



中华人民共和国国家标准化指导性技术文件

GB/Z 26083—2010

八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面吸附 结构的测试方法 (扫描隧道显微镜)

Determination for Copper(II) octaalkoxyl-substituted phthalocyanine
on graphite surface
(scanning tunneling microscope)

2011-01-10 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本指导性技术文件由中国科学院提出。

本指导性技术文件由全国纳米技术标准化技术委员会纳米材料分技术委员会(SAC/TC 279/SC 1)归口。

本指导性技术文件起草单位:中国科学院化学研究所(分子纳米结构与纳米技术院重点实验室)、国家纳米科学中心。

本指导性技术文件主要起草人:严会娟、任玲玲、雷圣宾、万立骏。

八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面吸附 结构的测试方法 (扫描隧道显微镜)

1 范围

本指导性技术文件规定了利用扫描隧道显微镜检测八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面吸附结构的原理、术语及定义、探针和基底制备、样品制备、测试条件、测试步骤、图像分析以及结果表示等。

本指导性技术文件适用于在常温(10℃~35℃)和1个大气压环境条件下,用扫描隧道显微镜测试八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面的吸附结构。

注:八辛氧基酞菁铜分子[copper(II) octaalkoxyl-substituted phthalocyanine,简称为CuPcOC8,化学结构见图2]是酞菁类分子中的一种,应用于光电等研究领域。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本指导性技术文件。

2.1

隧道效应 tunneling effect

微观粒子在动能小于势垒高度时仍能穿透势垒的现象,是由微观粒子波动性所确定的量子效应。

2.2

隧道电流 tunneling current

将扫描探针和被研究的表面作为两个电极,当探针和样品间隙达到纳米尺度时,在外加电场的作用下,电子会穿过两个电极间的势垒流向另一电极而产生的电流。隧道电流是电子波函数重叠的量度,与针尖和样品间的距离以及平均功函数有关。

2.3

扫描隧道显微镜 scanning tunneling microscope, STM

根据量子力学中的隧道效应研制的显微镜,通过探测扫描探针与样品间的隧道电流来获取样品表面的形貌及电子态密度信息。

2.4

解理 cleavage

晶体材料受到外部机械力作用时,沿一定晶向或晶面有规则地裂开,显示出其稳定的低指数表面的性质。

3 原理

扫描隧道显微镜的基本原理是利用量子力学中的隧道效应进行工作,有恒电流和恒高度两种工作模式,当采用恒电流模式进行图像扫描时,可观察样品表面的形貌起伏。

4 测试条件

常温(10℃~35℃)和1个大气压环境,扫描高定向裂解石墨(HOPG, highly orientated pyrolytic graphite)基底表面,得到如图1所示的图像,则证明仪器工作正常,可以进行八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面吸附结构的测试。

5 测试步骤

5.1 探针制备

采用机械成型法制备铂/铱(Pt/Ir)探针。以锋利的剪刀将一根细铂/铱丝(直径 0.25 mm, 比例为 Pt : Ir = 90 : 10)沿轴向约 30°~40°迅速剪断。

5.2 基底制备及表征

用导电胶将石墨基底粘在直径为 100 mm~200 mm 的钢片上,通过解理方法制备新鲜石墨表面。将制备的石墨基底放置在扫描隧道显微镜的样品台上作为一个电极,将制备的 Pt/Ir 探针固定在扫描头上作为另一个电极,在常温和 1 个大气压环境条件下用恒电流模式采集图像,图像采集条件为隧道电流 $I=800\text{ pA}\sim 1\ 000\text{ pA}$,偏压 $E_{\text{bias}}=10\text{ mV}\sim 50\text{ mV}$,得到石墨基底原子级分辨的 STM 图像(见图 1)。图像具有三重对称性,经傅立叶变换后为呈正六边形结构,单胞参数为 $a=b=0.25\text{ nm}\pm 0.02\text{ nm}$, $\alpha=60^\circ\pm 2^\circ$,如图 1 中的平行四边形所示。

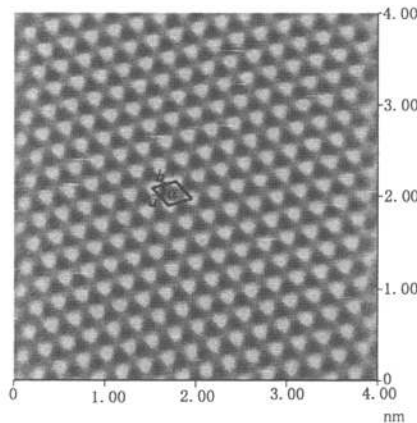


图 1 石墨表面原子级分辨率的 STM 图像

5.3 样品制备

将八辛氧基酞菁铜分子溶于甲苯(HPLC 级)中得到样品溶液,其浓度范围为 $10^{-6}\text{ mol/L}\sim 10^{-5}\text{ mol/L}$ 。取 $5\ \mu\text{L}$ 样品溶液滴在新鲜解理的石墨表面上,待甲苯蒸发完,得到吸附有八辛氧基酞菁铜分子的样品。

5.4 样品检测

在得到 5.2 中图 1 所示的石墨基底的 STM 图像后,采用相同的步骤和模式,在相同的实验环境下,采集按 5.3 制备的吸附有八辛氧基酞菁铜分子的石墨表面的 STM 图像,图像采集条件为隧道电流 $I=920\text{ pA}\pm 50\text{ pA}$,偏压 $E_{\text{bias}}=-600\text{ mV}\pm 50\text{ mV}$,得到八辛氧基酞菁铜在石墨表面的吸附结构,见图 3。

图 3 显示八辛氧基酞菁铜分子在 STM 图像中呈中心为暗的四个亮瓣组成的结构。图 3 右上角的插入图为单个八辛氧基酞菁铜分子放大的 STM 图像。

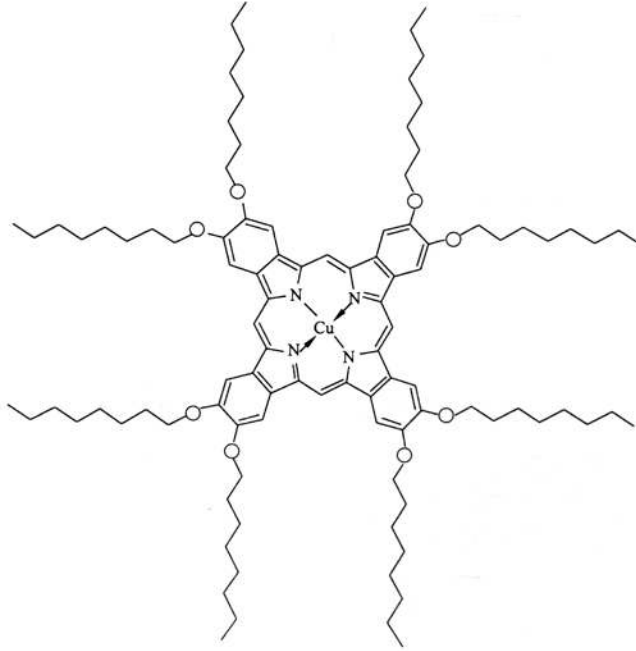
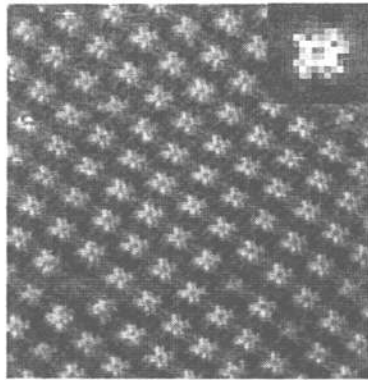


图 2 八辛氧基酞菁铜分子的化学结构



25.4 nm×25.4 nm

图 3 八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面吸附结构的 STM 图像，
插入图像为八辛氧基酞菁铜分子的高分辨 STM 图像

6 测试结果

在仪器工作状态正常时,使用推荐参数扫描八辛氧基酞菁铜分子在石墨表面的吸附结构,得到如图 3 所示的八辛氧基酞菁铜分子的 STM 图像。