

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA**

**FACULTAD DE CIENCIAS**



**“DISEÑO Y CONSTRUCCION DE UN MICROSCOPIO  
DE EFECTO TUNEL”**

**TESIS**

**PARA OPTAR EL TITULO DE LICENCIADO EN**

**FISICA**

**FERNANDO ENRIQUE CAMINO MENDEZ**

**LIMA-PERU**

**1996**

## PREFACIO

El Microscopio de Efecto Túnel (MET) es un instrumento de análisis muy útil dentro del campo de la Ciencia de los Materiales.

El MET que hemos construido nos permite obtener imágenes con resolución atómica de superficies metálicas y semiconductoras al ambiente, pero el proyecto en realidad apunta a construir un MET que muestre imágenes de alta resolución en soluciones electrolíticas. La construcción de un MET que funcione en medio líquido nos permitirá estudiar in situ las interfaces sólido-líquido durante procesos de intercalación catiónica y/o redox. Pienso que la presente tesis nos acerca bastante a nuestro objetivo.

El MET fue desarrollado en el Laboratorio de Películas Delgadas de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería. Tuvimos un apoyo especial del Laboratorio de Superficies del Departamento de Física de la Universidad de Chile con quien colaboramos mutuamente.

Los resultados parciales del presente trabajo fueron presentados en:

-Seminario Software Científico: Física y Matemática organizado por CONCYTEC.

-XI Simposio Peruano de Física.

-Sociedad Peruana de Microscopía. Electrónica.

## RESUMEN

En esta Tesis se presenta el diseño, la construcción y la puesta en marcha del primer Microscopio de Efecto Túnel con resolución atómica desarrollado en el Perú, que opera a presión atmosférica. Se detallan las etapas mecánica, electrónica y de computación.

Se muestran las primeras imágenes con resolución atómica de grafito pirolítico altamente orientado obtenidas con este microscopio en condiciones de temperatura ambiente y presión atmosférica.

El cabezal del microscopio es de pequeño tamaño ( $< 1\text{ cm}^3$ ) y masa ( $< 3\text{ g}$ ), utiliza un arreglo concéntrico de dos piezotubos que compensan la deriva en temperatura. El mecanismo de aproximación gruesa utiliza el método de deslizamiento inercial mediante control electrónico automático y no necesita de componentes mecánicos adicionales lo que le da al microscopio una alta frecuencia de resonancia y una independencia mecánica del ambiente. El cambio de puntas y muestras resulta una tarea rápida.

Se incluye en esta tesis un modelo teórico simple del tunelaje conocido como método de dispersión. Este método considera una barrera de potencial unidimensional y calcula la probabilidad de transmisión utilizando el método WKB y un metal de electrones libres.

# INDICE

## PREFACIO

## RESUMEN

<b>1. INTRODUCCION</b>	<b>1</b>
<b>1.1 ANTECEDENTES</b>	<b>2</b>
<b>1.2 OBJETIVOS DE LA TESIS</b>	<b>3</b>
<b>2. ASPECTOS GENERALES DE UN MICROSCOPIO DE EFECTO TUNEL</b>	<b>5</b>
<b>2.1 PRINCIPIO DE TUNELAJE</b>	<b>5</b>
2.1.1 METODO DE DISPERSION	6
2.1.2 METODO DEL HAMILTONIANO DE TRANSFERENCIA	10
<b>2.2 MODOS DE OPERACION</b>	<b>11</b>
2.2.1 TOPOGRAFIA	11
2.2.2 ESPECTROSCOPIA I/V	12
2.2.3 ESPECTROSCOPIA I/Z	13
<b>2.3 DISEÑO MECANICO</b>	<b>14</b>
2.3.1 AISLAMIENTO VIBRACIONAL	14
2.3.2 ESTABILIDAD TERMICA	21
2.3.3 ELEMENTOS DE DESPLAZAMIENTO X, Y, Z	22
2.3.4 EL MECANISMO DE APROXIMACION GRUESA	28
2.3.5 PREPARACION DE LA PUNTA	28
<b>2.4 ELECTRONICA</b>	<b>29</b>
<b>2.5 COMPUTADORA</b>	<b>32</b>
<b>3. DISEÑO Y CONSTRUCCION DEL MET-UNI</b>	<b>33</b>
<b>3.1 EL CABEZAL DEL MET-UNI</b>	<b>33</b>
3.1.1 PORTA-PUNTA	35
3.1.2 SUJETADOR DE PORTA-PUNTA	37
3.1.3 BASE	38
3.1.4 CUERPO DEL CABEZAL	41

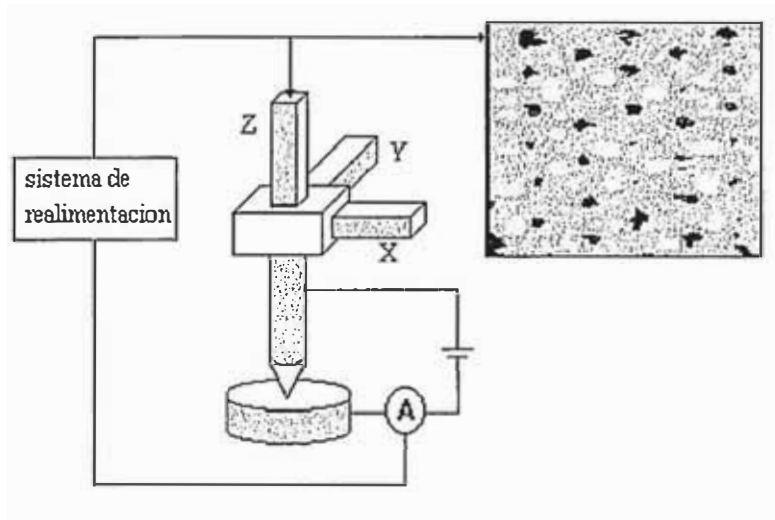
<b>3.2 SISTEMA DE AISLAMIENTO</b>	<b>42</b>
<b>3.3 MOVIMIENTO GRUESO Y FINO DE LA PUNTA</b>	<b>44</b>
3.3.1 MOVIMIENTO GRUESO	44
3.3.2 MOVIMIENTO FINO	47
<b>3.4 PREPARACION DE LAS PUNTAS</b>	<b>48</b>
<b>3.5 ELECTRONICA</b>	<b>49</b>
3.5.1 EL AMPLIFICADOR DE CORRIENTE	49
3.5.2 EL PREAMPLIFICADOR	52
3.5.3 CIRCUITO DE CONTROL	53
3.5.4 AMPLIFICADOR DE PIEZO Z	54
3.5.5 AMPLIFICADORES DE BARRIDO	55
3.5.6 PROTECCION CONTRA CHOQUE DE LA PUNTA	56
<b>3.6 COMPUTACION</b>	<b>57</b>
3.6.1 COMPUTADORA Y TARJETA DE INTERFAZE	57
3.6.2 SOFTWARE	57
<b>4. RESULTADOS EXPERIMENTALES</b>	<b>61</b>
<b>5. CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS</b>	<b>68</b>
5.1 CONCLUSIONES	68
5.2 SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS	68
<b>REFERENCIAS</b>	<b>70</b>
<b>APENDICE A: Cálculo de <math>dn(v_x)</math></b>	<b>72</b>
<b>APENDICE B: Cálculo de la probabilidad de transmisión <math>D(E_x)</math> utilizando el método WKB</b>	<b>75</b>
B.1 INTRODUCCION	75
B.2 LA APROXIMACION WKB	76
B.3 FORMULAS DE CONEXION	77
B.4 PROBABILIDAD DE PENETRACION EN UNA BARRERA	80
<b>APENDICE C: Aproximación para la integral de una función arbitraria <math>f^{1/2}</math></b>	<b>83</b>

<b>APENDICE D: Obtención de la ecuación (2.13)</b>	<b>85</b>
<b>APENDICE E: Sistema completo del MET-UNI</b>	<b>89</b>
<b>APENDICE F: Diagramas de construcción de las bases y el cuerpo del cabezal del MET-UNI</b>	<b>91</b>
<b>APENDICE G: Hoja del fabricante del OPA128</b>	<b>97</b>
<b>APENDICE H: Planos de las etapas electrónicas del MET-UNI</b>	<b>106</b>
<b>APENDICE I: Listado del software del MET-UNI</b>	<b>111</b>

# 1. INTRODUCCION

Desde su invención en 1981 por G. Binnig, H. Rohrer, y co-trabajadores en el IBM Zürich Research Laboratory, la microscopía de efecto túnel (MET) ha llegado a ser una técnica invaluable para el análisis de superficies, permitiendo la investigación de estructuras superficiales en espacio real a nivel atómico. El MET puede resolver la estructura electrónica local a escala atómica de literalmente cualquier superficie sólida conductora, en casi cualquier ambiente: en aire, en atmósfera de gas inerte, en líquidos, en ultra alto vacío, y desde bajas temperaturas hasta muchos cientos de grados centígrados. Debido a su amplia aplicabilidad, El MET a sido adoptado por muchas distintas disciplinas científicas incluyendo la física del estado sólido, la ciencia de los materiales, química, biología, y metrología. El horizonte se ha ampliado aún más al desarrollarse técnicas de barrido relacionadas que se conocen como técnicas SXM (del inglés Scanning X Microcopy) donde "X" representa alguna clase de interacción entre la punta y la superficie de la muestra. La técnica SXM más desarrollada - aparte del MET - es la microscopía de fuerza atómica conocida por SFM (en inglés Scanning Force Microscopy), inventada en 1986 por G. Binnig, C.F. Quate y Ch. Gerber en Standford University. SFM permite también el estudio a nivel atómico de superficies de aislantes.

El principio del MET es simple: una punta muy fina se mantiene cerca de la muestra mediante un sistema de realimentación, y haciendo un barrido de la punta sobre la muestra obtenemos una imagen a partir de la señal de realimentación (Fig. 1.1). Tanto la punta como la muestra son conductoras, y al aplicar un pequeño voltaje entre la punta y la muestra una pequeña corriente túnel empieza a fluir, siempre y cuando la distancia punta-muestra sea muy pequeña (del orden de 1 nanómetro). Esta corriente es fuertemente dependiente de la distancia y al medir la corriente podemos determinar la distancia. La punta se mueve mediante cerámicos piezoeléctricos, que cambian de dimensión al aplicarles voltaje. La resolución del MET es muy alta, hasta la escala atómica, i.e. 1 Å lateralmente y 0,01 Å verticalmente.



**Fig. 1.1** En el MET la imagen se forma haciendo un barrido de una punta muy afilada sobre la muestra. Un sistema de realimentación mantiene la distancia punta-muestra (alrededor de  $10 \text{ \AA}$ ) constante controlando el voltaje aplicado al piezoelemento z. La distancia se determina midiendo la corriente túnel entre la punta conductora y la muestra conductora. Esta corriente es fuertemente dependiente de la distancia. Cuando se hace que la punta haga un barrido sobre la muestra aplicando voltajes apropiados a los piezos-x e y, el sistema de realimentación ordena al piezo-z que mueva la punta de tal forma que siga la superficie a una distancia punta-muestra constante. La señal de realimentación provee información de la topografía de la superficie y graficando esta señal, generamos una imagen. La imagen en la figura es una imagen real de un monocristal de grafito. tomada con nuestro MET. La distancia entre puntos claros (átomos de la primera capa atómica superficial) es de  $2,46 \text{ \AA}$ .

En el presente trabajo detallaremos las etapas mecánica, electrónica y de computación de las que consta el primer MET diseñado en el Perú. Nuestro MET funciona en atmósfera de aire y a temperatura ambiente.

### 1.1 ANTECEDENTES

Las aplicaciones experimentales de tunelaje fueron iniciadas alrededor de 1960 por Giaever y otros. Pero no fue la juntura metal-vacío-metal la que estuvo bajo estudio. Como lo dijo Giaever<sup>1</sup> “Para ser capaz de medir la corriente de tunelaje los dos metales deben de estar separados no mas de  $100 \text{ \AA}$ , y nosotros decidimos desde el principio no usar aire o vacío entre los dos debido a problemas con las vibraciones". En su lugar, los experimentos utilizaron junturas metal-aislante-metal. Estas junturas de tunelaje han sido la herramienta estándar para investigaciones experimentales en superconductores desde entonces, y fueron



utilizadas, por ejemplo, para realizar confirmaciones precisas de la teoría BCS ( Bardeen, Cooper y Schrieffer) sobre superconductividad.

Binnig y colegas no fueron los primeros en trabajar en un microscopio basado en una punta de barrido. En 1971 se reportó la primera observación del tunelaje metal-vacío-metal por Young y colegas<sup>2</sup>. Ellos crearon además un instrumento el cual tenía todos los componentes básicos de un MET. Al instrumento se le llamó el “topografiner”,<sup>3</sup> pero principalmente debido a problemas de vibración, éste no podía ser operado en el rango de tunelaje. En cambio trabajó en el modo de emisión de campo, con una distancia punta-muestra de algunos cientos de angströms. Esta operación limitó la resolución a 30 Å en la dirección vertical y 4000 Å en las direcciones laterales.

La exitosa combinación del barrido de una punta mediante piezoeléctricos y del tunelaje a través del vacío fue por primera vez demostrada en 1981 por Binnig y colaboradores,<sup>4</sup> su invención marcó un hito en la ciencia de los materiales. Ellos inventaron un instrumento que pondría el mundo de escala nanoscópica a nuestro alcance. El impacto que este instrumento causó en la ciencia fue razón para que Binnig y Rohrer recibieran el Premio Nobel de Física en 1986.

El proyecto de construcción de nuestro MET empezó en Enero de 1995 en estrecha colaboración entre el Laboratorio de Microscopía Túnel del Departamento de Física de la Universidad de Chile a cargo del Dr. Boris Chornik. y el Laboratorio de Películas Delgadas de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería.

## **1.2 OBJETIVOS DE LA TESIS**

Nuestro principal propósito es el construir un MET que opere en atmósfera de aire y a temperatura ambiente, y principalmente que tenga resolución atómica. La necesidad de un instrumento de este tipo en nuestro laboratorio ya ha sido señalada. La construcción de un MET en nuestro laboratorio nos pone a la vanguardia de la Instrumentación Científica en el Perú.

En la presente tesis se detalla las etapas mecánica, electrónica, y de computación del primer MET construido en el país. Mostramos las primeras imágenes con resolución atómica

obtenidas con este instrumento. Las imágenes son de un monocristal de grafito y fueron tomadas en ambiente de aire a presión atmosférica y temperatura ambiente.

Pensamos que el presente instrumento será de gran ayuda para el análisis estructural de las superficies de las películas delgadas metálicas que se desarrollan en nuestro laboratorio. Con unas pequeñas modificaciones, nuestro MET podrá operar en medio líquido, lo que nos permitirá estudiar in situ las interfaces sólido líquido.

## 2. ASPECTOS GENERALES DE UN MICROSCOPIO DE EFECTO TUNEL

En este capítulo describiré los métodos y la instrumentación del MET.<sup>5,6</sup> Esta descripción nos dará también un entendimiento general de cualquier otro microscopio de barrido del tipo sonda, pues estos microscopios deben de solventar los mismos problemas de diseño que el MET. Aquí abordaré las principales partes de un MET: el cabezal mecánico, la electrónica, la computación, y la punta. Creo conveniente incluir previamente una breve descripción del principio de tunelaje y de los modos básicos de operación.

### 2.1 PRINCIPIO DEL TUNELAJE

Existen dos modos de abordar teóricamente el efecto del tunelaje en el MET. El primero se conoce como el modelo de dispersión, donde la ecuación de Schrödinger se resuelve acoplando una onda incidente con una onda reflejada y transmitida. Este modelo es simple, sin embargo, el cálculo de la probabilidad de transmisión puede ser muy difícil. Simmons<sup>7</sup> solucionó este problema en una dimensión utilizando el método WKB y un metal con electrones libres, lo que es un modelo muy simplificado. El segundo método se le conoce como el del hamiltoniano de transferencia,<sup>8</sup> en donde la punta y la muestra se consideran dos sistemas independientes con una interacción débil. Ambas teorías han sido utilizadas con éxito en uniones planas donde la distancia de separación es de 10 nm y el tunelaje es esencialmente unidimensional debido a la fuerte dependencia de la distancia. El gap de túnel en el MET es mucho más pequeño, cerca de 1 nm, y la punta se supone aguda y no plana. Esto nos hace dudar sobre el método del hamiltoniano de transferencia porque éste está limitado a una interacción débil entre los electrodos. Sin embargo, es ampliamente utilizado ya que permite la incorporación de muchas partículas y efectos inelásticos en geometrías tridimensionales.

A continuación daré una breve explicación del método de dispersión el cual nos permite mostrar la dependencia exponencial de la corriente de tunelaje respecto a la distancia punta-muestra.

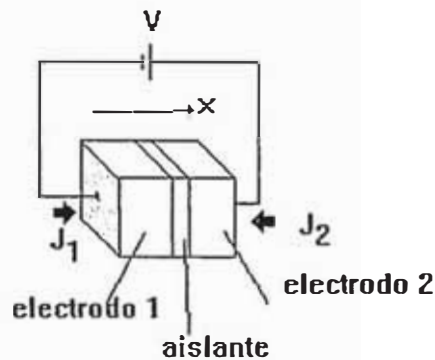
## 2.1 METODO DE DISPERSION

Consideremos dos electrodos 1 y 2 (muestra y punta respectivamente en nuestro modelo) muy cerca uno de otro y separados por el vacío. Si la barrera es lo suficientemente delgada, los electrones pueden fluir a través de la barrera entre los electrodos mediante el efecto túnel. Encontremos la densidad de corriente de tunelaje.

Inicialmente consideremos la densidad de corriente que fluye del electrodo 1 al 2. Tomemos el eje  $x$  normal a la superficie de las placas conductoras y consideremos aquellos electrones con una determinada componente de velocidad  $v_x$ . En un intervalo de tiempo  $dt$ , todos los electrones de esta clase que se hallen a una distancia  $v_x dt$  deben de pasar la barrera siempre que se les multiplique por la probabilidad de penetrar la barrera  $D(E_x)$  donde  $E_x$  es la energía cinética de los electrones en la dirección  $x$ . Si las placas tienen superficie  $A$ , el número de electrones que pasan la barrera en un intervalo de tiempo  $dt$  es igual al número de ellos contenidos en el volumen  $V_L$ .

$$V_L = Av_x dt, \quad 2.1$$

multiplicado por  $D(E_x)$  (Fig. 2.1).



**Fig. 2.1** En este modelo el electrodo 1 representa a la muestra y el electrodo 2 a la punta. El aislante es el vacío. Entre punta y muestra hay una voltaje  $V$ .

Por lo tanto, si  $dn(v_x)$  es el número de electrones por unidad de volumen con velocidades entre  $v_x$  y  $v_x + dv_x$ , el número de electrones con este rango de velocidades que atraviesan la barrera es

$$N_1 = D(E_x)dn(v_x)V_L = D(E_x)dn(v_x)Av_x dt. \quad 2.2$$

Reemplazando en (2.2) el valor de  $d\eta(v_x)$  (ver apéndice A) y realizando el cambio  $E_x = \frac{1}{2}mv_x^2$ , y  $E_r = \frac{1}{2}m(v_y^2 + v_z^2)$ , tenemos que la densidad de corriente que fluye del electrodo 1 al 2 es

$$J_1 = \frac{4\pi me}{h^3} \int_0^{E_m} D(E_x) dE_x \int_0^{\infty} f(E) dE_r, \quad 2.3$$

donde  $E_m$  es la máxima energía cinética de los electrones en el electrodo.

La densidad de corriente que por efecto túnel fluye del electrodo 2 al 1 se calcula de una manera similar. La probabilidad de tunelaje  $D(E_x)$  es la misma en ambas direcciones. Considerando electrodos similares, y como el electrodo 2 esta a un potencial positivo  $V$ , respecto al electrodo 1, la función Fermi-Dirac se escribe como  $f(E+eV)$ ; entonces,

$$J_2 = \frac{4\pi me}{h^3} \int_0^{E_m} D(E_x) dE_x \int_0^{\infty} f(E + eV) dE_r. \quad 2.4$$

El flujo neto de electrones  $J = J_1 - J_2$  a través de la barrera es

$$J = \left( \int_0^{E_m} D(E_x) dE_x \right) \frac{4\pi me}{h^3} \int_0^{\infty} [f(E) - f(E + eV)] dE_r. \quad 2.5$$

Si hacemos

$$\alpha_1 = \frac{4\pi me}{h^3} \int_0^{\infty} f(E) dE_r, \quad 2.6$$

y

$$\alpha_2 = \frac{4\pi me}{h^3} \int_0^{\infty} f(E + eV) dE_r, \quad 2.7$$

y  $\alpha = \alpha_1 - \alpha_2$ , la ec. (2.5) se convierte en

$$J = \int_0^{E_m} D(E_x) \alpha dE_x. \quad 2.8$$

La probabilidad  $D(E_x)$  que un electrón pueda penetrar una barrera de potencial de altura  $V(x)$  (se asume que la barrera esta en la dirección  $x$  como se muestra en la Fig. 2.2) esta dada por la aproximación WKB (los detalles de su cálculo se encuentran en el apéndice B)

$$D(E_x) = e \exp \left( -\frac{4\pi}{h} \int_{s_1}^{s_2} [2m(V(x) - E_x)]^{\frac{1}{2}} dx \right). \quad 2.9$$

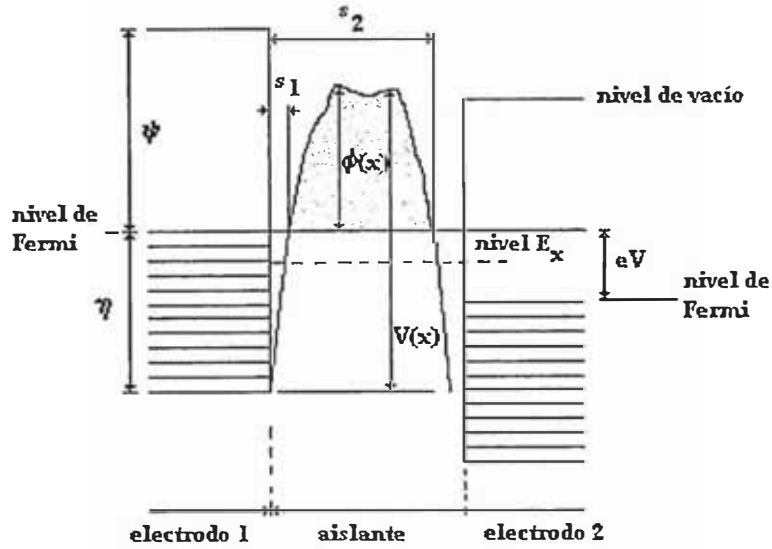


Fig. 2.2 Barrera de forma genérica entre dos electrodos metálicos separados por el vacío.

Escribamos\*  $V(x) = \eta + \phi(x)$ , con referencia a la Fig. 2.2, donde  $\eta$  es el nivel de Fermi del electrodo negativo, y  $\phi(x)$  es la altura del potencial por encima del nivel de Fermi. Realizando este reemplazo en la (2.9) e integrando (utilizando (C.8) del apéndice C), tenemos

$$D(E_x) \approx \exp \left[ -A(\eta + \bar{\phi} - E_x)^{\frac{1}{2}} \right], \quad 2.10$$

donde  $\bar{\phi}$ , la altura media de la barrera por encima del nivel de Fermi del electrodo a potencial negativo, es.

$$\bar{\phi} = \frac{1}{\Delta s} \int_{s_1}^{s_2} \phi(x) dx, \quad 2.11$$

y

\* La sustitución  $V(x) = \eta + \phi(x)$  supone que el ancho  $\Delta s$  de la barrera en el rango  $E_x > V(x) > \eta$  es constante e igual al ancho de la barrera en el nivel de Fermi. Esto se justifica pues  $\Delta s$  varía muy lentamente debajo del nivel de Fermi (Fig. 2.2), y la integral es apreciable sólo cuando  $E_x \approx \eta$ .

$$A = (4\pi \frac{\Delta s}{h})(2m)^{1/2}. \quad 2.12$$

Reemplacemos (2.10) en (2.8). En el apéndice D se evalúa  $\alpha$  a 0°K (la función Fermi-Dirac varía muy poco entre 0°K y la temperatura ambiente) y se detallan los cálculos de la integral (C.8) y de las aproximaciones a voltajes pequeños (en el MET el voltaje punta-muestra  $V$  es de 50 mV aproximadamente). Luego tenemos que la densidad de corriente túnel neta es

$$J = J_L \bar{\phi}^2 V \exp(-A \bar{\phi}^2), \quad 2.13$$

donde  $J_L = [(2m)^{1/2} / \Delta s] (e/h)^2$ .

Para apreciar mejor la dependencia de la corriente túnel con la distancia, *hagamos*  $K = (2m)^{1/2} (e/h)^2 \bar{\phi}^{1/2}$ ,  $Q = (4\pi/h)(2m)^{1/2}$ . y escribamos  $\Delta s$  como  $z$ , luego (2.13) toma la forma

$$J = K \frac{V}{z} \exp(-Q \sqrt{\bar{\phi} z}). \quad 2.14$$

La principal característica de (2.14) es la dependencia exponencial con  $z$  (distancia punta-muestra). Evaluando  $Q$  vemos que vale  $1,025 \text{ (eV)}^{-1/2} \text{ \AA}^{-1}$ . Un cambio en la distancia túnel de  $1 \text{ \AA}$ , con  $\bar{\phi} = 4 \text{ eV}$ , hará cambiar la corriente túnel aproximadamente en un orden de magnitud. Si la corriente túnel se mantiene constante dentro de digamos 2%, entonces el gap  $z$  se mantendrá constante dentro de  $0,01 \text{ \AA}$ . Es este hecho, el que sirve de base para interpretar la imagen como un simple contorno a altura constante por encima de la superficie.

Desafortunadamente, este modelo simple falla justamente cuando las imágenes se tornan interesantes. Cuando movemos una punta atómicamente fina sobre un plano de átomos manteniendo la corriente constante, dándonos una imagen con corrugaciones por debajo de  $1 \text{ \AA}$ , no está claro que distancia debe de hacer el papel de  $z$  en (2.14). Además, ya que el tunelaje involucra estados en el nivel de Fermi, los cuales de por sí pueden tener una estructura espacial compleja, debemos esperar que la estructura electrónica de la superficie y la punta interaccionen en una forma compleja, esto llevó a muchos investigadores a considerar el problema de tunelaje tridimensionalmente.<sup>9-12</sup> A continuación daré las premisas de este modelo, pero su discusión a fondo la pospondré para un siguiente trabajo.

## 2.1.2 METODO DEL HAMILTONIANO DE TRANSFERENCIA

Para distancias punta-muestra de interés en el MET, del orden de 4 Å o más, consideraremos la interacción superficie-punta como extremadamente débil. Luego, es natural calcular la corriente túnel con la teoría de perturbaciones de primer orden, la cual es esencialmente exacta en este caso. A bajas temperaturas, esta corriente es

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{u,v} f(E_u)[1 - f(E_v + eV)] |M_{uv}|^2 \delta(E_u - E_v), \quad 2.15$$

donde,  $M_{uv}$  es la matriz de tunelaje,  $f(E)$  es la función de Fermi,  $V$  es el voltaje a través de la barrera, y  $E_u$  es la energía del estado  $u$ , donde  $u$  y  $v$  recorren todos los estados de la punta y superficie respectivamente.

Bardeen mostró<sup>8</sup> que la matriz de tunelaje  $M_{uv}$  puede ser escrita en una forma particularmente conveniente, que requiere sólo el conocimiento de las funciones de onda de los dos electrodos por separado. Específicamente

$$M_{uv} = \frac{\hbar^2}{2m} \int d\vec{S} \cdot (\Psi_u^* \nabla \Psi_v - \Psi_v \nabla \Psi_u^*), \quad 2.16$$

donde  $\Psi_u$  es la función de onda, y la integral es sobre cualquier plano en la región de la barrera. La cantidad entre paréntesis es justamente el operador corriente. En principio (2.15) y (2.16) son todo lo que se necesita para calcular la corriente, y por lo tanto la imagen del MET. Si la punta puede ser considerada como un hemisferio con una función de onda  $s$ , la corriente túnel puede ser aproximada en el límite de bajos voltajes como<sup>7</sup>

$$I \propto V \rho_v(\vec{r}_0; E_F) \rho_u(E_F), \quad 2.17$$

donde  $\rho_v(\vec{r}_0; E_F)$  es la densidad superficial de estados de la muestra en el centro de la punta y  $\rho_u(E_F)$  es la densidad de estados de la punta en el nivel de Fermi (frecuentemente considerado constante). La ec. (2.17) muestra que la punta sigue un contorno de densidad de estados superficiales constantes. A bajos voltajes, sólo los estados cercanos al nivel de Fermi contribuyen al tunelaje. Consideremos  $\phi$  como la altura de la barrera túnel, entonces para voltajes comprendidos en el rango  $\phi/e > V > 1V$ , la fórmula anterior debe de ser modificada como sigue



$$I = \int \rho_v(E) D(E, V) dE, \quad 2.18$$

donde  $\rho_v(E)$  es la densidad superficial de estados de la muestra y  $D(E, V)$  es la probabilidad de transmisión de la barrera a un voltaje  $V$ .  $D$  puede ser calculada por el método WKB como lo hemos hecho en (2.9).

## 2.2 MODOS DE OPERACION

Los tres modos principales de operación del MET son topografía, espectroscopía  $I/V$  (corriente vs. voltaje) y espectroscopía  $I/Z$  (corriente vs. altura). Existen otros modos de operación pero los citados son los principales.

### 2.2.1 TOPOGRAFIA

Los dos modos más comunes de topografía son los modos de corriente constante y altura constante. El modo de corriente constante es el primero históricamente y el más utilizado. El MET mueve la punta sobre la muestra, manteniendo una corriente túnel constante (y por lo tanto una distancia punta-muestra constante). El MET utiliza un sistema de realimentación para mantener la corriente constante. Cuando detecta un aumento en la corriente túnel, la compensa alejando ligeramente la punta de la muestra y viceversa. El dato  $z$  en este modo es el voltaje aplicado al piezoeléctrico encargado de mover verticalmente la punta. La velocidad de barrido es típicamente de  $1\mu\text{m/s}$  y esta limitado por el sistema mecánico. Este modo es ideal para barrer superficies que no son atómicamente planas.

En el modo de altura constante, se fuerza a que el sistema de realimentación responda muy lentamente. Cuando la punta barre la superficie, el sistema de realimentación responde solamente al la pendiente promedio de la superficie y la variación en la corriente se utiliza para formar la imagen. Una ventaja de este método es la posibilidad de utilizar velocidades de barrido mucho mayores que la del modo de corriente constante. Un área típica de  $1\text{nm}$  puede ser medida en una fracción de segundo. La alta velocidad de barrido, hace también que el ruido mecánico de baja frecuencia y alta amplitud sea menos molesto. Además, un barrido

rápido minimiza la distorsión de la imagen debido a deformaciones en el piezoeléctrico (creep) y derivas térmicas. Debido a que la realimentación es lenta, este modo está limitado a regiones atómicamente lisas.

En imágenes del MET de grandes áreas, la interpretación de las imágenes como un verdadero reflejo de la topografía de la superficie es muy buena, siempre que la muestra no contenga regiones aislantes. Sin embargo, esto no es siempre correcto a escala atómica. El MET sensa la densidad electrónica de la muestra y esta puede desviarse considerablemente de la posición de los átomos, haciendo más difícil la interpretación de las imágenes. También es posible que aparezcan grandes corrugaciones debido a deformaciones elásticas en la superficie inducidas por fuerzas atómicas entre la punta y la superficie.

La punta es un factor muy importante que debe de ser considerado en la interpretación de las imágenes topográficas. En las imágenes es común observar distorsiones relacionadas con la punta. Un efecto es debido a la existencia de múltiples puntas. El tunelaje de más de una punta al mismo tiempo, resulta en una imagen que es la superposición de diferentes partes de la muestra. A una escala mayor, la forma de la punta puede resultar en grandes distorsiones de las imágenes si la muestra tiene grandes corrugaciones. En el caso extremo en el que la muestra contenga un pico que sobresalga de la superficie, se mostrará la imagen de la punta en lugar de mostrar la de la muestra.

### 2.2.2 ESPECTROSCOPIA I/V

En este modo uno varía el voltaje entre punta y muestra para obtener espectros I/V de puntos seleccionados de la superficie de la muestra. Algunas propiedades electrónicas tales como el gap de energía en un semiconductor o superconductor puede ser medida directamente. Para bajos voltajes, se puede deducir la densidad local de estados (LDOS por sus siglas en inglés) de  $dI/dV$  vs.  $V$  mediante

$$\frac{dI}{dV} \propto \rho_v(\vec{r}, V)D(V), \quad 2.19$$

donde  $\rho_s(\vec{r}, I)$  es la LDOS de la muestra evaluada en el centro de la punta ( $\vec{r}$ ), y  $D(V)$  es la probabilidad de transmisión definida en (2.18). Para voltajes mayores esta relación debe de ser modificada. <sup>13</sup>

El tipo de espectroscopía más simple es tomar dos imágenes, una con voltaje de punta positivo y otra con voltaje negativo (respecto a la muestra). En el primer modo se monitorean los estados vacíos de la muestra, y en el segundo caso los estados ocupados..

Un método más avanzado es tomar curvas  $I/V$  en cada punto de la imagen. Esto se realiza abriendo el lazo de realimentación para medir la corriente túnel a diferentes voltajes punta-muestra.

### 2.2.3 ESPECTROSCOPIA $I/Z$

La función trabajo  $\phi$  es por definición la energía necesaria para llevar un electrón de la superficie hasta el infinito. En la práctica la función trabajo se mide a una distancia finita y se promedia sobre un área finita. Es por lo tanto una propiedad global, no una local. En contraste, la altura de barrera túnel  $\phi$  es una propiedad local. Derivando (2.14) se tiene

$$\frac{\partial I}{\partial z} \propto -(1/z + A\sqrt{\phi}). \quad 2.20$$

El primer término  $1/z$ , es mucho menor que el segundo para una distancia típica de  $10 \text{ \AA}$ , por lo tanto, puede ser despreciado. La ec. (2.20) nos muestra que la altura de la barrera puede ser determinada cambiando la altura de la distancia punta-muestra y midiendo la corriente. La forma práctica de medir  $\partial I/\partial z$  es aplicando una pequeña modulación de voltaje al piezo-z con una frecuencia bastante por encima de la frecuencia de corte del sistema de realimentación mientras se opera el MET en el modo de corriente constante. La corriente alterna resultante puede ser medida usando un amplificador lock-in.

## 2.3 DISEÑO MECANICO

La etapa mecánica es la que ofrece más dificultades en la construcción de un MET. Para darnos una idea del porqué de esta dificultad recordemos que en el MET se desea una resolución de  $0,1 \text{ \AA}$  en la dirección vertical (dirección  $z$ ) y alrededor de  $1 \text{ \AA}$  lateralmente, dado que para un MET la observación a escala atómica es el principal objetivo. El área de barrido debe de ser variable y de por lo menos  $0,1 \text{ \mu m}$ . Un mecanismo de aproximación gruesa se debe de encargar de llevar la punta desde una distancia aproximada de  $1 \text{ mm}$  hasta la distancia túnel con una resolución aproximada de  $100 \text{ nm}$ .

### 2.3.1 AISLAMIENTO VIBRACIONAL

El aislamiento de vibraciones es uno de los elementos críticos para conseguir que el MET muestre resolución atómica. La corrugación típica de las imágenes del MET es de  $0,1 \text{ \AA}$ , por lo tanto la perturbación debida a la vibración externa debe de reducirse a menos de  $0,01 \text{ \AA}$ .

Mucho de la física en que se basa el aislamiento de vibración en el MET se puede ilustrar por un sistema vibratorio con un grado de libertad, tal como se muestra en la Fig. 2.3.

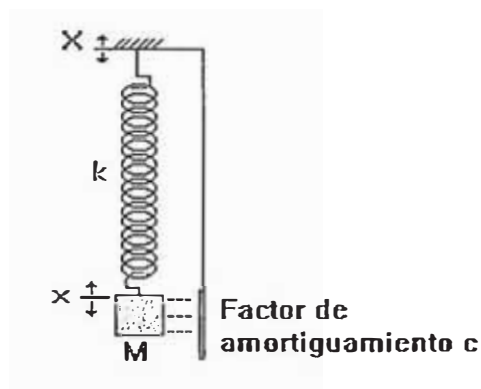


Fig. 2.3 Sistema vibratorio con un grado de libertad.

El marco del instrumento sufre las vibraciones transmitidas del piso y el aire. El desplazamiento del marco se describe por una función del tiempo  $X(t)$ . El MET se representa por una masa  $M$ , montada en el marco. El problema del aislamiento de vibraciones es idear un montaje apropiado que reduzca la vibración transferida a la masa, es decir, minimizar su

desplazamiento  $x(t)$ . El método básico es montar la masa al marco a través de un resorte suave como se muestra en la Fig. 2.3. La fuerza restauradora del resorte que actúa sobre la masa es

$$f = -k(x - X), \quad 2.21$$

donde  $k$  es la constante del resorte. Además una fuerza viscosa (amortiguamiento) actúa entre el marco y la masa

$$f_{vis} = -c(\dot{x} - \dot{X}). \quad 2.22$$

La ecuación de movimiento para la masa se reduce a

$$\ddot{x} + 2\gamma\dot{x} + \omega_0^2 x = F(t) = 2\gamma\dot{X} + \omega_0^2 X, \quad 2.23$$

donde  $\gamma = c/2M$ ,  $\omega_0 = 2\pi f_0 = (k/M)^{1/2}$  y  $f_0$  es la llamada frecuencia natural.  $F(t)$  representa la fuerza transmitida del marco a la masa. Si suponemos una vibración sinusoidal,

$$X(t) = X_0 \exp(i\omega t), \quad 2.24$$

el movimiento de la masa (en el estado estacionario), debe de ser también sinusoidal,

$$x(t) = x_0 \exp(i\omega t). \quad 2.25$$

Sustituyendo (2.24) y (2.25) en (2.23) tenemos que la función de transferencia del sistema de aislamiento de vibraciones es

$$K(\omega) = \left| \frac{x_0}{X_0} \right| = \sqrt{\frac{\omega_0^4 + 4\gamma^2 \omega^2}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + 4\gamma^2 \omega^2}}. \quad 2.26$$

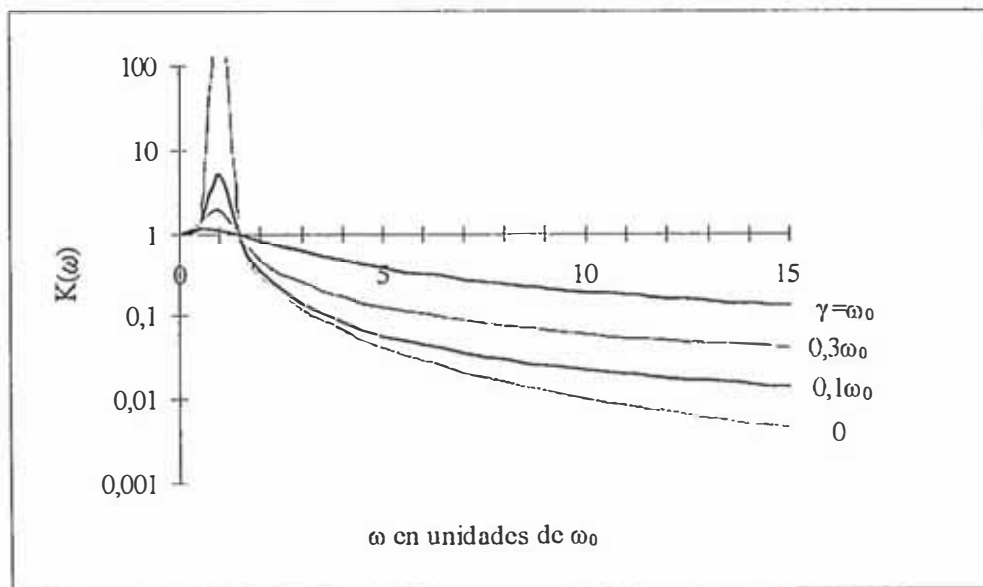


Fig. 2.4 Función de transferencia para un sistema vibratorio con un grado de libertad.

La Fig. 2.4 muestra la dependencia en frecuencia de la función de transferencia de un sistema de una sola etapa. Un sistema de aislamiento de vibraciones eficiente significa un valor pequeño de  $K(\omega)$ . Las características cualitativas de este sistema de aislamiento vibracional se pueden visualizar considerando los siguientes casos:

1. A altas frecuencias, si el amortiguamiento es despreciable ( $\gamma \rightarrow 0$ ), la función de transferencia  $K(\omega)$  es inversamente proporcional al cuadrado de la frecuencia de excitación  $f$ :

$$K(\omega) = \left(\frac{\omega_0}{\omega}\right)^2 = \left(\frac{f_0}{f}\right)^2. \quad 2.27$$

2. Si la frecuencia de excitación esta cercana a la frecuencia de resonancia ( $f \rightarrow f_0$ ), la función de transferencia puede ser mayor que la unidad, es decir, el aislamiento a la vibración empeora. Si  $\omega_0 = \omega$ , entonces

$$K(\omega_0) = \sqrt{1 + \frac{\omega_0^2}{4\gamma^2}} \approx \frac{\omega_0}{2\gamma} = Q. \quad 2.28$$

Si el factor  $Q$  es muy grande, la vibración externa para  $\omega_0$  sería amplificada enormemente. Para atenuar esta excitación resonante, se debe aplicar un amortiguamiento adecuado eligiendo un valor apropiado de  $\gamma$ .

3. El amortiguamiento empeora el aislamiento de vibraciones a altas frecuencias. Cuando  $\omega > Q\omega_0$ , la ec. (2.26) nos da

$$K(\omega) \approx \frac{1}{Q} \frac{\omega_0}{\omega} = \frac{1}{Q} \frac{f_0}{f}. \quad 2.29$$

La dependencia de la función de transferencia con la razón  $f_0/f$  es ahora lineal en lugar de cuadrática. Por lo tanto, debemos hacer un compromiso entre la suspensión de resonancia y la supresión de vibraciones de alta frecuencia. Generalmente se escogen valores de  $Q$  entre 3 y 10.

Esta claro que mientras mas baja sea la frecuencia natural, mejor será el aislamiento vibracional. La frecuencia natural es el parámetro principal de un sistema de aislamiento de vibraciones. Fácilmente podemos demostrar que para un resorte de suspensión (como en nuestro modelo) con constante de resorte  $k$ , la frecuencia natural esta relacionada con la elongación  $\Delta L$  que le produce la masa  $M$ , mediante la relación

$$f_0 = 2\pi \sqrt{\frac{g}{\Delta L}} \approx \frac{5,0}{\sqrt{\Delta L(cm)}} \quad 2.30$$

Para hacer que el sistema tenga una frecuencia natural de 1 Hz, el peso de la masa debe estirar el resorte unos 25 cm. Notemos que (2.30) es exactamente la fórmula de resonancia para un péndulo simple con longitud  $\Delta L$ . Para aislar las vibraciones laterales, el péndulo es la elección natural, luego el sistema de resorte de suspensión actúa como un dispositivo de aislamiento para las vibraciones ambientales tanto verticales como horizontales.

Podemos utilizar el modelo del resorte de suspensión para describir la influencia de la vibración externa sobre el desplazamiento relativo entre la punta y la muestra, lo cual deseamos minimizar. El marco será ahora la base donde se fijan los piezotubos y la masa será el sistema de aproximación de la punta. Un buen diseño del MET significa una alta frecuencia de resonancia (un cabezal rígido). Cuando la frecuencia de excitación es mucho menor que la frecuencia natural del MET, la punta se mueve junto al marco. De hecho, cuando  $f \ll f_0$ , La ec. (2.26) nos permite decir que

$$\frac{x_0 - X_0}{X_0} = \frac{f^2}{f_0^2} \quad 2.31$$

Si escogemos un diseño de MET rígido, las frecuencia bajas de vibración no afectaran el movimiento relativo dentro del MET.

De (2.27) y (2.31), podemos llegar a la siguiente conclusión general sobre lo que debe ser un buen sistema de aislamiento vibracional del MET. Si llamamos  $f_M$  a la frecuencia natural el MET, y  $f_I$  a la frecuencia natural del sistema de aislamiento, luego para vibraciones de frecuencias intermedias  $f_I < f < f_M$ , la función de transferencia total es

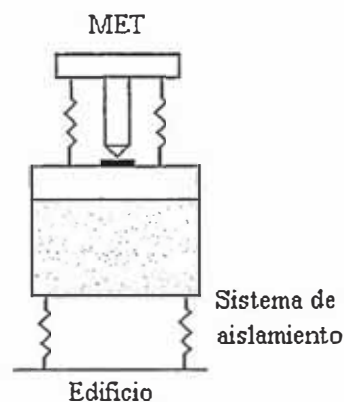
$$K(\omega) = \left(\frac{f}{f_M}\right)^2 \left(\frac{f_I}{f}\right)^2 = \left(\frac{f_I}{f_M}\right)^2 \quad 2.32$$

Por ejemplo, si la frecuencia natural del MET es de 8 kHz, y utilizamos un resorte de suspensión con frecuencia natural de 1 Hz como sistema de aislamiento vibracional, la función de transferencia total para frecuencias intermedias es constante e igual a  $1,5 \times 10^{-8}$ . Por lo tanto, la rigidez del MET es el factor más importante en el aislamiento de vibraciones.

Las principales fuentes de ruido ambiental son las vibraciones del edificio y el sonido. Las vibraciones del edificio pueden tener amplitudes de hasta varios  $\mu\text{m}$ . El espectro de frecuencias está entre 1 y 100 Hz. Las fuentes son motores, bombas y resonancia del piso. La gente que camina en el laboratorio crea un pico adicional de 1 Hz. Las amplitudes típicas están comprendidas entre 1 y 100 nm. Para ubicar nuestro MET podemos buscar una parte poco transitada y que no tenga motores cercanos, además podemos escoger trabajar en horas del día en las que hay pocas personas en el edificio, pero esto resulta muy inconveniente. De la teoría simple precedente podemos resumir que para que un MET tenga un buen diseño frente a las vibraciones externas, debe de cumplir las siguientes condiciones:

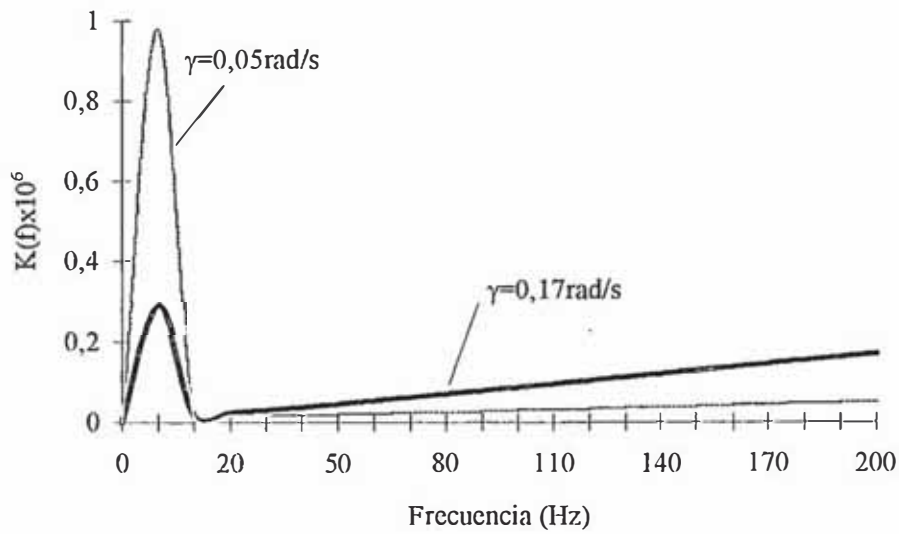
- Debe de tener una alta frecuencia de resonancia (10 kHz).
- El sistema de amortiguamiento debe de tener una frecuencia de resonancia lo más baja posible (1 Hz).

El MET con una alta frecuencia de resonancia actuará como un filtro pasa-alto y el sistema de aislamiento como un filtro pasa-bajo. El sistema combinado (Fig. 2.4) tiene una alta atenuación de ruido a través de todo el espectro (ver Fig. 2.5 y 2.6 donde se considera una frecuencia de resonancia del MET de 8 kHz y una frecuencia de resonancia del sistema de aislamiento de 1 Hz). En el gráfico de la Fig.2.5 vemos que a mayor  $\gamma$ , mejor es la atenuación de la resonancia de 1 Hz pero peor es el amortiguamiento en altas frecuencias, como se puede observar en la Fig. 2.6.

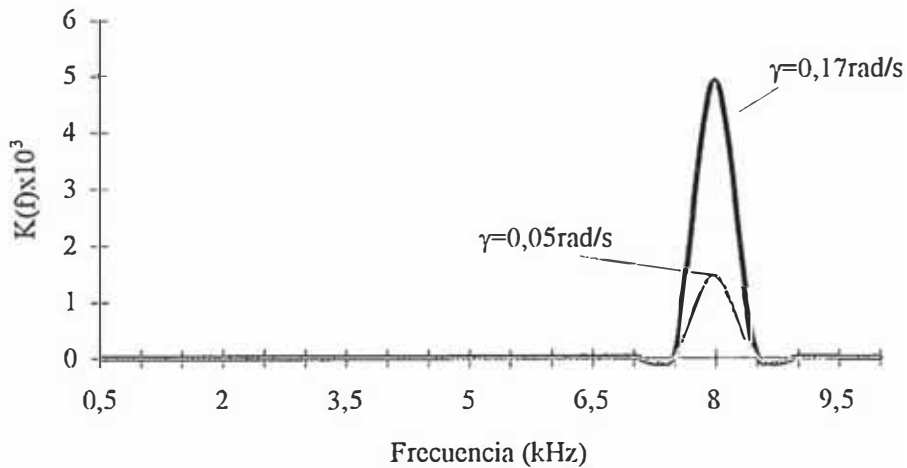


**Fig. 2.4** Modelo del sistema combinado MET-sistema de aislamiento. El MET actúa como un filtro pasa-alto y el sistema de aislamiento (mesa de amortiguación) como un filtro pasa-bajo.





**Fig. 2.5** Respuesta en frecuencia del sistema combinado para bajas frecuencias. Véase la atenuación para vibraciones que coinciden con la frecuencia resonante de 1 Hz.



**Fig. 2.6** Respuesta en frecuencia del sistema combinado para altas frecuencias. La respuesta es muy buena salvo para vibraciones externas cercanas a la frecuencia de resonancia del MET (8 kHz en este ejemplo).

Hacer que el sistema de aislamiento de vibraciones tenga una baja frecuencia de resonancia no es muy complicado. Según (2.30), vemos que debemos procurar que la elongación del resorte sea mayor que 25 cm. Esto lo podemos lograr colocando el MET sobre una base muy pesada de mármol la cual conseguirá un estiramiento adecuado. Como hemos dicho anteriormente, siempre es necesario cierto amortiguamiento. Si utilizamos un

resorte de suspensión hecho de jebe, tendremos suficiente amortiguación interna proveniente del material, pero si usamos resortes de metal será necesario un amortiguamiento adicional.

Por otro lado, para hacer que el MET tenga una alta frecuencia de resonancia, generalmente implica un diseño pequeño y rígido. Como veremos mas adelante, el diseño de MET más utilizado es el que esta hecho en base a piezoeléctricos cilíndricos (piezotubos).<sup>14</sup>

En el modo de flexión (es decir cuando hacemos que el piezotubo se flexione para que la punta barra un área determinada), la frecuencia de resonancia más baja para un piezotubo cilíndrico de longitud  $l$ , diámetro externo  $D$  y diámetro interno  $d$ , fijo en un extremo es

$$f = 0,14 \sqrt{\frac{Y}{\rho} \frac{\sqrt{(D^2 + d^2)}}{l^2}}, \quad 2.33$$

donde  $Y$  es el módulo de Young, y  $\rho$  la densidad del material. Por lo general, el espesor del piezotubo es mucho menor que  $D$ , luego  $D \approx d$ , y la ecuación anterior se escribe

$$f \approx 0,2 \sqrt{\frac{Y}{\rho} \frac{D}{l^2}}. \quad 2.34$$

Hacer que la frecuencia de resonancia sea lo más alta posible nos permitirá realizar barridos más rápidos (alcanzar lo que se denomina observación en tiempo real) y un mejor rechazo de las vibraciones ambientales. Como vemos de (2.34) esto lo podemos lograr haciendo  $l$  pequeño, mientras más pequeño mejor. El diámetro  $D$  no puede ser muy grande, ya que a mayor razón  $D/l$ , menor será el área de barrido, lo cual no se quiere.

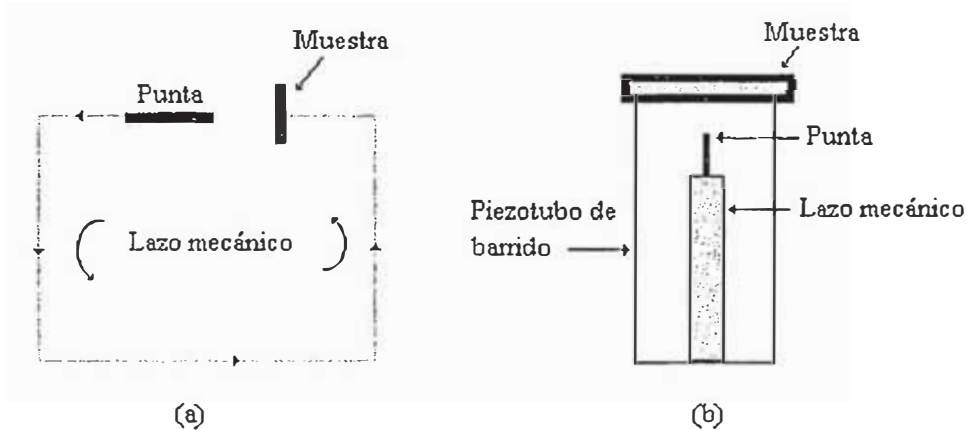
La frecuencia de resonancia más baja, en el modo de estiramiento (a lo largo del eje del cilindro) para un piezotubo cilíndrico fijo en un extremo es

$$f = \frac{1}{4l} \sqrt{\frac{Y}{\rho}}. \quad 2.35$$

Vemos que la frecuencia de resonancia en este modo es independiente de la sección transversal del piezotubo. Esta frecuencia de resonancia es la más crucial para el MET ya que corresponde a un movimiento perpendicular a la muestra. Aquí también, a menor  $l$  mayor es la frecuencia de resonancia y mejor es el rechazo de las vibraciones ambientales.

### 2.3.2 ESTABILIDAD TERMICA

Las imágenes con resolución atómica y los experimentos de espectroscopía pueden ser severamente perjudicados por la inestabilidad térmica. El análisis térmico debe considerar cada elemento del lazo mecánico de la Fig. 2.7(a).



**Fig. 2.7** (a) Lazo mecánico del MET. (b) Diagrama esquemático del lazo mecánico entre punta y muestra de un MET típico. El piezotubo cerámico se utiliza para desplazar la muestra horizontalmente respecto a la punta. El lazo mecánico representa el sistema de aproximación gruesa, el de aproximación fina y la punta en sí. Este sistema se encarga de desplazar la punta en dirección perpendicular a la muestra.

Imaginemos que el elemento de barrido sea un piezotubo cerámico y que el lazo mecánico este construido de acero inoxidable (ver Fig. 2.7(b) para una representación esquemática de lazo mecánico). El material cerámico tiene un coeficiente de dilatación térmica de  $2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  y el acero de  $20 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Si la longitud del piezotubo de barrido es de 10 mm, el cambio de longitud por unidad de temperatura será  $(20-2)(10^{-6} \text{ K}^{-1})(10 \text{ mm}) \approx 200 \text{ nm/K}$ . Supongamos que para una medida de espectroscopía en la que tomamos muchas medidas de corriente túnel para una posición determinada de la muestra durante un lapso de tiempo de 10 ms, deseamos que la corriente túnel sea estable en un 5%. Esto requiere que la estabilidad de la distancia túnel sea mejor que  $0,03 \text{ \AA}$  durante la medida. Para esto necesitamos una estabilidad térmica de aproximadamente  $10^{-5} \text{ K}$ . Tal grado de estabilidad es muy difícil de conseguir aún para intervalos de tiempo tan cortos.

Para solucionar este problema, al igual que para el aislamiento de vibraciones, el MET debe ser lo más pequeño y con la menor cantidad de piezas posible.

Adicionalmente, debemos utilizar un diseño simétrico, por lo menos para el movimiento lateral. Para el movimiento axial, la compensación es más difícil, pero si escogemos materiales con coeficientes térmicos muy similares, el problema puede ser parcialmente resuelto. Lo ideal sería utilizar el mismo material, y con un piezotubo esto se puede conseguir con un diseño que conste de dos piezotubos concéntricos. Uno de los piezotubos se encargará del movimiento lateral de la muestra y el otro del movimiento axial de la punta. Es este diseño el que hemos utilizado en nuestro MET y lo detallaremos más adelante.

### 2.3.3 ELEMENTOS DE DESPLAZAMIENTO X, Y, Z

Hasta el momento todas las imágenes publicadas han provenido de instrumentos que utilizan elementos piezoeléctricos para el movimiento lateral (barrido) de la punta sobre la muestra y para el movimiento vertical (que determina la distancia punta-muestra).

La meta de diseño principal para los elementos de traslación es hacerlos lo más rígidos posible para un rango dado de barrido. Las características más importantes son las frecuencias de resonancia tanto para los movimientos laterales (de barrido) como para los verticales. Estas frecuencias deben de estar definitivamente arriba de 1 kHz; se han logrado obtener frecuencias arriba de 30 kHz; frecuencias arriba de 100 kHz son posibles de obtener. Es muy importante tener frecuencias de resonancia altas no sólo porque ellas determinan la velocidad de barrido, sino también porque determinan su rigidez contra la vibración.

El efecto utilizado en los elementos piezoeléctricos del MET es *el efecto piezoeléctrico inverso*, que consiste en que se desarrolla un esfuerzo cuando se aplica un campo eléctrico. La definición de los parámetros para describir el efecto piezoeléctrico se destacan en la Fig. 2.8. Aplicamos un voltaje  $V$  en una pieza rectangular de material piezoeléctrico. Con la convención estándar, llamamos a las direcciones  $x$ ,  $y$ ,  $z$  como 1, 2, 3 respectivamente. Como resultado de este voltaje aplicado, se genera un esfuerzo en el material. La componente  $xx$  del tensor deformación es  $S_1 = \delta x/x$ , y la componente  $zz$  es  $S_3 = \delta z/z$ .

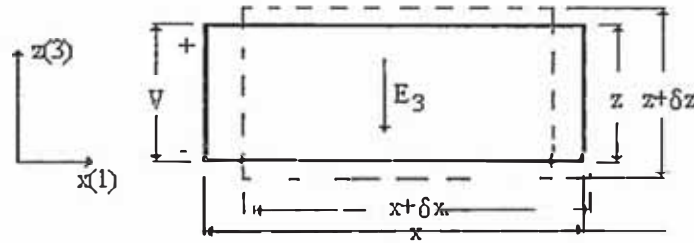


Fig. 2.8 Definición de las constantes piezoeléctricas.

Los *coeficientes piezoeléctricos* se definen como las razones de las componentes de deformación sobre las componentes de la intensidad de campo eléctrico aplicado, por ejemplo,

$$d_{31} = \frac{S_1}{E_3}, \quad 2.36$$

y

$$d_{33} = \frac{S_3}{E_3}. \quad 2.37$$

Cerámicos de titanato circonato de plomo.-  $\text{PbZrO}_3$  y  $\text{PbTiO}_3$  puros y sus soluciones sólidas son ferroeléctricas, y exhiben un dipolo eléctrico permanente aún en la ausencia de un campo eléctrico externo. Los elementos piezoeléctricos utilizados en los microscopios de efecto túnel son varias clases de cerámicos de titanato circonato de plomo (PZT).<sup>\*</sup> Los cerámicos PZT se hacen quemando una mezcla de  $\text{PbZrO}_3$  y  $\text{PbTiO}_3$  junto a una pequeña cantidad de aditivos a alrededor de  $1350^\circ\text{C}$  bajo condiciones de estricto control. El resultado es una solución sólida. Macroscópicamente es isotrópico, consiste en pequeños cristales ferroeléctricos orientados al azar. Luego del maquinado y la metalización (electrodos), se aplica un campo eléctrico intenso por un tiempo suficientemente largo, por ejemplo  $60\text{ kV/cm}$  por una hora, generando una fuerte piezoelectricidad.

---

<sup>\*</sup> PZT es una marca comercial de los cerámicos piezoeléctricos de titanato circonato de plomo de uno de sus productores más grandes, Vernitron. Se usa comúnmente en la literatura científica.

Existen otros parámetros aparte de los considerados en (2.36) y (2.37), los cuales son importantes para las diversas aplicaciones en microscopía túnel (ver Tabla 2.1). Uno de estos parámetros es la *temperatura de Curie*,  $T_c$ . A temperaturas más altas que  $T_c$  se pierde la ferroelectricidad y se produce una degradación irreversible de la propiedad piezoeléctrica del material. Esta degradación también se da en menor escala para temperaturas cercanas a  $T_c$ , por lo que cada material piezoeléctrico tiene una temperatura máxima de operación, la cual es mucho menor que su temperatura de Curie.

Hay que tener en cuenta que los coeficientes piezoeléctricos varían con la temperatura, esto debe de tenerse muy presente cuando se utilice el MET a temperaturas bajas o altas.

Si aplicamos un fuerte campo eléctrico en una dirección que no sea la de polarización, la propiedad piezoeléctrica será alterada o anulada. En las especificaciones del material existe el parámetro  $E_d$  el cual nos indica cual es el valor máximo que puede tener un campo eléctrico alterno que no produzca depolarización.

La cantidad  $Q_M$  que aproximadamente indica el número de vibraciones que se puede mantener sin una reducción substancial de la amplitud, es una medida de la pérdida de energía mecánica interna del material; mientras mayor sea  $Q_M$ , más pequeña será la pérdida interna.

Probablemente la mejor medida de la efectividad de un material piezoeléctrico es su *constante de acoplamiento electromecánico*,  $k$ , definida como la razón entre la energía eléctrica convertida en energía mecánica, y la energía eléctrica invertida. Los materiales PZT probablemente son los más eficientes entre los materiales piezoeléctricos conocidos; sus valores de  $k$  están comprendidos entre 0,5 y 0,7 (Ver Tabla 2.1). Como referencia, el cuarzo tiene una constante de acoplamiento de 0,1.

En contraste con los monocristales piezoeléctricos como el cuarzo, la piezoeléctricidad en los materiales PZT decae con el tiempo debida a la relajación. La constante de acoplamiento decae luego de un periodo de tiempo que va de meses a años.

Un problema importante con los elementos piezoeléctricos es el llamado "*creep*". El creep es una respuesta lenta adicional que se produce en el tensor de deformaciones luego de aplicar un voltaje al material piezoeléctrico. Este efecto varía en una forma logarítmica con el

tiempo y depende de la temperatura. El creep disminuye a bajas temperaturas y a temperaturas de helio líquido puede ser despreciado

La Tabla 2.1 muestra algunos parámetros de los varios cerámicos PZT usados comúnmente en el MET. PZT-5H tiene la más alta sensibilidad, es decir, el mayor coeficiente piezoeléctrico. Sin embargo, su temperatura de Curie es baja y su fricción interna es alta, lo que significa que tiene un serio problema de histéresis. También, sus propiedades se alteran considerablemente con la temperatura. Por otro lado PZT-7D, con una menor sensibilidad, exhibe muy baja histéresis, y un efecto de envejecimiento muy pequeño. Las propiedades de PZT-4D varían muy poco con la temperatura, para temperaturas de trabajo cercanas a la del ambiente. Para temperaturas criogénicas, el PZT-8 tiene la menor variación con la temperatura. Además, PZT-8 tiene un alto campo de depolarización y una alta temperatura de Curie, lo que lo hace adecuado para aplicaciones en altas temperaturas.

Parámetro	Unidad	PZT-4D	PZT-5H	PZT-7D	PZT-8
$d_{31}$	Å/V	-1,35	-2,74	-1,00	-0,97
$d_{33}$	Å/V	3,15	5,93	2,25	2,25
	$10^{10} \text{N/m}^2$	7,5	6,1	9,2	8,7
$\rho$	$\text{g/cm}^3$	7,6	7,5	7,6	7,6
$T_c$	°C	320	195	325	300
$E_d$	kV/cm (rms)	>10	4	>10	>15
$Q_M$		600	65	500	1000
k		-0,60	-0,65	-0,48	-0,51
Envejecimiento	k/década de tiempo	-1,7%	-0,2%	-0,006%	-2,3%

**Tabla 2.1** Propiedades importantes de los cerámicos PZT usados comúnmente en el MET.<sup>5</sup>

El piezotubo de barrido.- Luego del invento de piezotubo de barrido por Binnig y Smith en 1986,<sup>14</sup> este ha sido la elección predominante en los diseños de microscopios de efecto túnel.

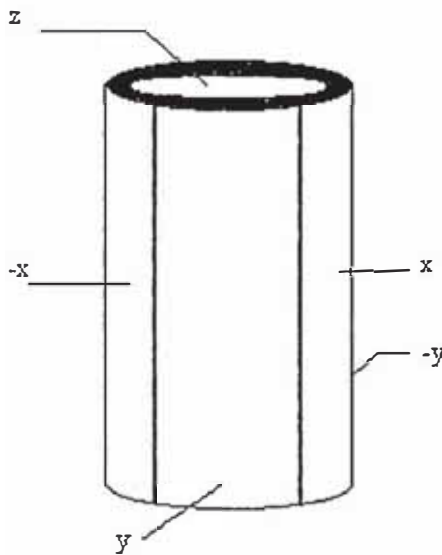
En la Fig. 2.9. se muestra el diseño original del piezotubo de barrido. Consta de un tubo hecho de PZT, metalizado en la superficie externa e interna y polarizado en la dirección radial. El electrodo externo, es seccionado en cuatro cuadrantes.

Primero consideremos que los cuatro cuadrantes externos están conectados a un mismo voltaje y que la dirección del vector polarización radial apunta hacia el eje del cilindro, además conectemos el electrodo interno a tierra. Si aplicamos un voltaje positivo al electrodo

externo, haremos que el espesor del tubo se incremente y por lo tanto la longitud del piezotubo va a disminuir. Si aplicamos un voltaje negativo, haremos que la longitud del tubo aumente. Si colocamos la punta en el centro del piezotubo, tenemos la forma en que se puede realizar un ajuste fino de la distancia punta-muestra o distancia  $z$ . El desplazamiento  $\Delta z$  se rige por la siguiente fórmula

$$\Delta z = d_{31} V \frac{l}{h}, \quad 2.38$$

donde  $V$  es el voltaje aplicado,  $l$  es la longitud del piezotubo y  $h$  el espesor de la pared.

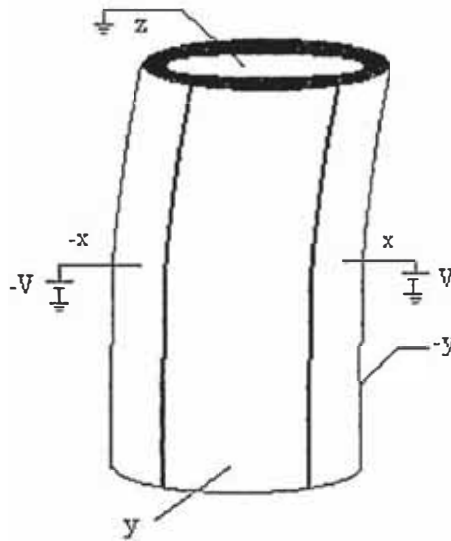


**Fig. 2.9** Piezotubo de barrido con cuatro electrodos externos y uno interno. El primer piezotubo fue construido por la división EBL de Stanley Sensors, utilizando PZT-5H. El tubo de 12,7 mm de largo, 6,35 mm de diámetro, y 0,51 mm de espesor, tiene una constante piezoeléctrica medida de 50 Å/V en las direcciones laterales  $x, y$ . La frecuencia de resonancia lateral es de 8 kHz, y en la dirección axial de 40 kHz. Este diseño supera en mucho a los diseños basados en trípodes piezoeléctricos.

Para entender el desplazamiento lateral consideremos que en la base superior del piezotubo (que esta fijo por su base inferior) se coloca la muestra metálica a estudiar separada del piezo por un anillo aislante muy delgado. Consideraremos que la aguja se mantiene en el eje del cilindro mediante algún sistema. Coloquemos el electrodo interno a tierra y apliquemos un voltaje positivo  $V$  al electrodo  $x$ , y  $-V$  al electrodo  $-x$ . El espesor del piezotubo en el cuadrante  $x$  se comprimirá mientras que en el cuadrante  $-x$  se incrementará, como resultado el tubo se doblará inclinándose hacia el cuadrante  $x$  (ver Fig. 2.10). Con esto habremos logrado que la aguja se mueva respecto a la muestra en dirección del cuadrante  $-x$ .



Para mover la aguja en dirección contraria sólo tenemos que invertir la polaridad de los voltajes. El desplazamiento de la aguja en la dirección  $y$  es completamente análogo, haciendo uso de los electrodos  $y, -y$ .



**Fig. 2.10** Aplicando voltajes en los electrodos hacemos que el tubo se doble. Aquí aplicamos voltajes opuestos a los electrodos  $x$  y  $-x$ .

La fórmula que rige los desplazamientos en las direcciones laterales, son algo complicadas de obtener. Chen<sup>15</sup> obtuvo una expresión analítica que concuerda muy bien con otros resultados más elaborados. Cuando se opera el piezotubo en el modo simétrico (es decir, valores de voltaje opuestos aplicados a electrodos opuestos. Los voltajes son referenciados al electrodo interno) tenemos que los desplazamientos laterales son

$$\Delta x = \Delta y = 2\sqrt{2}d_{31} \frac{V^2}{\pi D h}, \quad 2.39$$

donde  $D$  es el diámetro del piezotubo.

Uno de los problemas con los piezotubos es el hecho de que los desplazamientos laterales no son exactamente perpendiculares al plano de la muestra. Aunque esto se puede corregir mediante software, si cuidamos utilizar el piezotubo en el modo simétrico, y colocamos la punta en el eje de cilindro, la discrepancia con el movimiento ortogonal es verdaderamente despreciable.

Para calibrar el desplazamiento de los piezoelementos existen muchos métodos. En las direcciones laterales, podemos utilizar una red atómica conocida y para la dirección z un escalón atómico conocido.

#### 2.3.4 EL MECANISMO DE APROXIMACION GRUESA

Se denomina mecanismo de aproximación gruesa al sistema que lleva la punta desde una distancia punta-muestra de algunos milímetros hasta la zona túnel (1 nm); luego de la medición, el sistema debe de alejar la punta de la muestra con el fin de cambiar la muestra o la punta. Un vez llegada a la zona túnel, el mecanismo de aproximación gruesa ya no actúa, dando paso al mecanismo de aproximación fina, el cual se rige según la expresión (2.38), cuyo rango de acción es de aproximadamente 0,1  $\mu\text{m}$ .

El mecanismo de aproximación gruesa es crucial para el funcionamiento del MET. Este sistema incrementa el tamaño de lazo mecánico y por lo tanto se desea que sea lo más pequeño posible. Existen muchos mecanismos de aproximación gruesa, nosotros hemos utilizado el método de *desplazamiento inercial* pues involucra menor cantidad de piezas y masa que todos los otros sistemas de aproximación. En el capítulo 3 detallaré este mecanismo.

#### 2.3.5 PREPARACION DE LA PUNTA

La importancia de las puntas fue reconocida por Binnig y Rohrer desde el inicio de sus investigaciones. Para explicar la resolución atómica observada en sus imágenes, ellos calcularon que sus puntas deberían de tener un radio menor a 10 Å. En el primer conjunto de experimentos, ellos afilaron alambres de W y Mo de 1mm de diámetro (con una afiladora mecánica común), era difícil explicarse porque un proceso de afilado mecánico podía crear finalmente puntas extremadamente tan agudas.

Binnig y Rohrer descubrieron que el proceso mecánico de pulido, crea muchas minipuntas muy agudas. La extrema sensibilidad de la corriente túnel vs. la distancia selecciona la minipunta más próxima a la superficie.

Existen algunas “recetas” para afilar las puntas una vez montadas en el MET, pero en general este tema está aún poco estudiado.

Las puntas de W y Pt-Ir son fáciles de pulir electroquímicamente. Las puntas son pulidas en una solución de NaOH o KOH usando un voltaje ac o dc de alrededor de 10 V. La preparación de puntas por pulido electroquímico será tema de un próximo trabajo de nuestro grupo.

Para muestras atómicamente planas, la forma de la punta no tiene mucha importancia y es suficiente cortar la punta con un par de tijeras comunes. Comúnmente se utilizan puntas de Pt-Ir para este propósito. Nosotros hemos utilizado este método simple y rápido y hemos obtenido imágenes con resolución atómica. En el capítulo 3 explicaremos este procedimiento.

## 2.4 ELECTRONICA

La etapa electrónica del MET tiene tres partes principales: el amplificador de corriente, el sistema de realimentación y los amplificadores que controlan el voltaje aplicado a al piezotubo de barrido horizontal (ejes x, y).

El amplificador de corriente se construye alrededor de un amplificador operacional de alta impedancia y muy baja corriente “bias” (por ejemplo, el OPA128 de la Burr-Brown). Usualmente la corriente túnel está en el rango de 1-10 nA, y esta corriente se detecta haciendo que amplificador de voltaje detecte la caída de voltaje a través de un resistor de 1-100 M $\Omega$ . Lo más conveniente es colocar el amplificador lo más cerca posible de la unión túnel para minimizar la capacitancia.

Los componentes del sistema de realimentación se muestran en la Fig. 2.11. Usualmente la corriente túnel se linealiza mediante un amplificador logarítmico para compensar la dependencia exponencial de la corriente túnel con la distancia. Esta señal se compara con una señal de referencia seguida de un regulador proporcional integral el cual controla el voltaje aplicado al piezo z (el piezoeléctrico encargado del movimiento vertical de la punta). Muchos diseños utilizan solamente la parte integral del control PI.

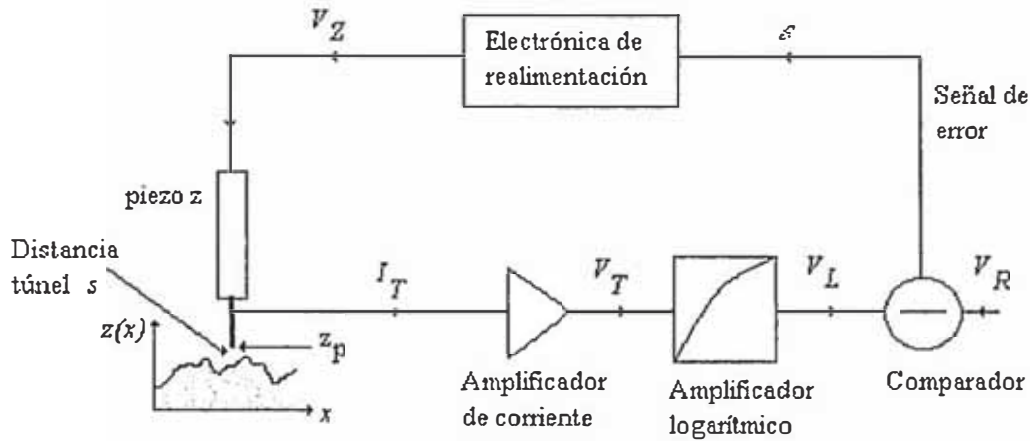


Fig. 2.11 Diagrama esquemático del lazo de realimentación en el MET.

Se desea que la ganancia total del sistema de realimentación sea lo mas alta posible sin causar oscilaciones, tratemos de explicar porqué. Consideremos un barrido de la punta a lo largo del eje  $x$  ( $y$  constante). La altura instantánea del contorno de la superficie a corriente túnel constante cambia con el tiempo,

$$z(x) = z(x_0 + vt), \quad 2.40$$

donde  $v$  es la velocidad de barrido. El gap túnel es  $s = z_p - z(x)$ , donde  $z_p$  es la altura de la punta controlada por el piezo  $z$ . Luego, la corriente túnel es

$$I_T = I_0 \exp\{-\alpha[z_p - z(x)]\}. \quad 2.41$$

Luego de que esta corriente es amplificada por el amplificador logarítmico, la señal queda

$$V_L = K_V \ln I_T = \text{const.} - \alpha K_V [z_p - z(x)]. \quad 2.42$$

La constante  $K_V$  la determina al amplificador logarítmico. Para un amplificador logarítmico de 2 V/década,  $K_V = 2V/\ln 10 \approx 0,87$  V.  $\alpha$  vale generalmente  $2 \text{ \AA}^{-1}$ . Este voltaje es luego comparado con la corriente de referencia, la cual esta también representada por un voltaje  $V_R$ . Es conveniente definir el cero del piezo  $z$  de manera que  $V_R$  sea igual al término constante de (2.42), luego la señal de error es

$$\varepsilon = -\alpha K_V [z_p - z(x)]. \quad 2.43$$

La electrónica de realimentación amplifica esta señal de error y entrega el voltaje  $V_Z = K_F \varepsilon$  al piezo  $z$ . Típicamente  $K_F = 10-100$ . El movimiento de la punta es entonces

$$z_p = K_Z V_Z, \quad 2.44$$

donde  $K_z$  es la constante del piezoeléctrico, típicamente del orden de 10-100 Å/V. Combinando las ecuaciones anteriores tenemos

$$z_p = -G[z_p - z(x)], \quad 2.45$$

donde  $G$  es un número positivo adimensional igual a  $G = \alpha K_V K_F K_z$ . Utilizando los valores típicos dados, estimamos que la ganancia en lazo abierto  $G$  puede ser ajustada de  $10^2$  a  $10^4$ . De la ecuación anterior

$$z_p = \frac{G}{1+G} z(x) \approx \left(1 - \frac{1}{G}\right) z(x). \quad 2.46$$

Ya que usualmente  $1/G < 10^{-2}$ , la punta sigue muy de cerca el contorno de la superficie de corriente túnel constante. Mientras mayor sea la ganancia en lazo abierto  $G$ , o mientras más fuerte sea la realimentación, con más precisión seguirá la punta el contorno de corriente túnel constante.

Veamos que pasa si la realimentación es positiva. Para realimentación positiva (2.46) se convierte en

$$z_p = \frac{1}{1 - \frac{1}{|G|}} z(x). \quad 2.47$$

Podemos considerar  $G$  como una cantidad dependiente de la frecuencia. Luego, puede existir una frecuencia que haga  $G=1$ . El movimiento de la punta será infinitamente grande sin importar el valor de  $z(x)$ . Esto indica una oscilación. Además, si a bajas frecuencias aparece una realimentación negativa, esto no garantiza que el sistema no oscile a mayores frecuencias. Al menos, la reacción del piezo no es instantánea. El retraso en el tiempo causa que la realimentación tome valores positivos a algunas frecuencias, haciendo que el sistema sea inestable. Estos problemas se presentan en el MET y existen diseños que permiten aminorarlos. El Licenciado Ciro Carhuancho del grupo de Películas Delgadas incluirá estos análisis como parte de su tesis de maestría.

Nuestro diseño hace que los amplificadores que manejan el piezotubo de barrido sean amplificadores operacionales convencionales que operan a  $\pm 18$  V, evitando el uso de costosos amplificadores de alto voltaje. Estos amplificadores permiten seleccionar diferentes rangos de barrido, cambiando los valores de sus ganancias. Reciben las señales de barrido

provenientes de los conversores D/A y se lo entregan a los electrodos adecuados del piezotubo de barrido.

## 2.5 COMPUTADORA

Casi todos los microscopios de efecto túnel de hoy en día hacen uso de una computadora. La computadora puede ser utilizada tanto para las medidas como para la presentación de las imágenes. La tarjeta de interface entre la computadora y la electrónica del MET necesita al menos dos conversores D/A para comandar los desplazamientos laterales  $(x,y)$  y un conversor A/D para almacenar el valor del voltaje aplicado al piezo  $z$  el cual lleva la información de la topografía de la muestra. Es preferible que estos conversores sean de 16 bits de resolución.

El software del MET debe de ser capaz de mostrar las imágenes después o durante un barrido. Lo puede hacer como una imagen en escala de grises (en dos dimensiones, el tono de gris vendría a darnos el dato de altura). Existen programas más elaborados que permiten definir la localización de la fuente luminosa, creando efectos de sombras que resaltan las propiedades de la muestra. La calidad de la imagen puede ser ampliada por muchas técnicas. Una muy común es crear un plano de referencia desde el cual se miden las distancias, lo que permite corregir imágenes que están un poco inclinadas. Se puede reducir el ruido de la medición mediante filtros digitales. Además todo software de un MET debe de tener la facilidad de almacenar las imágenes que se tomen.

Luego de haber repasado los aspectos generales comunes a todo microscopio de barrido, pasaré a describir los detalles de diseño de nuestro MET.

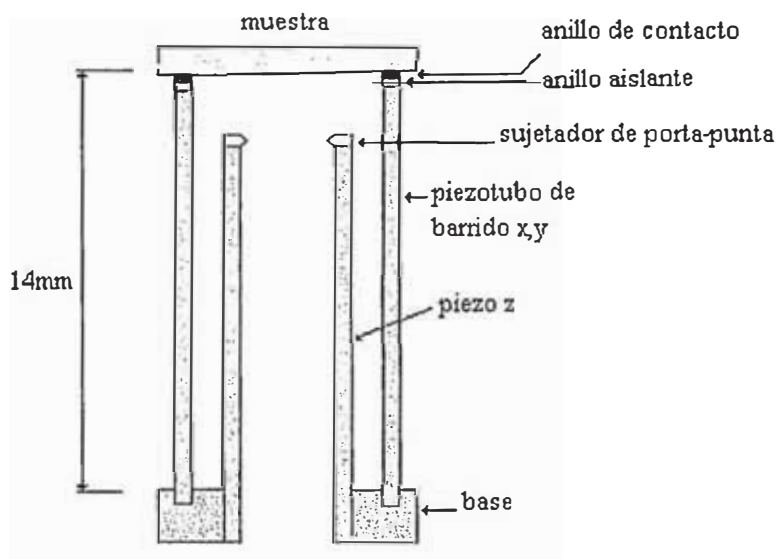
### 3. DISEÑO Y CONSTRUCCION DEL MET-UNI

En este capítulo explicaré los detalles del diseño y la construcción, considerando las etapas mecánica, electrónica y de computación de nuestro MET, el cual en adelante denominaremos MET-UNI. El sistema completo se muestra en el apéndice E.

#### 3.1 EL CABEZAL DEL MET-UNI

La pieza principal del MET la constituye sin lugar a dudas el llamado *cabezal del MET*. El cabezal es la pieza en donde se ubican los piezoeléctricos de barrido, el sistema de aproximación fina y gruesa, la punta, y la muestra.

El diseño de nuestro cabezal depende principalmente del método de aproximación gruesa que hemos elegido. El MET-UNI utiliza el método de *deslizamiento inercial*. En la Fig. 3.1 podemos apreciar un esquema simplificado del arreglo mecánico.



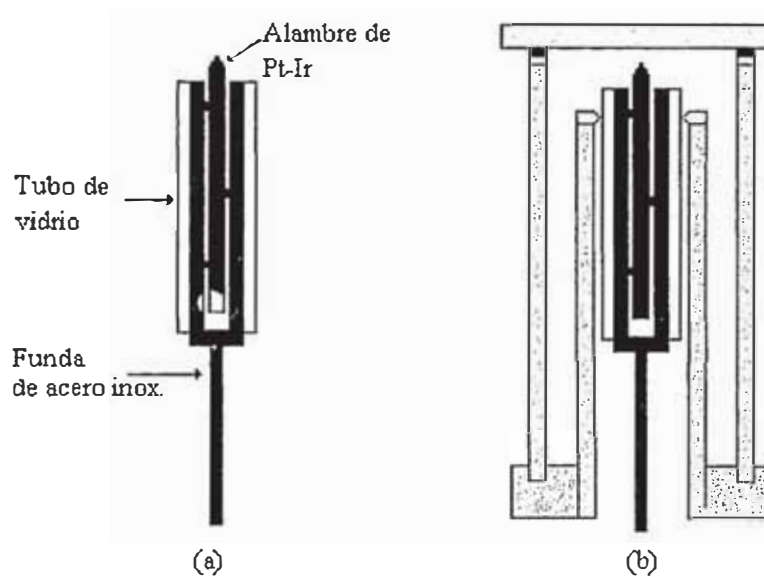
**Fig. 3.1** Diseño esquemático del cabezal del MET. No se muestra el porta-punta. Ambos piezoeléctricos cilíndricos están montados en una base cerámica hecha a partir de lava volcánica.

Como se aprecia en la Fig. 3.1, se montan dos piezotubos concéntricos en una base cerámica. El piezotubo externo tiene 12,7 mm de largo, 6,35 mm de diámetro y 0,5 mm de espesor. Este piezotubo tiene su electrodo externo dividido en cuatro sectores y es el encargado de desplazar la muestra lateralmente respecto de la punta (que se ubica en el eje de

los piezotubos). El piezotubo interno mide 12,7 mm de largo, 3,2 mm de diámetro, y 0,5 mm de espesor, y se encarga exclusivamente del desplazamiento vertical de la punta. El material de los piezos es PZT-5H y sus electrodos son de níquel.\*

Utilizando (2.34) y (2.35) la primera frecuencia de resonancia longitudinal del piezo  $z$  es de 55 kHz y la frecuencia de resonancia en el modo de barrido es de 22 kHz. Valores muy aceptables.

El porta-punta se aprecia en la Fig. 3.2(a) y en la Fig. 3.2(b) se aprecia el conjunto completo.



**Fig. 3.2** (a) Porta-punta del MET-UNI. (b) Cabezal completo. Al aplicar un voltaje de diente de sierra al piezo  $z$  haremos que el porta-punta (y por consiguiente la punta de Pt-Ir) se mueva hacia la muestra por fricción y deslizamiento inercial.

El sistema de aproximación gruesa funciona de la siguiente manera. El sujetador del porta-punta, mantiene el porta-punta en su posición vertical aplicando una leve fuerza de fricción contra el tubo de vidrio. Para acercar el porta-punta hacia la muestra, aplicamos un voltaje de diente de sierra de 60 V de amplitud entre los electrodos del piezo  $z$  (el electrodo externo negativo respecto del interno). Durante la suave rampa del diente de sierra el piezo  $z$  se expande y el porta-punta lo sigue; pero en la caída del diente, el piezo se contrae

---

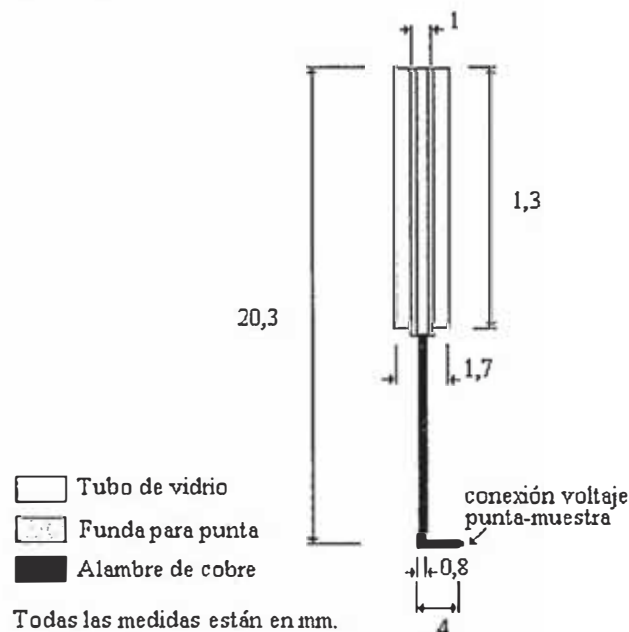
\* Los piezotubos fueron adquiridos de Staveley Sensors INC. 91 Prestige Park Circle. East Hartford, CT 06108, USA. Fax (203) 289-3189.



bruscamente, la gran desaceleración supera el límite de fricción estática entre el sujetador y el tubo de vidrio, haciendo que el sujetador se deslice dejando al porta-punta en su posición. El resultado neto en un ciclo de la señal es que la punta se ha aproximado hacia la muestra una distancia pequeña. En los siguientes ciclos, se repite el proceso hasta que la electrónica detecte la señal de corriente túnel, momento en el cual cesan los dientes de sierra y se procede a la medición. Para retirar la punta de la muestra se aplica el diente de sierra con polaridad opuesta.

### 3.1.1 PORTA-PUNTA

En la Fig. 3.3 se muestran los detalles del porta-punta. El porta-punta tiene dos propósitos: primero sirve de receptáculo para las puntas, y segundo permite la aproximación gruesa (y el retiro de la punta) mediante la técnica de deslizamiento inercial.



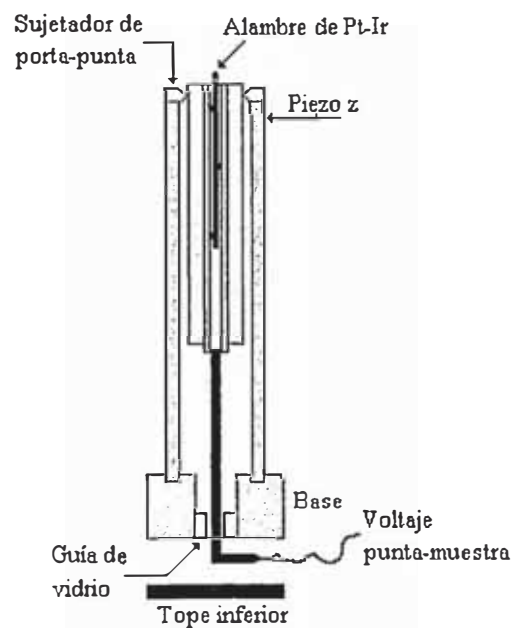
**Fig. 3.3** Porta-punta del MET. La funda de acero inoxidable está pegada al tubo de vidrio el cual sirve para realizar el deslizamiento. La punta se coloca dentro de la funda a presión y no debe nunca moverse de su posición respecto de la funda.

La funda de acero inoxidable se construye a partir de una aguja hipodérmica, la cual es hueca. En su interior podemos colocar el alambre de Pt-Ir. Nuestro diseño puede albergar puntas de hasta 0,6 mm de diámetro. La punta se inserta dentro de la funda, doblándola previamente en forma de una *s* alargada, de manera que se introduzca con algo de fuerza. Así

estará fija a la funda y no se desplazará por inercia en las bruscas aceleraciones a las que va a estar sometida. Cuando queramos cambiar la punta, sólo tenemos que retirarla con la ayuda de una pinza adecuada.

La funda en su parte inferior tiene soldado un alambre de cobre esmaltado el cual termina en forma de L. En el extremo inferior del alambre de cobre se suelda el cable que lleva el voltaje punta-muestra. Este alambre debe de ser muy delgado para que desacople la punta mecánicamente del resto del sistema.

El alambre de cobre es esmaltado para evitar posibles cortos circuitos entre la punta y el electrodo interno de piezo z. Para asegurar, que esto no suceda, y además para procurar que el porta-punta mantenga una posición vertical, en la parte inferior interna del piezo z se coloca una guía de vidrio, que no es sino una pequeña arandela de vidrio pegada a la pared interna de la base (Ver Fig. 3.4). El alambre de cobre termina en forma de L con el fin de que sirva de tope cuando se quiera cambiar de punta. Una vez montado el piezo en su base cerámica, cuando queremos cambiar la punta, sólo tenemos acceso a la parte superior de la punta. Tomamos con la pinza esta parte de la punta y jalamos hacia arriba. Como la punta esta sujeta a la funda con una fuerza de fricción relativamente grande, al jalar la punta, jalaremos también el porta-punta en su conjunto, y de no existir el tope, romperíamos el alambre muy delgado que lleva la señal de voltaje punta-muestra.



**Fig. 3.4**

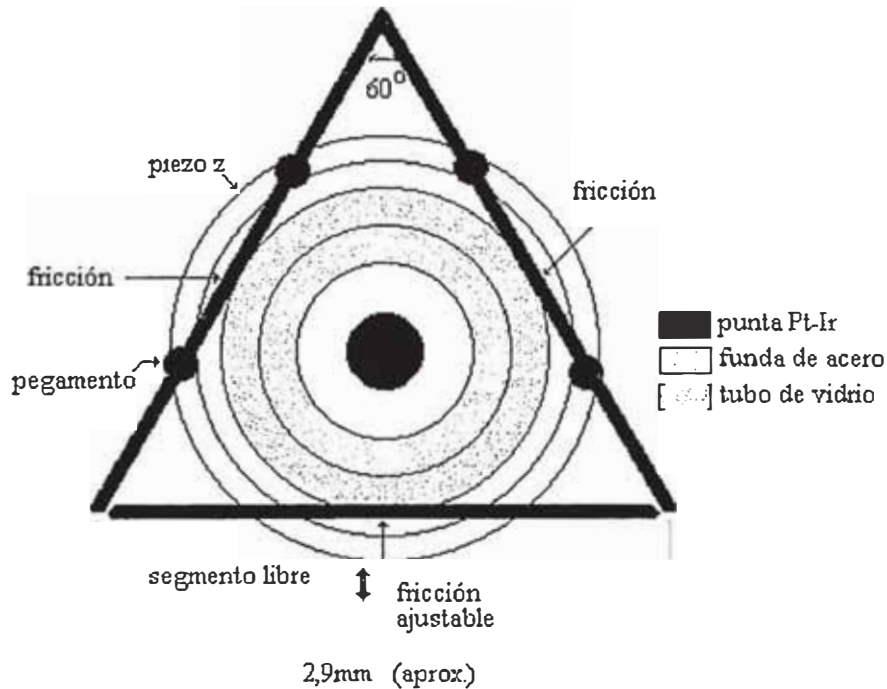
Piezo z con porta-punta montado en su base cerámica. Se aprecia la guía de vidrio. El tope inferior y la base están fijas al armazón del cabezal y por lo tanto cuando cambiamos de punta, es el tope en forme de L el único que impide que rompamos el cable punta-muestra.

La funda esta pegada fuertemente al tubo de vidrio y encaja en forma exacta. El tubo de vidrio se construye a partir de un capilar de hematocrito muy común en los laboratorios de biología. El tubo de vidrio tiene tres propiedades necesarias para realizar el principio de deslizamiento inercial: rigidez, superficie uniforme (permite el deslizamiento), y poco peso.

El porta-punta en su conjunto (tubo de vidrio + funda + alambre de cobre) tiene una masa de 100 mg.

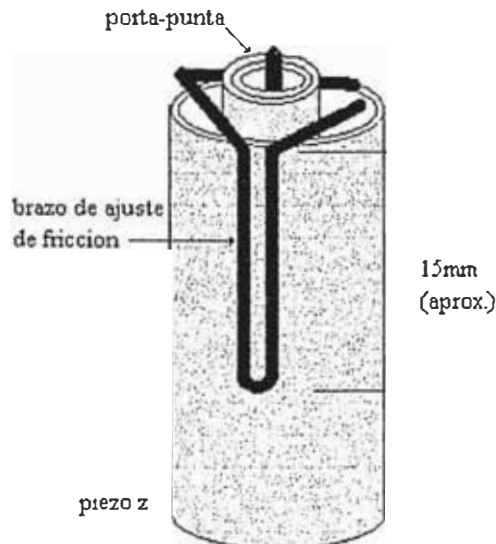
### 3.1.2 SUJETADOR DE PORTA-PUNTA

El sujetador del porta-punta es la pieza que define la fuerza de fricción ejercida sobre el tubo de vidrio del porta-punta. En la Fig. 3.5 podemos apreciar una vista de planta del sujetador. El sujetador tiene forma de triángulo equilátero con el fin de que en los tres puntos de contacto existan fuerzas concurrentes de igual magnitud. El material del sujetador es alambre acerado (del que se usa en los resortes de lapicero). El triángulo yace sobre el piezo z con dos de sus lados pegados al piezo y uno libre que permite ajustar la fuerza de fricción.



**Fig. 3.5** Vista de planta del sujetador. El sujetador define tres puntos de contacto sobre el tubo de vidrio. La fuerza de fricción del lado libre es ajustable, permitiendo obtener el valor óptimo para que se produzca el deslizamiento inercial.

En la Fig. 3.6 apreciamos el brazo de ajuste del sujetador. Graduando la separación entre los dos segmentos paralelos, graduamos la fuerza de fricción ejercida sobre el tubo de vidrio.



**Fig. 3.6** Ajustando la distancia entre los brazos paralelos, ajustamos la fuerza de fricción.

El ajuste de la fricción consiste en definir una razón fuerza de fricción/masa de alrededor de  $100 \text{ m/s}^2$  (haciendo que el sujetador soporte como máximo un peso de  $1\text{g}$  aprox.). Esta razón no debe ser muy pequeña pues existiría deslizamiento aún en la rampa del diente de sierra, ni muy grande ya que no habría deslizamiento en la caída del diente. Como veremos más adelante, la aceleración a la que está sometido el porta-punta durante la rampa es prácticamente nula, luego  $100 \text{ m/s}^2$  es un valor adecuado. Durante la caída, el porta-punta se le somete a una aceleración de aproximadamente  $10000 \text{ m/s}^2$ , que supera ampliamente la razón fricción/masa, permitiendo el deslizamiento.

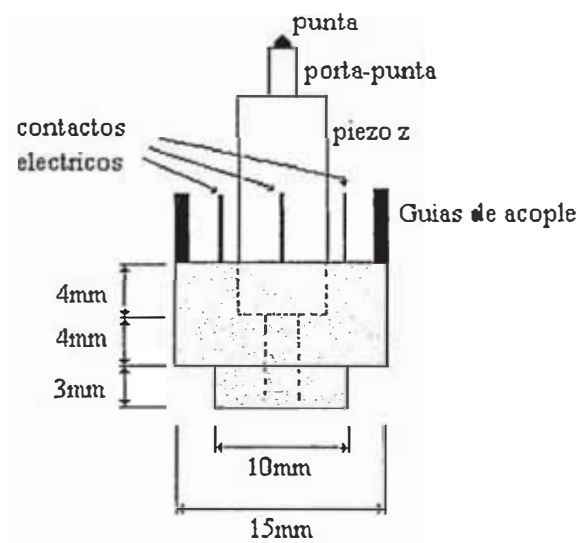
### 3.1.3 BASE

Los tubos piezoeléctricos están montados sobre bases cerámicas. El material de las bases es lava volcánica.\* Se eligió este material ya que antes de introducirlo al horno es un

\* Este material nos fue proporcionado por el Prof. Boris Chornik.

material muy fácil de maquinar. Luego de quemarlo, adquiere una alta dureza. Además, al ser cerámico, tiene coeficientes de dilatación semejantes al de los piezos (que también son cerámicos) logrando así una buena compensación térmica.

Cada piezo tiene su propia base. En la Fig. 3.7 apreciamos el piezo z con su base respectiva. Esta base se acopla a la base del piezo externo y se asegura mediante una abrazadera. Deseamos que esta pieza sea desmontable con el fin de que nos sea fácil la tarea de calibrar el desplazamiento de la punta, también deseamos que sea independiente para tener acceso directo a los puntos de contacto eléctrico en caso que estos se hayan abierto. Para este fin tenemos que hacer que la señales eléctricas que van a esta pieza (el voltaje al electrodo externo, el voltaje para el electrodo interno, y el voltaje de la punta) sean del tipo “enchufable”. Esto lo conseguimos mediante tres pines de contacto. Cuando se acopla esta pieza a la base del piezo externo, los pines hacen presión contra los electrodos respectivos de una tarjeta impresa. Estos electrodos están conectados mediante cables a la etapa electrónica.



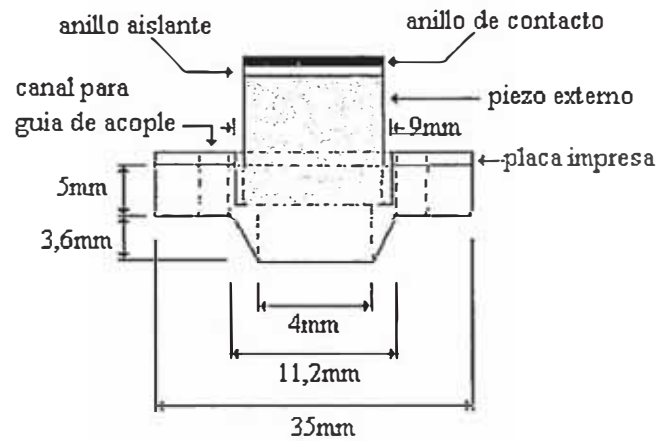
**Fig. 3.7** Base del piezo z. Las guías de acople aseguran una unión correcta entre esta pieza y la base de piezo externo. Los tres pines de contacto de presión permiten que esta pieza no este unida mediante cables eléctricos al resto de cabezal, haciéndola una pieza desmontable.

En la Fig. 3.8 apreciamos el piezotubo de barrido con su base respectiva. A la placa impresa van conectadas todas las señales eléctricas encargadas del movimiento de la muestra ( $x$ ,  $-x$ ,  $y$ ,  $-y$ , electrodo interno, del piezo de barrido), del movimiento de la punta ( $-z$ ,  $z$ , del piezo z) y el voltaje punta-muestra, ocho señales en total. A esta placa llegan las señales respectivas desde la etapa electrónica y tiene tres electrodos que hacen contacto a presión con

los pines de la base del piezo z, entregando las señales adecuadas a esta pieza (z, -z y voltaje punta-muestra).

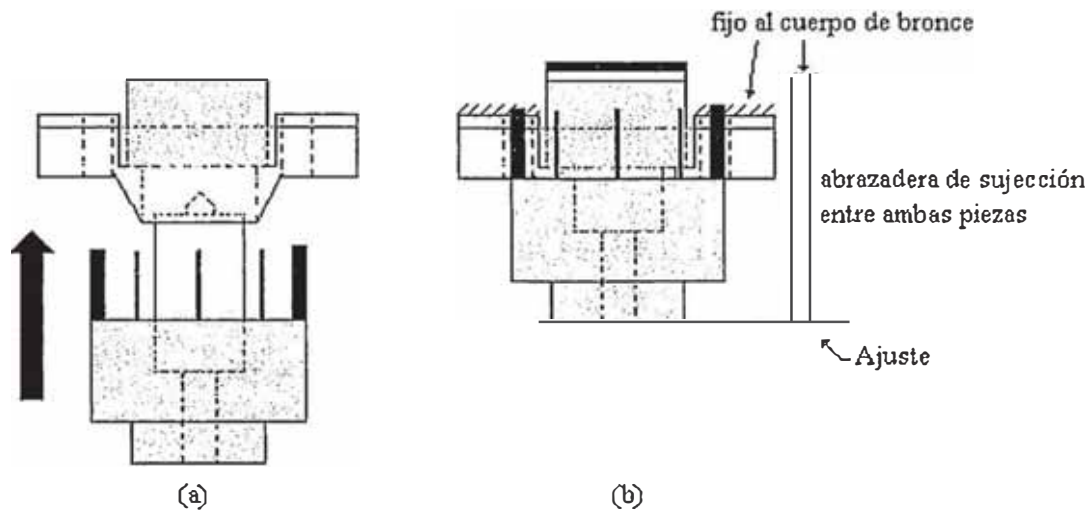
El anillo aislante es de vidrio de 1 mm aprox. de espesor. Tiene dos finalidades: aísla eléctricamente la muestra de los electrodos del piezo de barrido y permite que exista deslizamiento lateral. El anillo de vidrio ofrece una superficie suave que permite el principio de deslizamiento inercial en la dirección lateral, esto nos da un rango ilimitado de posicionamiento grueso en las direcciones laterales.

El anillo de contacto es el que lleva la señal de corriente túnel al amplificador de corriente. La muestra se conecta a presión al anillo de contacto, y el anillo mediante un cable muy delgado al convertor corriente-voltaje.



**Fig. 3.8** Base del piezo externo. La placa impresa ofrece los electrodos de contacto que permiten el acople eléctrico entre esta pieza y la base del piezo z. El acople mecánico se hace mediante las guías de acople. No está dibujado a escala.

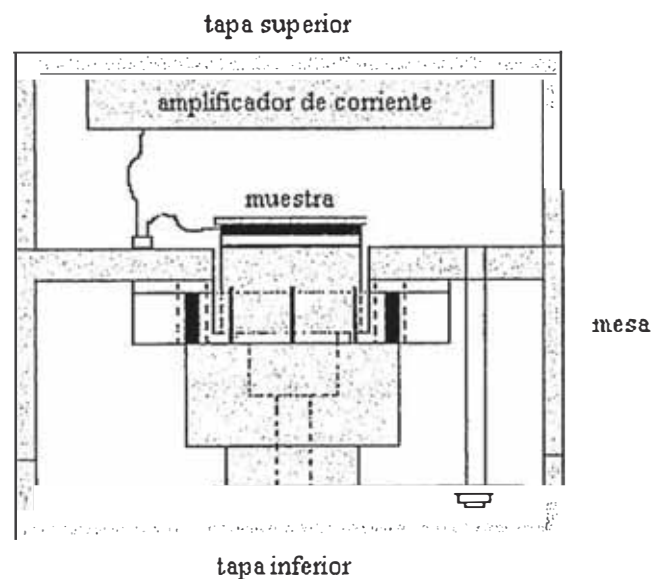
La Fig. 3.9 muestra el acople entre ambas piezas. El acople se asegura mediante una abrazadera que esta fija al cuerpo de bronce. La base del piezo de barrido también está fija al cuerpo de bronce. En el apéndice F se encuentran los diagramas de construcción de ambas bases.



**Fig. 3.9** (a) Se muestra como se introduce el piezo z dentro del piezo de barrido. El acople correcto lo garantizan las guías de acople. (b) Bases acopladas, aseguradas mediante la abrazadera. El ajuste se realiza mediante la tuerca, haciendo que la palanca presione la base del piezo z contra la otra base. No está dibujado a escala.

### 3.1.4 CUERPO DEL CABEZAL

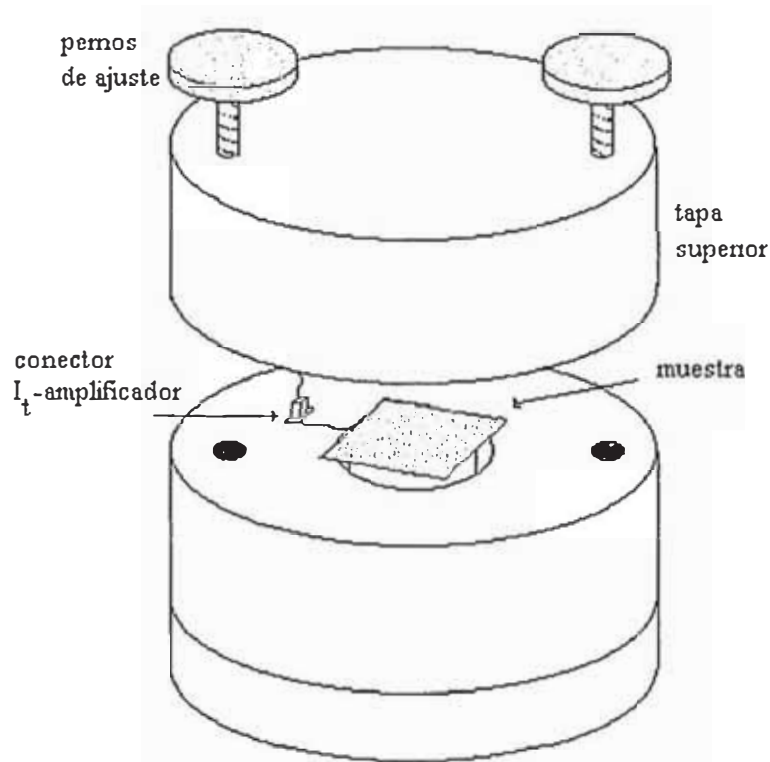
El cuerpo está hecho de bronce y es la pieza final del cabezal del MET. A ella se fijan la base del piezo de barrido y la abrazadera de sujeción. El cuerpo consta de tres partes: la mesa (donde se coloca la muestra), la tapa superior y la tapa inferior. En la Fig. 3.10 apreciamos un corte transversal simplificado del cabezal.



**Fig. 3.10** Cuerpo del MET. La tapa superior alberga el amplificador de corriente túnel, reduciendo a unos 5 cm el cable de señal.

La tapa superior alberga el amplificador de corriente. Hemos tratado de disminuir al máximo la distancia del cable que lleva la señal de corriente túnel con el fin de minimizar su capacitancia. Es importante poner el cuerpo del cabezal a tierra para crear un blindaje electromagnético.

En la Fig. 3.11 apreciamos el cabezal del MET. Los diagramas de construcción del cuerpo se aprecian en el apéndice F.



**Fig. 3.11** Cabezal del MET. Los pernos de ajuste aseguran un buen contacto eléctrico entre la tapa superior y el resto del cuerpo, blindando electromagnéticamente todo el interior del cabezal, principalmente el convertor corriente-voltaje.

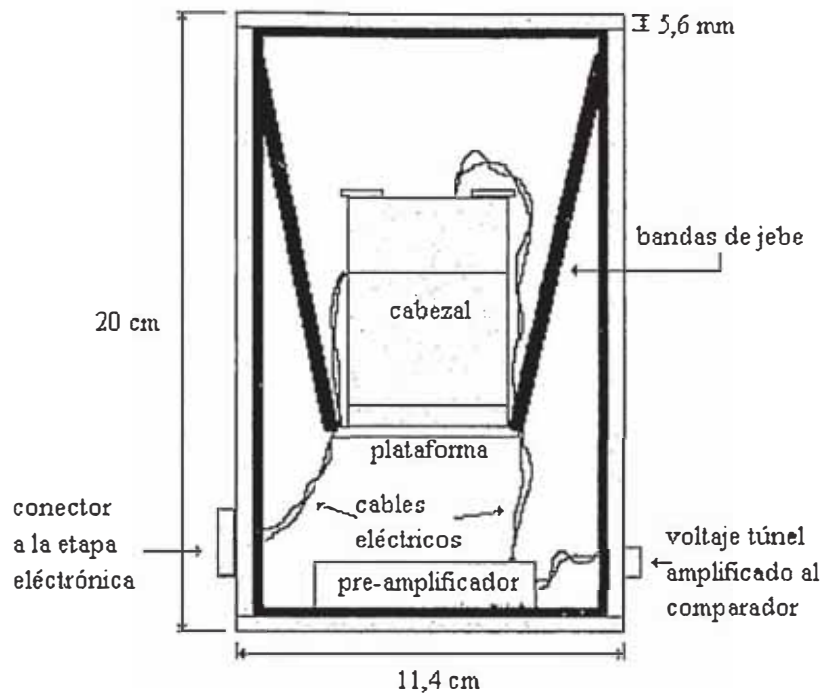
### 3.2 SISTEMA DE AISLAMIENTO

Con el fin de aislar el cabezal de las vibraciones (considerando al sonido) colocamos el cabezal en un columpio de suspensión. El cabezal queda suspendido mediante tres bandas de jebe dentro de un cilindro cerrado de acero inoxidable (Fig. 3.12). El sistema de amortiguación tiene una frecuencia de resonancia de 4 Hz aproximadamente.

Los cables eléctricos se sujetan a la plataforma para absorber las vibraciones. El voltaje túnel (amplificado con el convertor I-V que va dentro del cabezal) va a la tarjeta pre-



amplificadora que se ubica en la base del cilindro de acero y de aquí al comparador de la etapa electrónica.



**Fig. 3.12** Caja de aislamiento de vibraciones y sonido. El cabezal cuelga de bandas de jebe para suprimir las vibraciones. La caja está recubierta internamente con una capa de jebe de 5 mm de espesor con el fin de amortiguar las resonancias.

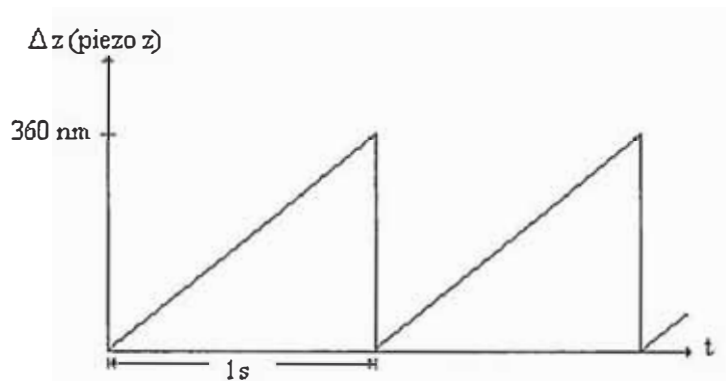
La caja de acero inoxidable (que es un buen absorbente de sonido) se cierra completamente y tiene paredes de 5,6 mm de espesor. Con esto aseguramos una excelente supresión de ruido acústico. Para atenuar las resonancias, añadimos una capa de jebe de 5 mm de espesor. Para mejorar aún más el aislamiento vibracional, pensamos para una segunda etapa colocar la caja de acero inoxidable en un sistema de suspensión similar que consta de una plataforma muy pesada (de mármol o cemento) suspendida del techo mediante bandas resistentes de jebe (cámaras de bicicleta). La plataforma muy pesada estira las bandas lo suficiente como para asegurar una frecuencia natural de resonancia menor que 1 Hz.

Pese a que a que nuestro sistema usa ligas de jebe y no resortes, los resultados de la sección 2.3.1 se pueden aplicar en primera aproximación, con el fin de tener una idea cualitativa de las propiedades de nuestro sistema de aislamiento. Posteriores estudios deben encargarse de medir experimentalmente la respuesta exacta del sistema frente a las vibraciones.

### 3.3 MOVIMIENTO GRUESO Y FINO DE LA PUNTA

#### 3.3.1 MOVIMIENTO GRUESO

Como hemos mencionado líneas arriba, el método de aproximación gruesa escogido es el de deslizamiento inercial. En la Fig. 3.13 se aprecia el movimiento que experimenta el piezo  $z$ .

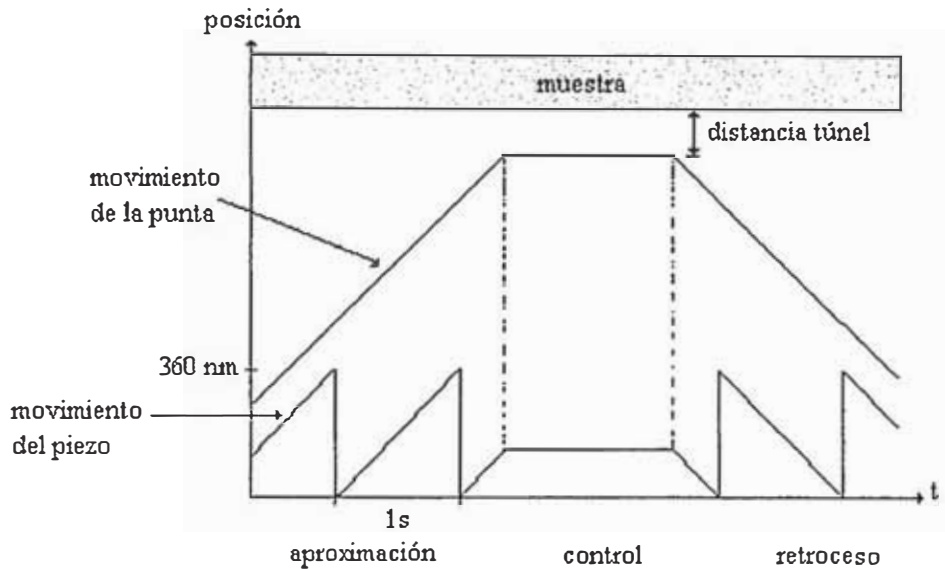


**Fig. 3.13** La velocidad de acercamiento es de 360 nm/s. La aceleración a la que está sometido el piezo  $z$  es prácticamente nulo en la rampa y de aprox. 40000 m/s<sup>2</sup> durante la caída del diente.

La velocidad de acercamiento se puede regular, (70 nm/s como mínimo para una amplitud del diente de 60 V). La velocidad típica de aproximación es de alrededor de 360 nm/s, aunque es bastante lenta (se demora 23 min en avanzar 1 mm) es aconsejable ya que una vez llegada a la zona túnel no se quiere que la punta siga avanzando por inercia.

Con 360 nm/s, lo que la punta avanza por inercia una vez llegada a la zona túnel (considerando una razón fricción/masa de 100 m/s<sup>2</sup>) es  $6,5 \times 10^{-6}$  Å, es decir, nada. Con un periodo del diente de 0,8 ms, la velocidad de aproximación es de 0,45 mm/s y lo que avanza la punta por inercia es 1 nm, es decir, la distancia túnel promedio, pudiendo con mucha probabilidad, chocar la punta con la muestra. También se desea una velocidad de aproximación muy lenta, con el fin de considerar el tiempo de respuesta de la etapa electrónica. Una vez llegada la punta a la zona túnel, la electrónica no detiene inmediatamente el diente de sierra, sino que demora un tiempo muy corto pero finito; luego con una velocidad muy lenta, se asegura que la punta no avance demasiado durante este lapso de tiempo.

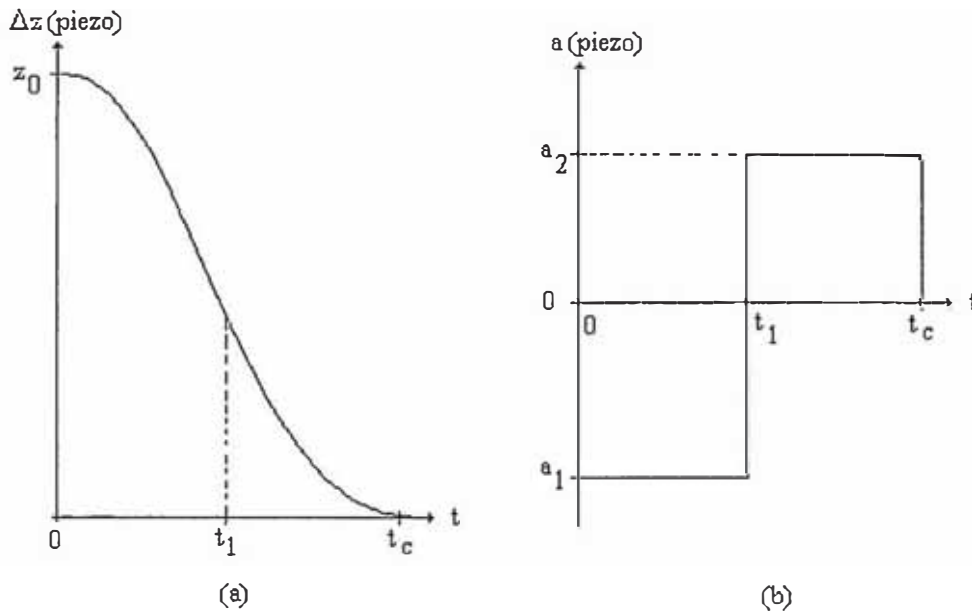
Idealmente, podemos suponer que la punta se mantiene en su posición durante el tiempo de caída del diente, por lo tanto en cada ciclo del diente, la punta avanza una distancia de 360 nm hasta que la electrónica detecte la corriente túnel y detenga la punta. En la Fig. 3.14 podemos apreciar el movimiento de la punta respecto del movimiento del piezo z.



**Fig. 3.14** La electrónica entrega el diente de sierra hasta que se detecte la corriente túnel. En la zona de control se procede a la medición, aquí el movimiento de la punta es muy fino y la aguja y piezo se mueven en conjunto (sin deslizamiento). Una vez terminada la medición, la electrónica entrega un diente de sierra de rampa inversa alejando la aguja de la muestra.

Suponer que en la caída del diente la aguja se mantiene en su posición no es del todo correcto. La caída no es perfectamente vertical. En nuestro caso el tiempo de caída es de aproximadamente 3  $\mu$ s. Para comprender lo que pasa con la aguja en la caída del diente voy a aproximar el movimiento del piezo z, por un movimiento del tipo parabólico (una parábola convexa y una cóncava con el punto de inflexión en el tiempo  $t_1$  a partir del inicio de la caída, ver Fig. 3.15).

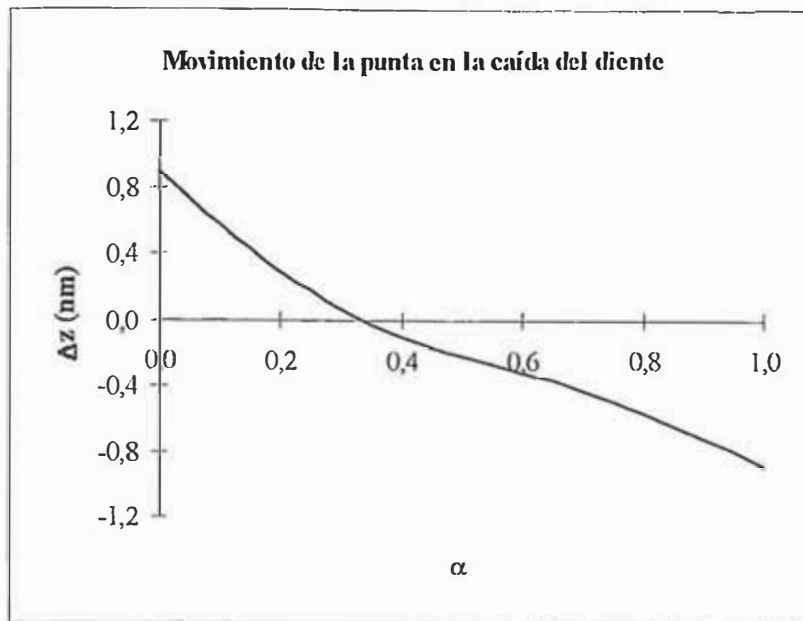
Fácilmente podemos deducir que el piezo sufre dos aceleraciones de signos contrarios,  $a_1 = -z_0/(t_1 t_c)$  y  $a_2 = z_0/[t_c(t_c - t_1)]$ . En nuestro caso  $z_0 = 360$  nm,  $t_c = 3$   $\mu$ s y  $0 < t_1 < t_c$ . La aceleraciones que experimenta el piezo dependen de dónde se ubica  $t_1$ . El menor valor que pueden tener las aceleraciones es de 40000  $m/s^2$ , que excede largamente la razón fricción/masa que nosotros hemos establecido en 100  $m/s^2$ .



**Fig. 3.15** (a) La caída del piezo se aproxima por dos parábolas, una convexa y otra cóncava, continua en su primera derivada. La velocidad antes y después de la caída se consideran nulas. (b) Aceleraciones que experimenta el piezo durante la caída.

De nuestro modelo se deduce teóricamente que la aceleración mínima que experimenta el piezo es de  $40000 \text{ m/s}^2$ . Este valor es un estimado teórico, y no un valor experimental. Nos dice que la aceleración en la caída del diente es muy alta. En la práctica esta aceleración debe de ser menor, pero siempre mucho mayor que la razón fricción/masa.

De lo arriba dicho, concluimos que el porta-punta siempre resbala. Para  $t < t_1$ , el porta-punta está sometido a una aceleración de  $-100 \text{ m/s}^2$ , y en el rango  $t_1 < t < t_c$ , a una aceleración de  $100 \text{ m/s}^2$  (la gravedad es despreciable). En  $t=t_c$ , el porta-punta puede tener una velocidad positiva, negativa o nula. Si la velocidad es distinta de cero, el porta-punta seguirá moviéndose una pequeña distancia en la dirección que indique la velocidad hasta que la fricción la detenga completamente. En la Fig. 3.16 podemos apreciar el desplazamiento de la punta respecto del piezo en la caída del diente ( $\alpha=t_1/t_c$ ).



**Fig. 3.16** Movimiento de la punta respecto del piezo en la caída del diente. Aquí  $\alpha=t_1/t_c$ . Dependiendo de la ubicación de  $t_1$ , la punta puede moverse en uno u otro sentido respecto del piezo. Cuando alejamos la punta sucede algo completamente análogo.

Según el gráfico de la Fig. 3.16, la punta avanza o retrocede respecto del piezo una distancia como máximo de 1 nm. Como el avance de la punta en la rampa es de 300 nm, decir que en la caída del diente la punta se queda en su posición es bastante correcto.

Lo que este modelo nos advierte es lo siguiente. Luego de haber llegado a la zona túnel y haber realizado una medida, deseamos retirar la punta. Al aparecer los dientes de sierra de retroceso, la punta puede avanzar en el peor de los casos una distancia de 1 nm hacia la muestra, pero la punta se encuentra justamente a una distancia túnel de la muestra, que es del orden de 1 nm. Luego existe la posibilidad de que al retirar la punta, esta se incruste contra la muestra, estropeando la muestra y la punta. Para evitar esta contingencia, el Prof. Chornik sugirió que antes de aparecer los dientes de sierra de retroceso, la muestra debe de alejarse una buena distancia de la punta. La electrónica realiza esto automáticamente y el mecanismo empleado será explicado en la sección 3.4.

### 3.3.2 MOVIMIENTO FINO

La aproximación de la punta cesa cuando se detecta la corriente túnel. De aquí se procede a tomar una imagen de la muestra. Al barrer el área de la muestra, el piezo z mueve

la punta muy levemente, con el fin de mantener una corriente túnel constante durante el barrido. El desplazamiento de la punta se regula según (2.38), y en nuestro caso tenemos que el piezo se desplaza  $60 \text{ \AA}/V$ . Por lo tanto si se aplican voltajes de  $0,1 \text{ mV}$ , podemos desplazar la punta distancias por debajo de  $0,01 \text{ \AA}$ . Aunque en principio, la resolución vertical del MET puede fácilmente estar por debajo de  $0,01 \text{ \AA}$ , por problemas de estabilidad mecánica, no es posible ir por debajo de este nivel.

### 3.4 PREPARACION DE LAS PUNTAS

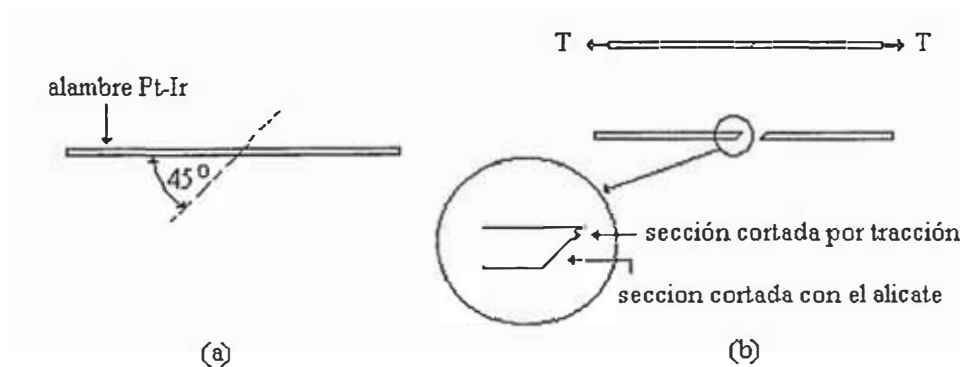
Nuestras puntas son puntas comerciales de Pt-Ir, de  $0,3 \text{ mm}$  de diámetro, pulidas electroquímicamente. Tienen un recubrimiento aislante que las hace adecuadas para trabajos en medio líquido (con el fin de evitar corrientes farádicas). Nos hemos dado con la sorpresa de que muchas de estas puntas vistas al microscopio no presentan un buen acabado. Cuando una punta está estropeada, lo que hacemos es afilarla mecánicamente.

Para crear puntas mecánicamente procedemos así:

- Con un alicate de corte, cortamos el alambre en forma sesgada con un ángulo aproximado de  $45^\circ$ , cuidando de no cortarlo completamente (debe de quedar una pequeña sección del alambre sin cortar).

- Tomamos el alambre por sus extremos y lo tensionamos hasta que se rompa en el punto donde hemos hecho el corte.

- Tomamos como punta aquella que tiene la sección cortada por tracción más al extremo (ver Fig. 3.17).



**Fig. 3.17** (a) Corte parcial con alicate de corte. (b) Corte final por tracción. La zona seccionada por tracción es la que ofrece muchas minipuntas.

La zona seccionada por tracción es la que crea muchas minipuntas. La dependencia exponencial de la corriente túnel con la distancia luego escoge la minipunta más próxima a la muestra.

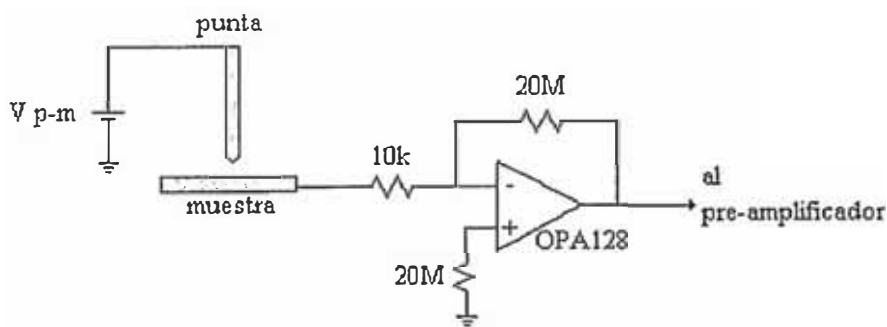
Actualmente estamos realizando estudios para construir puntas por medios electroquímicos.

### 3.5 ELECTRONICA

La electrónica del MET-UNI la forman el convertidor I-V, el preamplificador, el circuito de control (retroalimentación), y los amplificadores que dan las señales de barrido lateral y movimiento vertical. Adicionalmente se ha agregado un sistema que aleja la muestra cuando retiramos la punta de la zona túnel, para evitar que la punta choque con la muestra, tal como lo hemos explicado líneas arriba.

#### 3.5.1 EL AMPLIFICADOR DE CORRIENTE

El amplificador de corriente (Fig. 3.18) es un operacional de alta impedancia (OPA128, Burr-Brown), donde la corriente se convierte en voltaje a través de una resistencia de  $20\text{ M}\Omega$  (estamos esperando una de  $100\text{ M}\Omega$ ). La resistencia de  $10\text{ k}\Omega$  sirve para proteger el amplificador contra altas corrientes accidentales. El factor de amplificación es de  $0,02\text{ V/nA}$ .

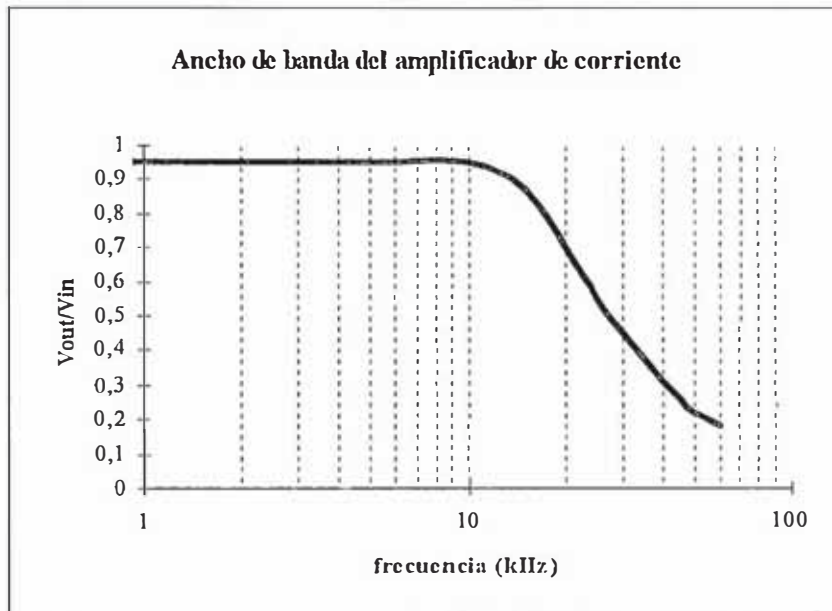


**Fig. 3.18**

Amplificador de corriente. La resistencia de  $10\text{ k}\Omega$  evita dañar el amplificador en caso que la punta choque con la muestra. Esta etapa se encuentra dentro del cabezal del MET.

Para evitar medir corrientes parásitas, hay que seguir todas las recomendaciones dadas por el fabricante concernientes al blindaje de las entradas del amplificador. La hoja del fabricante (apéndice G) explica todas estas consideraciones.

El ancho de banda del amplificador es de 10 kHz, dándonos un valor de capacidad parásita (en paralelo con la resistencia de realimentación) de 0,8 pF (Fig. 3.19).



**Fig. 3.19** Ancho de banda del amplificador de corriente. La resistencia parásita en la realimentación es de 0,8 pF.

Un ancho de banda de 10 kHz, nos da una constante de tiempo de 16 μs, lo cual hace que el amplificador responda bastante rápido a las variaciones de corriente.

Podríamos pensar que el mejor diseño de amplificador implica tener el mayor ancho de banda posible y así hacer que el tiempo de respuesta del amplificador sea muy pequeño, esto en realidad no es así ya que a mayor ancho de banda, mayor es el ruido electrónico. Las principales fuentes de ruido son el *ruido térmico* y el *ruido semiconductor* (“shot noise”).

Ruido térmico.- La corriente rms debida al ruido térmico responde a la relación

$$I_{\text{térmico}} = \sqrt{\frac{4k_B T \Delta f}{R}}, \quad 3.1$$

donde  $k_B$  es la constante de Boltzmann,  $T$  la temperatura absoluta y  $\Delta f$  el ancho de banda. En nuestro caso esta corriente es de 3 pA. Realmente, este valor es algo mayor ya que por el momento estamos utilizando resistencias de carbón. Pronto cambiaremos la resistencia de



realimentación por una de 100 MΩ de bajo ruido, disminuyendo este ruido a 0,6 pA aproximadamente.

Ruido semiconductor.- La naturaleza discreta de la corriente resulta en un ruido llamado “shot noise”. Su valor rms es de la forma

$$I_{shot} = \sqrt{2e\bar{I}\Delta f}, \quad 3.2$$

donde  $e$  es la carga del electrón,  $\bar{I}$  la corriente continua promedio y  $\Delta f$  el ancho de banda. Para una corriente promedio de 1 nA, este ruido es de 1,8 pA. (0,2%).

El ancho de banda también limita la performance del amplificador de corriente. El parámetro de fabricante comúnmente usado es el producto ganancia-ancho de banda. La ganancia nominal dc, es válida hasta una frecuencia de corte  $f_c$  de aproximadamente 10 Hz. Arriba de esta frecuencia, la ganancia  $g$  es inversamente proporcional a la frecuencia. El producto de la ganancia y el ancho de banda, el producto ganancia-ancho de banda  $f_T$ , es típicamente 1 Mhz, La impedancia de entrada del amplificador aumenta con la frecuencia, según

$$Z_{IN} = \frac{R_{FB}}{g} = R_{FB} \frac{\Delta f}{f_T}, \quad 3.3$$

donde  $R_{FB}$  es la resistencia de realimentación. En nuestro caso,  $R_{FB}=20M\Omega$ , con  $\Delta f=10$  Khz,  $g=100$ , entonces  $Z_{IN}=200$  kΩ. Con una corriente túnel de 1nA, se crea un voltaje offset de 0,2 mV.

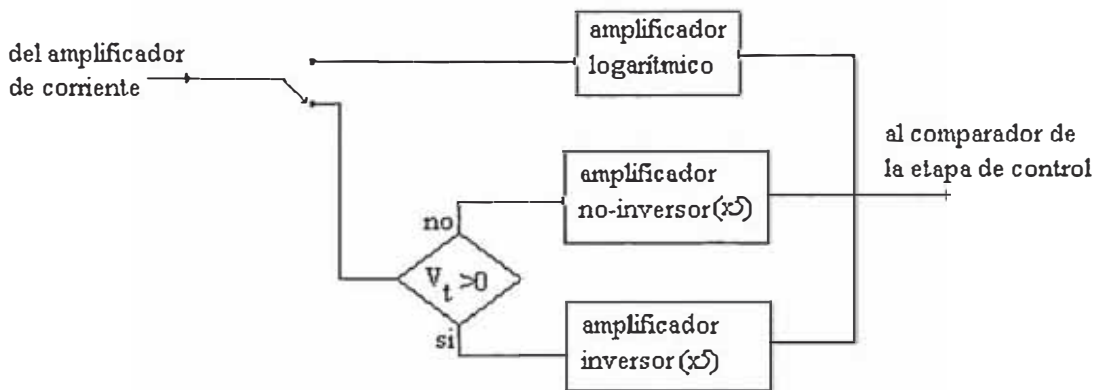
De lo anterior, vemos que el ruido es proporcional al ancho de banda, entonces debemos realizar un compromiso entre ancho de banda (velocidad de respuesta) y ruido.

Para minimizar la capacitancia introducida por el cable, el amplificador lo hemos colocado en un circuito impreso circular directamente en el cabezal del MET, reduciendo la longitud del cable a 5 cm y evitando utilizar cable coaxial, el cual presenta el “efecto microfónico”.

Los planos detallados de esta etapa se encuentran en el apéndice H.

### 3.5.2 EL PREAMPLIFICADOR

La corriente túnel amplificada ingresa a la etapa de preamplificación. En esta etapa podemos elegir si queremos utilizar o no el amplificador logarítmico para linealizar la respuesta. En nuestro caso la señal túnel que sale del convertidor corriente-voltaje ingresa a un amplificador de ganancia 5 dándonos una razón de amplificación final de 0,1 V/nA (Fig. 3.20).



**Fig. 3.20** El preamplificador. Esta etapa multiplica por 5 la señal proveniente del convertidor I-V, dando una ganancia total de  $10^8$ . La salida es siempre negativa.

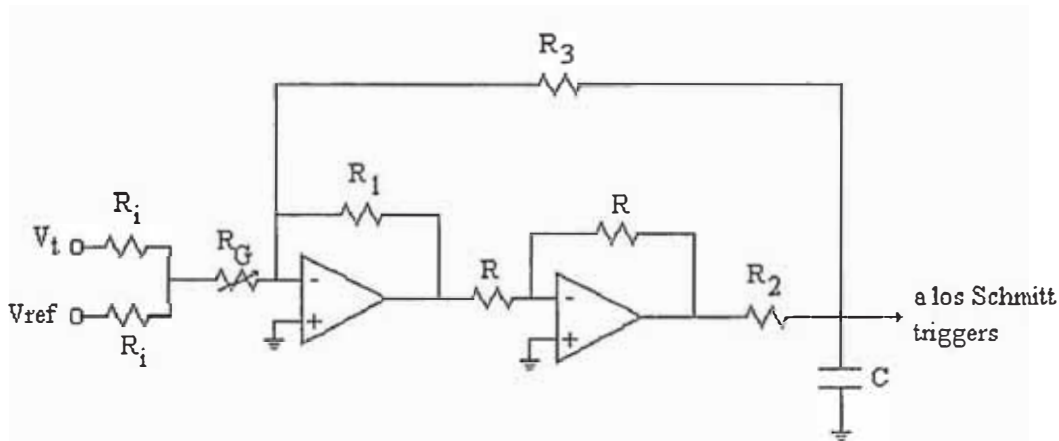
Esta etapa, siempre nos entrega una señal negativa, sin interesar la polaridad existente entre la punta y la muestra. En caso que la corriente túnel sea positiva (voltaje punta-muestra positivo), el voltaje negativo proveniente del amplificador de corriente pasa por un amplificador no-inversor de ganancia 5 aproximadamente. Caso contrario la señal positiva del convertidor corriente voltaje se introduce a un amplificador inversor de ganancia 5, dándonos siempre una señal final negativa. Mientras más cerca la punta esté de la muestra, más negativa será la señal final de voltaje que irá al comparador del circuito de control, independientemente de la polaridad entre punta y muestra.

Este circuito está alojado en el interior del cilindro de acero inoxidable. El plano electrónico se encuentra en el apéndice H.

### 3.5.3 CIRCUITO DE CONTROL

El sistema de control consta de dos etapas: el integrador y los Schmitt triggers.

El integrador.- El integrador es la etapa estándar de control. La Fig. 3.21 muestra su diseño. La función de esta etapa es la de mantener la distancia punta-muestra constante durante una medición.  $V_t$  es la señal túnel proveniente del preamplificador y  $V_{ref}$  define la corriente túnel que queremos mantener constante.



**Fig. 3.21** Integrador.  $V_{ref}$  define la corriente túnel y  $R_G$  (que es variable) ajusta el ancho de banda del lazo y la ganancia de la etapa.

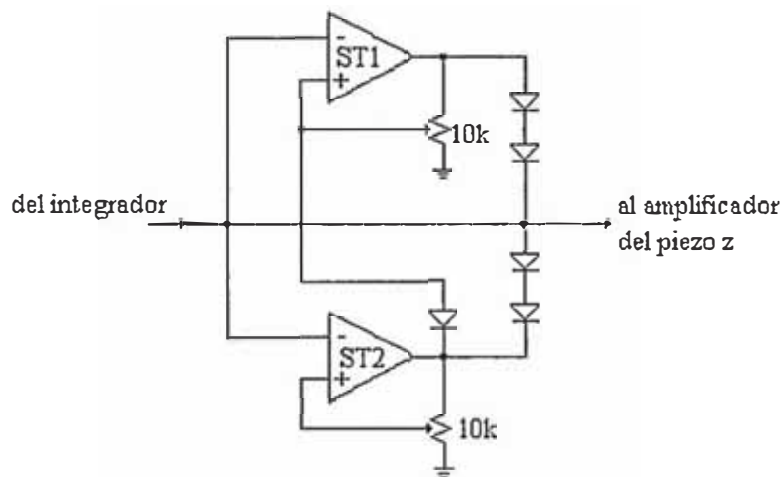
Si cumplimos con la condición  $R_1=R_2+R_3$ , el voltaje  $V_c$  en el condensador es

$$V_c = (V_t + V_{ref}) \frac{R_1}{R_2(R_i + 2R_G)C} t. \quad 3.4$$

Los valores que tenemos son  $R_1=1 \text{ M}\Omega$ ,  $R_2=150 \text{ k}\Omega$ ,  $R_G=0-1 \text{ M}\Omega$ , y  $C=470 \text{ pF}$ . Luego la constante de esta etapa varía entre  $6500$  y  $94500 \text{ V}^{-1}\text{s}^{-1}$ . Altos valores significan respuestas rápidas pero con baja estabilidad. La salida de esta etapa es la señal de retroalimentación que se le aplica al piezo  $z$  para mantener la distancia punta-muestra constante. Esta es la señal que nos da la información de la topografía de la muestra.

Los Schmitt triggers.- Cuando añadimos el circuito de la Fig. 3.22 a la etapa de integración, tenemos el sistema que permite generar los dientes de sierra de aproximación (o alejamiento) hasta llegar a la zona túnel en forma automática.

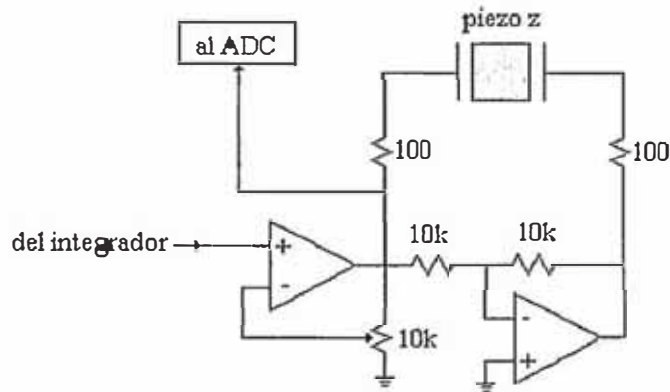
Cuando la punta esta alejada de la muestra, la rampa del diente tendrá una pendiente que depende del voltaje de referencia y de la ganancia del integrador, tal como lo muestra (3.3). Podemos llegar a velocidades de aproximación muy lentas definiendo un  $V_{ref}$  pequeño. La ec. (3.22) nos dice que la rampa aumentará de valor linealmente hasta que se llegue al voltaje de corte definido por el Schmitt-trigger (comparador con histéresis) ST2. Una vez llegado a este valor, los diodos conducen y el condensador se descarga a través de ellos, comenzando una rampa positiva nuevamente. En el retroceso de la punta el proceso es similar salvo que la descarga se realiza por los diodos asociados con ST1.



**Fig. 3.22** Schmitt triggers. Los diodos son 1N4148. ST2 corta la rampa positiva (acercamiento) y ST1 corta la rampa negativa (alejamiento).

### 3.5.4 AMPLIFICADOR DEL PIEZO Z

La Fig. 3.23 muestra el circuito que maneja el piezo z. La salida del integrador se amplifica finalmente y se entrega al electrodo interno del piezo z. El segundo amplificador es un inversor y se utiliza para doblar el rango de alcance del piezo. La salida de este segundo amplificador se aplica al electrodo externo del piezo.

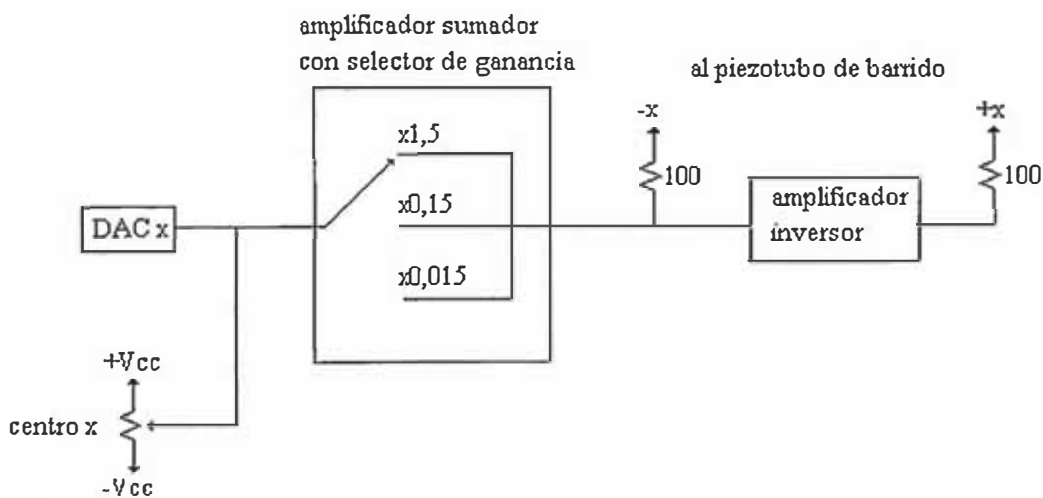


**Fig. 3.23** La salida del primer amplificador corresponde a la señal de realimentación aplicada al piezo z. esta señal es la que se digitaliza, y nos da la coordenada z de la imagen topográfica.

La salida amplificada en el primer amplificador, corresponde a la señal de realimentación que mantiene la señal punta-muestra constante. Es esta señal la que utilizamos para obtener la información de la altura de la muestra topográfica. Esta señal se digitaliza mediante un convertidor análogo-digital 16 bits.

### 3.5.5 AMPLIFICADORES DE BARRIDO

Los amplificadores de barrido entregan los voltajes adecuados a los electrodos del piezotubo de barrido. En la Fig. 3.24 se aprecia el esquema para el manejador del movimiento en el eje x. (para el eje y es completamente análogo).



**Fig. 3.24** Diagrama en bloques del circuito que maneja el movimiento en el eje x del piezotubo de barrido. -x, +x son las señales que se aplican a los electrodos respectivos del piezotubo de barrido.

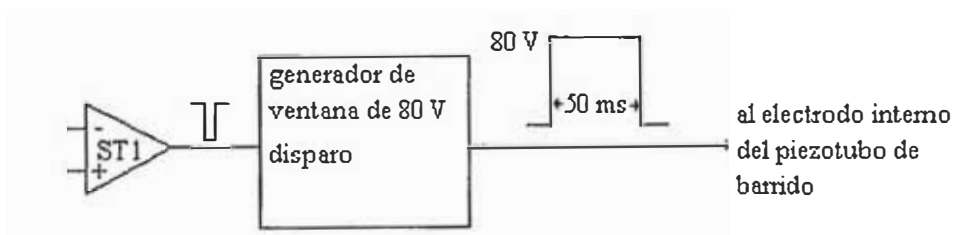
La señal de voltaje de convertidor digital analógico es amplificada por el sumador en escalas de  $\times 1,5$ ,  $\times 0,15$ , y  $\times 0,015$ . Como la salida máxima del DAC es de 10 V, la máxima diferencia de voltaje entre los electrodos  $+x$  y  $-x$  del piezotubo de barrido son 30, 0,3, y 0,03 V respectivamente.

La señal centro  $x$ , se utiliza para desplazarnos a una nueva zona de la muestra a lo largo de eje  $x$ . El diseño que controla el movimiento a lo largo del eje  $y$  es completamente análogo.

### 3.5.6 PROTECCION CONTRA CHOQUE DE LA PUNTA

Como dijimos en la sección 3.1.1, existe la posibilidad de que la punta choque con la muestra al retirar la punta de la zona túnel. Para evitar esta posibilidad se creó un circuito que aleja la muestra un tiempo adecuado al detectarse la aparición de los dientes de sierra de retroceso.

Normalmente el electrodo interno del piezotubo de barrido (sobre el cual va la muestra) esta conectado a tierra, pero cuando empieza la señal diente de sierra de retroceso, aparece un pulso negativo en la salida del Schmitt trigger ST1. Es esta señal la que utilizamos para disparar una ventana de 80 V de voltaje, aplicada al electrodo interno. Este alto voltaje aleja la muestra el tiempo suficiente (50 ms) para que se haya retirado la punta una distancia prudente, luego el electrodo interno regresa a su estado normal, es decir conectado a tierra (Fig. 3.25).



**Fig. 3.25**

Sistema que protege la punta cuando la retiramos de la zona túnel. La ventana causa que la muestra se aleje de la punta una distancia de aproximadamente 500 nm durante un tiempo de 50 ms. Este tiempo es suficiente para que la aguja se haya alejado lo suficiente de la zona túnel.

En el apéndice H se encuentran los planos electrónicos de todas los circuitos utilizados.

### **3.6 COMPUTACION**

#### **3.6.1 COMPUTADORA Y TARJETA DE INTERFAZE**

Se utilizó una computadora personal IBM modelo 6384, con microprocesador 80486DX2 de 66 MHz de velocidad, con 4 MBytes de memoria RAM. La pantalla es un monitor Super VGA. La computadora se utiliza para el control de la medida y para el procesamiento y presentación de los datos.

La tarjeta de interfaze es marca Keithley modelo DAS 1602, con un convertidor análogo-digital de 16 bits y dos convertidores digital-análogo de 12 bits. El A/D tiene una razón de conversión de 100 kHz. Los convertidores D/A se utilizan para manejar el movimiento lateral y el convertidor A/D para adquirir el dato del voltaje aplicado al piezo z (que es proporcional a la altura de la superficie de la muestra).

#### **3.6.2 SOFTWARE**

El software se escribió en QuickBasic, versión 4.5. Las rutinas son fácilmente adoptadas por el Visual Basic de manera que el siguiente paso será escribir un programa en este lenguaje, y así tener mejor manejo de las imágenes ya que estaremos trabajando en entorno Windows. Un listado completo del programa se incluye en el apéndice I.

La interfaz de usuario se presenta en forma de menú con 7 ítems para escoger (Fig. 3.26).

## Microscopio de Efecto Túnel

### Menú Principal

- 1) Cambiar/Ver Parámetros
- 2) Comenzar medición
- 3) Guardar en disco
- 4) Traer archivo de disco
- 5) Dibujar imagen en pantalla
- 6) Cambiar directorio
- 7) Poner comentario

Elija su opción...

[ADC=1035]

**Fig. 3.26** Menú principal del software del MET. El recuadro inferior derecho muestra el valor digitalizado correspondiente al voltaje aplicado al piezo z. Como existe un offset para este valor, el recuadro permite centrarlo en la mitad (2048) antes de cada medida.

Describamos brevemente cada uno de ellos:

CAMBIAR/VER PARAMETROS.- Permite seleccionar el área a barrer. También define el número de filas y columnas que se quiere que conste la imagen y así controlar la velocidad de barrido.

Otra forma de controlar la velocidad de barrido es promediando la señal que lee el ADC. El programa permite definir el número de veces que se lee el dato de altura y así podemos también aumentar o disminuir la velocidad de barrido. Las opciones de Cambiar/Ver parámetros se muestran en la Fig. 3.27



Microscopio de Efecto Túnel  
Menú Cambiar/Ver parámetros

1) Atenuación (1, 10, 100)	= 1
2) Ancho X (ancho de barrido)	= 0,20 V
3) Ancho Y (ancho de barrido)	= 0,20 V
4) Número de columnas	= 128
5) Número de filas	= 128
6) Promedio	= 1
7) Número de canal	= 0
ESC	Salir al menú principal

Elija su opción...

Archivo.- 950307.2

Fig. 3.27 Menú de la opción Cambiar/Ver parámetros.

COMENZAR MEDICION.- Aquí podemos elegir dos modos de medición. El modo normal y el modo continuo. En el modo normal, se realiza un barrido solamente. Al terminar la medición se muestra la imagen en la pantalla.

En el modo continuo, se muestra la imagen en simultáneo con la adquisición. El barrido en este modo es mucho más lento que en el modo anterior.

GUARDAR EN DISCO.- Permite almacenar en disco las imágenes obtenidas. Hemos convenido en nombrar las imágenes con la fecha en las que fueron tomadas. Existe la opción de guardar las imágenes en formato ASCII de manera que puedan ser leídas por programas de análisis numérico tal como el MatLab.

TRAER ARCHIVO DE DISCO.- Permite recuperar archivos de imágenes grabados con sus respectivos parámetros de medición. Una vez leído el archivo se muestra la imagen en pantalla.

DIBUJAR IMAGEN EN PANTALLA.- Esta opción muestra la imagen en la pantalla, en dos dimensiones, vista desde arriba. Se utiliza una escala de grises de 64 tonalidades para representar la información de altura, blanco es lo más alto y negro lo más bajo.

Dentro de esta opción, tenemos además cuatro rutinas de filtrado y presentación, éstas son:

a) Quitar Plano.- Se hace pasar un plano mínimo cuadrado por la muestra, y luego se referencian todas las alturas a este plano. Esto permite corregir imágenes que hayan estado inclinadas respecto al plano que barre la punta.

b) Suavizar.- Consta de un filtro pasa-bajo. Se reemplaza el valor z de cada punto por el promedio de la altura de ese punto y sus vecinos más cercanos.

c) Gráfico 3-D.- Es una presentación tridimensional de la imagen. Se puede rotar la imagen en los tres ángulos de coordenadas esféricas. Aquí se tiene una tonalidad de 16 grises los que dan un sombreado leve a la imagen. La imagen tridimensional se dibuja en forma de malla, pudiendo definir la densidad de líneas de la misma.

d) Corte transversal.- Podemos hacer un corte transversal entre dos puntos cualesquiera de la imagen. Luego se presenta un gráfico de la forma Altura vs. pixels, donde los pixels son aquellos por los que pasa el corte.

Los resultados de algunas de estas rutinas gráficas se presentarán en el próximo capítulo.

CAMBIAR DIRECTORIO.- Utiliza el programa “Change Directory” del “Norton Comander”, para navegar por los directorios del disco.

PONER COMENTARIO.- Permite añadir un comentario sobre la imagen adquirida. Por ejemplo, el tipo de muestra, el voltaje punta-muestra, el nombre del experimentador, etc.

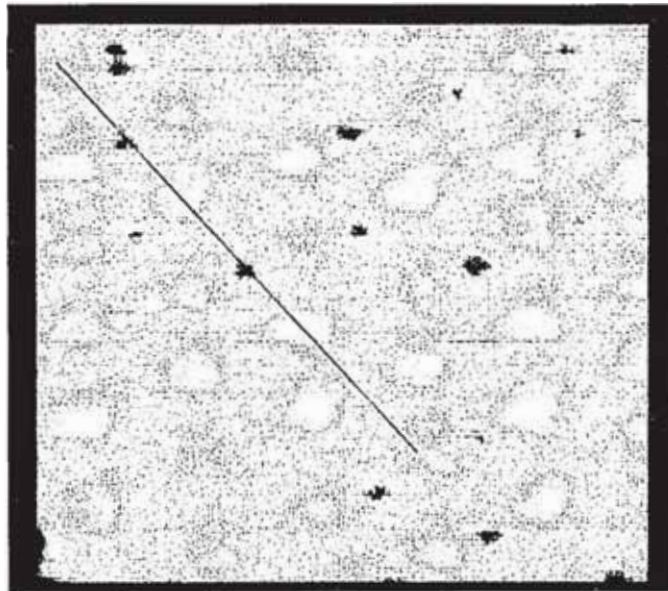
La nueva versión del programa de control, y presentación escrita en Visual Basic 3.1 para Windows, esta próxima a culminarse.

En el siguiente capítulo mostraré las primeras imágenes con resolución atómica obtenidas con nuestro MET.

## 4. RESULTADOS EXPERIMENTALES

A continuación mostraremos imágenes con resolución atómica de la superficie de grafito pirolítico altamente orientado (HOPG). Las imágenes fueron tomadas en el modo de corriente constante. El grafito es un material ampliamente utilizado en los estudios de microscopía de efecto túnel, porque es muy fácil preparar con él una superficie limpia con grandes regiones atómicamente planas; ello puede lograrse simplemente partiendo (cleaving) la muestra. El grafito es un material hecho por capas, donde las capas se mantienen unidas por fuerzas débiles de van der Waals, lo que explica la facilidad de “clivelar” el material. Por ejemplo un procedimiento práctico consiste en adherir una cinta adhesiva a una cara del cristal y luego despegarla con cuidado; en la cinta quedará unida una capa muy fina dejando una superficie limpia y de gran área en el cristal.

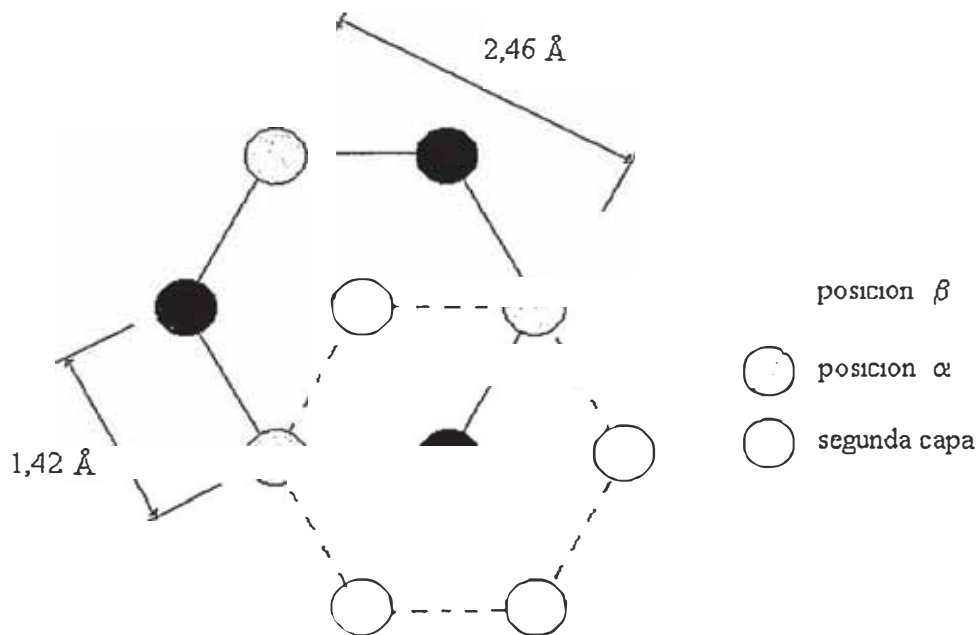
Dentro de una capa, los átomos están ubicados en un arreglo hexagonal formado por fuertes enlaces  $\pi$  entre los átomos. En la Fig. 4.1 se muestra una imagen obtenida con el MET-UNI.



**Fig. 4.1**

Imagen suavizada vista de arriba de HPOG.  $I=0,5$  nA,  $V$  punta-muestra=0,1 V, voltaje de barrido=0,1 V, número de columnas=número de filas=128, promedio=20. Con punta cortada de Pt-Ir. Los átomos visibles son solamente los ubicados en las posiciones  $\beta$ . La recta representa las posiciones por las que se ha efectuado un corte transversal, como se explicará mas adelante.

La imagen de la Fig. 4.1 no muestra la estructura hexagonal del grafito, mas bien se observa en ella una simetría triangular. La interacción capa-capa puede explicar este hecho. Las posiciones de los átomos de carbón en una capa no son equivalentes (Fig. 4.2). La posición  $\alpha$  tiene un átomo de carbón directamente debajo en la segunda capa, mas no la posición  $\beta$ . Los enlaces  $\pi$  en las posiciones  $\alpha$  interaccionan con la capa inferior, conduciendo a nuevos enlaces bastante alejados del nivel de Fermi. Como hemos visto anteriormente, a bajos voltajes punta-muestra, el MET sólo muestra los estados en el nivel de Fermi, y consecuentemente una imagen con el MET sólo debe de mostrar las posiciones  $\beta$ . No son estas las únicas anomalías que observamos en las imágenes de grafito. Existen también otras anomalías tales como las corrugaciones gigantes de la superficie de grafito, las cuales pueden dar nuevas informaciones acerca de las propiedades elásticas de la superficie, tales como potenciales interatómicos y constantes elásticas locales.

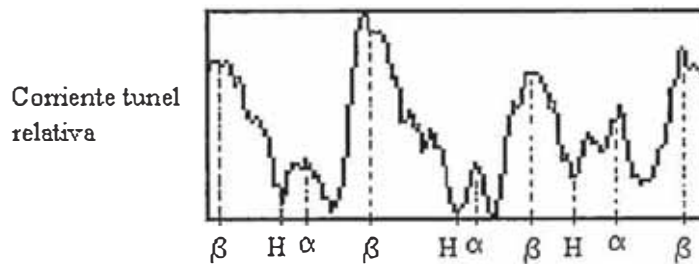


**Fig. 4.2** Dibujo esquemático de dos capas de grafito. Las posiciones  $\alpha$ , tiene un átomo directamente debajo en la segunda capa, mientras que las posiciones  $\beta$  no.

Según la Fig. 4.2 los átomos negros (posiciones  $\beta$ ) serán los que más sobresalen en la superficie, y por lo tanto se presentarán blancos en la imagen. Las posiciones  $\alpha$  no conducen suficiente corriente túnel como para notarse claramente en la imagen, aunque la corriente que conducen no es completamente nula. Esto es justamente lo que se muestra en la imagen de la

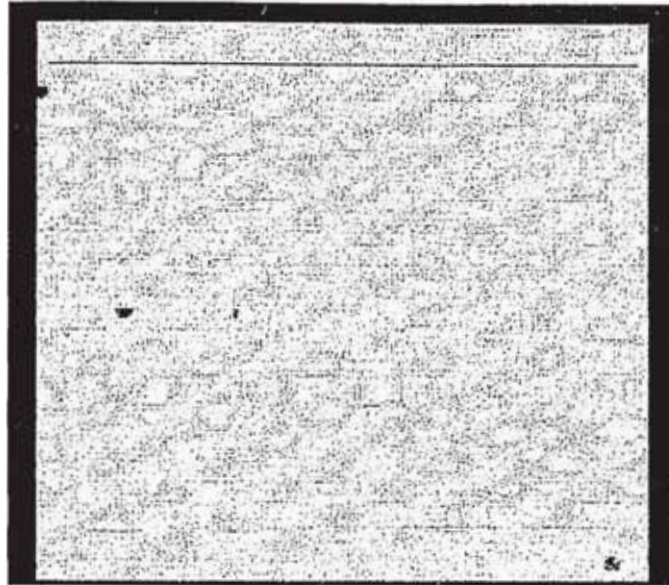
Fig. 4.1, donde se aprecia claramente la estructura de triángulo equilátero que forman los átomos vecinos en las posiciones  $\beta$ .

La facilidad de corte transversal, nos puede confirmar lo arriba dicho. Si realizamos un corte transversal a lo largo de la recta que parte de una posición  $\beta$  y biseca el lado opuesto, el corte cruzará sucesivamente una posición  $\beta$ , un hueco (átomo de la segunda capa) y una posición  $\alpha$ , en forma periódica. El gráfico del corte transversal, debe de presentar picos de corriente para las posiciones  $\beta$ , mínimos en los huecos y pequeños picos para las posiciones  $\alpha$ , ya que como hemos mencionado anteriormente, la corriente túnel en estas posiciones aunque pequeña, no es completamente nula. Esto lo apreciamos en la Fig. 4.3, que muestra el resultado del corte transversal según la recta que se muestra en la imagen de la Fig. 4.1.



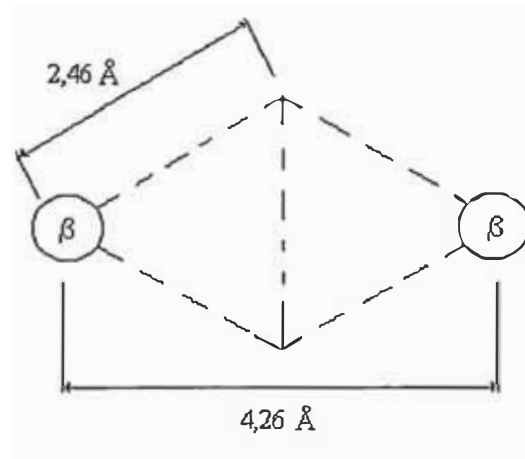
**Fig. 4.3** Corte transversal según la recta de la imagen de la Fig. 4.1. Esta recta pasa por cuatro máximos que corresponden a átomos en las posiciones  $\beta$ . H significa un hueco, es decir, una posición de un átomo de la segunda capa, sin ningún átomo sobre él.

Para calibrar el desplazamiento lateral, utilizamos la imagen de la Fig. 4.4.



**Fig. 4.4** Imagen suavizada vista de arriba de HPOG.  $I=0,5$  nA,  $V$  punta-muestra=0,1, voltaje de barrido=0,205 V, número de columnas=número de filas=128, promedio=20. Con punta cortada de Pt-Ir.

Si analizamos la línea trazada en la Fig. 4.4, vemos que pasa por 6 posiciones  $\beta$ . Dos posiciones  $\beta$  consecutivas forman un rombo a partir de dos triángulos equiláteros unidos por su base, tal como se muestra en la Fig. 4.5.

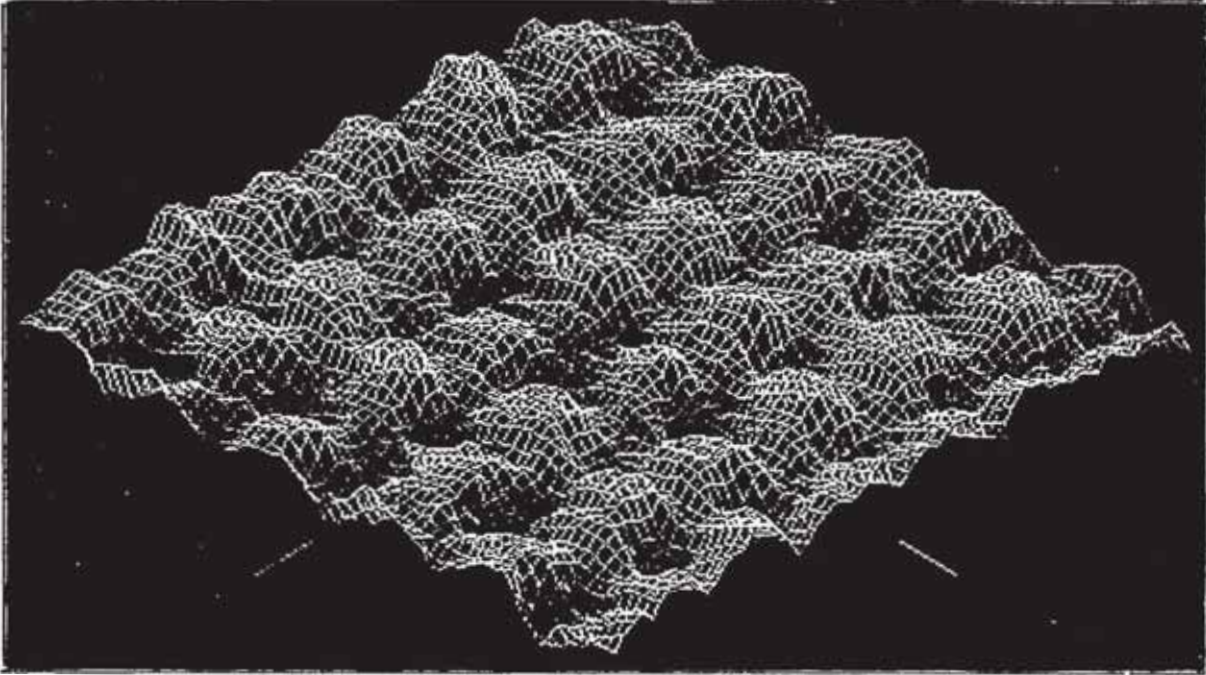


**Fig. 4.5** La distancia entre dos posiciones  $\beta$  a lo largo de la recta trazada en la imagen de la Fig. 4.4.

En el ancho de la muestra, según la recta trazada, existen cinco de estos rombos, luego el ancho de la muestra es de  $5 \times 4,26 = 21,3$  Å. Como el barrido lateral se hizo con un voltaje de 0,205 V, tenemos que la calibración en los ejes laterales es de 103,9 Å/V. Este valor experimental, está muy próximo de valor de 125 Å/V calculado teóricamente según

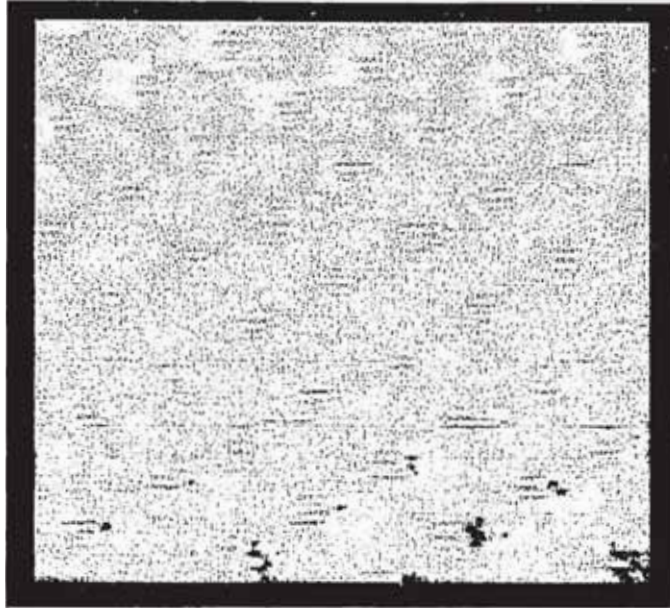
(2.39). La diferencia se debe a las propiedades intrínsecas de los piezoelementos cerámicos como el “arrastre” (creep) e histéresis durante el barrido.

En la Fig. 4.6 apreciamos una imagen tridimensional de la superficie mostrada en la Fig. 4.1.

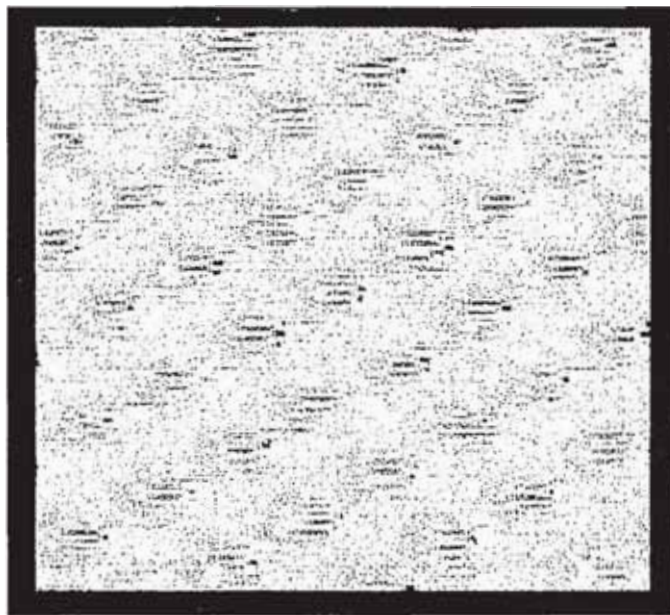


**Fig. 4.6** Imagen tridimensional de la superficie mostrada en la Fig. 4.1. Interlineado (densidad de la malla)=1, ángulo azimutal=50°, rotación en el plano horizontal, 45°.

En la Fig. 4.7 mostramos una imagen en la que apreciamos claramente que esta inclinada respecto al plano barrido por la muestra. Esta imagen la tomamos en el Laboratorio del Profesor Chornik, en la Universidad de Chile. La imagen de la Fig. 4.8 corrige esta inclinación haciendo uso de la rutina gráfica de “Quitar Plano”. Finalmente la imagen de la Fig. 4.9 es la misma imagen, pero filtrada mediante la rutina gráfica de suavizado.

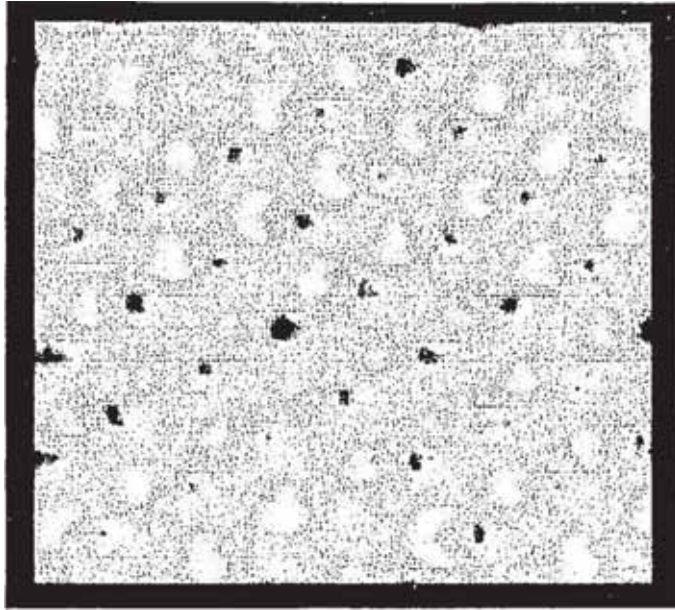


**Fig. 4.7** Imagen cruda (sin suavizar) vista de arriba de HPOG.  $I=0,5$  nA,  $V$  punta-muestra=0,1 V, voltaje de barrido=0,13 V, número de columnas=número de filas=128, promedio=2. Con punta cortada de W. Se aprecia que la zona superior esta mas elevada que la inferior.



**Fig. 4.8** Imagen equalizada, que corrige la inclinación respecto al plano que barre la punta.





**Fig. 4.9** Imagen suavizada que elimina ruidos de alta frecuencia mediante la rutina “Suavizar”

## 5. CONCLUSIONES Y SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

### 5.1 CONCLUSIONES

En esta tesis se presentó el trabajo realizado para construir en el Perú el primer microscopio de efecto túnel con resolución atómica. En ella se han considerado los aspectos mecánico, electrónico y de computación. Se mostraron las primeras imágenes de grafito pirolítico obtenidas en atmósfera de aire, a temperatura ambiente.

El sistema presenta una excelente supresión de vibración acústica. La resonancia lateral del MET se estima alrededor de 20 kHz, y la vertical en 100 kHz. Buena compensación térmica, y alta velocidad de operación. Los altos valores en las frecuencias de resonancia son consecuencia de la pequeña masa del cabezal y también de la independencia del ambiente mediante un control electrónico autónomo; estos reducen considerablemente el esfuerzo en aislar mecánicamente el sistema.

- Se midió la sensibilidad del piezotubo de barrido utilizando las muestras de HOPG, resultando en 103,9 Å/V. La resolución lateral del MET-UNI es de 1 Å aproximadamente.

### 5.2 SUGERENCIAS PARA TRABAJOS FUTUROS

- Medir la frecuencia de resonancia del MET, disminuyendo la constante de tiempo (la ganancia) del sistema de realimentación, hasta que el cabezal del MET resuene. Luego medimos la frecuencia del voltaje z.

Medir los niveles de ruido mecánico, haciendo una análisis espectral del voltaje z.

Medir la deriva térmica lateral y vertical. La vertical la podemos medir dejando la punta en la zona túnel por un tiempo prolongado, midiendo constantemente la corriente túnel.

La deriva lateral, se puede medir tomando imágenes de la misma zona de la muestra en intervalos de tiempo. El desplazamiento de las posiciones atómicas con el tiempo, nos dará una medida de la deriva lateral.

Calibrar el desplazamiento vertical, tomando imágenes de muestras que presenten escalones atómicos de dimensión conocida. También podemos calibrar el desplazamiento vertical mediante interferometría.

- Diseñar puntas mediante métodos de pulido electroquímico. También es conveniente construir puntas con revestimiento aislante de manera que puedan ser usadas en medio líquido.

Realizar mediciones en superficies metálicas, por ejemplo de Au, y superficies semiconductoras.

- Modificar ligeramente el cabezal para poder utilizarlo en medio líquido. Esto nos permitirá estudiar *in situ* interfaces sólido líquido.
- Modificar el lazo de realimentación para poder realizar medidas de espectroscopia I/V. Será necesario diseñar un sistema que corte el lazo y mantenga fijo el voltaje. Para analizar con propiedad los resultados de las medidas espectroscópicas, es conveniente ahondar un tanto en la teoría del hamiltoniano de transferencia.
- Incursionar en el área de la Física Mesoscópica. El MET ha probado ser un instrumento ideal para caracterizar y construir estructuras de escala nanométrica.

## REFERENCIAS

1. Giaver, I., "Electron tunneling and superconductivity", *Rev. Mod. Phys.*, **46** (2) (1974) 245-250.
2. Young, R., Ward, J., y Scire, F., "Observation of Metal-Vacuum-Metal Tunneling, Field Emission, and the Transition Region", *Phys. Rev. Lett.*, **27** (14) (1971) 922-924.
3. Young, R., Ward, J., y Scire, F., "The Topografiner: An Instrument for Measuring Surface Microtopography", *Rev. Sci. Instr.*, **43** (7) (1972) 99-1011.
4. Binnig, G., Rohrer, H., Gerber, Ch., y Weibel, E., "Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy", *Phys. Rev. Lett.*, **49** (1) (1982) 57-61.
5. Chen, C.J., "Introduction to Scanning Tunneling Microscopy", New York Oxford, OXFORD UNIVERSITY PRESS, 1993.
6. Olin, H., "Scanning Probe Microscopy: Design and Applications", Department of Physics, Göteborg 1993.
7. Simmons, J.G., "Generalized Formula for the Electric Tunnel Effect between Similar Electrodes Separated by a Thin Insulating Film", *J. Appl. Phys.*, **34** (6) (1963) 1793-1803.
8. Bardeen, J., "Tunneling from a many-particle point of view", *Phys. Rev. Lett.*, **6** (2) (1961) 57-59.
9. Tersoff, J., y Hamann, D.R., "Theory of the scanning tunneling microscope", *Phys. Rev. B*, **31** (2) (1985) 805-813
10. Tersoff, J., y Hamann, D.R., "Theory and Application for the Scanning Tunneling Microscope", *Phys. Rev. Lett.*, **50** (25) (1983) 1998-2001.
11. Lang, N.D., "Vacuum Tunneling Current from an Adsorbed Atom", *Phys. rev. Lett.*, **55** (2) (1985) 230-233.
12. García, N., Ocal, C., y Flores, F., "Model Theory for Scanning Tunneling Microscopy: Application to Au(110)(1x2)", *Phys., Rev., Lett.*, **50** (25) (1983) 2002-2005.
13. Hamers, R.J., "STM on Semiconductors", en H.J. Güntherodt & R. Wiesendanger (Eds.), *Scanning Tunneling Microscopy I. General Principles and Applications to Clean and Adsorbate-Covered Surfaces* (pp. 83-129). Berlin: Springer-Verlag, 1992.

14. Binnig, G., and Smith, D.P.E., "Single-tube three-dimensional scanner for scanning tunneling microscopy", *Rev. Sci. Instrum.*, **57** (8) (1986) 1688-1689.
15. Chen, C.J., "Electromechanical Deflections of Piezoelectric Tubes with Quartered Electrodes", *Appl. Phys. Lett.*, **60** (1992) 132-134.
16. Soler, J.M., Baro, A. M., y García, N., "Interatomic Forces in Scanning Tunneling Microscopy: Giant Corrugations of the Graphite Surface", *Phys. Rev. Lett.*, **57** (4) (1986) 444-447.