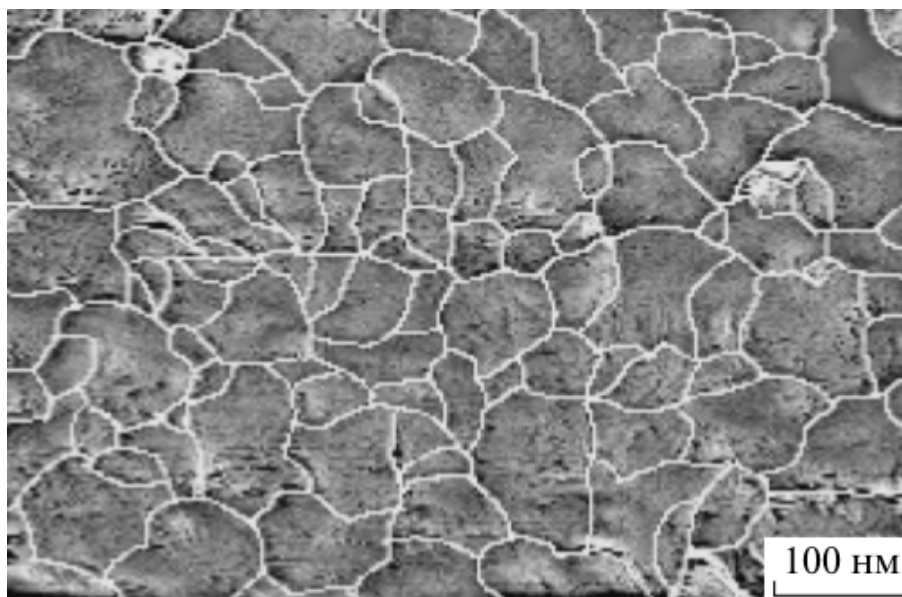


Рис. 12. Изображение участка КДГ с большим количеством кристаллитов после ВЧ фильтра.

На сканах большого размера с помощью высокочастотной фильтрации было выделено большое количество отдельных кристаллитов, что впоследствии было использовано для статистического анализа их размеров. За средний размер кристаллита при этом принималось среднее геометрическое максимального и минимального размеров. На рисунке 12 представлен пример изображения, которое использовалось для определения статистики разброса размеров кристаллитов.

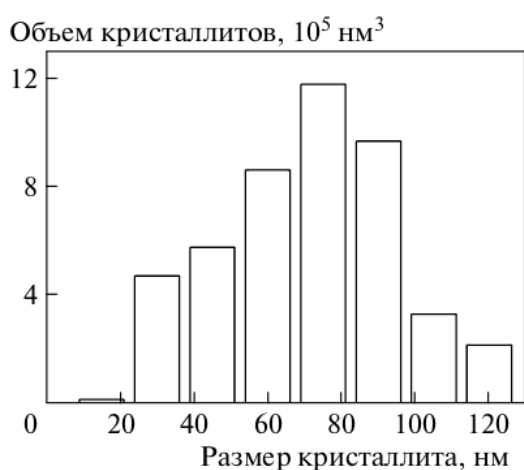


Рис. 13. Распределение кристаллитов по размеру на участке, соответствующему рис. 12.

На основе полученных данных из рисунка 12 была построена гистограмма зависимости суммарного объема кристаллитов данного размера от этого размера. При расчете объема полагалось, что толщина всех кристаллитов одинакова и равна среднему значению 15 нм, оцененному по ширине рентгеновского рефлекса. Основной вклад дают кристаллиты размером около 75 нм, что несколько больше полученного из магнитной восприимчивости. При этом на данном образце полученное значение максимального размера кристалли-

та 120нм совпадает с значением, оцененным по положению края спектра ЯМР, хотя на других образцах наблюдались кристаллиты заметно большего размера.

Таким образом, с помощью сканирующей туннельной микроскопии были получены данные о размере и ориентации кристаллитов в двух различных образцах КДГ. В целом полученные значения размеров кристаллитов совпали с ожидаемыми величинами, полученными из измерений магнитной восприимчивости.

5 Заключение

Было выполнено исследование поверхности квазидвумерного графита с помощью сканирующей туннельной микроскопии на различных масштабах для определения размеров составляющих образец кристаллитов. Проверено, что участки, разделяемые видимыми после обработки на большом масштабе границами, соответствуют различным ориентациям атомных плоскостей и принадлежат разным кристаллитам. Из полученных изображений большого масштаба была определена статистика распределения размеров кристаллитов. Основной вклад в диамагнитную восприимчивость дают кристаллиты размера около 75 нм, при этом наблюдались кристаллиты размера от примерно 20 до 120 нм.

Соотнесение исследований квазидвумерного графита методами сканирующей туннельной микроскопии и ядерного магнитного резонанса показывает, что наблюдаемое широкое распределение локальной намагниченности может быть объяснено большим разбросом размеров кристаллитов. Поэтому можно предположить, что улучшение методов синтеза КДГ позволит получить материал в более крупными кристаллами и большими значениями диамагнитной восприимчивости.

Полученные в данной работе результаты опубликованы в журнале ЖЭТФ [11]. Автор благодарен А.Ф. Андрееву за предоставленную возможность выполнить магистерскую диссертацию в ИФП РАН. Я признательна своему научному руководителю А.М. Трояновскому за научное руководство моей работой. Е.Г. Николаеву благодарна за полезные дискуссии и обсуждение результатов работы. Также я признательна всем сотрудникам ИФП РАН и кафедры физики низких температур МФТИ за помощь и внимание к моей работе.

6 Литература

Список литературы

- [1] D. Das Sarma, *Rev. Mod. Phys.* 83, 407 (2011).
- [2] M. Sepioni, R. R. Nair, S. Rablen et al., *Phys. Rev. Lett.* 105, 207205 (2010).
- [3] А. С. Котосонов, *ЖЭТФ* 86, 995 (1984).
- [4] А. С. Котосонов, *Письма в ЖЭТФ* 43, 30 (1986).
- [5] J. W. McClure, *Phys. Rev.* 104, 666 (1956).
- [6] G. Binnig and H. Rohrer, «Scanning Tunneling Microscopy», *IBM Journal of Research and Development*, vol.30, 355 (1986)
- [7] G. Binnig and H. Rohrer, «Scanning Tunneling Microscopy», *Helv. Phys. Acta* 55, 726 (1982).
- [8] А.М. Трояновский, D. Roditchev, «Компактный 3D-нанопозиционер сканирующего туннельного микроскопа, работающий при температурах 4.2-300К», *Приборы и Техника Эксперимента*, №6, с. 110-116 (2012).
- [9] S. O. Reza Moheimani, «Invited Review Article: Accurate and fast nanopositioning with piezoelectric tube scanners: Emerging trends and future challenges», *Rev. Sci. Instrum.* 79, 071101 (2008).
- [10] Толмачев Л.В., Трояновский А.М., «Цифровая обратная связь и программа управления сканирующим туннельным микроскопом.», *ПТЭ* 3, 46 (2014).
- [11] Е.Г. Николаев, А.С. Котосонов, Е.А. Шалашугина, А.М. Трояновский, В.И. Цебро, «Локальная диамагнитная восприимчивость квазидвумерного графита.», *ЖЭТФ* 144, 391 (2013)
- [12] А. С. Котосонов, *ФТТ* 33, 2616 (1991).