UNIVERSIDAD DISTRITAL
FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS

IMPLEMENTACIÓN DE TÉCNICA LOCK-IN EN MICROSCOPÍA DE EFECTO TÚNEL EN CONDICIONES DE ALTO VACÍO

ESTUDIANTE
Ángela Rocío Peña Malambo*

Pasantía de investigación para optar por el título de Licenciatura en Física
Realizada en el laboratorio de Microscopia avanzada de la Universidad Central.

DIRECTOR INTERNO
Prof. César Aurelio Herreño Fierro.
Universidad Distrital Francisco José de Caldas

PROFESIONAL RESPONSABLE
Prof. José Augusto Galvis Echeverri
Universidad Central

Facultad de ciencias y educación.
Licenciatura en Física.

arpenam@correo.udistrital.edu.co.

Fecha realización de pasantía:
01/02/2019-01/02/2020

ÍNDICE

1. Introducción. **2**

2. Objetivos. **3**

3. Marco Teórico
3.1. Efecto Túnel. **4**
3.2. Configuración Experimental STM. **13**
3.3. Modos de Medición STM. **14**

4. Actividades Desarrolladas
4.1. Implementación técnica Lock-In para la medición de la conductancia Túnel. **16**
4.2. Técnica LIA para la obtención de Espectroscopia Túnel. **20**
4.3. Sistema de Vacío. **24**
4.4. Medidas. . . . . .
4.4.1. Mediciones con el Amplificador Lock-In **29**
4.4.2. Mediciones con el STM. **35**

5. Cumplimiento por objetivos **37**

6. Conclusiones. **38**

1. Introducción

Richard Feynman en 1959 se atrevió hablar sobre el impactante futuro que tendría la ciencia si se llegará a controlar y manipular cosas a escala atómica[1]. Para ese tiempo se tenían herramientas con las que se lograba escribir frases en un grano de arroz, pero Feynman se refería a llegar al límite de la miniaturización, a ver y ordenar átomos sin violar ninguna ley física, adentrarnos en el universo de la física cuántica. En este escenario, se podrían construir máquinas pequeñas que pudieran ingresar al cuerpo humano y ser dirigidas por el cirujano, o ver la estructura del ARN, desarrollar sustancias puras, o conocer las propiedades atómicas de los materiales, entre otras. Feynman logró visualizar la magnitud de las cosas que se podrían hacer si se llegará a estas escalas pequeñas, las cuales hoy día tienen un sinnúmero de importantes aplicaciones en química, biología, física y particularmente, en su convergencia. Las ideas de Feynman empezaron a tomar forma en 1981 con la creación del microscopio de efecto túnel (Scanning Tunneling Microscopy, por sus siglas en inglés; STM) desarrollado por Binning y Rohrer donde por primera vez se obtuvieron imágenes topográficas de la superficie de varios materiales a escala atómica[2], una resolución sin precedentes de aproximadamente 1 Å.

El principio de funcionamiento STM se basa en un efecto cuántico conocido como efecto túnel. En este los electrones, gracias a su carácter dual entre onda y partícula, tienen la probabilidad de atravesar una barrera de potencial con energía superior a su energía cinética. El desarrollo de este instrumento abrió las puertas al campo de las técnicas de microscopía de sonda de barrido. Esta técnica permite no sólo la obtención de topografía de la superficie de un material, sino que además, brinda la posibilidad de estudiar moléculas y átomos, como por ejemplo la manipulación de moléculas individuales en superficies metálicas[3], la modificación superficial del material a escala atómica[4], medición de la variación de las propiedades electrónicas en la superficie del mismo[5]. Esta última es una técnica conocida como espectroscopía túnel que nos permite obtener la estructura electrónica de la muestra, haciendo uso de la conductancia diferencial. Esta técnica de microscopía de efecto túnel tiene la capacidad de desarrollarse en medios diversos, particularmente efectiva en ultra alto vacío (UHV), o ambientes de atmosfera controlados, dado que las señales de corriente generadas son del orden de los nano a pico amperios, muy sensibles a cambios del entorno.

En el presente trabajo se desarrolla un estudio teórico de la técnica de microscopia de efecto túnel para la obtención de la conductancia diferencial, haciendo uso de la técnica Lock-In. Además, durante la estancia de investigación se participó en la calibración del microscopio de efecto túnel construido en los laboratorios de microscopía avanzada de la Universidad Central de Bogotá, así como la implementación del sistema de alto vacío, también construido en estas instalaciones. Este sistema mejora las condiciones de medición, lo que conlleva a obtener superficies mejor definidas[6], garantizando superficies limpias y estables, obteniendo dentro del desarrollo de esta pasantía la primera imagen de topografía con el STM, que servirá como base de calibración para futuras mediciones.

2. Objetivos

General:
Implementar el método de medición con la técnica Lock-In para microscopía de efecto túnel bajo condiciones de alto vacío.

Específicos:

- ✓ Calibrar el microscopio de efecto túnel y su electrónica de control.
- ✓ Implementar el sistema de alto vacío al montaje STM.
- ✓ Adaptar la técnica Lock-In para la medición de conductancia túnel.
- ✓ Calibrar todo el sistema con muestras de control.
- ✓ Redactar un documento donde se detalle las actividades de la pasantía con sus respectivos análisis de resultados.

3. Marco Teórico

3.1. Teoría de Efecto Túnel.

Para hablar del efecto túnel consideremos una partícula incide sobre una barrera de potencial definida así:

$$V(x) = \begin{cases} 0 & x < 0 \\ V_0 & 0 \leq x \leq d \\ 0 & x > d \end{cases}$$

La partícula tiene una energía establecida E, menor a la del potencial al cual está sometida $E < V_0$, como se evidencia en la figura 1.

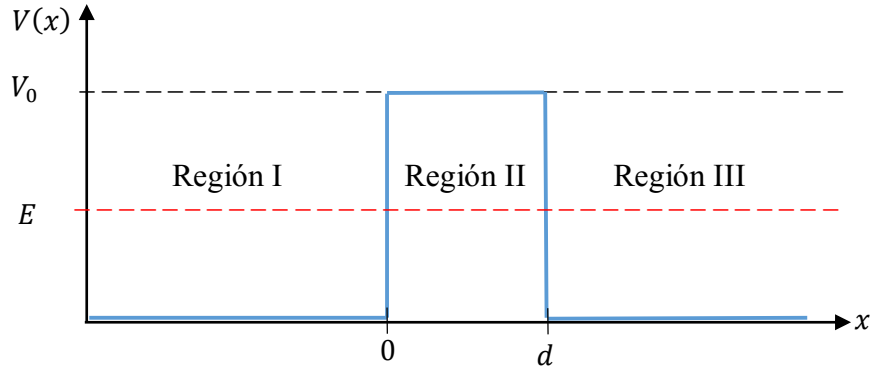


Figura 1. Barrera de Potencial Cuadrada. Consta de tres diferentes regiones a las cuales se someterá una partícula.

Para conocer el comportamiento de la partícula en cada una de las regiones hay que hacer uso de la mecánica cuántica, ya que para la escala atómica un tratamiento clásico no describe la física observada. Entonces para cada una de las regiones hay que resolver la ecuación de onda de Schrödinger para las ondas de materia:

$$-\frac{h^2}{2m}\frac{d^2\psi(x)}{dx^2} + V(x)\psi(x) = E\psi(x), \qquad (1)$$

donde h es la constante de Planck y ψ la función de onda que describe el estado de las partículas.

El desarrollo unidimensional para cada una de las regiones se muestra a continuación

Región I:

$$-\frac{h^2}{2m}\frac{d^2\psi(x)_I}{dx^2} + V(x)\psi(x)_I = E\psi(x)_I \qquad (2)$$

En esta región no hay un potencial actuando sobre la partícula, por consiguiente $V(x) = 0$ como se muestra en la Figura 1, reduciéndose la ecuación a:

$$-\frac{h^2}{2m}\frac{d^2\psi(x)_I}{dx^2} = E\psi(x)_I$$

$$\frac{d^2\psi(x)_I}{dx^2} = -\frac{2m}{h^2}E\psi(x)_I$$

y definiéndose $K_I^2 = \frac{2m}{h^2}E$ se obtiene:

$$\frac{d^2\psi(x)_I}{dx^2} = -K_I^2\psi(x)_I$$

Obteniendo una ecuación con la forma de un armónico simple

$$\frac{d^2\psi(x)_I}{dx^2} + K_I^2\psi(x)_I = 0 \qquad (3)$$

Proponiendo una solución para la ecuación (3) de partícula libre:

$$\psi(x)_I = e^{\lambda x} \qquad (4)$$

Haciendo las respectivas derivadas de la ecuación (4) con respecto a la ecuación (3) Se obtiene

$$\frac{d\psi(x)_I}{dx} = \lambda\, e^{\lambda x}$$

$$\frac{d^2\psi(x)_I}{dx^2} = \lambda^2\, e^{\lambda x}$$

Sustituyendo las derivadas obtenidas en la ecuación (3) para obtener el valor de λ, se llega a que

$$\lambda^2\, e^{\lambda x} + K_I^2 e^{\lambda x} = 0 \qquad (5)$$

Factorizando

$$e^{\lambda x}(\lambda^2 + K_I^2) = 0$$

Sólo lo del paréntesis puede valer cero, para x > -∞, entonces

$$(\lambda^2 + K_I^2) = 0$$

$$\lambda = \pm\sqrt{-1}\, K_I$$

El valor de λ es:

$$\lambda = \pm i\, K_I \qquad (6)$$

Reemplazando este valor de la ecuación (6) en la ecuación (4) se evidencia la forma que toma la solución propuesta

$$\begin{aligned} \psi(x)_I &= e^{\pm i\, K_I x} \\ \psi_+(x)_I &= e^{i\, K_I x} \\ \psi_-(x)_I &= e^{-\, K_I x} \end{aligned} \qquad (7)$$

La solución más general para la ecuación (3) se define a partir de la combinación lineal de estas dos ondas planas definidas en la ecuación (7), esto se debe a que ecuación de onda (3) es lineal y permite el principio de superposición. Entonces, si en la ecuación (7) ambas funciones son solución, la suma de estas dos también será solución de la ecuación de onda (3), obteniéndose

$$\psi(x)_I = Ae^{i\, K_I x} + Be^{-i\, K_I x} \qquad (8)$$

donde A es la amplitud de la onda incidente y B la amplitud de la onda reflejada. Como se muestra en la figura 2.

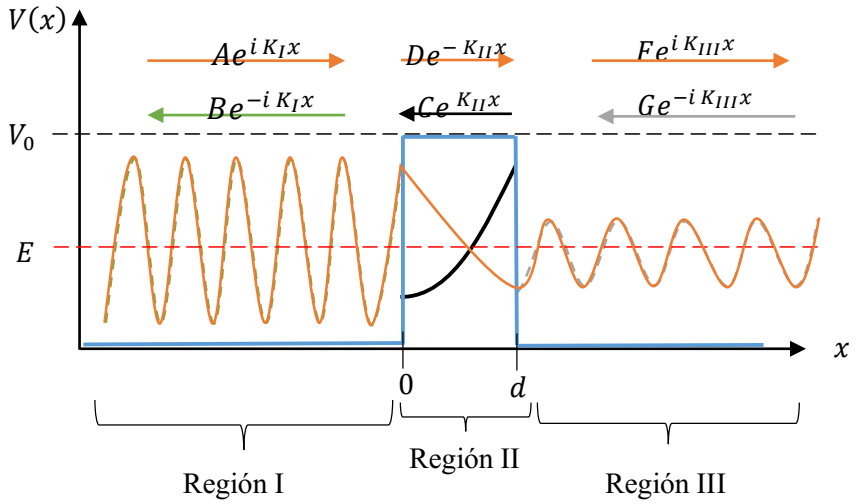


Figura 2. Comportamiento gráfico de las funciones de ondas encontradas en primera instancia para cada región. *Región I.* Las funciones exponenciales imaginarias se modelan como una onda sinusoidal, entonces la exponencial imaginaria positiva viajara hacia los x positivos, mientras que la exponencial imaginaria negativa viajara hacia la izquierda en los x negativos. *Región II.* La función de onda obtenida quedó compuesta por dos funciones puramente exponenciales reales, una positiva y la otra negativa. *Región III*. La exponencial positiva viajara hacia la derecha infinitamente, y la exponencial negativa que viaja hacia la izquierda en x.

Región II

$$-\frac{h^2}{2m}\frac{d^2\psi(x)_{II}}{dx^2}+V(x)\psi(x)_{II}=E\psi(x)_{II} \quad (9)$$

En este caso el potencial que actúa sobre la partícula tiene un valor de $V(x)=V_0>\mathrm{E}$ por ende,

$$-\frac{h^2}{2m}\frac{d^2\psi(x)_{II}}{dx^2}+V_0\psi(x)_{II}=E\psi(x)_{II} \quad (10)$$

Factorizando y realizando las respectivas simplificaciones se obtiene:

$$\frac{d^2\psi(x)_{II}}{dx^2}=-\frac{2m}{h^2}(E-V_0)\psi(x)_{II}$$

Definiendo a $K_{II}^2=\frac{2m}{h^2}(E-V_0)$, pero cuando se obtenga el valor de K se obtendrá una cantidad imaginaria. Entonces para garantizar que K sea una cantidad real se propone factorizar un menos

$$\frac{d^2\psi(x)_{II}}{dx^2}=\frac{2m}{h^2}(V_0-E)\psi(x)_{II}$$

Para así definir a $K_{II}^2=\frac{2m}{h^2}(V_0-E)$

$$\frac{d^2\psi(x)_{II}}{dx^2}-K_{II}^2\psi(x)_{II}=0 \quad (11)$$

Para hallar la solución a la ecuación (11) se sigue el mismo procedimiento realizado en la región I, obteniéndose

$$\psi(x)_{II}=Ce^{K_{II}x}+De^{-K_{II}x} \quad (12)$$

La función de onda obtenida quedo compuesta por dos funciones exponenciales, el comportamiento gráfico de estas en la región II se puede evidenciar en la figura 2. Pero esta solución obtenida no puede ser solución a ecuación de onda, ya que la función de onda está restringida a ciertas condiciones; una de esas es que debe ser finita y continua. Se necesita que la función de onda correspondiente no diverja (no tienda a infinito) en ningún punto, ya que esta debe ser finita en todas sus partes. Entonces de las dos exponenciales obtenidas en la ecuación (12) una de ellos diverge (la exponencial positiva), como se evidencia en la figura III. Por ende $C=0$. Entonces la función de onda para la región II queda como:

$$\psi(x)_{II}=De^{-K_{II}x} \quad (13)$$

Para la región II clásicamente para la partícula esta es una región prohibida, ya que al tener una energía menor a la de la barrera, esta no puede atravesarla, permaneciendo en la región I. Gracias al tratamiento cuántico que le dimos a la partícula, evidenciado en lo obtenido en la ecuación (13), encontrando una

función de onda con un valor diferente de cero, indicándonos que la partícula pudo atravesar la barrera de potencial y por ende, existe una probabilidad finita de encontrarla en esta región, definida como densidad de probabilidad[7] :

$$P(x) = \psi(x)^* \, \psi(x) = |\psi(x)|^2 \quad (14)$$

Para obtener el valor de la densidad de probabilidad completa, se debe hallar el valor de cada una de las constantes, en este caso de D y para esto se debe hacer uso de las condiciones de continuidad que nos dice que en estos puntos específicos $x = 0$ y $x = d$ la función de onda y la primera derivada de esta deben ser continuas:

$$\psi_I(0) = \psi_{II}(0)$$

$$\psi_{II}(d) = \psi_{III}(d)$$

$$\frac{d\psi_I(0)}{dx} = \frac{d\psi_{II}(0)}{dx} \quad (15)$$

$$\frac{d\psi_{II}(0)}{dx} = \frac{d\psi_{III}(0)}{dx}$$

Es así que existe la probabilidad de encontrar la partícula en la región II

$$P(x) = |\psi(0)_{II}|^2 \, e^{-2K_{II}x} \quad (16)$$

Evidenciándose que esta probabilidad depende explícitamente de los valores que toma x ya que al tener un decaimiento exponencial su valor disminuye a medida que los valores de x aumentan.

Región III

$$-\frac{h^2}{2m}\frac{d^2\psi(x)_{III}}{dx^2} + V(X)\psi(x)_{III} = E\psi(x)_{III} \quad (17)$$

Para la región III, tenemos que el potencial al que está sometido la partícula es $V(x) = 0$, igual que en la región I

$$\frac{d^2\psi(x)_{III}}{dx^2} + K_{III}^2\psi(x)_{III} = 0 \quad (18)$$

La solución para esta ecuación viene dada por

$$\psi(x)_{III} = Fe^{i\,K_{III}x} + Ge^{-i\,K_{III}x} \quad (19)$$

El comportamiento gráfico de la solución obtenida en la ecuación (20)para la región III, se evidencia en la figura 2. Pero en esta región, no puede existir una onda reflejada, puesto que la onda transmitida no tiene una barrera con la cual rebotar para generar una onda reflejada. Es así que la onda transmitida viajará

infinitamente hacia la derecha, por ende la función de onda para la región III, tiene esta excepción y queda definida como:

$$\psi(x)_{III} = Fe^{i\,K_{III}x} \qquad (20)$$

Haber obtenido un valor de la función de onda para la región III, es una consecuencia de que la partícula hubiera atravesado la barrera, pero como se mencionó anteriormente ya que la función de onda tiene una dependencia del ancho de la barrera d, este valor debe ser muy pequeño para que la partícula pueda también estar en la región III. Y así obtener el flujo de densidad de partículas que llegaron a esta región, conocido como el coeficiente de transmisión[8] definido por:

$$T = \frac{|\psi(d)|^2}{|\psi(0)|^2} \approx e^{-2K_I d} \qquad (21)$$

Este coeficiente de transmisión, así como la ecuación (16) muestran un decaimiento exponencial, mostrándose la dependencia a la separación de la punta a la muestra de estos dos importantes conceptos en la generación del efecto túnel.

Resumiendo, para cada una de las regiones se obtuvo respectivamente:

$$\psi(x) = \begin{cases} \psi(x)_I = Ae^{i\,K_I x} + Be^{-i\,K_I x} \;\; ; \;\; K_I^2 = \dfrac{2m}{h^2}E \\ \psi(x)_{II} = Ce^{K_{II}x} + De^{-K_{II}x} \;\; ; \;\; K_{II}^2 = \dfrac{2m}{h^2}(V_0 - E) \\ \psi(x)_{III} = Fe^{i\,K_{III}x} \;\; ; \; K_{III}^2 = \dfrac{2m}{h^2}E = K_I^2 \end{cases} \qquad (22)$$

Y el comportamiento gráfico de cada definitivo en el efecto túnel de cada una de las funciones se evidencia en la figura 3.

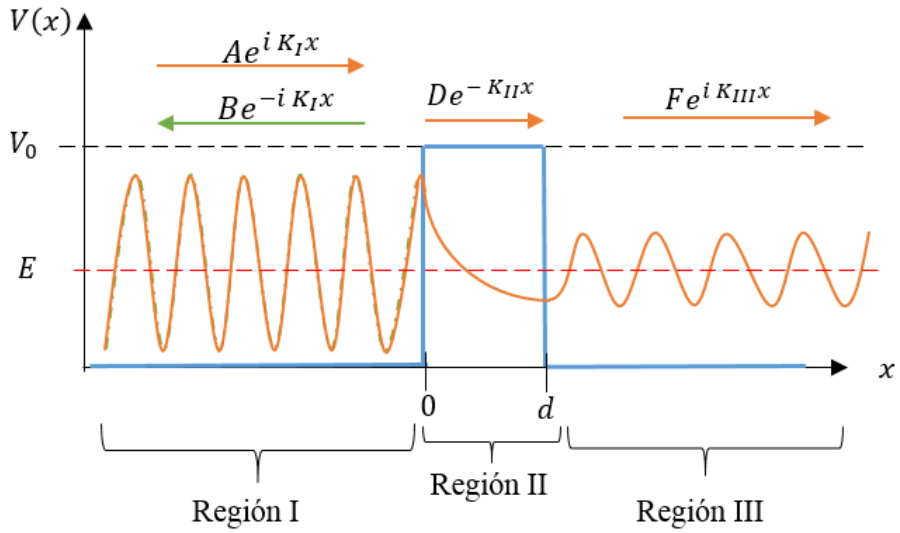


Figura 3. Efecto Túnel. Representación gráfica de la función de onda para cada una de las regiones a las que se sometió la partícula.

Gracias a este modelamiento cuántico unidimensional se puedo evidenciar el efecto túnel, puesto que, al someter una partícula a una barrera de potencial, encontramos matemáticamente que en la región donde el potencial tiene mayor energía que la partícula, esta puede atravesarlo, debido a su carácter ondulatorio, existiendo así la probabilidad de encontrar la partícula en esta región prohibida como se le llama clásicamente.

Para entender el principal funcionamiento del STM se hace uso por ende de la teoría del efecto túnel, y de otras propiedades de la mecánica cuántica para estudiar el comportamiento de la barrera de potencial que allí se establece. Como se muestra en la figura 4, la región I será la punta, la región III será la muestra y la Región II estará establecida por generar una distancia entre punta y muestra a demás que está en un ambiente de vacío.

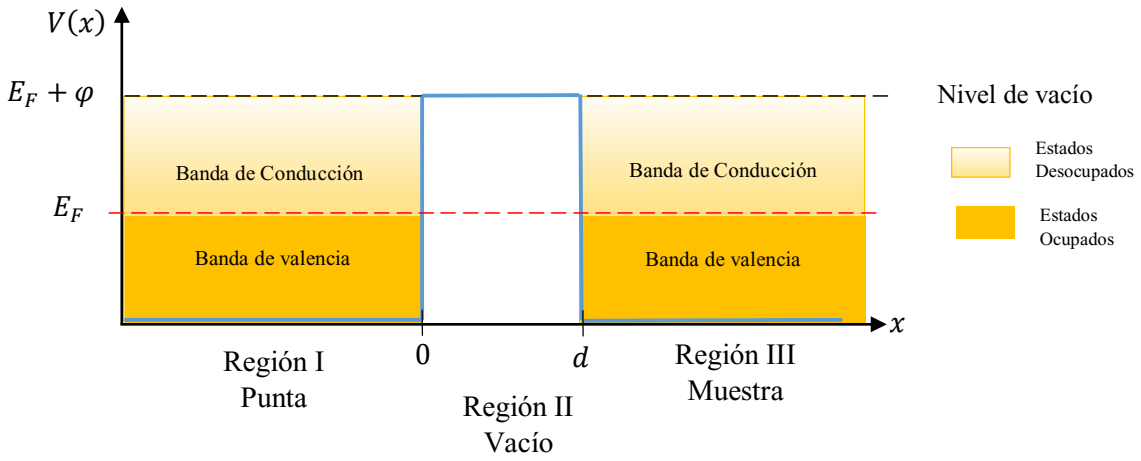


Figura 4. Barrera de potencial en el STM.

En este caso estamos considerando un modelamiento unidimensional entre sólido-vacío-sólido, ya que punta y muestra son materiales conductores, entonces teniendo en cuenta la estructura interna de estos materiales, nos encontramos que tienen una distinción en bandas de energía, como se muestra en la figura 4, donde E_F la energía de Fermi, definida como la energía más alta ocupada por los electrones en un estado particular de 0K considerada como la energía de las partículas del material, φ la energía del vacío o de la barrera, conocida como la función trabajo, energía mínima para remover un electrón del sólido.

Siendo E_F menor a φ , ya que, si esto no estableciera así, los electrones se escaparían del solido hacia el vacío y como ya se mencionó anteriormente en la mecánica clásica los electrones no pueden atravesar una barrera con energía mayor a la de la partícula, aunque en la mecánica cuántica, encontramos una probabilidad de que sí suceda gracias al efecto túnel a pesar de las diferencias entre energías. Pero no simplemente por tener la configuración experimental que se muestra en la figura 4 sucederá el efecto túnel puesto las partículas están limitadas por el principio de exclusión de Pauli que imposibilita la existencia de dos electrones en un mismo estado, y ya que tanto la muestra como la punta tienen el mismo nivel de energía E_F, en sí no tiene estados desocupados para que el electrón que tunelea la barrera pueda depositarse.

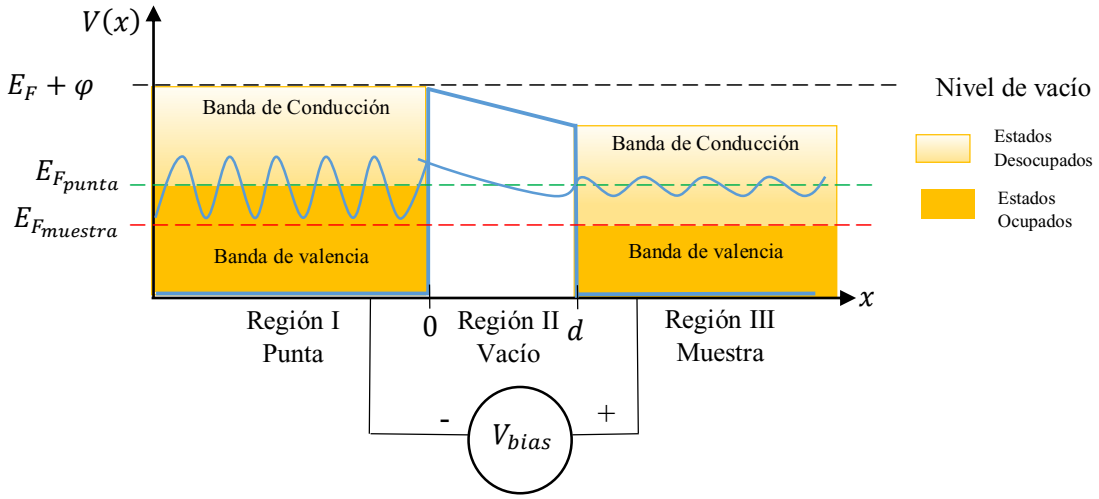


Figura 5. Voltaje bias para obtener estados desocupados y así general el efecto túnel, en donde las partículas de la punta encuentran un túnel para pasar a la muestra o viceversa, según la polaridad del voltaje.

Es así que se hace necesario aplicar una diferencia de potencial entre punta y muestra, como se evidencia en la figura 5, ya que al aplicar un voltaje polarizado, conocido como voltaje bias podemos cambiar el nivel de Fermi de un lado respecto al otro y así encontrar estados desocupados, y generarse el efecto túnel. En este caso los electrones de la punta atravesarán la barrera de potencial y llegarán a los estados desocupados que hay en la muestra generándose así un flujo de electrones. Por ende un flujo de corriente que es proporcional a la suma de las probabilidades de que un número n de electrones entre una energía $E_F - eV$ puedan cruzar la barrera de vacío[9] . Además estas hacen referencia al número de estados accesibles:

$$I \sim \sum_{E_F - eV}^{E_F} \left|\psi_n(0)\right|^2 e^{-2K_{II}x} \qquad (23)$$

Donde x es la distancia entre punta y muestra en este caso d. La densidad de estados local (LDOS) que describe el número de estados electrónicos accesibles de un sistema por unidad de volumen [9], cerca del nivel de Fermi a una energía definida $E_F - eV$,

$$\rho(d, E_F) = \frac{1}{V} \sum_{E_F - eV}^{E_F} \left|\psi_n(0)\right|^2 e^{-2K_{II}x} \qquad (24)$$

Para valores pequeños de la función de trabajo, una energía dada y un punto en el espacio d, la corriente túnel se puede expresar en términos de LDOS, según lo obtenido en la ecuación (23) y (24) [10] :

$$I \sim \rho(d, E_F) \qquad (25)$$

Evidenciándose que la corriente túnel genera una dependencia a los cambios de la distancia entre punta y muestra.

Un modelo teórico más desarrollado en tres dimensiones que incluye la estructura electrónica de la punta y la muestra es el modelo Tersoff-Hamann [11] en el que se superponen la función esférica de onda de la punta y función de la muestra para obtener una corriente túnel total, definida como:

$$I \sim \int_{E_F}^{E_F+eV} \rho_m(E-eV)\rho_p(E)\, T(x,E,eV)dE \qquad (26)$$

Donde ρ_m y ρ_p son la densidad de estados de la punta y la muestra respectivamente, T el coeficiente de transmisión en el que se evidencia su dependencia a la distancia entre punta y muestra, la energía E y el voltaje bias V.

3.2. Configuración Experimental del STM

El STM cuenta con una punta conductora afilada atómicamente (extremadamente fina) ubicada a una distancia del orden de los Ängstrom de la superficie de la muestra, operada de forma controlada sobre la superficie, gracias al uso de dispositivos piezoeléctricos y una electrónica de control que permiten hacer el barrido en las tres direcciones X, Y y Z. Al aplicar una diferencia de potencial entre punta y muestra (voltaje bias) los electrones de la punta atraviesan la barrera de potencial (tunelamiento cuántico) y llegan a la muestra o viceversa, estableciéndose una corriente túnel. Al registrar las variaciones de dicha corriente durante el barrido, se puede reproducir una imagen topográfica de la superficie a resolución atómica. En la figura 6 se ilustra un esquema de la configuración experimental del STM, donde podemos observar la punta con el grosor de un átomo que realiza un barrido en la superficie del material detectando una corriente túnel que es amplificada, luego es filtrada por el Lock-In y por último dichas variaciones generan la imagen topográfica.

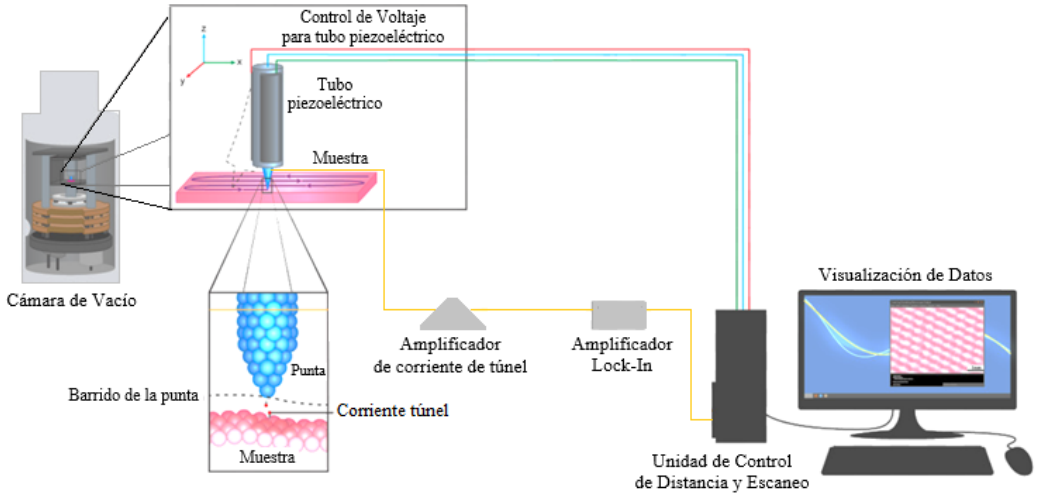


Figura 6. Configuración del sistema de medición en STM. Compuesta por: 1. Cámara de vacío, para garantizar un ambiente adecuado. 2. Tubo Piezoeléctrico: que permite acercar la punta a la muestra y hacer el barrido en esta. 3. Punta: afilada atómicamente, la cual se comunicará con la muestra a través de la corriente túnel. 4. Muestra: para evaluar sus propiedades superficiales y electrónicas. 5. Amplificador de corriente túnel (Femtoamperímetro). 6. Amplificador Lock-In: Garantiza mediciones por medio de la técnica de detección sensible a la fase de bajo ruido eléctrico para obtención de los valores de la conductancia diferencial. 7. Unidad de Control de distancia y Escaneo: que permite la adquisición de datos para el respectivo análisis de la superficie. Figura adaptada de la figura original en https://www.freepng.es/png-90v3eb/

3.3. Modos de Medición STM

Los dos modos básicos para obtener imágenes de la superficie de la muestra, que esta relacionado con la altura de la punta a la muestra por la dependencia de la corriente túnel a esta, según la ecuación (23) son:

I. Modo de corriente túnel constante:
Se mantiene constante la corriente túnel ajustando la altura de la punta a la muestra mediante un circuito de retroalimentación que aplica un voltaje al piezotubo en el eje z para garantizar mantener constante la corriente, se registran estas variaciones de z, mientras se realiza el barrido de la punta sobre la superficie.

Las variaciones en z corresponden a las variaciones de la altura de la superficie de la muestra que serán interpretadas como irregularidades de la superficie generándose con estos datos una imagen resultante de la superficie llamada imagen topográfica.

II. Modo de altura Constante:
Se apaga el circuito de retroalimentación, se fija una altura constante de la punta a la muestra mientras se realiza el barrido y se registran las variaciones de la corriente túnel, este método tiene varias dificultades, ya que al mantener la altura constante se podría golpear la punta con alguna corrugación que pueda tener la muestra por eso se recomienda realizar cuando se trabaja a bajas temperaturas ya que así se tendrán superficies atómicamente planas.

Existe otro modo de medición conocido como Espectroscopia de efecto túnel (Scanning Tunneling Spectroscopy, por sus siglas en inglés; STS), el cual nos permite conocer la estructura electrónica de la muestra, en sí conocer los LDOS de la muestra. Para estudiarlo se hace uso de la conductancia diferencial definida como la derivada de la corriente túnel respecto al voltaje bias[12]. Es así que tendremos que derivar la ecuación (26) de la corriente y realizar algunas consideraciones: que ρ_{punta} y el coeficiente T sean constantes en el intervalo de energías eV, obteniendose [9]:

$$C = \frac{dI_{tunel}}{dV_{bias}} \sim \rho_{muestra}(E_F - eV) \qquad (27)$$

La ecuación (27) nos indica que con una punta con LDOS conocida, la conductancia diferencial es proporcional a los LDOS de la muestra. En Mediciones STS el método más usado para obtener la conductancia diferencial es:

I. Curvas de conductancia diferencial:

Se usa el circuito de retroalimentación para posicionar la punta a una distancia de la muestra, y para poner los valores base de la corriente túnel y voltaje bias, luego es apagado el circuito de retroalimentación, manteniendo la altura constante de la muestra a la punta, variando el voltaje bias en el intervalo de valores negativos a positivos, registrando los cambios de la corriente túnel mientras se realiza un barrido sobre la muestra. De esta forma, se obtiene una curva de corriente en función del voltaje, cuya derivada es la conductancia túnel $\frac{dI}{dV}$. La conductancia túnel se puede hacer de dos maneras, la primera por diferenciación numérica, pero introduce ruido en la respuesta. La segunda, de mayor precisión es haciendo uso del LIA. Esta última usa la técnica de detección sensible a la fase de bajo ruido eléctrico, realizándole tratamiento a la señal, filtrándola del ruido en el que pueda estar inmersa y entregando directamente la conductancia.

Parte de los objetivos de este trabajo fue el desarrollo teórico e implementación preliminar de este segundo método para la medición de conductancia túnel del STM construido, haciendo uso del Amplificador Lock-in Stanford Research 830 adquirido por la Universidad Central para el laboratorio de microscopia avanzada, método el cual será detallado en la siguiente sección.

4. Actividades Desarrolladas.

4.1. Implementación técnica Lock-In para la medición de la conductancia túnel.

El amplificador Lock-In (LIA, por sus siglas en ingles Lock-In Amplifier) es un instrumento utilizado frecuentemente en laboratorios de investigación, dada su alta precisión en la medición de señales electrónicas AC de baja amplitud y diferentes frecuencias, ya que recupera la señal del ruido en el que pueda estar sumergida. Esto lo consigue eliminando las componentes de frecuencia que no son de interés para la medición, obteniendo las salidas del LIA una señal fasorial de bajo ruido. Esto gracias a su principio de funcionamiento, conocido como la técnica de detección sensible a la fase (PSD, por sus siglas en inglés Phase Sensitive Detection), que trabaja de manera sincronizada con una señal de referencia [13], la cual se le suministra al LIA especificando su frecuencia.

Para realizar mediciones haciendo uso del LIA, se excita el sistema por medio de la salida OUT-REF, la cual proporciona la frecuencia de referencia, como se muestra en la figura 7. La respuesta a esta señal es medida en la entrada IN-A del LIA.

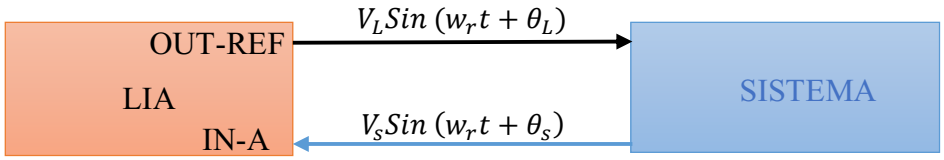


Figura 7. Uso del LIA para excitar y medir un sistema de interés, donde OUT-REF, es la salida del LIA la cual genera una señal de referencia que entrará al sistema de interés, IN-A la entrada del LIA en la cual se mide la señal producida por el sistema al ser excitado. Figura adaptada de la figura original [14].

El LIA internamente utiliza esta señal de referencia para encontrar la señal a medir e ignora cualquier otra señal que no esté sincronizada con la señal de referencia, ya que al estar la señal de interés acoplada a una señal de referencia con frecuencia y fase definidas es posible separar esta señal de cualquier componente de ruido. En sí la técnica de detección sensible a la fase modula la señal de entrada [14] utilizando la señal de referencia. El tratamiento interno básico que le hace el LIA a la señal de interés se detalla a continuación:

En esta etapa de detección sensible a la fase se produce la multiplicación de la señal de interés $V_s = V_s Sin\,(w_r t + \theta_s)$ por la señal de referencia que genera internamente el LIA $V_{R1} = V_L Sin\,(w_L t + \theta_L)$, de la siguiente manera:

$$V_{PSD} = (V_s)(V_{R1}) \qquad (28)$$

$$V_{PSD} = [V_s Sin\,(w_r t + \theta_s)]\, V_L Sin\,(w_L t + \theta_L)$$

$$V_{PSD} = V_L V_s\, Sin\,(w_r t + \theta_s) Sin\,(w_L t + \theta_L) \quad (29)$$

Donde V_L , w_L, θ_L son la amplitud, frecuencia y el ángulo de fase respectivamente de la señal de referencia producida por el LIA. V_s , w_r, θ_s Son la amplitud, la frecuencia y la fase de la señal de interés a medir.

Haciendo uso de las propiedades trigonométricas del seno y coseno en la ecuación (29) se obtiene:

$$\begin{aligned} V_{PSD} = \frac{V_L V_s}{2} [&Cos\,(w_r t - w_L t) Cos(\theta_s - \theta_L) \\ &- Sin\,(w_r t - w_L t) Sin\,(\theta_s - \theta_L) \\ &- Cos\,(w_r t + w_L t) Cos(\theta_s + \theta_L) \\ &+ Sin\,(w_r t + w_L t) Sin\,(\theta_s + \theta_L)] \end{aligned} \quad (30)$$

Como se mencionó anteriormente la señal de entrada es modulada en frecuencia por la señal de referencia generada por el LIA, por ende, la señal LIA tiene la misma frecuencia que la señal de interés

$$w_r = w_L = w$$

Teniendo en cuenta esta condición la ecuación (30) y reduciendo términos se obtiene:

$$\begin{aligned} V_{PSD} = \frac{V_L V_s}{2} [\, &Cos(\theta_s - \theta_L) - Cos\,(2wt) Cos(\theta_s + \theta_L) \\ &+ Sin\,(2wt) Sin\,(\theta_s + \theta_L)] \end{aligned} \quad (31)$$

Para simplificar la expresión (31) se aplican las propiedades trigonométricas del coseno obteniéndose en la salida del PSD:

$$V_{PSD} = \frac{V_L V_s}{2} [\, Cos(\theta_s - \theta_L) - Cos\,(2wt + \theta_s + \theta_L)] \quad (32)$$

Ya que el segundo término tiene una frecuencia más alta a la de referencia, este término es eliminado haciendo uso de un filtro pasa bajo que filtra las señales que no tiene la misma frecuencia de referencia. Después de filtrar la ecuación (32) se obtiene finalmente una señal filtrada con componente DC:

$$V_{PSD}/_{Filtrada} = \frac{V_L V_s}{2} Cos(\theta_s - \theta_L) \quad (33)$$

El LIA utilizado es bifásico [15], puesto que utiliza un segundo PSD que multiplica la señal de interés por una señal de referencia desfasada 90º , que tiene la siguiente forma $V_{R2} = V_L Cos(w_L t + \theta_L)$, es decir:

$$V_{PSD2} = (V_s)(V_{R2})$$

$$V_{PSD2} = [V_s Sin\,(w_r t + \theta_s)]\, V_L Cos\,(w_L t + \theta_L) \quad (34)$$

Realizando el mismo procedimiento algebraico anterior a la ecuación (34) se obtiene

$$V_{PSD2} = \frac{V_L V_s}{2}\,[\,Sin(\theta_s - \theta_L) + Sin\;(2wt + \theta_s + \theta_L)] \quad (35)$$

Pasando la ecuación (34) por el filtro pasa bajos:

$$V_{PSD2}{}_{/Filtrada} = \frac{V_L V_s}{2} Sin(\theta_s - \theta_L) \quad (36)$$

Estos dos valores obtenidos en la ecuación (33) y (36) se hacen corresponder a la componente en fase X y la componente en cuadratura Y del fasor de voltaje:

$$X = V_{PSD}{}_{/Filtrada} = \frac{V_L V_s}{2} Cos(\theta_s - \theta_L)$$

$$Y = V_{PSD2}{}_{/Filtrada} = \frac{V_L V_s}{2} Sin(\theta_s - \theta_L)$$

El valor de θ_L es un valor conocido, ya que este se ajusta directamente en el LIA, por ende, se le puede dar un valor de cero, para así obtener:

$$X = V_{PSD}{}_{/Filtrada} = \frac{V_L V_s}{2} Cos(\theta_s)$$
$$Y = V_{PSD2}{}_{/Filtrada} = \frac{V_L V_s}{2} Sin(\theta_s) \quad (37)$$

Los valores obtenidos en la ecuación (37) permiten calcular la amplitud y fase de la señal de interés, ya que el LIA reconstruye la señal de interés como un vector [15], para la amplitud obtenemos:

$$A = \sqrt{\left(\frac{V_L V_s}{2} Cos(\theta_s)\right)^2 + \left(\frac{V_L V_s}{2} Sin(\theta_s)\right)^2}$$

$$A = \sqrt{\frac{(V_L V_s)^2}{4}\Big(Cos^2(\theta_s) + Sin^2(\theta_s)\Big)} \quad (38)$$

Que se reduce a:

$$A = \left(\frac{V_L V_s}{\sqrt{4}}\right)$$

$$A = \frac{V_L}{\sqrt{2}} \frac{V_s}{\sqrt{2}}$$

$$A = V_{L_{RMS}} \; V_{s_{RMS}} \qquad (39)$$

Debido a que el valor de $V_{L_{RMS}}$ es un valor conocido, ya que se ajusta directamente en el LIA la ecuación (39) es proporcional a la amplitud de la señal de interés:

$$A = \sqrt{X^2 + Y^2} = V_{s_{RMS}} \qquad (40)$$

Obtener este valor directamente se debe a que el LIA sea bifásico puesto que esto le permite medir las componentes fasoriales X, Y, y A directamente, quitando la dependencia de la fase para medir estos valores [16].

Y por último para obtener los valores de la fase de la señal podemos hacer uso de la siguiente relación

$$\tan(\theta_s) = \frac{Sin(\theta_s)}{Cos\,(\theta_s)} = \frac{Y}{X}$$

$$\theta_s = tan^{-1}\left(\frac{Y}{X}\right) \qquad (41)$$

A través del desarrollo matemático realizado podemos observar que haciendo uso de la técnica PSD se obtuvieron dos salidas, una con la magnitud y otra con la fase de la señal de interés. En la figura 8 se puede entender de forma gráfica el funcionamiento básico del LIA desarrollado anteriormente. Es el proceso de multiplicar las señales y luego pasar el resultado por un filtro pasa bajos que filtran las señales que no tiene la misma frecuencia de referencia, a lo que se le llama PSD [17].

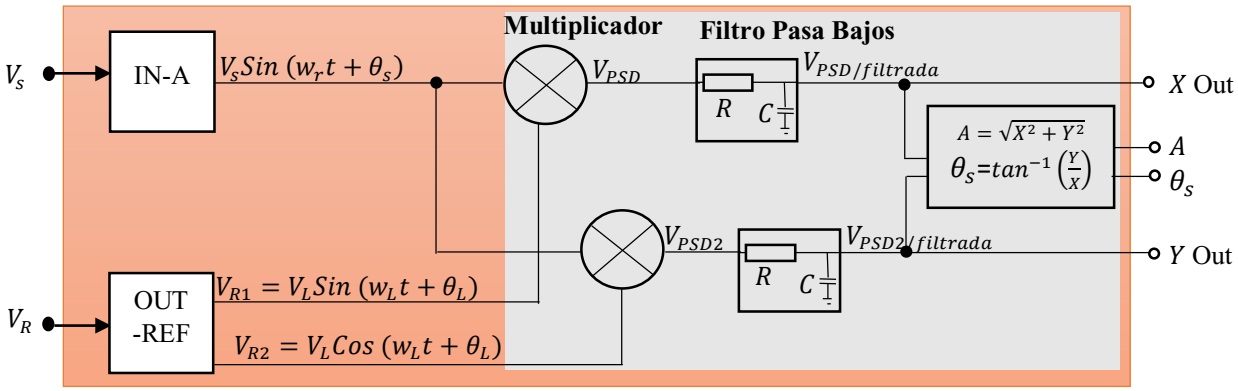


Figura 8. Diagrama del proceso interno básico y principal que realiza el LIA. La señal de interés V_S ingresa por IN-A una de las entradas del LIA. El LIA por OUT-REF genera la señal de referencia que está compuesta por dos señales V_{R1} y V_{R2} que se encuentra desfasada, estas dos serán multiplicadas por separado por la señal de interés V_s y cada uno de los resultados es pasado por un filtro pasa bajos. El resultado de filtrar la señal proporciona X y Y respectivamente, que son usados para calcular la amplitud A y la fase θ_s de la señal de interés. Figura adaptada de la figura original [18].

4.2. Técnica LIA para la obtención de Espectroscopia Túnel.

Para obtener curvas de conductancia túnel como se mencionó anteriormente se debe derivar la corriente túnel respecto al voltaje, como se muestra en la ecuación (27). Esto se puede adquirir de dos maneras, la primera por diferenciación numérica, que consiste en obtener la curva I/V y luego hacerle la derivada de esta. La segunda, de mayor precisión y excelente relación señal-ruido, es la técnica de detección sensible a la fase (PSD). Técnica experimental[12]que hace uso del instrumento amplificador Lock-In, ya que este entrega directamente el valor de $\frac{dI}{dV}$, realizándole un tratamiento a la señal, filtrándola del ruido en el que pueda estar inmersa. Parte de los objetivos de este trabajo fue el desarrollar este método para la medición de conductancia túnel del STM construido.

Como se explicó previamente, para la generación de la corriente túnel, aplicamos un voltaje bias DC entre punta y muestra. Para poder aplicar el método PSD se requiere sumar al voltaje bias DC una componente de voltaje alterno sinusoidal:

$$V_{muestra-Punta} = V_{bias}(V_{DC}) + V_{AC}\left(R\,Cos(w_r t + \theta_r)\right) \quad (42)$$

Donde R es la amplitud de la señal AC, w_r la frecuencia y θ_r el desfase. Normalmente el valor de R se escoge entre un 1 al 10% de la señal DC [11]. De tal forma que, al aplicar este voltaje, se obtiene una corriente túnel resultante a través de la barrera de potencial dada como:

$$I_{Tunel} = (I_{DC}) + I_{AC} \quad (43)$$

Donde el primer término proviene del voltaje bias DC y el segundo de la señal AC. Esta corriente resultante es amplificada y convertida en voltaje a través de un amplificador de transconductancia, obteniendo:

$$V_I = V_{DC} + A_{w_r} Cos(w_r t + \theta_s) + \sum_i Q_i Cos(w_i t) \quad (44)$$

Donde A_{w_r} es la amplitud de la respuesta túnel de la señal AC, θ_s el ángulo de fase de la señal que se produjo, y el tercer término hace referencia a señales ruidosas indeseables de diferentes frecuencias.

Ahora se hace uso de un Amplificador Lock-in para medir la señal de la ecuación (44). El LIA sincroniza únicamente la frecuencia de interés w_r, y suprime las otras frecuencias provenientes de ruido. Es así que internamente pasa la señal de la ecuación (44) por un filtro de pasa banda con frecuencias de corte $w_{c1} > 0$ y $w_{c2} > w_i$, eliminando la componente DC y la señal ruidosa. Quedando así una señal modulada con la señal AC:

$$V_{IPB} = A_{w_r} Cos(w_r t + \theta_s) \quad (45)$$

Continuando con el proceso que hace internamente el LIA, como se detalló en la sección 4.1, pasa la señal de la ecuación (45) por un circuito multiplicador, multiplicando la señal de entrada por una señal de referencia sinusoidal determinada, que en términos generales realiza la siguiente operación matemática:

$$V_{PSD} = (V_r)(V_{IPB}) \quad (46)$$

Donde $V_r = RCos(w_r t + \theta_r)$ se considera como una señal de referencia con amplitud R y frecuencia w_r definida, señal utilizada para excitar inicialmente el experimento.

Multiplicando las señales:

$$V_{PSD} = [RCos(w_r t + \theta_r)]A_{w_r} Cos(w_r t + \theta_s)$$

Para continuar con la multiplicación se hace uso de propiedades trigonométricas, como se explicó en la anterior sección, obteniéndose

$$V_{PSD} = \frac{RA_{w_r}}{2} \left(Cos(\theta_s - \theta_r) - Cos\,(2w_r\, t + \theta_s + \theta_r)\right) \quad (47)$$

Esta señal pasa por un filtro pasa bajo con una frecuencia de corte $w_c < w_r$ para entregarnos la componente DC de la señal:

$$V_{PSDf} = \frac{RA_{w_r}}{2}$$

Donde la relación de fase $(\theta_s - \theta_r)$ puede ser ajustada a cero. El LIA nos entrega directamente la amplitud de la señal ya que R es un valor conocido

$$X = V_{PSDf} = \frac{RA_{w_r}}{2} \approx A_{w_r} \quad (48)$$

Se hace necesario demostrar de manera formal[10] que $A_{w_r} = R\frac{dI}{dV}$, conduce a una medición directa de la conductancia túnel.

Teniendo en cuenta que la corriente túnel es función de un voltaje aplicado compuesto por un voltaje DC y una componente AC:

$$I(V) = I(V_{bias} + \ V_{AC})$$

$$I(V) = I(V_{DC} + R\,Cos(w_r t + \theta_r)) \qquad (49)$$

Si la componente moduladora AC es pequeña comparada con el voltaje DC se puede expandir la corriente túnel en la serie de Taylor[10]:

$$f(a) + \frac{f`(a)}{1!}(x-a) + \frac{f``(a)}{2!}(x-a)^2 + \frac{f```(a)}{2!}(x-a)^3 + \cdots$$

Realizando la expansión en serie de Taylor a la ecuación (49)

$$\begin{aligned} I(V) = I(V_{DC}) &+ \frac{I`(V_{dc})}{1!}(V_{DC} + RCos(w_r t + \theta_r) - V_{dc}) \\ &+ \frac{I``(V_{DC})}{2!}(V_{DC} + RCos(w_r t + \theta_r) - V_{dc})^2 \\ &+ \frac{I```(V_{DC})}{2!}(V_{DC} + RCos(w_r t + \theta_r) - V_{dc})^3 + \cdots \end{aligned}$$

Se obtiene:

$$\begin{aligned} I(V) = I(V_{DC}) &+ \frac{dI(V_{DC})}{dV}RCos(w_r t + \theta_r) + \frac{1}{2!}\frac{d^2 I(V_{DC})}{dV^2}R^2\,Cos^2(w_r t + \theta_r) \\ &+ \frac{1}{3!}\frac{d^3 I(V_{DC})}{dV^3}R^3\,Cos^3(w_r t + \theta_r) + \cdots \end{aligned}$$

Por ahora solo nos interesa la primera derivada, dado que el resto correspondería a armónicos de mayor orden, entonces:

$$I(V) = I(V_{DC}) + \frac{dI(V_{DC})}{dV}RCos(w_r t + \theta_r) + \cdots \qquad (50)$$

A esta ecuación (50) se puede hacer corresponder con la ecuación (44) y así obtendremos una correspondencia entre términos, mostrando que:

$$A_{w_r} = \frac{dI(V_{DC})}{dV} R \qquad (51)$$

De forma tal que el LIA, haciendo uso de la técnica de PSD a una frecuencia especifica w_r, nos entrega una señal que es proporcional tanto a la amplitud como al valor de la derivada de la señal respecto al estímulo, sin la necesidad de hacer la derivada de la señal, lo cual introduce ruido en la respuesta. Otra forma de evidenciar el funcionamiento del LIA es por medio de una gráfica de corriente en función de voltaje, como se observa en la figura 9.

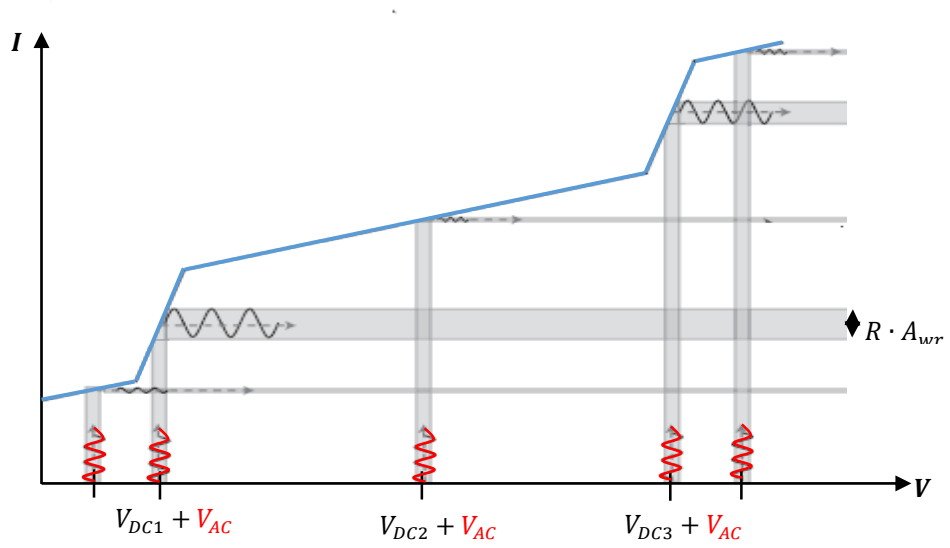


Figura 9. Curva hipotética de corriente en función del voltaje I/V para ilustrar el proceso de medición del LIA. Se agrega una señal AC (color rojo), con amplitud definida, al voltaje DC bias de polarización, obteniéndose una curva de corriente túnel modulada en frecuencia (Color azul). Como se observa en la respuesta de la corriente AC (ondas de color negro), su amplitud depende proporcionalmente a las variaciones de la pendiente de la cuerva I-V. En consecuencia, la medición de la amplitud de la corriente AC, entrega un valor que es proporcional a dI/dV como se demostró en la ecuación (51). Figura adaptada de la figura original[12].

4.3. Sistema de Vacío

Las condiciones de vacío se han vuelto indispensable en la investigación científica y la tecnología moderna,[19] por ende se hace necesario en este trabajo reconocer como nos ayudará en el procesamiento de superficies. Para hablar de vacío empezamos contemplando la existencia de un volumen, espacio o región definido que contiene aire, el aire es una mezcla de gases compuesto por partículas y moléculas, y existe la manera de tratar de eliminar o extraer parte de esas partículas.

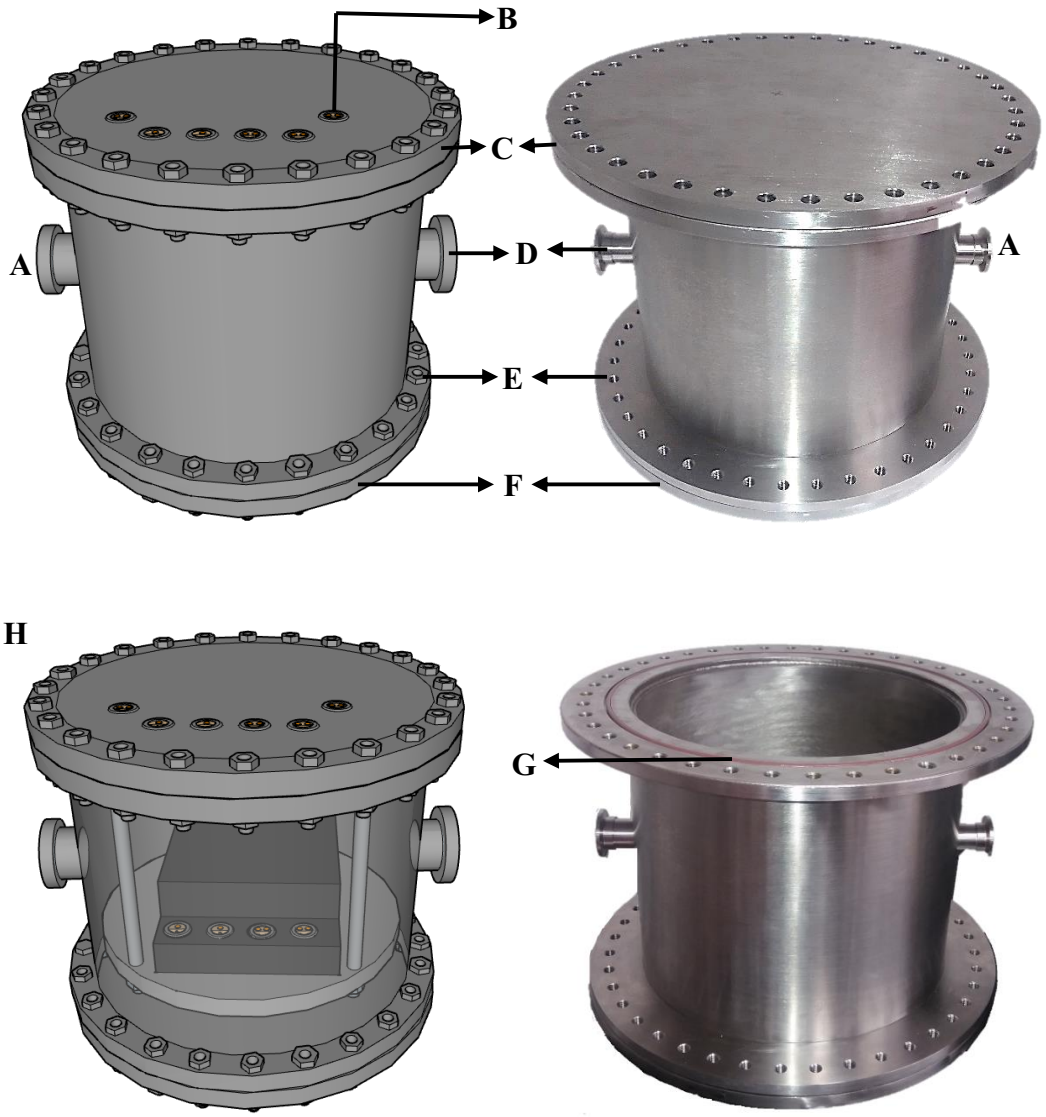


Figura 10. Diseño y partes de la cámara de vacío: **A y D**. Conectores de vacío ubicados en la parte exterior, para conectar la bomba y medidor de vacío. **B.** Conectores lemo hembra. **C**.Tapa superior. **E.**Tornillos de seguridad. **F.**Tapa inferior. **G.**Canal para O-ring. **H.** Vista interna de la cámara de vacío, cuenta con una plataforma anclada la tapa superior para sostiene la caja que contiene al STM.

En consecuencia el término *vacío* desde el punto del trabajo experimental de laboratorio, hace referencia a cualquier volumen que tenga menos partículas internas que las que hay en la atmosfera externa circundante[20]. De acuerdo con la definición propuesta por la por la Sociedad americana de vacío, el termino se usa generalmente para denotar un espacio lleno de gas a una presión total menor a la presión atmosférica[21]. Lo cual se puede entender, ya que las partículas al estar en constante movimiento ejercen presión o fuerzas sobres las "paredes" del espacio, al ir extrayéndolas se tendrá menor número, por ende, menor será la fuerza o presión ejercida sobre las paredes. Es la disminución de la densidad de partículas lo que nos indica la reducción de la presión en el espacio determinado y nos permite clasificar el vacío. Entre más se disminuya la presión, mayor será el vacío que se obtiene. Esta relación directa permite obtener los diferentes rangos de vacío definidos en una escala de presión por debajo de la presión atmosférica como se indica en la tabla 1.

Rango de Vacío	**Presión ($mbar$)**
Bajo Vacío	$10^3 - 10^0\ mbar$
Medio Vacío	$10^0 - 10^{-3}\ mbar$
Alto Vacío	$10^{-3} - 10^{-7}\ mbar$
Ultra Alto vacío	$10^{-7} - 10^{-12}\ mbar$

Tabla 1.Rangos de vacío[22].

El propósito general para obtener cualquiera de los tipos de vacíos mencionados anteriormente, es reducir la densidad de gas en un recipiente a un valor de interés según el propósito que se tenga, y esto se logra haciendo uso de una bomba de vacío la cual puede extraer el gas de un recipiente cerrado, a la atmosfera de forma controlada[23].

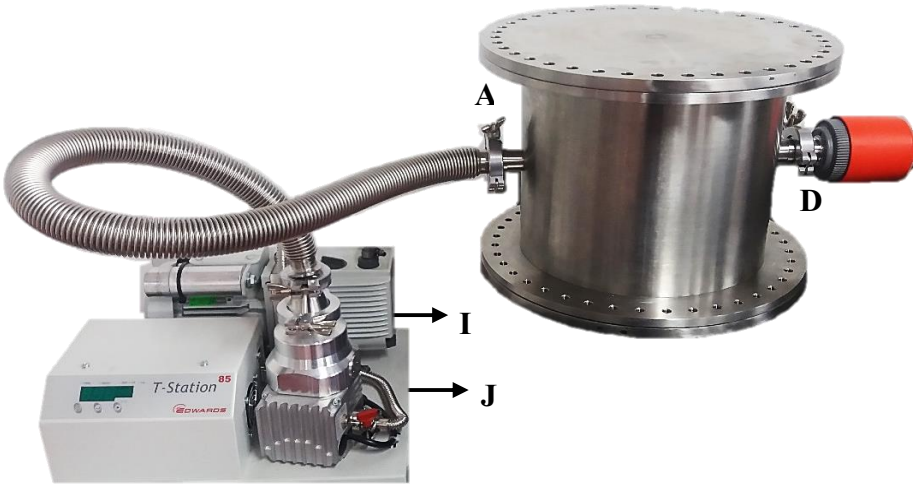


Figura 11. Conexiones a la cámara de vacío: A. Conexión del conector de vacío con la bomba turbomolecular a través de una manguera de vacío. D. Conexión del conector de vacío con el medidor de vacío. La T-STATION que cuenta con J. la bomba turmolecular y I. la bomba auxiliar de diafragma.

En el caso de la microscopía de efecto túnel, se requiere tener un ambiente controlado en términos de ruido, vibraciones y superficies limpias, ya que las señales de corriente túnel generadas son del orden de los nanos a pico amperios, muy sensibles a cambios del entorno. Durante la estancia de investigación participé en la implementación de un sistema de vacío construido en la Universidad Central para el microscopio de efecto túnel, el cual cuenta con un recipiente cerrado o cámara de vacío y una bomba de vacío turbomolecular. Se espera que su implementación nos ayude a mejorar las condiciones de mediciones y obtener resolución atómica en las medidas de topografía.

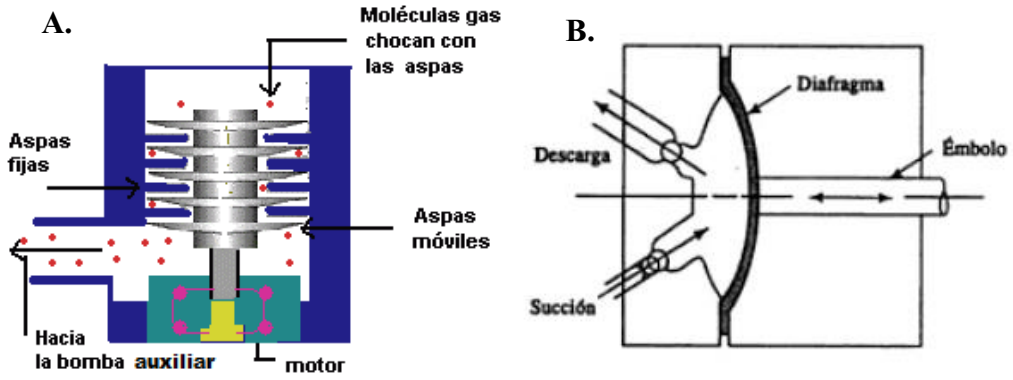


Figura 12. Bombas de vacío que componen la T-STATION 85: **A.** Bomba turbomolecular con cada una de sus partes fundamentales. (Figura obtenida https://www.um.es/LEQ/Atmosferas/Ch-V-2/F52s7p1.htm). **B.** Bomba auxiliar de diafragma o membrana con cada una de sus partes fundamentales para evidenciar su principio de funcionamiento. (Figura obtenida https://pt.slideshare.net/LuisMorales94/seleccion-de-bombas).

La figura 10 muestra cada una de las partes de la cámara de vacío construida en la Universidad Central comparada con el diseño esquemático. La cual cuenta con: El canal para O-ring que garantiza el sellamiento al momento de atornillar las tapas superior e inferior al cuerpo de la cámara de vacío, por medio de una serie tornillos de seguridad. La tapa superior tiene ubicados seis conectores hembra LEMO de vacío que internamente están conectados a la caja que contiene el STM como se muestra en la figura 15. Y dos conectores de vacío, ubicados en la parte exterior en cada uno de sus lados, para conectar el medidor y la bomba de vacío respectivamente, como se muestra en la figura 11.

La bomba de vacío adquirida por la Universidad Central es una estación de bombeo turbomolecular T-STATION 85 EDWARDS[24], la cual cuanta con un una bomba auxiliar de diafragma y una bomba turbomolecular de referencia nEXT85H que reduce la presión a aproximadamente $10^{-7} mbar$ como lo muestran los datos obtenidos en la figura 14 según las pruebas realizadas, su principio de funcionamiento se basa en la transferencia de momento a las moléculas de gas por medio del uso de álabes o aspas, como se evidencia en la figura 13.

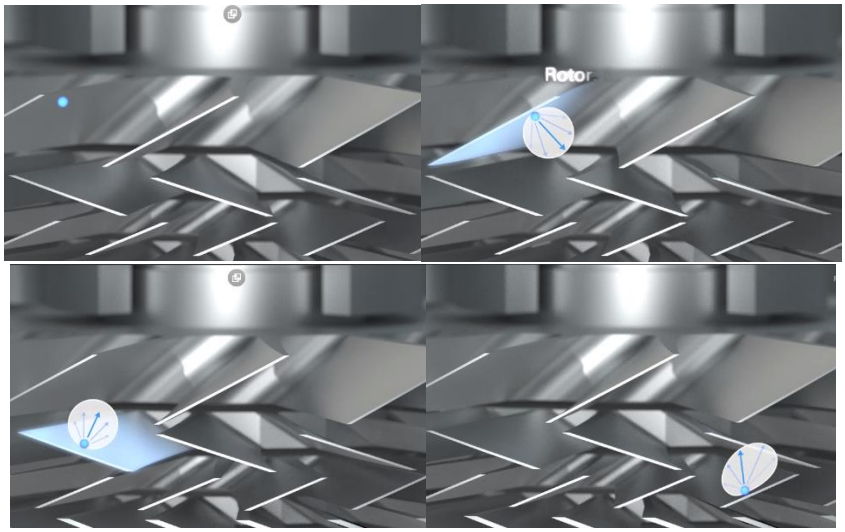


Figura 13. Principio de funcionamiento de la bomba turbomolecular. (Figura obtenida de https://www.youtube.com/watch?v=f1SErZyhMe4).

Esta bomba cuenta con dos juegos de alabes, uno fijo conocido como estator y otro móvil conocido como rotor como se muestra en la figura 12-A. Al hacer girar a gran velocidad el rotor se genera un efecto de succión, las moléculas chocan con los alabes que les impartan impulso y las dirigen por un camino descendente entre las aspas, debido a el ángulo de orientación de estos, llevándolas a la zona de menor presión como se muestra en la figura 13, para ser extraídas finalmente por la bomba de diafragma, la cual funciona cambiando el volumen interno de su cámara, aumentándolo o disminuyéndolo, por medio de una pared intermedia elástica (membrana) de material flexible y resistente, conectada a un émbolo que permite el movimiento de esta para genera la succión del fluido y la descarga del mismo a la atmosfera, como se evidencia en la figura 12-B

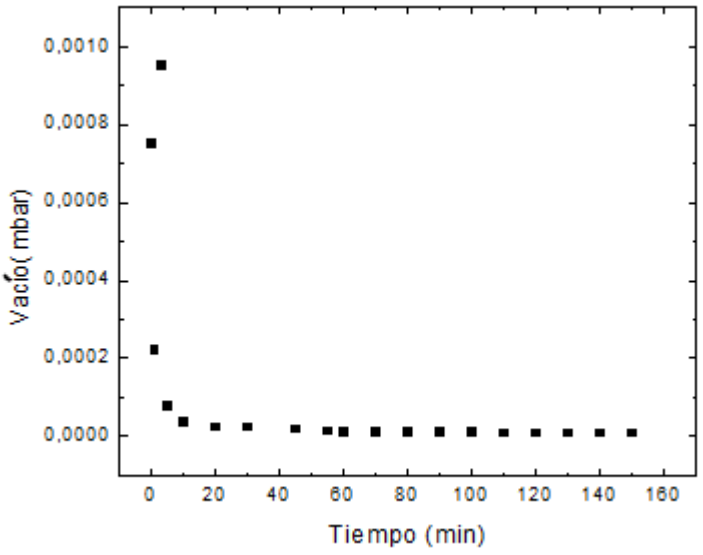


Figura 14. Datos de los valores de vacío alcanzado por la bomba turbomolecular de la estación T-STATION 85 EDWARDS.

El uso específico de la bomba turbomolecular se debe a que la técnica de microscopía de efecto túnel se desarrolla efectivamente en ultra alto vacío (UHV).

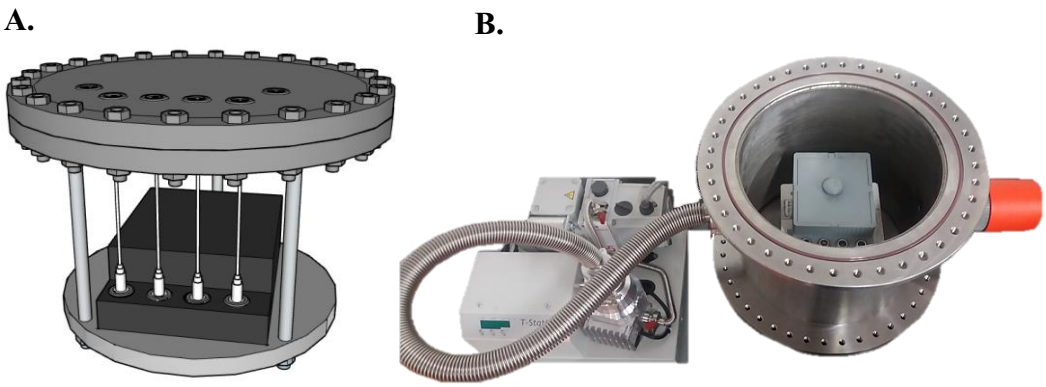


Figura 15. **A.** Diseño de la tapa superior de la cámara de vacío para evidenciar la conexión interna de los conectores de vacío a la caja que contiene al STM. **B.** En la parte interna de la cámara de vacío, se sitúa la caja que contiene al STM.

Las pruebas iniciales que se realizaron a la cámara de vacío no dieron buenos resultados, ya que al conectar todo el sistema como se muestra en la figura 15, B, no se logró alcanzar el rango de alto vacío, debido a que la tapa superior e inferior de la cámara construida presentaron problemas dado que no eran totalmente planas, las cuales se debieron calibrar nuevamente. Posteriormente en las nuevas pruebas se presentaron problemas de fugas de vacío las cuales fueron localizadas haciendo uso del método por cambio de presión y que deben ser solucionadas rectificando las soldaduras en las uniones de las diferentes partes de la cámara de vacío.

4.4. Medidas

4.4.1. Mediciones con el Amplificador Lock-In

Para comprobar lo propuesto en la sección 4.2, que el LIA en la salida X es proporcional tanto a la amplitud como al valor de la derivada de la señal respecto al estímulo, como se muestra en la ecuación 51, se propone construir un montaje experimental que nos permita evidenciarlo. Para ello se construye un circuito sumador de señales que como su nombre lo dice suma dos señales de tipo AC, DC o combinadas, y se utiliza un circuito en serie que consta de una resistencia de $1\ k\Omega$, y un potenciómetro de $1\ k\Omega$. La conexión del montaje experimental se muestra en la figura 16, donde el LIA genera una señal de tipo AC en su salida SINE OUT, y una de tipo DC en una de sus salidas auxiliares de voltaje DC, el sumador de señales suma estas dos señales generadas por LIA. La señal sumada resultante será utilizada para alimentar el circuito en serie de resistencia potenciómetro, y por medio del LIA en la salida X medir el voltaje que pasa por el potenciómetro.

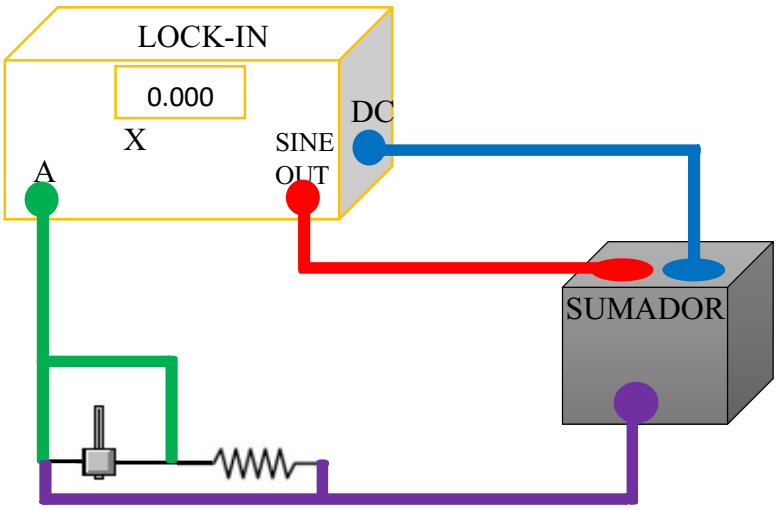


Figura 16. Conexión de Circuito Experimental.

Esta conexión experimental nos permite ver gráficamente que sucede al variar manualmente el valor del potenciómetro, el cual simula el cambio en la pendiente de la gráfica I vs V de la figura 9.
Para tener una manera controlada de guardar la información que proporciona este montaje experimental, se llevó a cabo la construcción de un programa haciendo uso de la herramienta computacional LabView que cuenta con un lenguaje de programación gráfico. Los programas que se desarrollan allí se conocen como instrumentos virtuales (VIs), y constan de dos ventanas: el panel frontal, que es la interfaz gráfica para el usuario y aquí se colocan los controles para introducir los respectivos datos, emulando los dispositivos para la entrada y salida de datos y el diagrama de bloques, es la parte interna que contiene el código de programación gráfico, permitiendo guardar y variar los datos del LIA.

Este programa varía el voltaje DC en un intervalo determinado y mide el voltaje que pasa por el potenciómetro, almacena estos datos, al mismo tiempo que grafica en tiempo real los dos valores uno en función del otro.

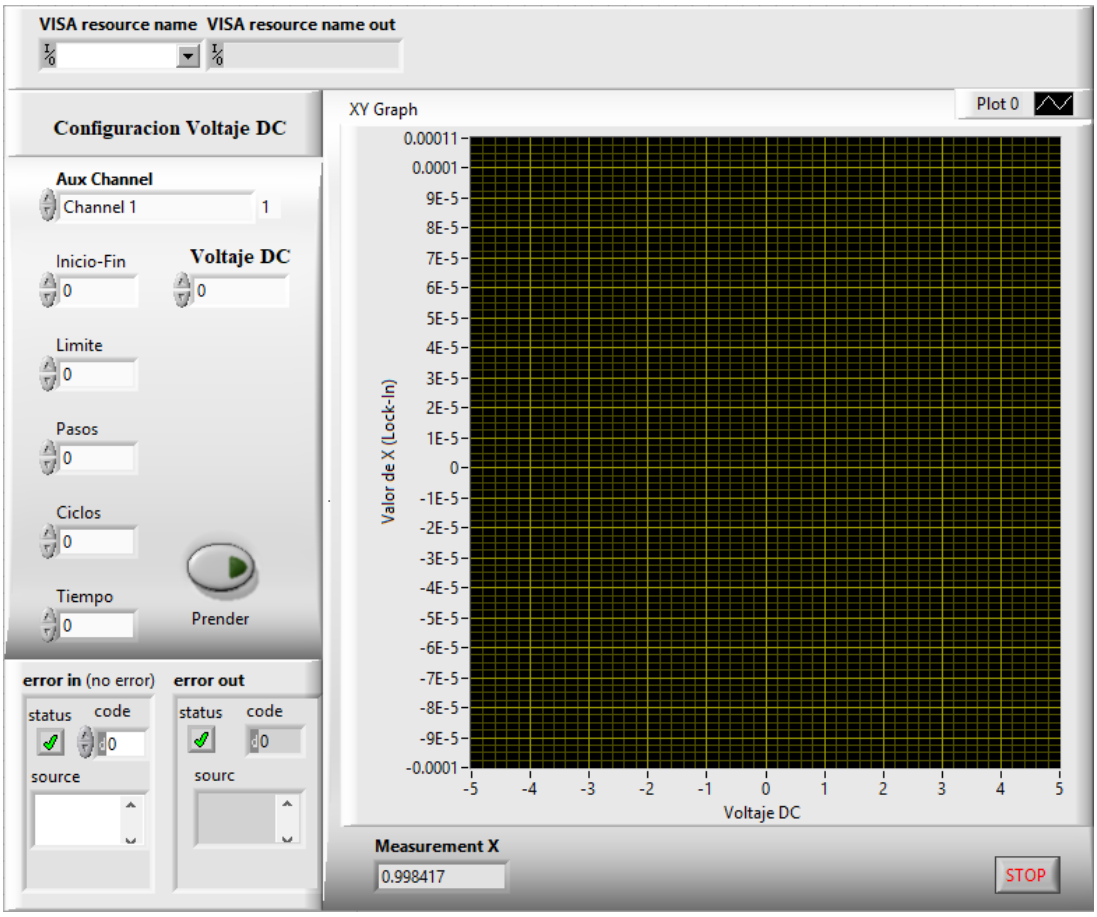


Figura 17. Panel Frontal del programa de control programado en Labview, para la adquisición de datos.

El panel frontal del programa diseñado se muestra en la figura 17, y es la interfaz gráfica con la que interactúa el usuario, la cual consta de tres partes; conexión del puerto o reconocimiento con el LIA, la configuración del voltaje DC, y la extracción grafica de la señal.

La conexión del puerto permite el enlace del programa con el LIA para que este pueda variar parámetros y obtener información del LIA. La configuración del voltaje DC permite elegir una de las salidas auxiliares del LIA, y configurarle a partir de las entradas numéricas el valor del voltaje *inicial-final* y máximo (*limite*), los incrementos, el número y tiempo de duración de los *ciclos*. Además, cuenta con un botón para prender todas estas opciones simultáneamente. La extracción gráfica de la señal, permite obtener una gráfica con el valor del voltaje DC VS el valor medido por el LIA y una pantalla numérica que muestra los valores medidos por el LIA en la salida X.

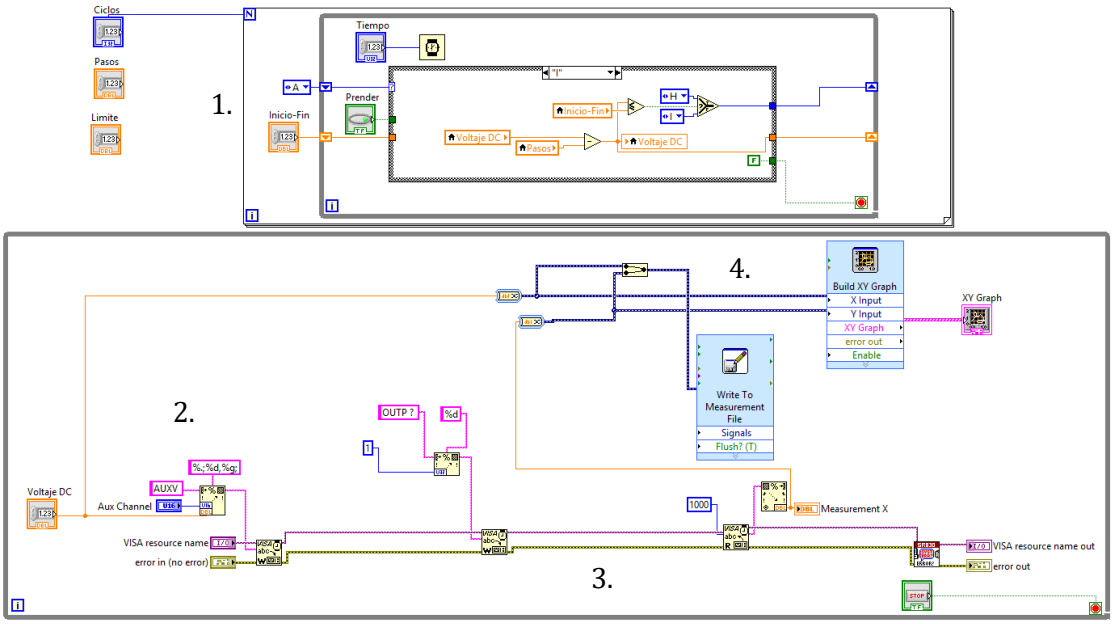


Figura 18. Diagrama de Bloques del programa.

En la figura 18, se muestra el diagrama de bloques del programa diseñado que se compone (1) del módulo de configuración del voltaje DC, (2) el módulo de conexión con el LIA, (3) el módulo de lectura del voltaje DC y de la amplitud de la señal en X, y (4) la adquisición de datos y visualización gráfica.

(1) Módulo de configuración del voltaje DC.

La señal DC producida por el LIA puede variarse gracias a esta parte del programa, que en términos generales es un contador, como se muestra en la figura 19, que permite ingresar el valor inicial de amplitud e ir aumentando este valor, para luego empezar a disminuirlo hasta el valor inicial. Este proceso se puede repetir las veces que el usuario deseé en la entrada numérica de ciclos y, su duración es ingresada en la entrada de tiempo. Además, permite ajustar los incrementos de la amplitud y cuenta con un botón para arrancar el funcionamiento del contador. Todos estos parámetros mencionados son insertados y pueden ser cambiados en el panel frontal.

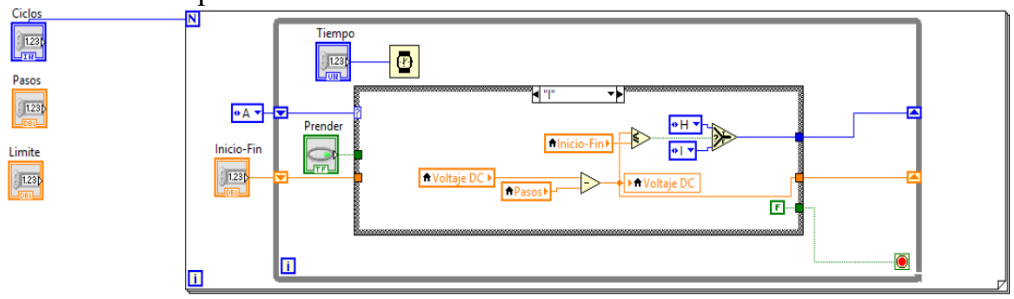


Figura 19. Módulo de configuración de voltaje DC.

(2) Módulo de conexión con el LIA.
El instrumento LIA cuenta con una conexión a puerto USB que permite enlazarse con el programa, aquí se configuran las entradas y salidas del LIA que se van a utilizar, como lo son el reconocimiento del puerto usb del LIA, la opción de las salidas auxiliares de voltaje DC y el registro del cambio en los valores de la salida auxiliar elegida al prender el contador, como se muestra en la figura 20.

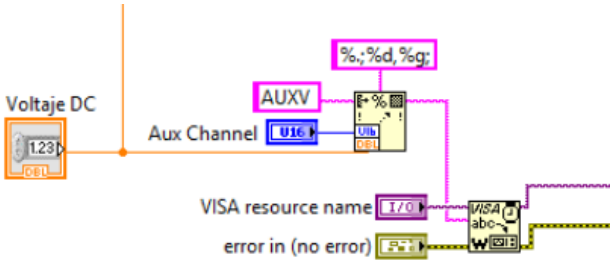


Figura 20. Módulo de Conexión con el LIA.

(3) Módulo de lectura del voltaje DC y de la amplitud de la señal en X.
El logo rojo es un subprograma ya predeterminado por National Instruments que contiene toda los parámetros y variables del LIA, como se muestra en la figura 21. Gracias a este podemos obtener y ver en una de las salidas numérica la medición del valor de la amplitud de la señal, que es mostrada en la opción X del LIA. Además, en esta parte el LIA reconoce todos los ajustes mencionados anteriormente.

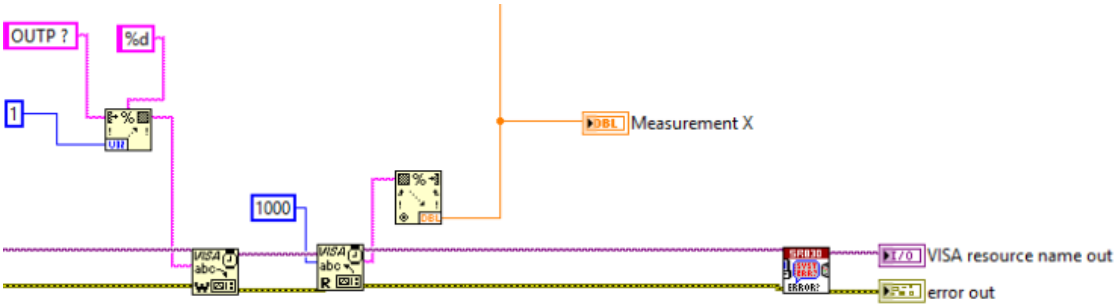


Figura 21. Módulo de lectura del voltaje DC y de la amplitud de la señal en X

(4) Adquisición de datos y visualización gráfica.
Se recolecta, guarda y grafica los datos de los valores que van tomando las variaciones en la salida auxiliar de voltaje DC del LIA y la medición de la amplitud de la señal de interés mostrada en la opción X del LIA. Los datos recolectados son guardados en un archivo de texto que puede ser manipulados en cualquier otro formato para el análisis de datos. Por último, cuenta con el botón de Stop que detiene el programa si se desea antes de lo que se ha programado en el contador, como se muestra en la figura 22.

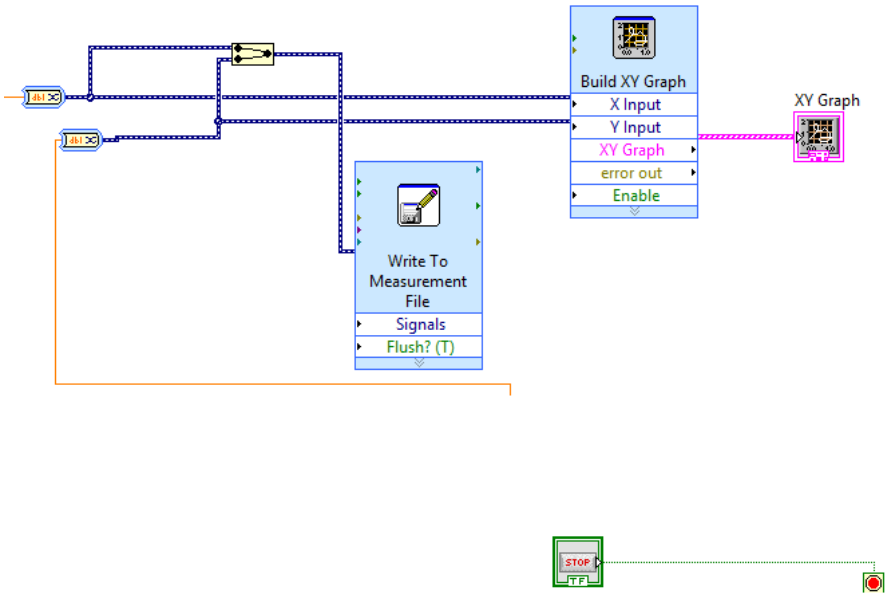


Figura 22. Adquisición de datos y visualización gráfica.

Para la prueba inicial del montaje, se eligió una señal AC de amplitud de $0{,}1\ V$, y frecuencia de $1\ kHz$. La señal DC a la que se sumará la AC, varia de 1V a -1V, en incrementos de $0{,}1V$, durante 2 ciclos con un tiempo de $500\ ms$. Se varió el valor del potenciómetro manualmente empezando desde el valor más pequeño alcanzado por este 0Ω. Los resultados experimentales obtenidos se muestran en la figura 23, donde se evidencia un comportamiento constante, valores que hacen referencia al voltaje que pasaba por el potenciómetro correspondiente a cada valor de resistencia que se fue variando, y fue con esta media de voltaje que se pudo hallar el valor para cada resistencia.

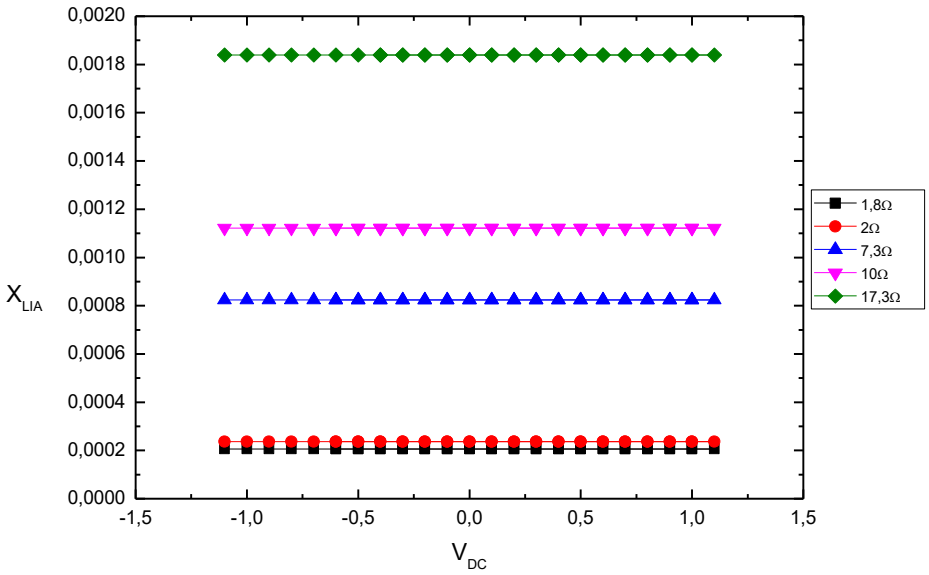


Figura 23. Resultados obtenidos al medir la amplitud de la señal AC sumada a la DC por medio del LIA.

Sabemos que, al tener una gráfica de corriente vs voltaje para una resistencia, se obtiene una gráfica lineal, que al realizarle la derivada en cada punto se obtiene el valor de resistencia.

Si en este caso se hiciera una gráfica de este tipo, se obtendría una curva no lineal que al derivarla se encontraría el valor de las diferentes resistencias en cada punto, una gráfica teórica de I vs V se muestra en la figura 24, donde se graficó la Corriente en función del voltaje para cada valor de resistencia. Como se evidencia es análoga a la obtenida en la figura 24, debido a que la linealidad nos da información del valor de la resistencia, por ende, lo mostrado hace referencia a una medida indirecta de la resistencia y es una manera de mostrar en una primera estancia como la amplitud de la señal AC medida por el LIA es proporcional a la derivada de la corriente respecto al voltaje. De tal forma, la medición de la señal AC en el caso de la corriente túnel, es una forma indirecta de medir la conductancia túnel sin la necesidad de realizar la derivada que amplifica el ruido de la señal.

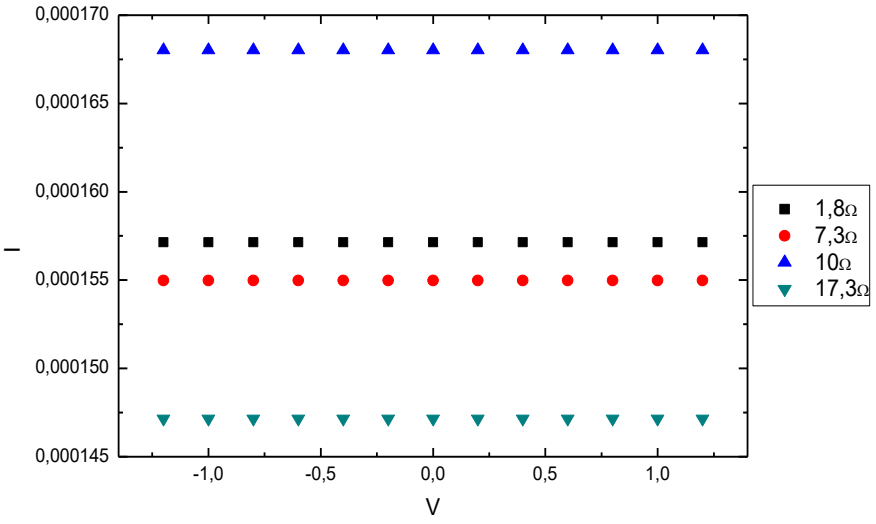


Figura 24. Grafica de I vs V teórica.

4.4.2. Mediciones con el STM

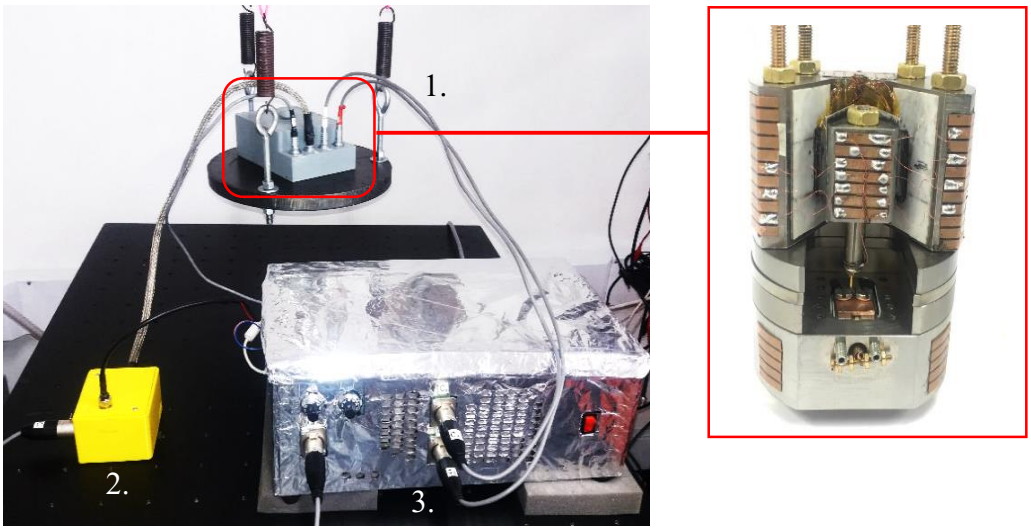


Figura 25. Montaje Experimental.

El montaje experimental de la figura 25, consta de 1. El STM (cuyas partes se especifican en la figura 27) contenido en una caja que permite realizar las conexiones eléctricas, fabricada por impresión 3D. Esta caja de conexión tiene diferentes conectores tipo LEMO, los cuales permiten conectar: 2. El amplificador de corriente (fentoamperimetro) que detecta corriente túnel del orden de los Na y pA para luego ser la amplifica y convertida a voltaje. 3. La electrónica de control donde se encuentra el control PID (Control Proporcional Integral y Derivativo), conectado por puerto USB al PC para comunicarse con el programa de manipulación y adquisición de datos. Este permite enviar señales al STM y también recibir las que llegan de este. El PID mide la corriente túnel entre punta y muestra, si la corriente medida es diferentes a la de referencia, el PID aplica diferentes voltajes al piezotubo en Z para enlongar o contraer su longitud, gracias a sus propiedades piezoeléctricas, y así mantener el valor de corriente de referencia constante.

En la Figura 27, la punta está instalada sobre un piezotubo que le permite realizar un barrido sobre la superficie de la muestra que se encuentra depositada en el portamuestras, el cual se puede mover haciendo uso del muelle. El piezotubo está anclado al móvil, al aplicar un voltaje a las piezopilas, podemos subir o bajarlo permitiendo los acercamiento de la punta a la muestra. Debido a que los elementos piezoeléctricos ya mencionados están fabricados de materiales que presentan el fenómeno de piezoelectricidad, estos al ser sometidos a una diferencia de potencial sufren una deformación mecánica, que les permite expandirse o contraerse y es gracias a sistema de posicionamiento piezoeléctrico que se puede hacer un barrido sobre la superficie de la muestra.

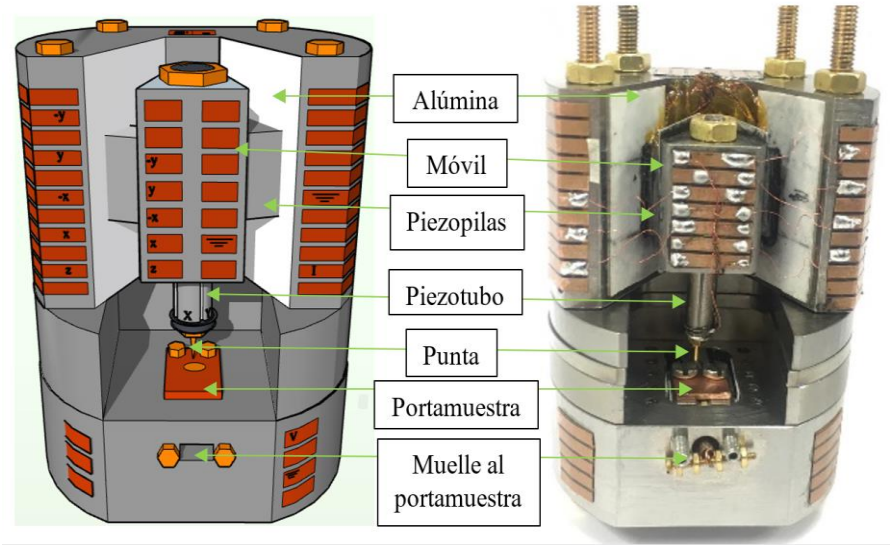


Figura 27. Se muestran las diferentes partes del STM comparado con un diseño esquemático de este.

Realizando el montaje descrito en la figura 25 se obtuvieron las primeras imágenes de topografía. La figura 26 muestra la primera imagen (ida y vuelta respectivamente) obtenida sobre la superficie de una muestra de oro, en una ventana de 6.4 μm con una resolución de 64x64 pixeles y una cantidad de 5 puntos por medida (medida que se hace por cada ubicación de la punta sobre la muestra). Como son medidas de calibración, se repitieron las mediciones sobre la misma área de la muestra para generar varias imágenes ya que lo ideal es encontrar similitudes que se repitan como hace referencia la línea roja en la figura 26, donde se ve que las imágenes son reproducibles, aunque aún con alto ruido mecánico, dado que fueron tomadas en ambiente no controlado y poca resolución. Esta imagen es la primera que se toma con microscopia túnel en el laboratorio de microscopia avanzada de la Universidad Central, y deja el camino abierto al inicio de la calibración del equipo para llegar a resolución atómica en alto vacío.

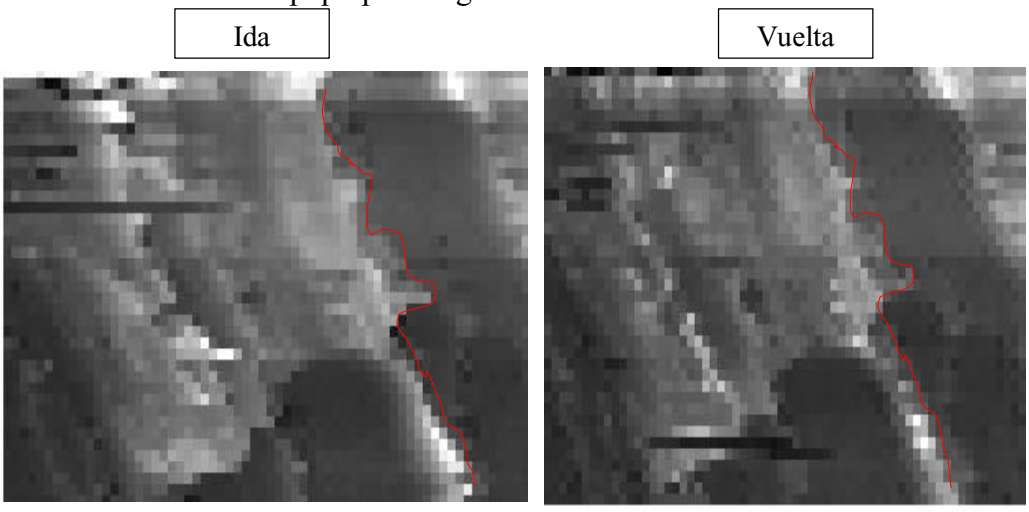


Figura 26. Primeras imágenes de topografía tomadas con el microscopio de efecto túnel construido, en una muestra de control de oro.

5. Cumplimiento por Objetivos

- ✓ Se realizó una estancia de investigación en los laboratorios de Microscopia Avanzada de la Universidad Central en modalidad de pasantía como trabajo de grado, desarrollando este documento que detalla las actividades que se llevaron a cabo.
- ✓ Adquisición de conocimiento en la manipulación, limpieza y ensamble de las piezas que conforman el cuerpo del STM y sus respectivas conexiones con la electrónica de control PID.
- ✓ Se calibraron los componentes principales del STM, como es el movimiento del móvil y el piezotubo haciendo uso de la electrónica de control mejorada por el equipo de la DIT de la Universidad Central para el posicionamiento de la punta sobre la muestra.
- ✓ Participación en el diseño, la fabricación de la cámara de vacío y en la toma de medidas para la calibración de todo el sistema de alto vacío.
- ✓ Se desarrolló la adaptación e implementación teórica del método de medición con la técnica de detección sensible a la fase mediante el amplificador Lock-in para microscopia de efecto túnel.
- ✓ Obtención de las primeras imágenes topográficas de prueba en ambiente no controlado en una muestra de oro con el sistema de electrónica de control y el STM en funcionamiento, para ser utilizadas como medidas de calibración.

6. Conclusiones

Se realizó una estancia de investigación en los laboratorios de microscopia avanzada de la Universidad Central que me permitió adquirir conocimientos en técnicas experimentales de la materia condensada, como lo es la microcopia túnel. Esto me permitió adquirir conocimientos teórico-prácticos en el principio físico de efecto túnel, la técnica LIA para la medición de la conductancia túnel, y sistemas de alto vacío para mejorar las condiciones de medición.

En la estancia de investigación en los laboratorios de microscopía avanzada de la Universidad Central participé en el proceso de calibración del STM, obteniendo imágenes topográficas en una muestra de oro de control en modo de medida de corriente constante, en ambiente no controlado. Se espera para futuras mediciones reproducir una imagen topográfica de la superficie a resolución atómica, tomando mediciones en ambiente controlado al hacer uso del sistema de alto vacío al tenerlo totalmente calibrado.

Implementé de manera preliminar la técnica LIA para la medición de conductancia túnel del STM, que permitirá mejorar las condiciones de calibración y obtener en futuras medidas la estructura electrónica de la muestra.

Gracias a la pasantía de investigación pude afianzar y poner en práctica mis conocimientos en física experimental, así como hacer importantes aportes al sistema de microscopia túnel.

Por medio de la pasantía de investigación se fortalecieron los lazos de colaboración entre los investigadores de la Universidad Central y la Universidad Distrital, lo cual permitirá futuras colaboraciones que lleven a la formulación de nuevos proyectos interuniversitarios.

REFERENCIAS

1. Olsman, N., Goentoro, L. (2018). There's (still) plenty of room at the bottom. *Current Opinion in Biotechnology.* 72-79. California: Elsevier. Recuperado de: https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S095816691730263X

2. Binning, G., Rohrer, H., Gerber, Ch., y Weibel, E. (1982). Surface Studies by Scanning Tunneling Microscopy. *Physical Review Letters. 49(1),* 57-60.

3. Yu, M., Xu, W., Benjalal, R., Laegsgaard, E., Stensgaard, I., Hliwa, M.,… Besenbacher, F. (2009). STM Manipulation of Molecular Moulds on Metal Surfaces. *Nano Research. (2),* 254-259.

4. Becker, R., Golovchenko, J., y Swartzentruber, B. (1987). Atomic-scale surface modifications using a tunnelling microscope. *Nature. 325,* 419-421.

5. Castenmiller, C., Bremen, R., Sotthewes, K., Siekman, M., y Zandvliet, H. (2018). Combined I (V) and dI (V)/dz scanning tunneling spectroscopy. *AIP Advances. 8,* 1-6.

6. Binning, G., Rohrer, H., Gerber, Ch., y Weibel, E. (1981). Tunneling through a controllable vacuum gap. *Physics Letters. 40(2),* 178-179.

7. Zettili, N. (2009). *Quantum Mechanics Concepts and Applications.* Jacksonville: Wiley.

8. Temirov, R. *Versuch : Low Temperature Scanning Tunnelling Microscopy and Spectroscopy in Ultrahigh Vacuum.* 1-15. Recuperado de: https://www.fz-juelich.de/SharedDocs/Downloads/PGI/PGI-3/Gruppe2/NanoelectronicCourseLab/Experiments/V17Script.pdf?__blob=publicationFile

9. Galvis, J. (2013). Superconductividad y dimensionalidad: Microscopía túnel bajo campos magnéticos inclinados (Tesis de Doctorado). Universidad Autónoma de Madrid. España.

10. Voornveld, V. (2011). Spin Polarized. Scanning Tunneling Microsopy on metal surfaces (Tesis de Doctorado). The Eindhoven University of Technology. Eindhoven.

11. Krull, C. (2014). Electronic structure of Metal Phthalocyanines on Ag (100) (Tesis de Doctorado). Autonomous University of Barcelona. Spain.

12. Ugeda, M. (2011). Microscopía y Espectroscopía de efecto túnel de baja temperatura en condiciones de UHV: Desarrollo de un sistema de 4K y estudio del impacto de efectos puntuales en grafeno (Tesis de Doctorado). Universidad Autónoma de Madrid. España.

13. Scofield, J. (1994). A Frequency-Domain Description of a Lock-in Amplifier. *American Journal of Physics. 62(2),* 129-133.

14. Tapia, S., Orosco, R., Garcia, A., y Dominguez, I. (2011). Desarrollo de un amplificador lock-in basado en la plataforma eZdsp F2808 para aplicaciones en

tribología. *IX Congr. Int. Sobre Innovación y Desarro. Tecnológico.* México.

15. Stanford, R. S. (2011). *Model SR830 DSP Lock-In Amplifier.* Sunnyvale: All Rights Reserved.

16. Rodriguez, E. (2010). Implementación Software de un amplificador Lock-In (Tesis de Maestría). Universidad de Valladolid. Valladolid.

17. Ballará, G. (2016). Lock -In Amplifier based on Virtual Instrumentation. (Tesis de Pregrado). Universidad de Barcelona. España.

18. Arouche, R., Portes, M., Portes, Marcio. (2007). O Amplificador Lock-In. *CBPF-NT. (2) ,*1-17. Recuperado de: http://www.cbpf.br/~rastuto/pdf/NT-CBPF002-2006.pdf.

19. Mans, J. (2006). Vaccum Physics and Technology. *Physics Spring 4052,* 1-21.

20. Marquardt, N. (1999). Introduction to the principles of vacuum physics.University of Dortmund. Dortmund. *Vacuum*. 1-24.

21. Valverde, O. (2009). Selección de Sistema de Vacío Utilizando Bombas Tipo Distribuidor Giratorio Para Máquina Llenadora de Cerveza (Tesis de Pregrado). Escuela Superior Politécnica del Litoral. Guayaquil.

22. Tecnovac, S. (2010). *Curso de Vacío. Tecnología de Vacío.* 1-150. Recuperado de: http://www.uhv.es/sites/milka/doc/Curso%20de%20vacio%20Tecnovac.pdf

23. Lindberg, V. (2008). Chapter 6 Vacuum Pumps. Vacuum. (pp. 4-27). Recuperado de: https://py101ap.files.wordpress.com/2014/01/pumps_2.pdf

24. Sheet, P. D. T-station 85 Turbomolecular Pumping Station. EDWARS. 85–86. Recuperado de: https://www.edwardsvacuum.com/content/dam/brands/edwards-vacuum/edwards-website-assets/high-vacuum/documents/Edwards-T-Station-85-Turbomolecular-Pumping-Station-3601-0257-01.pdf.