UNIVERSIDAD DISTRITAL
FRANCISCO JOSÉ DE CALDAS

ESTANCIA DE INVESTIGACIÓN EN LA TÉCNICA EXPERIMENTAL DE MICROSCOPÍA DE EFECTO TÚNEL
INFORME DE PASANTÍA

Karen Alejandra Vergara Vega*

Pasantía de investigación para optar al título de Licenciatura en Física
Realizada en el Laboratorio de Microscopia avanzada de la Universidad Central

Facultad de Ciencias y Educación
Licenciatura en Física

*Licenciatura en Física, Estudiante Investigador, Universidad Distrital FJDC kavergarav@correo.udistrital.edu.co

INDICE

1. Introducción……2
2. Objetivos…….3
3. Fundamentos teóricos
   3.1. Efecto túnel…….…4
   3.2. Efecto piezoeléctrico…….……..8
   3.3. Elementos básicos de un STM……..…….11
   3.4. Posicionamiento de la punta……...…..11
   3.5. Modos de medida…….....13
4. Antecedentes del STM en la UC…….…….……..…13
5. Actividades desarrolladas
   5.1. Ensamble mecánico y calibración
      5.1.1. Montaje de piezopilas……15
      5.1.2. Calibración de piezopilas y piezotubo……...16
      5.1.3. Montaje y calibración del móvil……19
   5.2. Montaje STM……20
      5.2.1. Ruido eléctrico y mecánico……22
   5.3. Medidas de corriente túnel …….……..25
6. Evaluación y cumplimiento de los objetivos de la pasantía…….25
7. Conclusiones…….26

INTRODUCCIÓN

Gracias a los convenios de movilidad académica que establece la Universidad Distrital Francisco José de Caldas (UDFJC) se consolidó como modalidad de grado el desarrollo de esta pasantía de investigación en el laboratorio de Microscopia Avanzada de la Facultad de Ingeniería y Ciencias Básicas de la Universidad Central (UC), bajo la dirección del Investigador Posdoctoral Edwin Herrera Vasco, el Profesor José Augusto Galvis Echeverri UC y el profesor César Aurelio Herreño Fierro de la (UDFJC). Desde 2017 en dicho laboratorio se está desarrollando un sistema experimental de microscopía de efecto túnel financiado en su totalidad por la UC a través del Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes. El objetivo principal de esta pasantía de investigación se centró en la puesta a punto del microscopio de efecto túnel.

Antes de la invención del microscopio de efecto túnel (STM por sus siglas en inglés Scanning Tunneling Microscopy), las técnicas para el estudio de la estructura atómica superficial de un material eran limitadas. El análisis de una muestra se basaba en datos promediados obtenidos por difracción con haces de rayos X, electrones, iones u otras partículas (Universidad Linköpings, Depart. de física, p3). Estas técnicas no presentaban suficiente información de las irregularidades de la superficie del material. La invención del STM en 1982 por Binnig y Rohrer, cambió para siempre la forma de caracterizar materiales a escala nanométrica ya que con una misma técnica era posible obtener información estructural y electrónica de la superficie del material (Cheng, 1993, p6).

El funcionamiento de un STM se basa en dos fenómenos físicos: el efecto túnel y el efecto piezoeléctrico. Un STM básico consiste en una punta afilada que hace un barrido por la superficie de la muestra, gracias a un sistema de posicionamiento piezoeléctrico (Galvis, 2013, p27), cuyos parámetros de control se basan en la medida de la corriente túnel que se establece entre la punta y la muestra (Galvis, 2013, p63). Un STM puede funcionar en diferentes ambientes como aire, gas inerte, ultra alto vacío y líquidos criogénicos, lo cual permite la caracterización de diversos tipos de muestras orgánicas e inorgánicas, materiales semiconductores y superconductores.

A nivel nacional se han presentado distintos intentos para construir un STM, dentro de los cuales está el trabajo de Ávila A. G., & Bonilla (2009). Sin embargo, los resultados y la implementación no han superado los campos didáctico y pedagógico, dejando abierta la posibilidad de su implementación en la investigación. Es ahí donde la UC se ha enfocado en concentrar esfuerzos y gracias a ello se abre la posibilidad de vincular a pasantes como modalidad de trabajo de grado. El impacto de una pasantía de investigación en la UC fue muy significativo, ya que no solo se adquirieren conocimientos sobre técnicas, metodologías y prácticas propias de la investigación, sino que se aportaron avances valiosos a la fabricación de una herramienta fundamental para la caracterización de materiales a escala nano, con

futuras aplicaciones tecnológicas. De forma adicional, al ser el primer STM de carácter científico en Colombia, presenta una notable contribución al fomento de la investigación en el ámbito académico y futuras colaboraciones entre instituciones universitarias.

Por otro lado, la pasantía de investigación brindó una aproximación a la formación en física experimental de la estudiante, permitiendo que hiciera parte de la construcción del instrumento, las medidas de calibración y puesta a punto del mismo, experiencia importante en la formación integral como investigadora.

OBJETIVOS

General

Realizar una estancia de investigación en los laboratorios de microscopia avanzada de la Universidad Central enfocada en la técnica experimental de microscopia de efecto túnel para la caracterización topográfica y electrónica de materiales conductores.

Específicos

- Estudiar los conceptos básicos de la técnica de microscopia de efecto túnel y los fenómenos físicos relacionados.
- Colaborar con el montaje de los componentes piezoeléctricos del microscopio de efecto túnel.
- Calibración de los componentes piezoeléctricos del microscopio de efecto túnel.
- Calibrar el sistema de posicionamiento punta-muestra para la medición de corriente túnel.
- Redacción de un documento que describa las actividades y resultados de la pasantía de investigación.

3. FUNDAMENTOS TEORICOS

El STM es un microscopio de barrido que permite caracterizar materiales con resolución atómica. Gracias a un sistema de posicionamiento controlado en tres dimensiones por medio de actuadores piezoeléctricos, el barrido se hace por medio de una punta atómicamente afilada que se desplaza sobre la superficie de la muestra a una distancia vertical del orden de los angstroms (Å). Teniendo la punta unida al sistema de actuadores piezoeléctricos, por medio de un control PID se puede acercar la punta lo suficiente a la muestra a distancias del orden de los Å, debido a una diferencia de voltaje (voltaje bias) entre punta-muestra (Galvis, 2013, p28), los portadores de carga de la punta o de la muestra, dependiendo de la polaridad del voltaje, atraviesan la barrera de potencial por medio de efecto túnel. El flujo de estos electrones establece una corriente túnel cuyos rangos característicos son del orden de los pA y los nA (Cheng, 2013, p. 71). Una ilustración de los elementos básicos que conforman un STM y su funcionamiento se presenta en la figura 1.

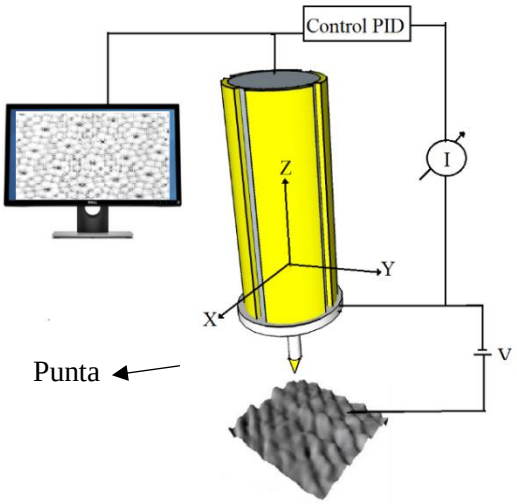


Figura 1. Elementos básicos de un STM. Esquema de los elementos básicos para el funcionamiento de un STM: la punta contenida en el tubo piezoeléctrico se acerca a la muestra y gracias a un voltaje bias aplicado entre punta-muestra, se genera una corriente túnel. El valor de la corriente y el barrido de la punta sobre la muestra se realiza mediante un controlador PID conectado a un computador.

3.1. Efecto túnel

El efecto túnel es un fenómeno cuántico que surge como consecuencia del comportamiento ondulatorio de la materia o la dualidad onda-partícula. En este una partícula puede atravesar una barrera de potencial con una probabilidad finita. Siendo así, el efecto túnel es un fenómeno que difiere de los principios fundamentales de la mecánica clásica. En un STM tanto la punta como muestra son electrodos que se modelan como pozos de potencial, al mantener una separación entre las mismas se establece una barrera de potencial.

Por ello es posible tratar al sistema STM bajo una aproximación unidimensional de túnelamiento elástico.

El movimiento de esta partícula, en este caso portadores de carga, está determinado por una función de onda asociada. Esta función de onda presenta la información necesaria del sistema y para ello debe satisfacer ciertas condiciones, como ser continua en todo el espacio, al igual que su derivada y ser una función normalizable (Eisberg, 2014, p 169).

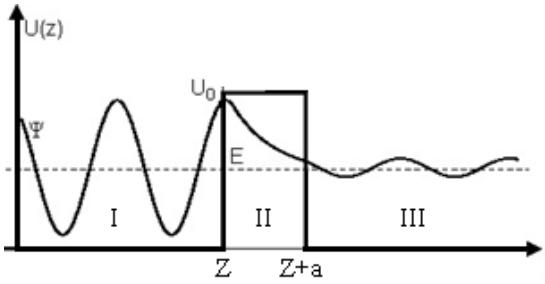


Figura 2. Representación del tunelamiento cuántico de un electrón para una barrera de potencial de alto U_0, ancho $z + a$ con una función de onda Ψ y energía total E.

En condiciones normales un electrón tiene una probabilidad finita pero mínima de atravesar dicha barrera, por ello en el STM se implementa un voltaje bias, el cual disminuye la energía de Fermi E_F del electrodo positivo, aumentando la probabilidad de tunelamiento del electrón. En la figura 3 la E_{Fm} de la muestra se reduce en proporción $(-e)V$ determinando mayor número de estados desocupados en la muestra, lo que implica flujo de electrones de punta a muestra causada por la tendencia natural de los electrones de ubicarse en sistemas de menor energía.

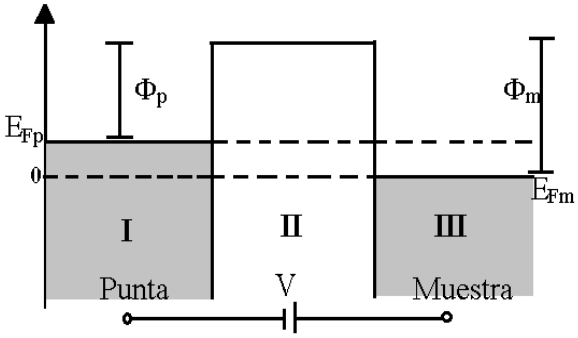


Figura 3. Desequilibrio de energías de Fermi. Energía de fermi para punta E_{Fp} y E_{Fm} en la muestra, según el material del electrodo se tiene una función trabajo Φ material (Cheng, 2013, p.4).

Para modelar dicho sistema (Fig. 2) utilizamos la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo para un potencial $U(x, t)$ constante:

$$\frac{-\hbar^2}{2m}\frac{\partial^2\boldsymbol{\psi}(z)}{\partial z^2}+U(z)\boldsymbol{\psi}(z)=E\boldsymbol{\psi}(z) \quad (1)$$

En la sección I de la figura 3 tenemos que el potencial $U=0$, la ecuación de Schrödinger se reduce a:

$$\frac{\partial^2\boldsymbol{\psi_I}(z)}{\partial z^2}+\frac{2m}{\hbar^2}E\,\boldsymbol{\psi_I}(z)=0 \ (2)$$

Según la ecuación (2) las funciones propias de $\boldsymbol{\psi_I}(z)$ presentan una solución de onda plana $\psi_I(z)=\boldsymbol{A}e^{ikz}+\boldsymbol{B}e^{-ikz}$ con $\boldsymbol{A}$ y $\boldsymbol{B}$ como constantes. El fasor positivo define la onda incidente y el negativo la onda reflejada. Al remplazar en la ecuación hallamos el número de onda k (3):

$$-\frac{\hbar^2}{2m}\left(-k^2Ae^{ikz}-k^2Be^{-ikz}\right)=E\left(Ae^{ikz}+Be^{-ikz}\right)$$

$$\frac{\hbar^2}{2m}k^2\,\psi(z)=E\psi(z)$$

$$k=\frac{\sqrt{(2mE)}}{\hbar} \ (3)$$

Para la sección II, se tiene que la altura de la barrera es $E_f+\Phi$, la función trabajo Φ indica el valor de la energía mínima necesaria que debe tener un electrón libre para abandonar la superficie del material hacia el vacío. La ecuación de Schrödinger se reescribe como:

$$\frac{\partial^2\boldsymbol{\psi_{II}}(\boldsymbol{z})}{\partial z^2}+\frac{2m}{\hbar^2}\left\{E-\left(E_f+\Phi\right)\right\}\boldsymbol{\psi_{II}}(z)=0 \quad (4)$$

Como vemos en la figura 2, la energía U_0 es mayor que E, es decir que bajo la definición de energía total en la mecánica clásica $\frac{p^2}{2m}=E-U_0$ su energía cinética es negativa, esto solo conlleva implicaciones matemáticas donde el número de onda k es imaginario ecuación 5 y por consiguiente la solución de la función de onda es distinta a la de una onda plana:

$$k=i\sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}\left\{\left(E_f+\Phi\right)-E\right\}} \quad (5)$$

Su función es real $\boldsymbol{\psi_{II}}(z)=Ce^{kz}+De^{-kz}$ similar a una hiperbólica, resultado del solapamiento de funciones de onda de ambos electrodos, pero se requiere que la constante

sea $C = 0$ para evitar un valor infinito en la función que debe ser normalizable, por notación $D = \psi_{II}(0)$ especificando que es el valor propio de la función.

$$\boldsymbol{\psi_{II}}(z) = \psi_{II}(0)e^{-kz} \quad (6)$$

Para la sección III se tiene el mismo proceso de I pero no debe presentar dos fasores puesto que se tiene solo una onda trasmitida $\boldsymbol{\psi_{III}(z) = Ge^{ikz}}$.

La densidad de probabilidad de encontrar dicho electrón en la barrera de potencial es:

$$P(E,z) = \boldsymbol{\psi_{II}}(z)^* \boldsymbol{\psi_{II}}(z) = |\boldsymbol{\psi_{II}}(0)|^2 e^{-2kz} \quad (7)$$

La ecuación (7) representa una probabilidad finita de encontrar un electrón en la barrera y de entrar en la misma, siguiendo un comportamiento exponencial decreciente, donde la probabilidad disminuye un orden de magnitud al incrementar una unidad el ancho de barrera.

Bajo las condiciones de frontera con la continuidad de la función ψ y de su derivada se puede determinar los valores de todas las constantes, para determinar el coeficiente de transmisión de la barrera que se define bajo la relación de corriente incidente I_I y reflejada I_R (Cheng, 2013, p.45):

$$T = \frac{I_I}{I_R} = e^{-\frac{2}{\hbar}\int_z^{z+a}\sqrt{2m[U(z)-E]}dz} \quad (8)$$

Bajo el principio de exclusión de Pauli sabemos que dos fermiones no pueden estar en el mismo estado cuántico. Esto implica una distribución de partículas idénticas en un intervalo de energía que depende de los estados disponibles. La medida de estados accesibles por unidad de volumen en un intervalo de energía se denomina densidad de estados (LDOS) e indica las características electrónicas de la muestra material. (Galvis, 2013, p28). Al tener un flujo de electrones en la barrera se establece una corriente túnel, el valor de está depende necesariamente de LDOS.

Para voltajes pequeños cercanos a Φ donde LDOS no varié significativamente, esta se puede escribir respecto a esta energía Fermi y la probabilidad de tunelamiento de los electrones según el ancho z de la barrera:

$$\rho(z, E_F) = \frac{1}{V}\sum_{E_{Fp}-ev}^{E_{Fp}} |\psi_{IIn}(0)|^2 e^{-2kz} \quad (9)$$

De esta forma, la corriente túnel se puede escribir en términos de LDOS. $\psi_{IIn}(0)$ indica la enésima función propia de la función.

$$I \sim \sum_{E_{Fp}-ev}^{E_{Fp}} |\psi_{IIn}(0)|^2 e^{-2kz} \quad (10)$$

$$I \sim \rho(z, E_F) \qquad (11)$$

En un modelo general de punta-muestra las funciones de onda se toman por separado. Por lo tanto, la corriente está determinada por LDOS de la muestra y la punta, además de la función de distribución de Fermi $f(E)$ necesaria para la describir los estados ocupados en un sistema de electrones.

$$I = \frac{4\pi e}{\hbar} \int_{-\infty}^{\infty} [f(E - eV) - f(E)]\, \rho_m(E - eV)\rho_p(E)\, |M|^2\, dE \qquad (12)$$

La expresión anterior permite concebir la corriente túnel bajo la dependencia de la densidad de estados de la punta y la muestra. Para obtener información sólo de la muestra se requiere utilizar una punta conductora con densidad de estados constante conocida, así se asocia cualquier variación de la medida de conductancia $\frac{dI}{dV}$ al material de la muestra, para ello se utiliza la ecuación (13) (Cheng, 2013, p. 7).

$$\frac{dI}{dV} \sim \rho_m(E - eV) \quad (13)$$

3.2. Efecto piezoeléctrico

La piezoelectricidad es un fenómeno que presentan algunos materiales. Al ser sometidos a diferencias de potencial estos experimentan deformaciones mecánicas. Recíprocamente, al efectuar tensiones mecánicas de deformación sobre estos, producen una diferencia de potencial eléctrico. Este efecto se presenta por debajo de una temperatura especifica llamada "Temperatura de Curie Tc" (Cheng, 2013, p. 217). De no ser así el material pierde sus propiedades piezoeléctricas. Se presenta en cristales anisótropos es decir que carecen de centro de simetría y al someterse a tensiones mecánicas los electrones del material se ubican en una región del mismo, causando una polarización en el material.

Se han desarrollado materiales piezoelectricos como los cerámicos, critales ferroeléctricos denominados policristalinos (PZT) que es el material utilizado en este proyecto para el

posicionamiento. El PZT es un material isotrópico antes de aplicar un voltaje (ver Fig. 4(a)), pero al aplicar un voltaje presenta anisotropía, lo que conlleva a una separación de iones positivo y negativos. Los dipolos generados en el material se alinean con una polarización permanente y finalmente el material se expande a lo largo del campo eléctrico y se contrae en los ejes normales al mismo (Cúpich R & Garza, E, 2000, p23).

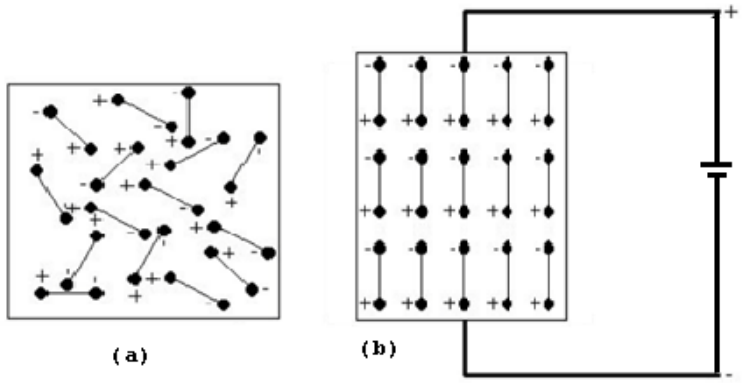


Figura 4. Material piezoeléctrico PZT (Cúpich R & Garza, E, 2000, p.23), (a) Antes de aplicar un voltaje los dipolos están orientados aleatoriamentes. (b) Después de aplicar un voltaje los dipolos se alinean permanentemente paralelos a la dirección de campo eléctrico, de tal forma que el material se extiende en esta dirección y se contra perpendicular a la misma.

Los dispositivos piezoeléctricos son de diferentes geometrías de acuerdo al objetivo de la aplicación. En nuestro caso se utilizaron pilas y tubos piezoeléctricos con el material Zirconato Titanato de plomo (PZT), tipo I (PZT-4) (Boston piezo optics INC, 2018).

Pilas piezoeléctricas (Piezopila)

Una pila piezoeléctrica consiste en un paralelepípedo con dos electrodos en las superficies opuestas al material, formando una configuración similar a un capacitor de placas paralelas, con el piezoeléctrico actuando como dieléctrico. Al aplicar una diferencia de potencial entre los dos electrodos, el material piezoeléctrico se alongará en la dirección paralela al voltaje y perpendicular a este se contraerá provocando una deformación de tipo cizalladura como se muestra en la figura 5. La deformación dependerá del voltaje aplicado, como se aprecia en la siguiente ecuación (Cheng, 2013, p 224).

$$\Delta X = D_{15} V \quad (14)$$

Donde $D_{15} = 5E^{-10}\,\frac{m}{V}$ es una constante indicada cada por el fabricante (Pereira, A. 2010) y V es el voltaje aplicado.

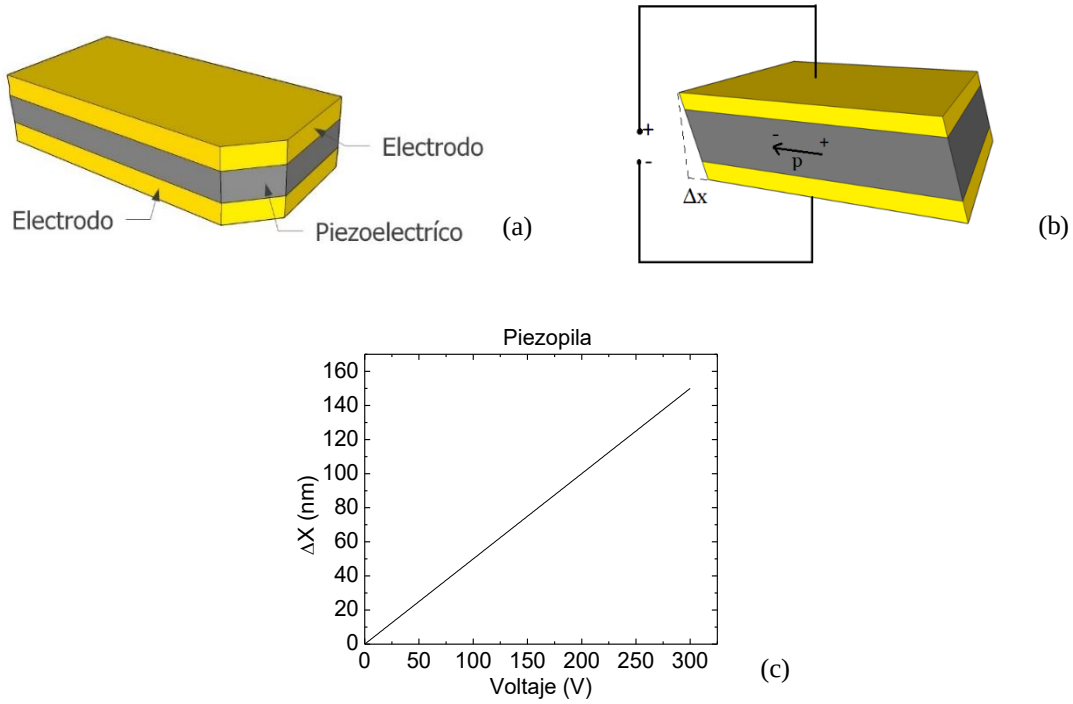


Figura 5. Ilustración de una pila piezoeléctrica. (a) Diagrama de una piezopila y (b) Deformación al aplicar una diferencia de potencial eléctrico, el cual orienta el dipolo los dipolos en la dirección indicada con $\vec{P}$. (c) Deformación teórica en función del voltaje aplicado para una piezopila de acuerdo a la ecuación 14.

En la figura 5(c) se pueden observar que los rangos de desplazamiento son del orden de los nanómetros, 160nm para voltajes hasta de 300V, en nuestro caso el voltaje máximo aplicado es de 140V.

Tubo piezoeléctrico (piezotubo)

El piezotubo es un cilindro de material cerámico piezoeléctrico que contiene 5 electrodos como se representada en la figura 6 (a). El voltaje aplicado entre los electrodos +X y -X, y +Y y -Y junto con z producirá una deformación positiva (elongación) o negativa (compresión), que al alcanzar el equilibrio elongación-compresión provocará una deformación resultante. La deflexión del piezotubo en cada dirección radial (Δx, Δy) o vertical (Δz) (Cheng, 2013, p 224) depende de la geometría del piezotubo y el valor del voltaje aplicado de acuerdo a las ecuaciones (15) y (16).

$$\Delta Z = \frac{\mathrm{d_{31}V\,L}}{(D_E - D_I)} \quad (15) \qquad \Delta\mathrm{x} = \Delta\mathrm{y} = \frac{0.9\,\mathrm{d_{31}V\,L^2}}{D_m} \quad (16)$$

Donde $D_{31} = 1{,}22\mathrm{E}^{-10}\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{V}}$ y $D_{33} = 2{,}25\mathrm{E}^{-10}\,\frac{\mathrm{m}}{\mathrm{V}}$ son constantes dadas por el fabricante, V es el voltaje aplicado, D_I, D_E y D_m son los diámetros interno, externo y promedio del piezotubo. Las figuras

6(c) y (d) muestran dos ejemplos de deformación del piezotubo para deformación en Z y deformación en r. muestra un esquema del piezotubo.

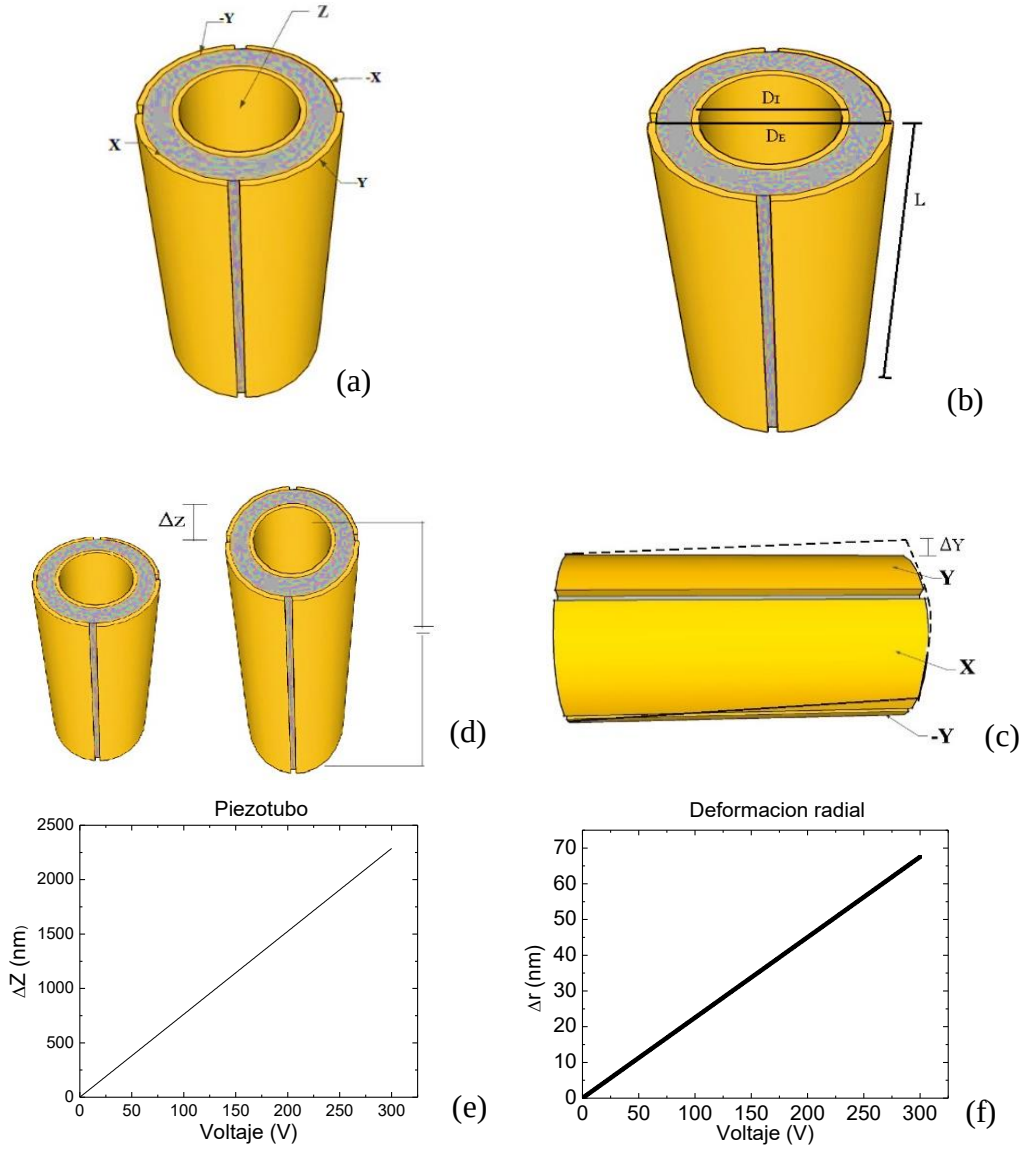


Figura 6. Deformación del piezotubo. (a) Diagrama del piezotubo indicando sus 5 electrodos +X, -X, +Y, -Y. y Z, (b) Geometría del piezotubo utilizado en el STM de la Universidad Central; un cilindro cerámico (gris) con 5 electrodos (amarillo) (a), con diámetro externo $D_E = 3{,}81$ mm, diámetro interno $D_I = 3.302$ mm y longitud L $=$ 15.875 mm . Ilustración de deformación en el eje z (c) y radial (d) Deformación al aplicar un voltaje entre los electrodos Y y -Y con los demás electrodos a tierra. Deformación teórica del tubo piezoeléctrico en función del voltaje aplicado (e) en el eje z y (f) radial según las ecuaciones 13 y 14 respectivamente.

Como podemos observar en la figura 6(e) y (f) los rangos de desplazamiento del piezotubo son del orden de los nm para la dirección vertical y nm para la radial, con valores máximos de deformación de 2500 nm y 70nm respectivamente a voltajes máximos de 300V.

3.3. Elementos básicos del STM

La figura 7 observamos un esquema del microscopio de efecto túnel ensamblado en la Universidad Central. Todas las piezas fueron elaboradas en titanio de alta pureza debido a que la dilatación térmica de este material es baja y similar a la de los dispositivos piezoeléctricos utilizados. El mecanizado de dichas piezas fue realizado en su totalidad en los talleres de mecánica de la Universidad Central.

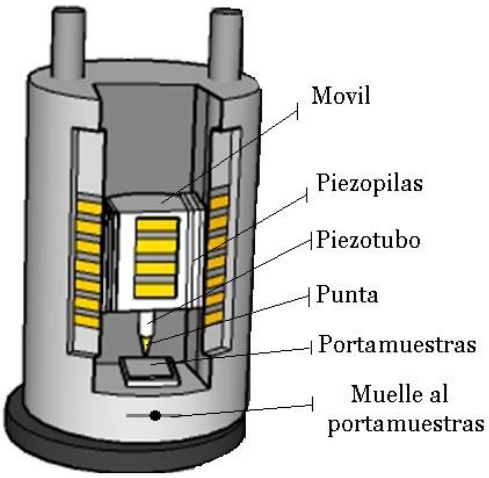


Figura 7. Partes que conforman el cuerpo del STM de la UC. La base del microscopio donde se observa el espacio para el desplazamiento del porta-muestras, las piezopilas del lado derecha e izquierda, el móvil, piezotubo y la punta,

Cada pieza de la figura 7 cumple una finalidad específica, en la base del STM encontramos una cavidad central donde se ubica el porta-muestras. Gracias a un sistema mecánico que implica una cuerda Kevlar (Herrera V, 2016, p19) sujeta al porta-muestras, este se puede desplazar para cambiar la posición relativa entre punta y muestra, siendo posible realizar en un mismo experimento medidas en diferentes muestras.

En el cuerpo del microscopio se adhieren los dos conjuntos de piezopilas dejando un espacio para contener el móvil. Este último sistema permite establecer el movimiento grueso del microscopio para un desplazamiento vertical de unos cuantos milímetros. El tubo piezoeléctrico está contenido en el móvil de tal forma que después de acercarnos a la muestra con el móvil, sólo actúa el movimiento de barrido de la punta sobre la muestra definido por el movimiento del piezotubo con un rango de deformación de angstrom a micrómetros.

3.4.Posicionamiento de la punta

El control y posicionamiento de la punta sobre la muestra se hace con un control PID (Controlador Proporcional, Integral y Derivativo), su funcionamiento se basa en el valor de la corriente de referencia determinada por el investigador, el sistema PID lo compara con la corriente túnel medida y dependiendo de la diferencia, se aplica voltaje en el electrodo z del piezotubo para mantener el valor de referencia constante. La electrónica asociada presenta amplificadores de voltaje convertidores digital-análogo (DAC), análogo-digital (ADC) y por los valores de corriente túnel del orden de los picoamperio-nanoamplerios. Se emplea un amplificador de corriente que permite detectar y amplificarla. Ver la sección "Montaje y calibración del móvil".

3.5.Modos de medida

Topografía

Para una medida topográfica existen dos modos, "modo corriente constante" y "modo distancia constante" (Galvis, 2013, p50). En el primer modo, se mantiene constante un valor de corriente durante el barrido, las variaciones del voltaje obtenidas para conservar la corriente constante durante el barrido permiten generar una matriz 3D con datos en términos de distancias (ver ecuación 10) sobre plano xy escaneado. El segundo método implica hacer barridos en la muestra a distancia constante y se almacena el valor de corriente túnel en diferentes puntos. Este proceso a escalas de unos nanómetros provee gran resolución. Sin embargo, a magnitudes mayores, en barridos generales, es menos utilizado ya que implica la posibilidad de dañar la punta en el proceso.

En los dos modos de medida, la imagen generada es proporcional a los estados electrónicos en la superficie del material en función de la coordenada *xy* se denomina imagen de topografía (Herrera V, 2016, p.13).

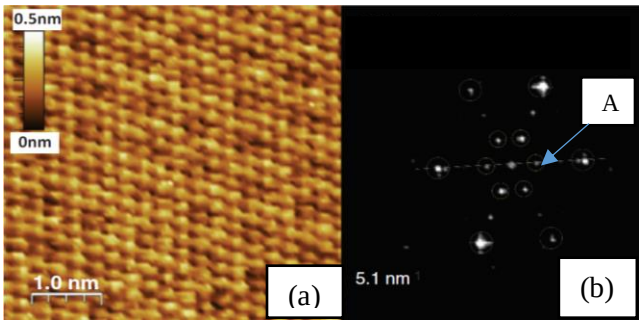


Figura 8. (a) Ejemplo de imagen de topografía con resolución atómica en una monocapa de $TaSe_2$ tomada con un STM a 150 mK . Se observa el ordenamiento hexagonal de los átomos de Se sobre la superficie del material. La escala de colores indica los cambios en altura de la imagen. (b) Transformada de Fourier de la

imagen (a) donde se observan los picos de Bragg (A) picos de Bragg provenientes de la CDW (imagen de Galvis, 2013, p58).

La figura 8(a) muestra un ejemplo de imagen topográfica. A partir de ella se puede hacer la transformada de Fourier FFT y obtener una imagen en el espacio reciproco (Fig. 8(b)) que ofrece información de la estructura cristalina para una celda unitaria y fenómeno eléctrico denominado onda de densidad de carga (CDW).

Espectroscopía

El modo de medida de espectroscopia se hace paralelo con la medida topográfica. En cada paso o pixel se mide la corriente en función de variación de voltaje bias $I(V)$. En cada curva se determina la conductancia túnel, que es la derivada de I respecto al voltaje $\frac{dI}{dV} = \sigma(V)$. Por último, para construir la imagen de espectroscopia, se representa la conductancia en función de la posición *xy* (Herrera V, 2016, p.13) y el voltaje.

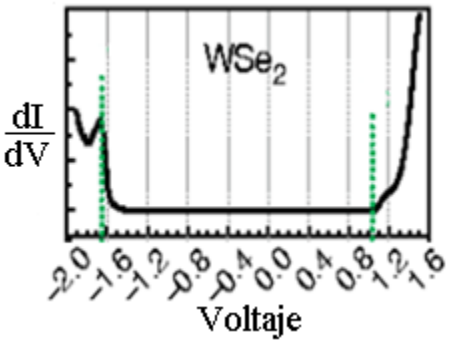


Figura 9. Gráfica de conductancia en función del voltaje del material WSe2 donde se evidencia el gap semiconductor. (Imagen obtenida de Chiu, M. H., Zhang, C., Shiu, H. ... (2015)).

Una gráfica de conductancia en función de la energía permite conocer las propiedades electrónicas del material, y así clasificarlo (Fig.9).

4. Antecedentes del STM en la UC

Por medio del Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes de la Universidad Central se gestó en enero del 2015 el proyecto de construcción del primer microscopio de efecto túnel en Colombia para la investigación. Proyecto financiado en su totalidad por recursos internos de la Universidad Central.

El diseño, construcción y puesta a punto del STM, es la primera fase del proyecto, la cual permitirá iniciar procesos de caracterización de nuevos materiales. Un instrumento de este tipo permitirá extender los horizontes de la investigación en Colombia fomentando la vinculación e intercambio de conocimiento con otros grupos de investigación nacionales e internacionales, al igual que el desarrollo de trabajos de investigación, tesis, pasantías, etc.

En el desarrollo del proyecto se han vinculado activamente diferentes órganos de la Universidad Central, entre ellos cabe destacar la colaboración de los laboratorios de mecánica donde se fabricaron las piezas en titanio; la Unidad Central de Diseño e Integración Tecnológica (UCDIT) donde se ha desarrollado la electrónica de control del STM, todo bajo la dirección del investigador principal el Dr. José Augusto Galvis. Queremos resaltar que en 2017 se vincula a la Universidad Central el Dr. Edwin Herrera gracias a una estancia posdoctoral patrocinada en su totalidad por Colciencias con el fin de impulsar significativamente los avances de dicho proyecto.

5. Actividades desarrolladas y resultados

5.1. Ensamblaje Mecánico y calibración

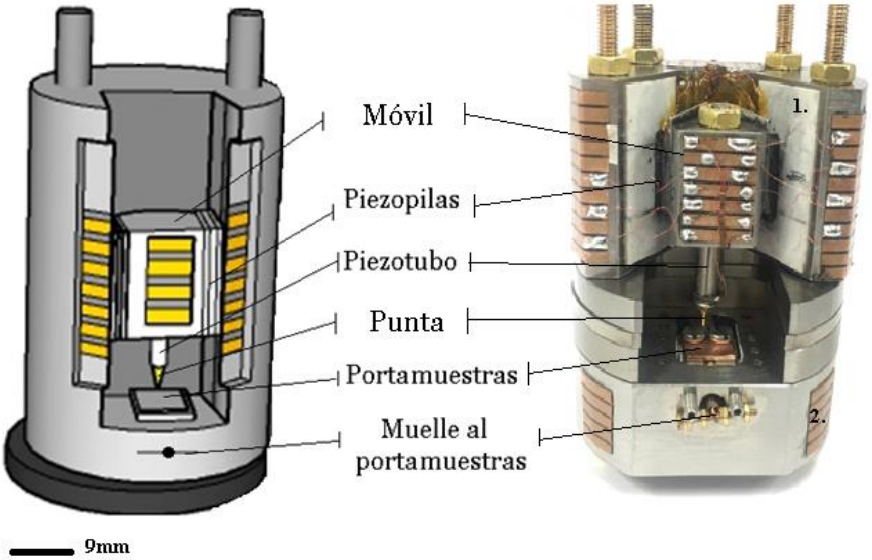


Figura 10. Resultado final de STM ensamblado en la UC. Indicando las partes y los de componentes 1 (alúminas) y 2 (pistas o electrodos) necesarios para el ensamble.

La figura 10 muestra una fotografía el microscopio indicando algunos de los componentes que se ensamblaron durante la pasantía de investigación. A continuación, describiré los pasos más importantes que fueron necesarios para el montaje.

5.1.1. Montaje de las piezopilas

Se montaron dos grupos de piezopilas; para ello fue necesario tener como referencia el sentido de deformación producido por la alineación de los dipolos de cada piezopila (ver sección Pilas piezoeléctricas, donde describes lo de los dipolos y cómo se deforma una piezopila) para las piezopilas empleadas en este caso dicha dirección de deformación se indica con un pequeño corte de una punta de la piezopila como se muestra en la figura 11(a). Cada grupo de piezopilas está formado por tres piezopilas que se pegaron como se describe en la figura 11. El objetivo de este tipo de montaje es producir un movimiento conjunto de

cizalladura como se describió en la figura 5(b). Este tipo de movimiento permitirá el desplazamiento del orden de los milímetros del móvil. Finalmente, una de las caras del grupo de piezopilas se recubre con una alúmina que irá en contacto con el móvil.

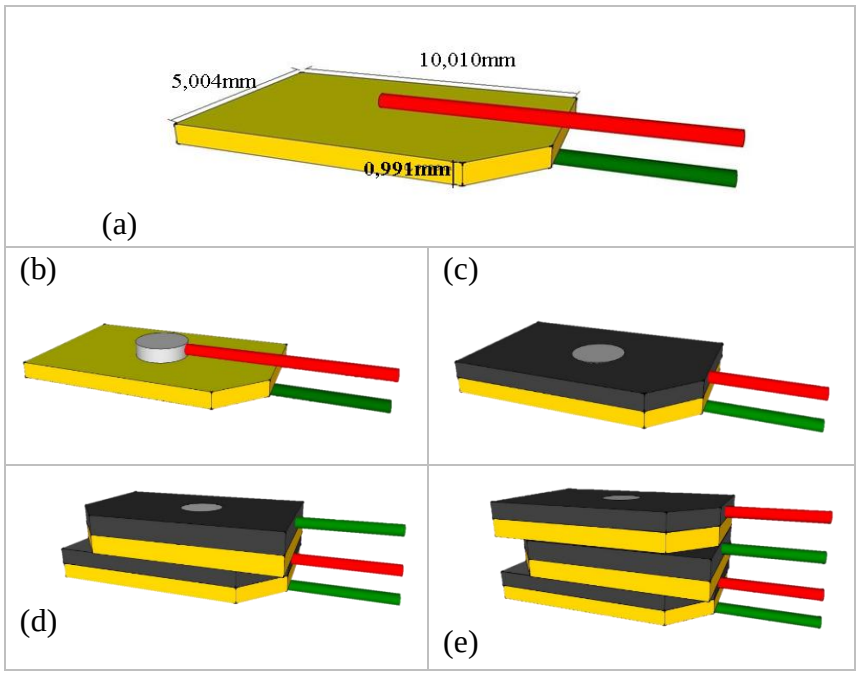


Figura 11. Montaje de los grupos de piezopilas. (a) Esquema de una piezopila: el corte de la esquina permite identificar la dirección de deformación de la piezopila (vista desde la cara con potencial positivo, la deformación ocurre en dirección del corte). Los cables de distinto color indican la polaridad del voltaje, siguiendo la convención de rojo positivo y negro negativo. (b) Pintura de plata (gris). (c) Capa de epoxy Stycast (negro). (d) Montaje de la segunda piezopila donde se debe tener en cuenta la polaridad de la piezopila, para el movimiento total. (e) Repetimos el paso anterior con la siguiente piezopila.

En cada una de las partes lateral externas del cuerpo del STM y en la parte frontal del móvil se fijan pistas de cobre que facilitan soldar las conexiones necesarias para el funcionamiento del STM. En las pistas laterales también se conectan todos los cables necesarios para el enlace con la electrónica de control.

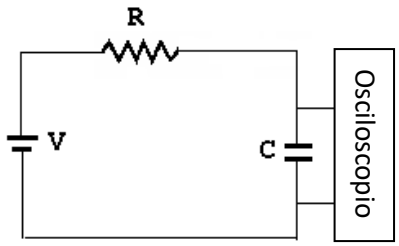
Como primer paso, se adhieren alúminas en diferentes puntos como lo son la cavidad del porta muestras, el interior del cuerpo STM, el móvil y las piezopilas, la fijación de estas piezas a diferentes partes del STM se realizó utilizando una resina epoxica stycast [13]. Las alúminas están hechas Ceramic AS1-40 el cual es material aislante. Para fijar el móvil al cuerpo del STM se emplea un resorte anclado a la parte posterior. Para que el móvil deslice es necesario aplicar grafito en las superficies libres de las alúminas del móvil y las piezopilas.

5.1.2. Calibración piezopilas y piezotubo

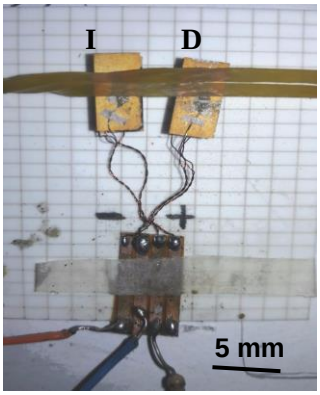
Para hallar la capacitancia tanto del grupo de piezopilas como el piezotubo se efectúa un circuito RC como el mostrado en la (Fig. 12(a)). El circuito lo compone una resistencia (R) y un capacitor (C). Al aplicar una diferencia de potencial V se obtienen datos de carga, (Fig. 12(c)), la ecuación (17) que describe el comportamiento de este circuito es:

$$V(t) = V_{Max}\left[1 - e^{-\frac{t}{RC}}\right] \quad (17)$$

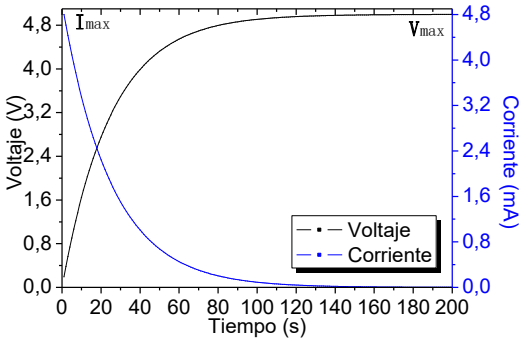
En la ecuación (17) tenemos la descripción de la cantidad de carga en el capacitor en función del tiempo, según esta ecuación podemos decir para $t = 0$ el capacitor no hay voltaje y para cuando $t \to \infty$ se obtiene el voltaje máximo. Cabe aclarar que RC representa la constante temporal τ (Serway, R. A, 2004, p. 63). Como vemos en la figura 13 (c).



(a)



(b)



(c)

Figura 12. Medida de capacitancia. (a) Diagrama un circuito RC. (b) fotografía del montaje en las piezopilas para medir la capacitancia de los dos conjuntos de piezopilas I (izquierda) y D(derecha). (c) Gráfica del efecto físico en la carga de un capacitor donde la corriente es la línea punteada y la carga contenida en el capacitor la línea roja

A continuación, las figuras 13 y 14 muestran los resultados experimentales y su respectivo ajuste. La figura 16 muestra una tabla donde se resumen los resultados experimentales obtenidos mediante el circuito RC y se comparan con los resultados obtenidos de tres formas

distintas, por medio de la ecuación 17 de carga de capacitor, un multímetro digital y por medio del tiempo τ en este método se determina el 63% del voltaje máximo y se halla el correspondiente valor en tiempo, junto con el valor de resistencia es posible hallar C.

Piezopila

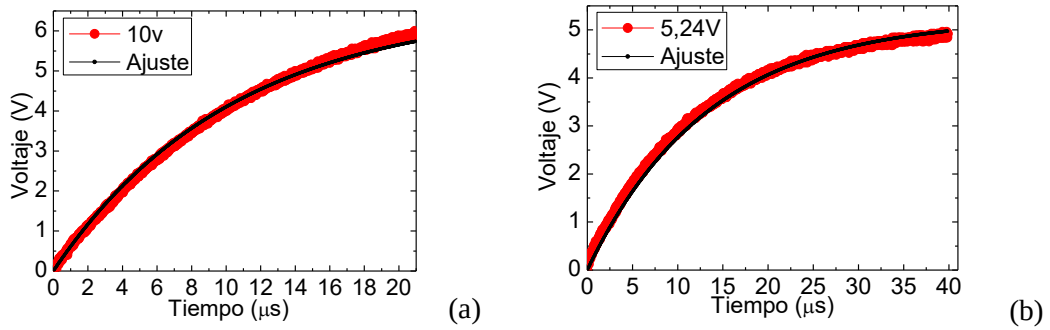
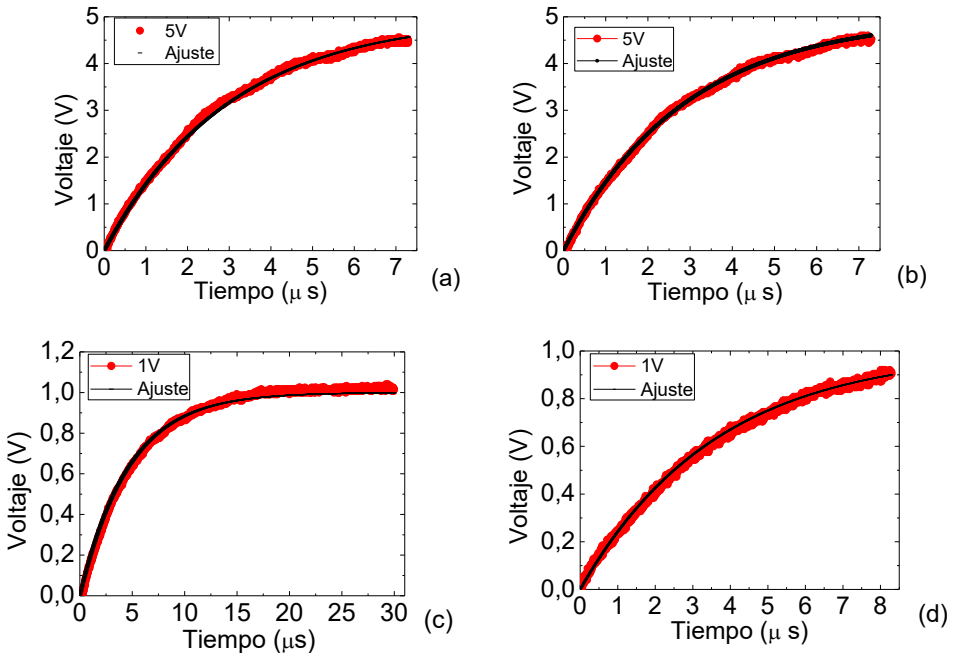


Figura 13. Gráficas de carga en el cada capacitor, voltaje en función del tiempo para cada grupo de piezopilas de izquierda (a) y de derecha (b). Los voltajes aplicados en cada caso fueron de 10 V (línea roja) y ajuste (línea negra) para (a) y 5,24V (línea roja) y ajuste (línea negra) para (b).

Tubo piezoeléctrico



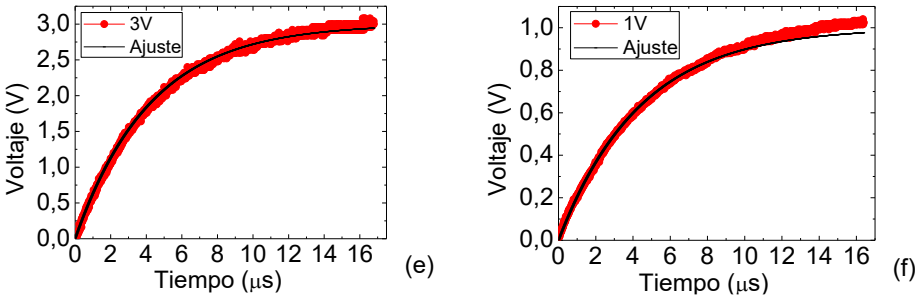


Figura 14. Capacitancias Piezotubo**.** Gráficas obtenidas a partir del circuito RC descrito en la figura 13, obtenemos la capacitancia entre los diferentes electrodos del piezotubo (Fig. 6(a)). (a) Electrodos +X y -X, para voltajes 5V (línea negra)). (b) Electrodos +Y y –Y para voltajes de 5V (línea roja). (c) Electrodos Z y +X, para voltajes de 1V (línea roja) (d) Electrodos Z y -X, para voltajes de 1V (línea roja) y 2V (línea negra). (e)) Electrodos Z y Y para voltajes 3V (línea roja) (f) Electrodos Z y –Y, para voltajes 1V (línea roja). La línea negra para todos los casos es la curva de ajuste.

Electrodos		Capacitancias τ=RC ($\pm$0,05 nF)	Capacitancias Multímetro ($\pm$0,02 nF)	Capacitancias Ajuste ($\pm$0,02 nF)
Piezopila Derecha		2,80	4,35	2,60
Piezopila izquierda		2,58		2,00
Electrodos Piezotubo	$+x$ y $-x$	0,65	0,49	0,58
	$+y$ y $-y$	0,61	0,51	0,56
	z y x	1,21	0,96	0,90
	z y $-x$	0,99	0,93	0,70
	z y y	1,06	0,94	0,82
	z y $-y$	1,22	1,09	0,84

Figura 15. Tabla de Valores de capacitancia Piezopilas y Piezotubo. Valores de capacitancia determinados, para la piezopila izquierda, derecha y para el piezotubo a partir del circuito RC (Fig. 13(b)) y medidas directamente con un multímetro.

Si observamos la figura 15 las capacitancias obtenidas por las tres técnicas difieren en un máximo valor 0,5nF.

5.1.3. Montaje y calibración del móvil

Al igual que a las piezopilas, dos caras del móvil son recubiertas con alúminas. El montaje del móvil al cuerpo del STM se hace por medio de un resorte que va anclado mecánicamente a la parte posterior del STM y entre las alúminas que quedan en contacto se aplica una fina

capa de grafito la cual funciona como lubricante que permite realizar el desplazamiento vertical del móvil.

Para calibrar el desplazamiento se utiliza la electrónica de control diseñada en la Unidad-DIT, que consiste en un amplificador de corriente de hasta 6 órdenes de magnitud, amplificadores de voltaje (140Vpp) para los piezoeléctricos. La información recibida o enviada se adquiere al ordenador por medio de convertidores digital-análogo (DAC) o análogo-digital (ADC) en nuestro caso con una resolución de 16 y18 bits respectivamente. Además de la electrónica se conecta un generador de señales en la opción de función rampa diente de sierra a las piezopilas, se emplea un programa de envío de señales de voltaje desarrollado por la Unidad-DIT de la Universidad Central que permitía realizar varias repeticiones con tiempos de subida del orden de los ms y tiempos de bajada del orden de los μs.

Para determinar los valores óptimos de desplazamiento se realizaron medidas en función de la frecuencia y voltaje. La figura 16 presenta una gráfica que resume los resultados experimentales obtenidos. Observamos que para todos los rangos de frecuencia el desplazamiento en función del voltaje tiene un comportamiento lineal que se ajusta a la relación a la ecuación 14 la cual evidencia proporcionalidad entre voltaje y desplazamiento. Se alcanzan desplazamientos máximos de 2.6 mm para un voltaje de 120V máximo de voltaje dado por el generador de señales, para una frecuencia de 100Hz.

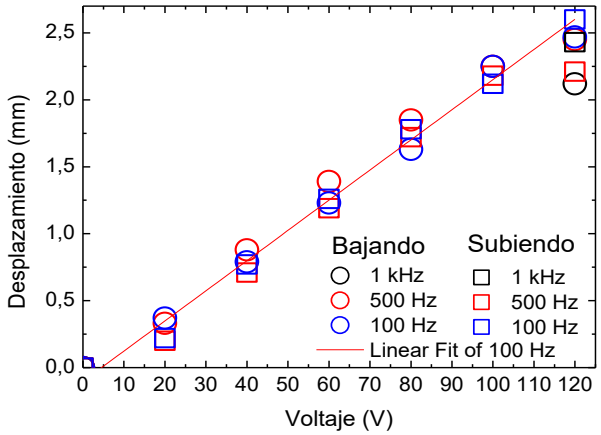


Figura 16. Calibración desplazamiento del móvil. Graficas de distancia de desplazamiento del móvil, en función del voltaje y frecuencia aplicados, invirtiendo la pendiente de la señal diente de sierra (subiendo en pendiente positiva, bajando pendiente negativa). Los datos experimentales han sido obtenidos empleando la electrónica diseñada en la Unidad-DIT (Unidad de Diseño, integración e Innovación Tecnológica) de la Universidad Central.

5.2. Montaje STM

Para lograr medidas con alta resolución es necesario desarrollar un sistema de aislamiento de vibraciones, reducir al máximo el ruido eléctrico. Para reducir al máximo las vibraciones se abordaron dos puntos, el contenedor del STM y la base que se ubica esté dentro del laboratorio.

El contenedor STM se muestra en la figura 17(a). Este fue diseñado en la Unidad-DIT y fabricada en plástico de una impresora 3D. El contenedor presenta una cavidad interna que contiene los cables del STM y los cuales se soldaron a conectores que permiten comunicase con la electrónica de control. En la cavidad designada para el STM (Fig. 17(1)) se ubica una espuma rígida con forma de la parte posterior del cuerpo del STM. El objetivo de esta espuma es reducir las vibraciones mecánicas transmitidas al cuerpo del STM (Volveremos a este punto en la siguiente sección).

Como se discutió en la sección 3.4. "posicionamiento de la punta", dado que las señales de corriente son del orden de lo nA y pA es necesario el empleo de un femtoamperímetro (3 en la Fig17 (b)). Todas las paredes internas de la caja que lo contiene están recubiertos de cinta de cobre de forma que funcione como jaula de Faraday, para prever ruido electrónico proveniente de fuentes externas.

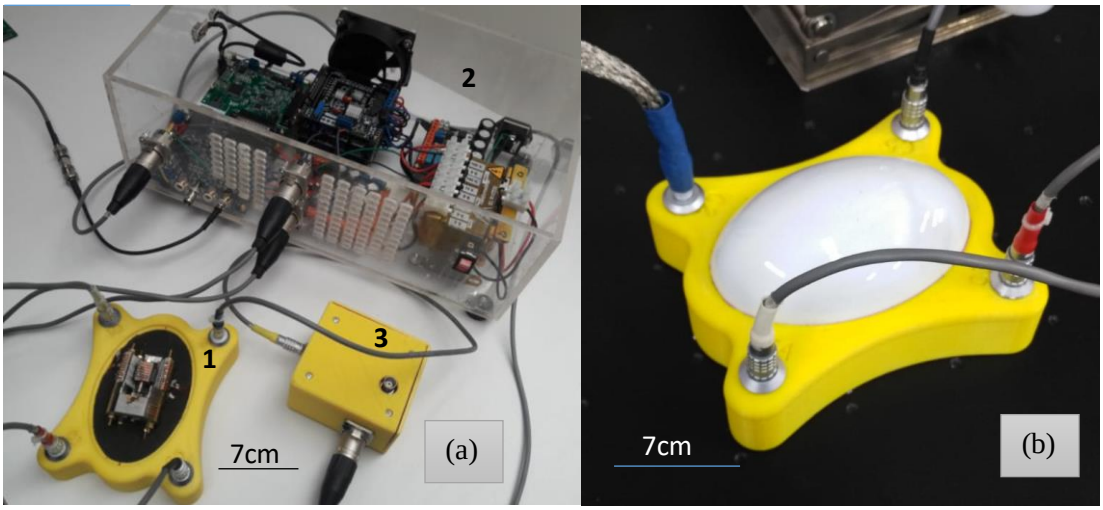


Figura 17. Contenedor de STM y electrónica de control (a) Componentes STM acoplados, 1. Caja STM, 2. Electrónica de control, (b) Caja STM que contiene el microscopio diseñada y fabricada por la Unidad-DIT de la Universidad Central. 3. Femto-Amperímetro (amplificador de corriente).

Como se describió anteriormente la caja contenedora del STM posee una espuma que minimiza como primera etapa las vibraciones mecánicas. Sin embargo, al trasladar el conjunto STM (Caja contenedora y electrónica de control) al laboratorio de Microscopia

Avanzada de la UC se evidenció la necesidad de realizar otras etapas de amortiguamiento y filtrado de vibraciones mecánicas propias de un edifico. A continuación, describimos los elementos y montajes que se desarrollaron durante esta pasantía para la atenuación de estas vibraciones mecánicas.

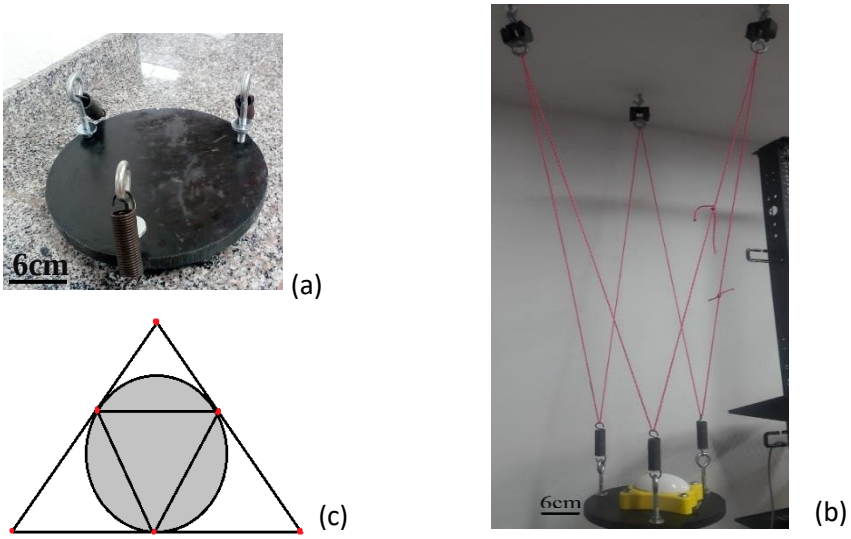


Figura 18. Sistema de atenuación de vibraciones mecánicas dentro del laboratorio de nuevas microscopias de la Universidad central. (a) Sistema completo que evidencia el amarre especifico de la cuerda, (b) Base con anclajes y muelles, (c) sistema geométrico formado para la atenuación de vibraciones, el circulo gris concéntrico es la base del STM y los puntos rojos indican la ubicación de los tornillos de anclaje.

La Figura 18(a) muestra una fotografía de la base que se diseñó para ubicar el STM dentro del laboratorio. La base tiene forma cilíndrica, se utilizan tres tornillos de anclaje ubicados en el borde externo de la base de modo que formen un triángulo equilátero (Fig.21(c)) concéntrico. Estos tornillos son conectados a tres resortes de constante elástica aproximada de 5700 $\frac{N}{m}$**.** Los tres resortes se sujetan a una cuerda de fibra de nailon que también atraviesa los aros de los anclajes elásticos TRAXIFLEX (Industria Paulstra. Soportes de elastómero, Noviembre 2018) ubicados en el techo del laboratorio; la cuerda retiene varios puntos del sistema de forma que solo se haga un amarre (Fig. 18(b)).

5.2.1. Ruido eléctrico y mecánico

Mecánico

Para verificar que dicha configuración permite realizar la máxima atenuación de vibración utilizamos un geófono SM-24 (Industria SENSOR Nederland b.v, agosto 2018) para medir vibraciones mecánicas en tres puntos del laboratorio: una mesa óptica, el piso del laboratorio

y la base donde se ubica el STM (Fig. 18 línea azul). Dichas medidas se realizaron en momentos donde es mayor el flujo vehicular en los alrededores del laboratorio.

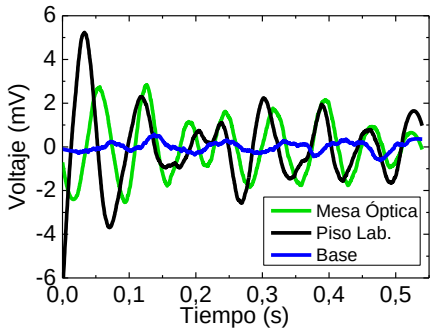


Figura 19.Graficas de señal de vibraciones mecánicas en el instante de flujo automovilístico en la carrera cuarta, para distinto puntos en el laboratorio. Piso del laboratorio (linea negra), mesa óptica (linea verde) y base suspendida (linea azul).

La figura 19 muestra las señales obtenidas en cada punto descrito. Observamos la atencuación de vibraciones mecánicas con el sistema de amortigamiento implementado. Vibraciones del orden de 5 ± 5 mV en el piso del laboratorio, 3 ± 3 mV sobre la mesa óptica y 1 ± 1 mV en la base suspendida, reduciéndose aproximadamente un 80% la medida en comparacion con la medida mayor (Piso).

Eléctrico

Con el objetivo de revisar el ruido originado por los componentes electronicos, medimos por medio de un femto-amperimetro conectado a un osciloscopio las variaciones en las señales de voltaje en el sistema encendido. La figura 20 muestra las graficas de voltaje en función del tiempo para dos configuraciones, una conectando la electronica y el osciloscopio a la tierra del edificio (Fig.20 linea negra) y otra sin conectar el osciloscopio a la tierra del edificio (Fig.20(b)).

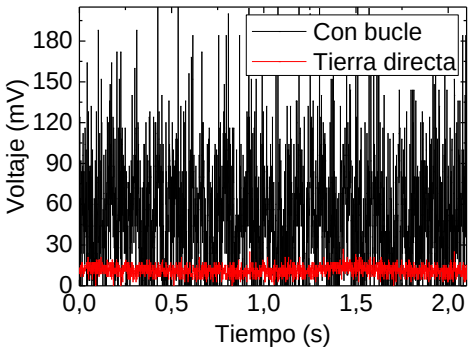


Figura 20. Ruido eléctrico en el sistema STM. Ruido eléctrico con el osciloscopio y la electrónica conectados a la tierra del edificio (a), y sin el osciloscopio conectado a tierra (b).

Como se puede observar, el valor de ruido con el osciloscopio conectado a tierra del edificio es del orden de los 200 ± 200 mV. Este valor no sería adecuado para la toma de medidas, debido a los rangos de magnitud que presenta la corriente túnel (pA-nA). Al desconectar el osciloscopio de la tierra del edificio, se observa una reducción a 10 ± 10mV. Este comportamiento se explica teniendo en cuenta que, al conectar el osciloscopio y la electrónica a la tierra del edificio, todo el sistema se expone a flujo de electrones de la red del edificio, formando un bucle de conexión a tierra. Por lo tanto, se determinó sólo una salida a tierra desde la electrónica (Fig.20 línea roja) y esta medida permitió reducir el ruido hasta un 95%.

5.3. Medida de corriente túnel

Realizando el montaje descrito en las figuras 17 y 18 se realizó la primera medida de corriente túnel. La figura 21 muestra la señal de corriente obtenida utilizando una punta y muestra de oro de alta pureza la cual varía en el rango de los nanoamperios. El ruido en la señal túnel observado es producto de oscilaciones mecánicas presentes en el laboratorio y la falta de optimización de los parámetros del control PI. A la fecha de culminación del informe nos encontramos realizando nuevas pruebas para eliminar por completo estos ruidos.

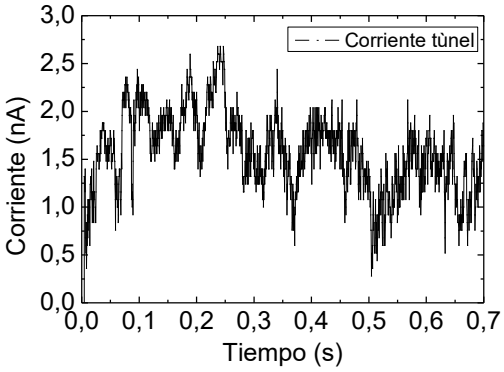


Figura 21. Señal de corriente túnel registrada en el osciloscopio utilizando una punta y un sustrato de oro medida a temperatura ambiente.

6. Evaluación y cumplimiento de términos de los objetivos de la pasantía

- Desarrollo de un trabajo de grado en la modalidad pasantía en los laboratorios de investigación de la Universidad Central.
- Se ensamblaron todas las piezas que conforman el cuerpo del microscopio de efecto túnel adaptando los elementos electrónicos y mecanismos que servirán para el posicionamiento de la punta sobre la muestra y la toma de medidas de topografía y espectroscopía.
- Se realizó todo el cableado interno del STM y las conexiones necesarias para conectar el cuerpo del STM con la electrónica de control.

- Se calibraron todos componentes principales del microscopio, como lo son las piezopilas, el piezotubo y el movimiento del móvil, empleando la electrónica de control construida por la Unidad DIT en la UC.
- Participación en el diseño y fabricación de la caja que encapsula al STM.
- Participación en el diseño y montaje del sistema de amortiguamiento mecánico y eléctrico del STM.
- Se realizó las primeras medidas de corriente túnel con todo el sistema en funcionamiento

7. Conclusiones

Se desarrolló un trabajo de grado en la modalidad pasantía de investigación, permitiendo la adquisición de conocimientos en la técnica de microscopía de efecto túnel y experiencia de trabajo en un laboratorio de física experimental.

En el marco de aprendizaje se adquirieron conocimientos de los fenómenos físicos involucrados en la técnica experimental de microscopía de efecto túnel como lo son, el efecto túnel, y efecto piezoeléctrico.

Se trabajó en el desarrollo de habilidades propias de trabajo en un laboratorio en la parte de instrumentación y detección de ruido mecánico/eléctrico en una medida de corriente túnel.

Bajo la estancia de investigación en los laboratorios de microscopía avanzada de UC se obtuvo como resultado final el microscopio de efecto túnel ensamblado en su totalidad y en funcionamiento para la toma de medidas de corriente túnel inicialmente empleando una punta y una muestra de calibración Au. Cumpliendo los objetivos propuestos para la puesta a punto inicial del STM.

REFERENCIAS

[1] Galvis, J. (2013). Superconductividad y dimensionalidad: Microscopia Túnel Bajo Campos Magnéticos Inclinados (tesis de doctorado). Universidad Autónoma de Madrid. España.

[2] Chen, J. (1993). *Introduction to Scanning Tunneling Microscopy*. New York, Estados Unidos: Oxford University Press.

[3] Linköpings University, Depart. of Phy. Chem. and Biol., "*TFYA 20. Surface Physics: Scanning Tunneling Microscopy*".

[4] Herrera Vasco, E. (2016). Visualizing the influence of the Fermi surface on superconductivity. (Tesis de doctorado). Universidad Autónoma de Madrid, Madrid, España.

[5] Pereira, A. (2010). *Cerámicas piezoeléctricas: funcionamiento y propiedades. ATCP Engenharia Física*. Recuperado de http://www.atcp.com.br/imagenes/productos/ceramicas/articulos/RT-ATCP-01-[ES].pdf.

[6] Boston piezo optics INC (Noviembre 2018). Recuperado de https://www.bostonpiezooptics.com/ceramic-materials-pzt.

[7] Piezo Systems (Noviembre 2018). Recuperado de http://www.piezo.com/tech2intropiezotrans.html

[8] Cúpich R. M. & Garza, E. J. (Enero, 2000). Actuadores piezoeléctricos. *Ingenierías*, Volumen 3 (Nº 6).

[9] Industria SENSOR Nederland b.v (Agosto 2018). Recuperado de. https://cdn.sparkfun.com/datasheets/Sensors/Accelerometers/SM-24%20Brochure.pdf .

[10] Industria Paulstra. Soportes de elastómero (Noviembre 2018). Recuperado de www.paulstra-industry.com/traxiflex-p16-es.html.

[11] Serway, R. A. (2004). *Física* (p. 63), vol II. México: Editorial Thomson.

[12] Industria Emerson & Cuming (Enero 2019) Recuperado de https://lartpc-docdb.fnal.gov/0000/000059/001/stycas2850.pdf

[13] Eisberg, R. M. (2014). Soluciones a la ecuación de Schrödinger. Grupo noriega editores, *Fundamentos de física moderna.* (pp. 215-232), México: Limusa S. A.

[14] Ávila Bernal, A. G., & Bonilla Osorio, R. S. (2009). A study of surfaces using a scanning tunneling microscope (STM). *Ingeniería e Investigación*, *29*(3), 121-127.

[15] Chiu, M. H., Zhang, C., Shiu, H. W., Chuu, C. P., Chen, C. H., Chang, C. Y. S., ... & Li, L. J. (2015). Determination of band alignment in the single-layer MoS 2/WSe 2 heterojunction. *Nature communications*