

Universidade Estadual de Campinas  
Instituto de Física 'Gleb Wataghin' - IFGW

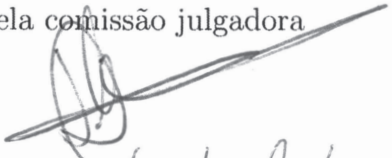
## **Desenho e Construção de um UHV-STM**

Tese apresentada ao Instituto de Física 'Gleb Wataghin'  
como parte dos requisitos à obtenção do título de Doutor em Física

**Bruno Vieira da Cunha Martins**

Orientador  
Prof. Dr. Daniel M. Ugarte

Este exemplar corresponde à redação final da Tese de Doutorado defendida  
pelo aluno Bruno Vieira da Cunha Martins e aprovada pela comissão julgadora



25 de abril de 2011

Campinas, SP  
2011

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DO IFGW - UNICAMP**

M366d	Martins, Bruno Vieira da Cunha Desenho e construção de um UHV – STM / Bruno Vieira da Cunha Martins. -- Campinas, SP : [s.n.], 2011.  Orientador: Daniel Mario Ugarte. Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física “Gleb Wataghin”.  1. Microscopia de tunelamento de elétrons. 2. Instrumentação científica. 3. Superfícies (Física). I. Ugarte, Daniel Mario. II. Universidade Estadual de Campinas. Instituto de Física “Gleb Wataghin”. III. Título. 5 (vsv/ifgw)
-------	--

- **Título em inglês:** Design and construction of an UHV - STM
- **Palavras-chave em inglês (Keywords):**
  1. Scanning tunnelling microscopy
  2. Scientific instrumentation
  3. Surfaces (Physics)
- **Área de Concentração:** Física da Matéria Condensada
- **Titulação:** Doutor em Ciências
- **Banca Examinadora:**  
Prof. Daniel Mario Ugarte  
Prof. Mário Antonio Bica de Moraes  
Prof. Abner de Siervo  
Prof. Rodrigo Prioli Menezes  
Prof. Antonio Domingues dos Santos
- **Data da Defesa:** 29-03-2011
- **Programa de Pós-Graduação em:** Física



MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA TESE DE DOUTORADO DE **BRUNO VIEIRA DA CUNHA MARTINS - RA 970326**, APRESENTADA E APROVADA AO INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN" DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS, EM 29/03/2011.

**COMISSÃO JULGADORA:**

---

Prof. Dr. Daniel Mário Ugarte – DFA/IFGW/UNICAMP  
(Orientador do Candidato)

---

Prof. Dr. Abner de Siervo – DFA/IFGW/UNICAMP

---

Prof. Dr. Mário Antonio Biça de Moraes - DFA/IFGW/UNICAMP

---

Prof. Dr. Antonio Domingues dos Santos – IF/USP

---

Prof. Dr. Rodrigo Prioli Menezes – IF/PUC-RJ

# Agradecimentos

O processo de construção de um equipamento deste porte não depende apenas do esforço pessoal de uma única pessoa. Gostaria de agradecer a colaboração de todos os que me auxiliaram direta ou indiretamente nas diversas fases do desenvolvimento do projeto.

Aos professores do grupo GFNMN e meus orientadores Daniel Ugarte e Varlei Rodrigues.

À professora Mônica Cotta, pela imensa ajuda técnica.

Aos professores Douglas Galvão, Richard Landers e Alain Quivy.

À banca, Profs. Abner de Siervo, Mário Bica, Antônio Domingues e Rodrigo Prioli.

Ao engenheiro e professor João Hermes, pela ajuda com o projeto eletrônico.

Ao corpo técnico de eletrônica do IFGW: Claudemir, José e Marcos.

Ao corpo técnico de mecânica do IFGW: Sérgio, Nelson, Edson, André e Jorge.

Ao corpo técnico de vácuo do IFGW: Carlos Pinneli e João Lopes.

Ao corpo técnico de vácuo do LNLS.

Ao corpo técnico do DFA e em particular ao Hélio e ao Totó.

À secretaria do DFA: Márcia, Flávia e Heloisa.

À secretaria da CPG: Maria Ignez, Gilvani, Armando, Lindinalva e João.

Ao Vitor e ao Artur, meus companheiros de batalha no laboratório 48.

Aos amigos Brunetto, Tizei, Giulia, Shadi, Ana, Gustavo e Kevin.

À comunidade GNU-Linux.

Ao CNPq pelo apoio financeiro.

Ao meu pai e à minha mãe.

Por fim, eu gostaria de agradecer muito à chefe vitalícia do centro de pesquisas lá de casa, a minha linda Ana Paula, esposa e companheira.

Muito obrigado a todos.



## Resumo

O estudo da estrutura de nanosistemas individuais requer o uso de equipamentos capazes de gerar imagens de sistemas com poucos átomos. No caso de nanopartículas metálicas produzidas por síntese química, uma questão relevante e ainda pouco estudada é a organização dos passivantes sobre sua superfície e como isso contribui para a definição de sua estrutura de equilíbrio. Para abordar este tema, devemos ser capazes de gerar imagens de resolução atômica em superfícies com alto grau de curvatura: a microscopia de tunelamento (STM) representa o instrumento mais adequado para este tipo de tarefa. Entretanto, o estudo detalhado requer o uso de métodos não-convencionais de microscopia STM (ex. modulação da tensão de bias ou de setpoint), sendo assim desejável que tenhamos total controle sobre a operação do instrumento. Este domínio preciso sobre as características funcionais consiste na principal razão que justifica a construção de um STM no próprio grupo.

Este trabalho descreve o desenho, a construção e a caracterização de um STM de Ultra-Alto Vácuo (UHV). Todo o desenho e a construção foram integralmente realizadas no grupo de pesquisa. Apresentamos e justificamos os parâmetros escolhidos para o projeto, os quais definem o perfil do instrumento. O projeto mecânico consiste em um sistema elástico tipo "Parallel-Guiding-Spring Table" (PSM). O sistema de varredura foi desenvolvido utilizando na configuração tipo tripod para os atuadores piezoelétricos. Desenvolvemos dois protótipos da cabeça STM, ambos compatíveis com UHV. Apresentamos o projeto e a construção da câmara de vácuo e do sistema de amortecimento de vibração. Na parte eletrônica, desenvolvemos um projeto que envolve blocos analógicos de precisão e componentes digitais de 16 bits. O sistema funciona com baixa tensão, o que o torna mais estável e menos suscetível ao ruído e a variações térmicas. O sistema de controle embarcado e seu modelo analítico são analisados de modo a se determinar os parâmetros para operação estável. Caracterizamos todo o sistema e obtivemos imagens para superfícies de Grafite e Au como forma de verificar a performance do equipamento construído. Por fim discutimos as dificuldades do projeto e apresentamos soluções para os pontos que requerem certa otimização.

# Abstract

The study of the structure of individual nanosystems requires the use of equipments capable of generating images of systems containing just a few atoms. In the case of metallic nanoparticles produced by chemical synthesis, a relevant and not much studied question is the organization of the passivant molecules over the surface and how they contribute to the definition of the equilibrium structure. To address this issue, we must be capable of generating atomic resolution images on surfaces with a high level of curvature: the Scanning Tunneling Microscopy (STM) represents the most adequate instrument for this job. Nevertheless, the detailed study requires the use of non-conventional methods of STM microscopy (ex. bias voltage and setpoint modulation), then it is desirable to have total control over the instrument operation. This precise domain over the functional characteristics consists in the main reason that motivated the construction of a STM in our group.

This work describes the design, construction and characterization of an Ultra-High Vacuum (UHV) STM. The design and construction were both integrally done in our research group. We present and justify the chosen project parameters, which define the profile of the instrument. The mechanical project consists of an elastic system of the "Parallel-Guiding-Spring-Table Mechanism" (PSM) type. The scanning system was developed using the tripod configuration for the piezoelectric actuators. We have developed two prototypes for the STM head, both compatible with UHV. We present the project and construction of the vacuum chamber and the vibration isolating system. For the electronics, we have developed a project that involves precision analog blocks and 16 bits digital components. The system works with low voltage, what turns it more stable e less susceptible to noise and thermal variations. The embedded control system and its model are analysed in order to determine the stable operation parameters. We have characterized the system in detail and obtained images for Graphite and Gold surfaces as a way to verify the performance of the constructed equipment. Finally, we discuss the difficulties of the project and present solutions for the points that require optimization.

# Conteúdo

<b>1</b>	<b>Introdução à Microscopia de Tunelamento</b>	<b>1</b>
1.1	Nanotecnologia e Instrumentação . . . . .	1
1.2	STM - O Instrumento . . . . .	2
1.3	Motivação Científica . . . . .	5
1.4	O instrumento configurável . . . . .	6
<b>2</b>	<b>A corrente de tunelamento e o STM: bases teóricas</b>	<b>9</b>
2.1	Considerações sobre a Incerteza . . . . .	9
2.2	Modelo para uma Barreira de Potencial Finita . . . . .	10
2.3	O modelo Tersoff-Hamann . . . . .	13
2.4	O caso da imagem do grafite . . . . .	15
<b>3</b>	<b>Projeto e Construção de um UHV-STM</b>	<b>19</b>
3.1	Implementação . . . . .	19
3.2	Projeto Mecânico . . . . .	20
3.2.1	Sistema de aproximação grosseira . . . . .	21
3.2.2	Sistema de aproximação fina . . . . .	25
3.2.3	Protótipo 1 - testes de eletrônica . . . . .	28
3.2.4	Protótipo 2 - compatível com UHV . . . . .	31
3.2.5	Montagens do Tripod . . . . .	34
3.3	Projeto de Vácuo . . . . .	37
3.4	Controle de Vibração . . . . .	40
3.4.1	Sistema de amortecimento de dois estágios . . . . .	41
3.4.2	Sistema de suportes pneumáticos . . . . .	43
3.4.3	Critérios para a avaliação da vibração . . . . .	43
3.5	Projeto Eletrônico . . . . .	47
3.5.1	Descrição geral do projeto . . . . .	48
3.5.2	Driver do atuador piezoelétrico . . . . .	48

3.5.3	Conversor Corrente-Tensão . . . . .	58
3.5.4	Projeto Digital . . . . .	61
3.5.5	Algoritmos Embarcados . . . . .	66
3.6	Projeto de Controle . . . . .	71
3.6.1	Modelo . . . . .	71
3.6.2	Análise de estabilidade . . . . .	74
<b>4</b>	<b>Caracterização dos Sistemas Eletrônico e Mecânico</b>	<b>79</b>
4.1	Caracterização dos blocos . . . . .	80
4.1.1	1 - Fonte de tensão regulada . . . . .	80
4.1.2	2 - Driver do atuador piezoelétrico . . . . .	81
4.1.3	3 - Fonte de Bias . . . . .	84
4.1.4	4 - Conversor Corrente-Tensão . . . . .	85
4.1.5	Controle . . . . .	87
4.1.6	Caracterização Mecânica do Tripod . . . . .	90
<b>5</b>	<b>Caracterização do Microscópio</b>	<b>93</b>
5.1	Curva I-D . . . . .	93
5.2	Imagens de HOPG . . . . .	95
5.2.1	Imagens de Resolução Atômica . . . . .	96
5.2.2	Imagens em Baixa Resolução . . . . .	97
5.2.3	Calibração do deslocamento . . . . .	99
5.3	Imagens em Superfícies de Au . . . . .	101
5.3.1	Amostra de Au com grãos . . . . .	101
5.3.2	Amostra de Au (111) com Patamares . . . . .	103
5.4	Discussão . . . . .	104
5.4.1	Projeto Complementar - Implementação de um AFM-STM . . . . .	111
<b>6</b>	<b>Conclusões e Perspectivas</b>	<b>113</b>
<b>A</b>	<b>Vibração</b>	<b>115</b>
A.1	Modelo Analítico . . . . .	115
A.2	Acelerômetro . . . . .	117
A.3	Critérios para Avaliação de Vibração . . . . .	118
<b>B</b>	<b>Preparação de Pontas</b>	<b>123</b>
B.1	Preparação de pontas de Tungstênio . . . . .	123
B.2	Preparação de pontas de Pt-Ir . . . . .	126

<b>C</b>	<b>Atuadores Piezoelétricos</b>	<b>129</b>
<b>D</b>	<b>Sistemas de Aproximação Grosseira</b>	<b>133</b>
D.1	Sistema Louse . . . . .	133
D.2	Sistema Beetle . . . . .	134
D.3	Sistema Inchworm . . . . .	135
<b>E</b>	<b>Controle</b>	<b>139</b>
E.1	Diagramas de Bode . . . . .	141
E.1.1	Ganho K constante . . . . .	142
E.1.2	Fatores integral e derivativo . . . . .	142
E.1.3	Fatores de primeira ordem . . . . .	142
E.1.4	Fatores de segunda ordem . . . . .	143
E.2	Diagramas de Nyquist . . . . .	144
<b>F</b>	<b>O Amplificador Lock-in</b>	<b>147</b>



# Capítulo 1

## Introdução à Microscopia de Tunelamento

### 1.1 Nanotecnologia e Instrumentação

A Nanotecnologia, ou a manipulação da matéria em escala nanométrica de forma a gerar estruturas com propriedades únicas, representa uma das fronteiras da ciência moderna. Este novo ramo do conhecimento científico envolve o estudo de sistemas com poucos átomos governados por interações quânticas e, que em geral podem possuir comportamento complexo e dependente do tamanho. Este novo limite de trabalho confere grande importância ao desenvolvimento de instrumentação, visto que muitas descobertas dos últimos anos estiveram sempre associadas às novas técnicas experimentais. De fato, a NNI (National Nanotechnology Initiative - USA) discute em seu plano estratégico elaborado no ano de 2004 [1] que instrumentação e metrologia são pontos-chave para o nascente empreendimento nanotecnológico e, portanto, o desenvolvimento de novos instrumentos deve ser fomentado como forma de prover o avanço sustentado da área. Esta posição reflete a importância da instrumentação para os novos desafios: desenvolvimento de novas técnicas e instrumentos mais precisos e com novas funcionalidades, como por exemplo imageamento 3D ou reconhecimento de composição química com resolução atômica.

O microscópio eletrônico representa o equipamento chave que impulsionou certamente este recente avanço. O termo único que descreve a capacidade de se gerar imagens utilizando elétrons, congrega diversas famílias distintas pela forma de aquisição do sinal: Transmissão (TEM - "Transmission Electron Microscopy"), Varredura (SEM - "Scanning Electron Microscopy") e Tunelamento (STM - "Scanning Tunneling Microscopy"). Esta última família deu origem aos microscópios tipo varredura de sonda SPM ("Scanning Probe Microscopy") como o AFM ("Atomic Force Microscopy"), os quais não utilizam feixes de elétrons. A

importância deste desenvolvimento pode ser medida pelo prêmio Nobel de 1986 concedido a E. Ruska pela invenção do Microscópio de Transmissão e a G. Binnig e H. Rohrer pelo STM. É inegável a importância do desenvolvimento da microscopia nas últimas décadas, um fenômeno que teve grandes consequências para as atividades tecnológicas e científicas em geral.

Tratando especificamente do STM, sua importância deve-se à sua capacidade inédita de gerar imagens de resolução atômica de superfícies. Isto combinado às técnicas muito bem estabelecidas de (XPS - "XRay Photoelectron Spectroscopy", LEED - "Low-Energy Electron Diffraction" e RHEED - "Reflection High Energy Electron Diffraction"), permitiram um avanço sem precedentes na área de Física de Superfícies. A capacidade de se estudar a estrutura eletrônica e cristalina do material e de se associar estes dados com imagens permitiu por exemplo a solução de problemas tradicionais como a estrutura cristalina da reconstrução 7x7 do Silício, resolvida por Binnig e Rohrer [2] a partir do modelo de Takayanagi. [3] Este microscópio, o mais adequado para estudos de alta resolução em superfícies, é o motivador principal desta tese.

## 1.2 STM - O Instrumento

A corrente de tunelamento (efeito puramente ondulatório consequência da natureza quântica da matéria) consiste na probabilidade não-nula de um elétron atravessar uma barreira de potencial de altura finita que possui energia maior que a do elétron. Se identificarmos esta barreira como o vácuo entre duas superfícies condutoras, a probabilidade de tunelamento entre estas depende não somente dos parâmetros da barreira (altura e largura) como também da densidade de estados em torno do nível de Fermi. Portanto, se estabelecermos uma condição de tunelamento estável, podemos acessar com a corrente medida os estados eletrônicos da superfície. O primeiro estudo experimental deste problema realizado por Binnig e Rohrer em 1982 [4] consistiu no primeiro passo para a construção do STM.

Tomando-se este experimento de tunelamento, ao substituir-se uma das superfícies metálicas do experimento de tunelamento por uma ponta muito fina (idealmente com um átomo em seu ápice), assume-se uma condição em que podemos adquirir informações locais sobre a densidade de estados da amostra. Como apresentamos na Figura 1.1, se varreremos esta ponta no plano, adquirimos a corrente de tunelamento em diferentes regiões e geramos um mapa da densidade de estados local na superfície. Se supusermos que a topografia da superfície depende da densidade de estados, temos uma situação em que uma imagem topográfica pode ser adquirida a partir da medida da corrente de tunelamento. No limite de uma ponta fina, esta técnica nos permite gerar um mapa topográfico com resolução atômica. Este é o



princípio de operação do STM.

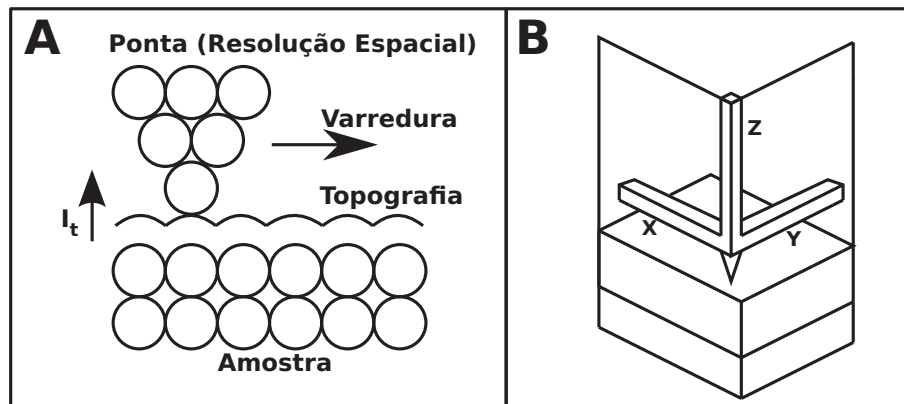


Figura 1.1: A) Mantendo a ponta em uma posição estável sobre uma superfície a uma distância de poucos  $\text{\AA}$ , podemos estabelecer uma corrente de tunelamento mensurável. Se movimentarmos a ponta sobre a amostra adquirimos informações sobre a densidade local de estados do sistema ponta-amostra; B) Utilizando um sistema de posicionamento tridimensional, movimentamos a ponta sobre a superfície e geramos um mapa de contorno da densidade de estados local. Este mapa pode ser interpretado como uma informação topográfica em primeira aproximação

O equipamento real, esquematizado na Figura 1.2, consiste de um sistema de aproximação entre amostra e ponta, um sistema de posicionamento tridimensional da ponta, um sensor de corrente, um sistema de controle e aquisição e uma fonte de tensão de bias a qual estabelece a corrente de tunelamento a partir da quebra de simetria da probabilidade de tunelamento entre ponta e amostra. Partindo da ponta, adquirimos o sinal de corrente utilizando um pré-amplificador (conversor corrente-tensão ou conversor IV) que o converte em um sinal de tensão. Este é processado pelo circuito de controle que gera um sinal de resposta, o qual atua após amplificação sobre o eixo vertical (Z) do sistema de posicionamento da ponta. Este sistema utiliza atuadores piezoelétricos, materiais que respondem à tensão aplicada com uma deformação linear. A varredura, que permite a aquisição do sinal em diferentes pontos da superfície da amostra, é gerada pelo controle eletrônico que atua sobre os eixos horizontais (X,Y) do sistema de posicionamento. A cabeça do STM deve ser inserida em ambiente de Ultra-Alto Vácuo de forma a manter a superfície limpa durante o experimento. Utilizamos também um sistema de isolamento de vibração necessário para se evitar o acoplamento de oscilações do solo com os modos normais da própria montagem. Todos estes componentes serão descritos em detalhe no capítulo 3

O microscópio de tunelamento em temperatura ambiente pode ser utilizado em duas configurações para imagens:

- altura constante - varremos a ponta a uma altura constante da superfície e o sinal

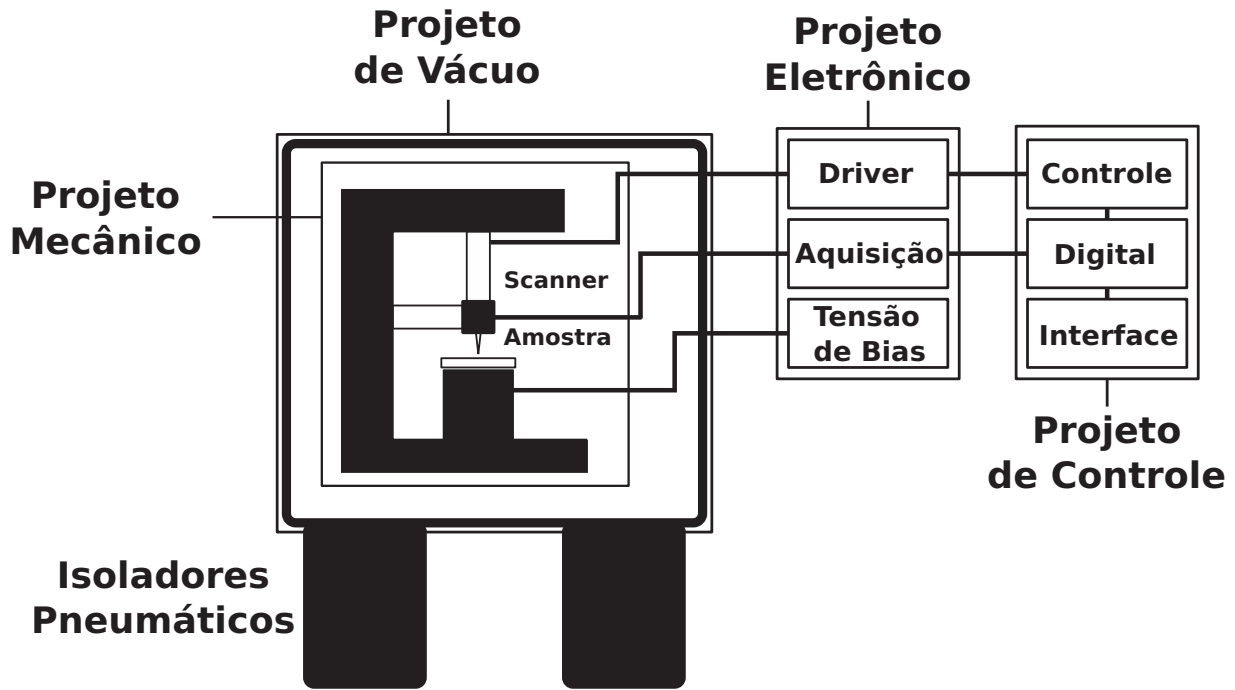


Figura 1.2: Esquema geral de montagem de um STM. O instrumento consiste de uma cabeça composta pelo sistema de aproximação ponta-amostra e pelo posicionador tridimensional inserido em uma câmara de vácuo isolada por um sistema de amortecimento de vibração. Estabelecemos uma tensão de bias entre ponta e amostra e adquirimos o sinal a partir do sistema eletrônico, o qual é o responsável pelo processamento e controle da posição da ponta e da varredura.

de corrente fornece informações sobre a densidade de estados local em torno do nível de Fermi da amostra. Este tipo de varredura, apesar de muito eficiente, não pode ser utilizada em amostras com topografia irregular onde a ponta pode colidir com saliências na amostra.

- corrente constante - o piezo Z é controlado com um laço de realimentação de modo a se manter a corrente constante durante a varredura. Portanto, a medida da tensão no piezo Z, a qual é linear com o deslocamento do atuador, representa uma informação topográfica da amostra.

Além dos dois modos de imageamento, o STM permite o acesso à estrutura eletrônica em torno do nível de Fermi através da variação da tensão de bias. Como esta tensão é a responsável pela profundidade em energia dos elétrons coletados, sua variação nos permite uma amostragem resolvida espacialmente sobre estados ocupados e desocupados da amostra. Portanto, além da informação topográfica, o STM também permite o acesso aos estados eletrônicos da amostra, possibilitando um tipo de espectroscopia resolvida no espaço que complementa a informação média obtida por métodos como o XPS.

## 1.3 Motivação Científica

Na escala nanométrica, as propriedades de um dado material podem ser muito distintas das contrapartes macroscópicas. Novos métodos de síntese mostram que além do tamanho, a forma pode influenciar profundamente nas propriedades de uma dada estrutura. No caso de nanopartículas de metais nobres como Au, Ag ou Pt, este efeito é muito destacado. Por exemplo, nanopartículas de Au e Ag possuem propriedades óticas de espalhamento únicas. Enquanto partículas esféricas apresentam um único pico de espalhamento, partículas anisotrópicas como prismas [5], bastões [6] ou cubos [7] apresentam múltiplos picos devido aos efeitos de borda nas arestas e cantos. Portanto, o controle do tamanho e da forma de nanopartículas são aspectos importantes para a definição de suas propriedades físicas e químicas [8].

Para partículas de metais nobres, uma das formas mais utilizadas para a síntese controlada é o método da química úmida, a qual utiliza a passivação da superfície da partícula metálica com moléculas orgânicas [8]. Na maior parte dos casos, um sal metálico precursor é reduzido em solução na presença de um agente estabilizante que promove a estabilidade das partículas sintetizadas. Podemos listar como benefícios deste método:

- não é necessário equipamento especializado - apenas um ambiente próprio para a síntese química (capela específica dependendo dos solventes utilizados)
- a implementação é simples e imediata a partir dos reagentes
- uma grande variedade de partículas pode ser sintetizada (metálica, semicondutoras, etc)

O desafio envolvido neste tipo de problema é o controle preciso sobre o processo químico. A literatura apresenta regras de síntese para cada tipo de geometria mas uma compreensão a respeito do mecanismo microscópico de controle ainda não é totalmente conhecido [9, 8]. Poucos trabalhos tratam diretamente deste problema [10, 11] devido às dificuldades envolvidas: obtenção de uma imagem de resolução atômica de um composto orgânico sobre uma superfície metálica com alto grau de curvatura. Como exemplo, apresentamos na Figura 1.3 imagens de partículas de Au sintetizadas via química úmida.

Observamos que a imagem apresentada na Figura 1.3A obtida com um Microscópio de Transmissão de Alta Resolução equipado com Corretor de Aberração Esférica permite que visualizemos uma camada orgânica ao redor da partícula de Au sobre um substrato de Grafeno [12]. Entretanto, não podemos obter informações sobre a organização do passivante na superfície. Este resultado é o limite atual para a microscopia de transmissão com relação à visualização da interface metal-orgânico. Na Figura 1.3B, apresentamos uma imagem de

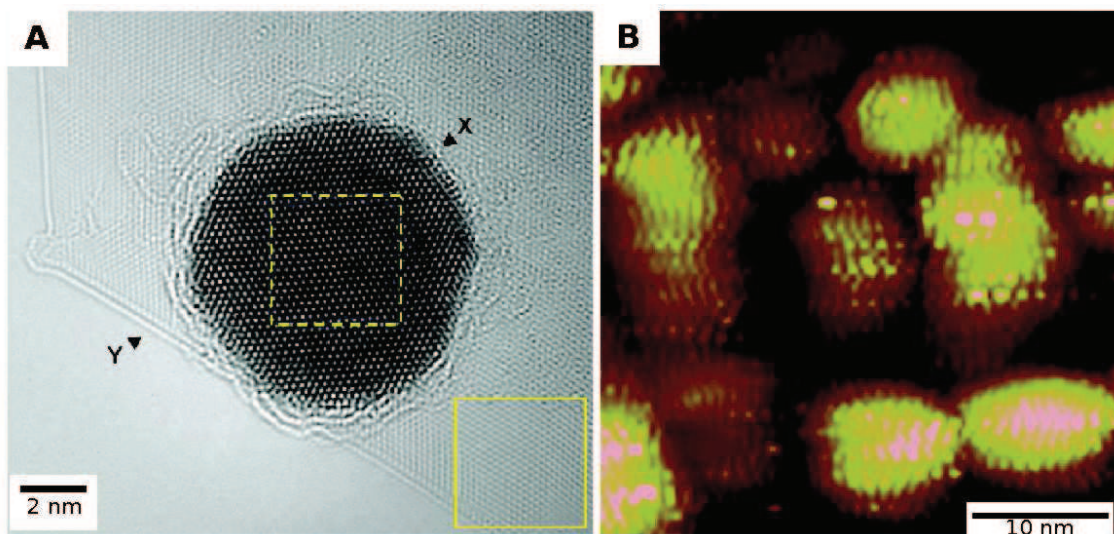


Figura 1.3: Imagens de nanopartículas: A) Nanopartícula de Ouro sintetizada por química úmida visualizada por Microscopia de Transmissão - feixe com 200keV de energia, uso de Corretor de Aberração Esférica e substrato de Grafeno [12] - podemos discernir a presença de uma camada orgânica na superfície da partícula, entretanto não podemos extrair informações sobre a organização molecular; B) nanopartícula de ouro sintetizada por síntese úmida visualizada por Microscopia STM [10] - podemos distinguir na superfície a formação de estrias devido à orientação do passivante na superfície.

STM obtida na superfície de uma partícula de Au sintetizada por métodos úmidos [10] utilizando dois tipos de compostos de diferentes comprimentos: 1-octanotiol e ácido mercaptopropiônico. Podemos discernir a organização da camada orgânica com a formação de estrias alternadas dos dois compostos passivantes na superfície mas não possuímos informações sobre a cristalografia da partícula como nas imagens anteriores. Concluimos portanto que a complexidade deste problema requer o uso de mais de um técnica como forma de se definir integralmente a estrutura da partícula.

Atualmente, a principal referência para o comportamento do passivante sobre a superfície metálica é a grande quantidade de estudos sobre a deposição de moléculas orgânicas (ex. Tióis) sobre superfícies de Au (111). [13, 14]. Este sistema é muito adequado para o estudo via microscopia STM e pode constituir um exemplo interessante para comparação dos efeitos da geometria de bordas nos padrões espaciais das moléculas nas facetas superficiais das partículas.

## 1.4 O instrumento configurável

Uma das características mais interessantes do STM é o fato de que bons equipamentos podem ser construídos a partir do rascunho utilizando-se partes eletrônicas e mecânicas dis-

poníveis no mercado. Este perfil do instrumento permite que um equipamento especializado possa ser construído para cada tipo de classe de experimentos a ser realizada. Muitos equipamentos bem-sucedidos em suas respectivas áreas foram construídos seguindo esta filosofia como os de Binnig e Rohrer [4] (primeiro STM), Eigler [15], Manoharan [16], Wiesendanger [17], Wolkow [18], Davis [19], Stroscio [20], Besenbacher [21], Meyer [22], Kern [23], Ho [24] entre outros. É extremamente importante ressaltar que todos estes grupos cresceram em torno de equipamentos construídos no próprio laboratório.

O equipamento "homemade" possui como principal característica a flexibilidade de implementação, a qual é de grande importância para aplicações que envolvem modos não-convencionais de operação. Além disso, o domínio sobre todos os aspectos de funcionamento do instrumento permite a integração de diversas técnicas em um único instrumento. Um exemplo extremo desta filosofia são as imagens excepcionais obtidas para a molécula de Pentaceno [25] as quais foram possíveis apenas devido ao uso da técnica combinada de STM e AFM de alta resolução em um equipamento "homemade".

Para o caso do estudo de nanopartículas, a flexibilidade de configuração do equipamento é importante por duas razões principais:

- a grande curvatura da superfície combinada com a necessidade de resolução atômica requerem um controle preciso sobre os parâmetros de operação (como esquematizado na Figura 1.4) - a superfície da nanopartícula não é uma superfície convencionalmente utilizada para imagens de STM.
- a visualização tanto da camada orgânica como da faceta cristalina da partícula requerem o uso de um modo especial de operação - modo LBH - "Local Barrier Height"

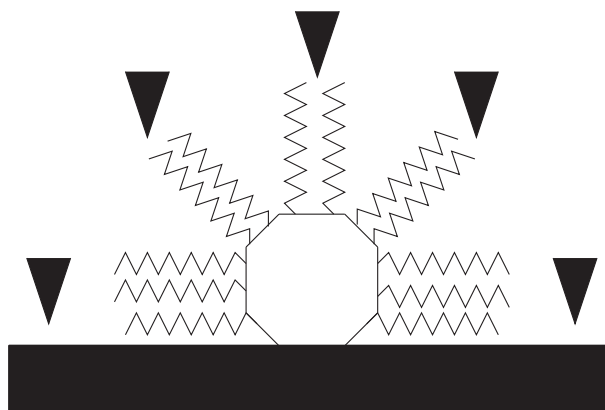


Figura 1.4: Esquema do experimento com nanoprtículas: a ponta do STM deve adquirir uma imagem de resolução atômica da camada orgânica depositada sobre a superfície de uma nanopartícula com grande curvatura.

O modo LBH [26, 27] utiliza uma pequena modulação sobre o valor de referência de corrente que determina a posição vertical da ponta no modo de corrente constante. A medida da derivada do logaritmo da corrente de tunelamento com relação à distância ponta-amostra (dada pela tensão no atuador piezoelétrico), fornece informações sobre a barreira de potencial local para o tunelamento, o que permite-nos inferir como se comporta a superfície abaixo da camada orgânica. Este modo de operação é utilizado simultaneamente à aquisição da imagem da e sua implementação requer que tenhamos acesso ao controle do microscópio e que possamos fazer este funcionar em conjunto com um amplificador Lock-In que calcula em tempo real a derivada do sinal.

Percebemos portanto, a importância do desenvolvimento de instrumentação como forma de fomentar a inovação em nanotecnologia. Além deste aspecto claro, outro ponto relevante a favor desta filosofia é o desenvolvimento de expertise que o processo de construção acarreta. De fato, como discutido no relatório do NNI [1], um dos principais desafios da nanotecnologia é a formação de recursos humanos capazes de lidar com os novos problemas propostos. Neste sentido, o desenvolvimento de instrumentação científica consiste em um esforço plenamente justificado como forma de possibilitar o desenvolvimento técnico não apenas do equipamento como também do pesquisador.

# Capítulo 2

## A corrente de tunelamento e o STM: bases teóricas

O efeito de tunelamento consiste na probabilidade não-nula de um elétron atravessar uma barreira de potencial finita classicamente proibida. Consiste em um efeito puramente quântico com origem na natureza ondulatória do elétron. No caso de uma superfície, a probabilidade de tunelamento de um elétron carrega informação sobre a densidade local de estados. Se considerarmos portanto, que a densidade de estados está relacionada à posição atômica, temos que a medida da corrente de tunelamento contém informação local tanto sobre propriedades estruturais como sobre propriedades eletrônicas da superfície.

O STM é o instrumento capaz de adquirir a corrente de tunelamento e reconstruir informações topográficas e eletrônicas da superfície. Neste capítulo desenvolveremos as bases formais para a compreensão de como o STM atua e sobre como devemos interpretar os dados obtidos com este tipo de microscopia. Iniciamos a discussão tratando da origem fundamental da corrente de tunelamento: o Princípio da Incerteza.

### 2.1 Considerações sobre a Incerteza

Consideremos um elétron com energia  $E$  e massa  $m$  atravessando uma barreira de potencial com energia finita  $U_B$  e largura  $W$ . Em uma descrição semi-clássica, a velocidade do elétron é dada pela expressão,

$$v = \sqrt{\frac{2(U_B - E)}{m}} \quad (2.1)$$

Com esta velocidade, o tempo necessário para o elétron atravessar é dado por

$$\Delta t = W \sqrt{\frac{m}{2(U_B - E)}} \quad (2.2)$$

Logo, temos uma relação de incerteza Energia-tempo da forma:

$$\Delta E > \frac{\hbar}{\Delta t} = \frac{\hbar}{W} \sqrt{\frac{2(U_B - E)}{m}} \quad (2.3)$$

Se tomarmos  $(U_B - E) = 2 \text{ eV}$  e que  $W = 3 \text{ \AA}$ , a incerteza em energia deve ser da ordem de  $2.5 \text{ eV}$ , o que é maior que o próprio valor da energia cinética. Logo, para barreiras de dimensões atômicas, não podemos distinguir tunelamento de transporte balístico sob a forma de corrente de tunelamento [28].

Por outro lado, podemos também formular o argumento em termos da incerteza posição-momentum para um elétron no centro de uma barreira de potencial com comprimento de onda dado por:

$$\lambda = \frac{2\pi\hbar}{\sqrt{2m(U_B - E)}} \quad (2.4)$$

Considerando que o elétron possui energia cinética da ordem de  $2 \text{ eV}$ , este possui comprimento de onda igual a  $8.7 \text{ \AA}$ , maior que o comprimento típico da barreira da ordem de  $3 \text{ \AA}$ . Logo, para um elétron na região da barreira, não somos capazes de determinar em qual dos lados este se encontra. Portanto, concluímos que o efeito de tunelamento é uma consequência direta da natureza ondulatória da matéria.

## 2.2 Modelo para uma Barreira de Potencial Finita

O modelo da barreira de potencial finita  $U(z)$  representa o modo mais simples de compreendermos os parâmetros envolvidos no tunelamento. Consideremos a barreira apresentada na Figura 2.1 [28]. Este sistema simples, possui solução dada pela equação de Schrödinger 2.5 calculada nas regiões 1 e 2.

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2\psi(z)}{dz^2} + U(z)\psi(z) = E\psi(z) \quad (2.5)$$

Para a região 1, o potencial é nulo ( $U = 0$ ) e o elétron possui energia  $E$ . Neste caso a solução consiste em uma onda plana dada pela equação 2.6:

$$\psi(z) = \psi(0)e^{\pm ikz} \quad k = \frac{\sqrt{2m(E - U)}}{\hbar} \quad (2.6)$$

sendo  $\psi(0)$  o valor da função na origem, localizada na interface da barreira. Para a região 2, o potencial é finito com valor  $U = U_B E$ , medidos com relação ao potencial nulo de referência



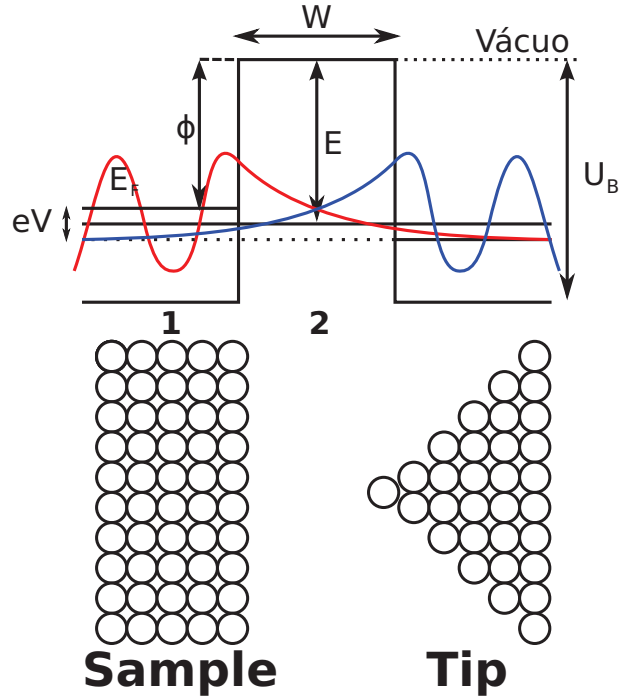


Figura 2.1: Esquema simples do processo de tunelamento: uma barreira de potencial com energia  $U$  maior que a energia do elétron  $E$  consiste em uma região classicamente proibida. Este sistema é equivalente ao problema do tunelamento entre uma ponta e uma superfície no vácuo.

no vácuo, o que implica em uma solução evanescente no sentido  $+z$  dada pela equação 2.7.

$$\psi(z) = \psi(0)e^{-\kappa z} \quad \kappa = \frac{\sqrt{2m(U - E)}}{\hbar} \quad (2.7)$$

Para esta região, a probabilidade de se observar um elétron é dada por  $\|\psi(0)\|^2 e^{-2\kappa z}$ , o que implica em uma probabilidade finita de encontrar-se o elétron do outro lado da barreira se esta possuir uma largura suficientemente pequena tal que o fator exponencial ainda possua um valor apreciável ao término da barreira.

Identifiquemos agora este problema com o modelo do STM. A barreira de potencial representa a região de vácuo, sendo a altura da barreira dada pela função trabalho  $\phi$ , a mínima energia necessária para se remover um elétron do bulk do material e levá-lo para o vácuo. Portanto, se tomarmos o nível de vácuo como referência, temos que a energia de Fermi é dada por  $E_F = -\phi$ . A aplicação da tensão de bias, implica na quebra de simetria entre os dois lados da barreira de potencial e na introdução de uma corrente líquida em uma das direções dada pela equação 2.8 que descreve a probabilidade de tunelamento de um

estado com energia  $E_n$  tal que  $E_F - eV < E_n < E_F$ .

$$w \approx \|\psi_n(0)\|^2 e^{-2\kappa W} \quad (2.8)$$

Para o caso de aplicarmos um bias positivo na amostra, temos o valor de  $\kappa$  dado por  $\kappa = \sqrt{2m(E_F - eV)}/\hbar$  para a ponta e  $\kappa = \sqrt{2m(E_F + eV)}/\hbar$  para a amostra, o que implica que a probabilidade de tunelamento é maior da ponta para a amostra. Esta é a origem do sentido da corrente de tunelamento.

Calculamos a corrente medida somando as probabilidades de tunelamento para os estados contidos no intervalo definido pela tensão de bias,

$$I \approx \sum_{E_n=E_F-eV}^{E_F} \|\psi_n(0)\|^2 e^{-2\kappa W} \quad (2.9)$$

Como em geral o potencial de bias é pequeno se comparado ao nível de Fermi, podemos afirmar que a corrente de tunelamento fornece uma medida da densidade local de estados (LDOS) em torno do nível de Fermi:

$$\rho(z, E) = \frac{1}{\epsilon} \sum_{E_n=E-\epsilon}^E \|\psi_n(z)\|^2 \quad (2.10)$$

para um intervalo de amostragem em energia  $\epsilon$  pequeno. Logo a corrente de tunelamento pode ser escrita em termos do LDOS da amostra:

$$I \propto eV \rho(0, E_F) e^{-2\kappa W} \approx eV \rho(0, E_F) e^{-1.025\sqrt{\phi}W} \quad (2.11)$$

Se considerarmos o caso do grafite onde a barreira de potencial possui função trabalho em torno de  $5 eV$ , temos um valor típico para a constante de tunelamento de  $\kappa \approx 1 \text{ \AA}^{-1}$ , ou seja, a corrente decai de  $e^2 \approx 7.4$  vezes a cada  $\text{Å}$ . Como o fator  $\kappa$  está relacionado à barreira de potencial, esta pode ser obtida a partir da curva de corrente se variamos o valor de  $W$ , ou seja, a separação ponta-amostra. Este experimento será apresentado no Capítulo 5. Devemos ressaltar que no caso do STM, a função  $\phi$  não corresponde exatamente à Função Trabalho uma vez que o elétron extraído permanece sob a influência do potencial de superfície durante o processo de medida.

A partir deste modelo simples, podemos iniciar a discussão de um modelo mais detalhado que nos permita obter conclusões sobre a operação real do STM. Dentre os modelos mais utilizados para este tipo de tarefa encontram-se aqueles baseados no Hamiltoniano de Bardeen [28, 29] e os baseados no formalismo da função de Green [30, 31, 32, 33], os últimos sendo os

mais utilizados para simulações de experimento. Entretanto, consideramos mais importante nesta etapa o desenvolvimento de uma intuição sobre o problema ao invés da obtenção de resultados precisos. Neste caso, o uso do modelo analítico de Tersoff e Hamann [34] pode nos conduzir a conclusões mais interessantes sobre o mecanismo de operação.

## 2.3 O modelo Tersoff-Hamann

O modelo Tersoff-Hamann estuda o tunelamento a partir de uma superfície cristalina ideal e utilizando uma ponta descrita apenas por orbitais com simetria esférica (ponta  $s$ ), uma suposição essencial para a obtenção de um resultado analítico. A partir deste modelo simples, deduzimos a dependência da corrente com a densidade de estados e a corrugação da superfície [34].

Consideremos uma superfície e uma ponta com uma curvatura  $R$  separados por uma distância  $d$  como apresentado na Figura 2.2.

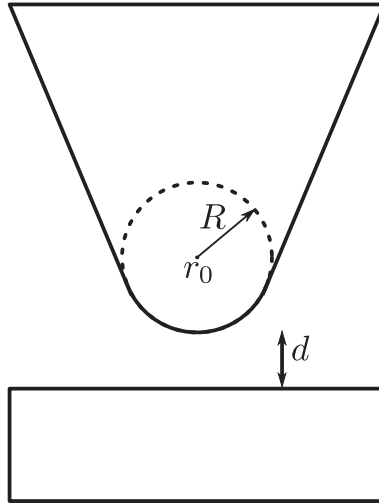


Figura 2.2: Geometria do tunelamento: representação da ponta esférica com raio  $R$  a uma distância  $d$  da superfície da amostra

Partindo da Matriz de Tunelamento de Bardeen [35] com elementos  $M_{\mu\nu}$ , a corrente de tunelamento é calculada em primeira ordem a partir de uma soma sobre os estados acessíveis da ponta e da amostra:

$$I = \frac{2\pi e}{\hbar} \sum_{\mu\nu} [f(E_\mu) - f(E_\nu)] \|M_{\mu\nu}\|^2 \delta(E_\mu - E_\nu + eV) \quad (2.12)$$

sendo  $f(E_\nu)$  e  $f(E_\mu)$  as respectivas distribuições de Fermi na superfície (amostra) e na ponta. Notemos o fato importante de que os estados  $\psi_\mu$  e  $\psi_\nu$  não são ortogonais. No limite de baixas

temperaturas e baixa tensão de bias, esta expressão assume uma forma mais simples:

$$I = \frac{2\pi e^2 V}{\hbar} \sum_{\mu\nu} \|M_{\mu\nu}\|^2 \delta(E_\nu - E_F) \delta(E_\mu - E_F) \quad (2.13)$$

A determinação da corrente pela expressão 2.13 requer o cálculo da Matriz de Tunelamento que possui elementos dados por uma integral sobre uma superfície  $S$  que separa ponta e amostra:

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \int d\mathbf{S} \cdot (\psi_\mu^* \nabla \psi_\nu - \psi_\nu \nabla \psi_\mu^*) \quad (2.14)$$

O cálculo desta integral requer que façamos suposições sobre a forma funcional das funções de onda da superfície e da ponta. Para a superfície, consideramos uma função com periodicidade bidimensional e evanescente no eixo  $z$ :

$$\psi_\nu = \frac{1}{\sqrt{\Omega_s}} \sum_{\mathbf{G}} a_{\mathbf{G}} e^{[-(\kappa^2 + \|\kappa_{\mathbf{G}}\|^2)^{1/2} z]} e^{[i\kappa_{\mathbf{G}} \cdot \mathbf{x}]} \quad (2.15)$$

sendo  $\mathbf{G}$  a periodicidade da rede bidimensional,  $a_{\mathbf{G}}$  os coeficientes da expansão,  $x$  um vetor bidimensional na superfície,  $\Omega_s$  o volume da amostra e  $\kappa = (2m\phi)^{1/2}/\hbar$  -  $\phi$  é a barreira de potencial da superfície. Para a ponta a escolha mais simples é uma função esférica assintótica (solução de uma onda confinada em um poço esférico) calculada sobre uma região de raio  $R$ :

$$\psi_\mu = \frac{c_t}{\sqrt{\Omega_t}} \kappa R e^{\kappa R} \frac{e^{-\kappa \|\mathbf{r} - \mathbf{r}_0\|}}{\kappa \|\mathbf{r} - \mathbf{r}_0\|} \quad (2.16)$$

sendo  $c_t$  uma constante que depende da geometria da ponta e  $\mathbf{r}$  um vetor tridimensional com origem em  $\mathbf{r}_0$ . Após algumas manipulações [34] válidas apenas se utilizarmos orbitais do tipo  $s$  para a ponta, obtemos a forma final do termo da Matriz de Tunelamento.

$$M_{\mu\nu} = \frac{\hbar^2}{2m} \frac{4\pi}{\sqrt{\Omega_t}} R e^{\kappa R} \psi_\nu(\mathbf{r}_0) \quad (2.17)$$

Como conhecemos a Matriz  $M$ , calculamos agora a expressão para a corrente.

$$I = \frac{32\pi^3}{\hbar} e^2 V \phi^2 D_t(E_F) R^2 \kappa^{-4} e^{2\kappa R} \sum_{\nu} \|\psi_\nu(\mathbf{r}_0)\|^2 \delta(E_\nu - E_F) \quad (2.18)$$

sendo  $D_t(E_F)$  a densidade de estados por unidade de volume da ponta calculada na Energia de Fermi. Identificamos o termo:

$$\rho(\mathbf{r}_0, E) = \sum_{\nu} \|\psi_\nu(\mathbf{r}_0)\|^2 \delta(E_\nu - E_F) \quad (2.19)$$

como a densidade local de estados da superfície no ponto  $\mathbf{r}_0$ . Portanto, para um valor constante de corrente, a ponta segue o contorno de valor  $\rho(\mathbf{r}, E_F)$  constante, ou seja a ponta segue a topografia da superfície. Outro resultado relevante é o fato de que devido às propriedades da integral 2.14, o resultado apresentado na equação 2.17 é calculado apenas no centro da ponta, o que demonstra uma insensibilidade do sistema às características da ponta. Isto justifica o fato de ser possível obtermos imagens de resolução atômica mesmo com pontas não-ideais como no caso das pontas de Pt-Ir que foram utilizadas nas medidas apresentadas no Capítulo 5.

## 2.4 O caso da imagem do grafite

Como deduzido a partir do modelo de Tersoff-Hamann, as imagens geradas pelo STM consistem em um mapa da densidade de estados local em torno do nível de Fermi da amostra. Apesar de, em geral, as linhas de contorno obtidas serem interpretadas como a topografia de superfície, casos particulares podem ocorrer onde a imagem gerada não corresponde ao perfil esperado se considerarmos apenas as posições de equilíbrio dos átomos na rede cristalina. Este é o caso do grafite, o qual apesar de ser o elemento de referência para a calibração do STM, ainda suscita questionamentos a respeito da interpretação de suas imagens. A questão principal é a ocorrência do padrão triangular visualizado em resolução atômica, o qual esconde três dos seis átomos do anel. A origem deste efeito pode ser compreendida apenas se analisamos a distribuição da densidade de carga entre os átomos da rede. Apresentamos aqui um modelo simples [36] capaz de explicar este resultado.

A geometria do grafite é apresentada na figura 2.3. Notamos a existência de dois tipos de átomos:

- A - possuem átomo correspondente na camada inferior
- B - não possuem átomo correspondente na camada inferior

O grafite possui estrutura cristalina hexagonal de base 4. A função de onda é construída como uma soma sobre os quatro sítios:

$$\psi_{n\mathbf{k}}(\mathbf{r}) = C_{nA}\phi_A(\mathbf{r}, \mathbf{k}) + C_{nA'}\phi_{A'}(\mathbf{r}, \mathbf{k}) + C_{nB}\phi_B(\mathbf{r}, \mathbf{k}) + C_{nB'}\phi_{B'}(\mathbf{r}, \mathbf{k}) \quad (2.20)$$

com a função de onda de cada sítio descrita por um produto de uma função de Bloch com um orbital localizado (Gauss ou Slater):

$$\phi_j(\mathbf{r}, \mathbf{k}) = \frac{1}{\sqrt{N}} \sum_{\mathbf{R}} e^{i\mathbf{k}\cdot(\mathbf{R}-\theta_j)} p_z(\mathbf{r} - \mathbf{R} + \theta_j) \quad (2.21)$$

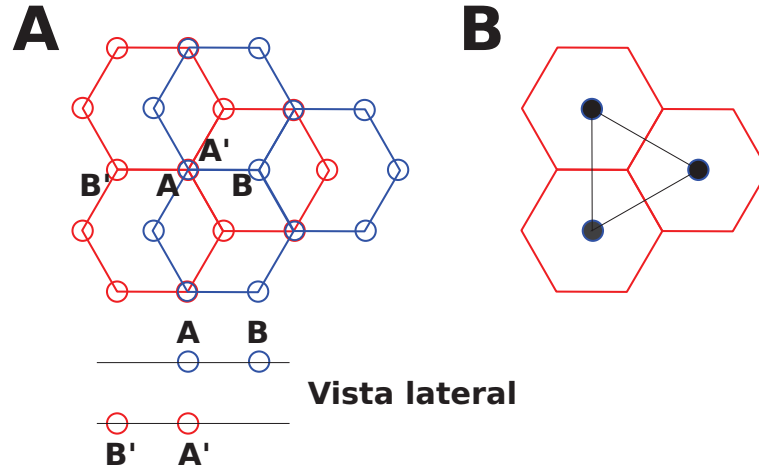


Figura 2.3: A) Estrutura tipo "Honeycomb" do grafite com seu empilhamento tipo AB. Apresentamos os dois tipos de átomos não equivalentes na estrutura: átomos tipo A que possuem um átomo com as mesmas coordenadas no plano abaixo (A') e átomos tipo B que não possuem um átomo com as mesmas coordenadas no plano abaixo (B'). Estes átomos situam-se sobre o centro do anel. B) Estrutura triangular observada no STM apenas com os átomos tipo B

sendo  $N$  o número de estados,  $\mathbf{R}$  a periodicidade da rede,  $\mathbf{k}$  o vetor de onda,  $\theta$  uma fase que corresponde ao deslocamento do átomo com relação à base e  $p_z$  o orbital localizado tipo  $p$  na direção  $z$  utilizado.

Utilizamos o ponto  $\mathbf{k} = (1/3a, 1/3a, \xi)$  na superfície de Fermi, sendo  $a$  o parâmetro de rede e  $\xi$  um parâmetro livre sobre a altura da célula no espaço recíproco, para escrever o Hamiltoniano  $H_{ij} = \langle \phi_i | H | \phi_j \rangle$  do sistema:

$$H(1/3, 1/3, \xi) = \begin{pmatrix} E_a & S_a(\xi) & 0 & 0 \\ S_a^*(\xi) & E_a & 0 & 0 \\ 0 & 0 & E_b & 0 \\ 0 & 0 & 0 & E_b \end{pmatrix} \quad (2.22)$$

sendo  $E_a$  a energia do sítio e  $E_b$  a energia da interação entre vizinhos.

A seleção dos elementos de matriz é dada pelos elementos de fase  $\theta$ , presentes na expressão 2.21. A partir da simetria dos quatro átomos e na aproximação de vizinhos mais próximos, temos termos da forma:

$$H_{\alpha\beta} = (e^{i2\pi/3} + e^{-i2\pi/3} + 1) V_{\alpha\beta} = 0 \quad (2.23)$$

Da mesma forma  $H_{\alpha'\beta'} = H_{\alpha\beta'} = H_{\alpha'\beta} = H_{\beta\beta'} = 0$ . O único termo não nulo corresponde

aos átomos  $\alpha$  e  $\alpha'$ :

$$H_{\alpha\alpha'} = (e^{i\pi\xi} + e^{-i\pi\xi}) V_{\alpha\alpha'} = 2V_{\alpha\alpha'} \cos(\pi\xi) = S_a(\xi) \quad (2.24)$$

Portanto, o Hamiltoniano é composto de duas submatrizes desacopladas sendo que a matriz dos átomos B é diagonal. Entretanto, como  $E_a \approx E_b$ , o Hamiltoniano dá origem a uma banda duplamente degenerada para os átomos B e uma banda com uma dispersão e um intervalo de energia em torno do nível de Fermi para os átomos A. Retornando à expressão 2.18, sabemos que a corrente medida pelo STM depende da densidade de estados em torno do nível de Fermi. Logo, no caso do grafite, a janela de energia acessada pelo STM compreende todos os estados degenerados de átomos tipo B, que se encontram na Energia de Fermi, mas poucos estados do tipo A, uma vez que a banda possui dois ramos (superior e inferior à Energia de Fermi). Concluimos que o contraste para átomos tipo B é maior que o contraste para átomos tipo A, o que implica em uma imagem de padrão triangular, como as obtidas usualmente.

Os átomos tipo A são conhecidos como os átomos escondidos. Sua visualização com o STM é possível apenas em certas condições experimentais que provavelmente envolvem o deslocamento da camada de superfície do grafite gerando um alinhamento com uma estrutura contendo apenas átomos tipo A [37]. A evidência que comprovou a interpretação deste fenômeno em termos de efeitos de estrutura eletrônica foi obtida utilizando-se um STM-AFM [38] capaz de gerar uma imagem de STM seguida por uma de AFM na mesma posição na amostra. Para a imagem de STM obteve-se o padrão triangular enquanto que para a imagem de AFM foi possível observar o aparecimento dos três átomos escondidos nas posições previstas. Esta aplicação é um exemplo da importância da possibilidade de se combinar técnicas o que é uma das razões principais para o desenvolvimento de um equipamento "homemade". Apresentaremos portanto o equipamento construído o qual nos permitiu verificar as considerações teóricas discutidas neste Capítulo.





# Capítulo 3

## Projeto e Construção de um UHV-STM

O projeto de um UHV-STM consiste em uma tarefa complexa que envolve a implementação e a integração de subprojetos em ramos distintos como eletrônica analógica e digital, mecânica, sistemas de ultra-alto vácuo, controle de sistemas dinâmicos, aquisição de sinais e vibração. O objetivo envolvido neste tipo de empreendimento é a construção de um equipamento versátil onde possamos ter acesso a todos os parâmetros de controle de modo que o instrumento possa ser otimizado para a operação em uma condição experimental adversa. Este é o caso do estudo de nanopartículas metálicas passivadas, onde desejamos obter imagens com resolução atômica de uma camada orgânica sobre uma superfície com grande variação de altura.

Neste Capítulo discutiremos as idéias e os parâmetros envolvidos na elaboração do projeto e o modo como estes satisfazem os requerimentos físicos do problema. Apresentaremos, de modo detalhado, os projetos individuais de cada um dos blocos funcionais e o modo como estes se inter-relacionam. A definição inicial do perfil do projeto apresentado foi baseada em alguns textos básicos de instrumentação em STM [28, 39, 18, 40, 41, 42, 43, 44, 45], os quais compõem um conjunto importante de informações a respeito da técnica de construção.

### 3.1 Implementação

O STM consiste em um microscópio de campo próximo destinado ao estudo morfológico e espectroscópico de superfícies em espaço real. Sua principal característica, que a torna uma técnica singular, é a capacidade de executar estas análises de modo local com resolução atômica. Isto implica que devemos ser capazes de varrer a superfície com um passo lateral de ao menos  $0.1 \text{ \AA}$  (eixos  $x$  e  $y$ ) mantendo a ponta a uma distância vertical menor que  $10 \text{ \AA}$

da amostra e com um passo vertical de correção da posição  $z$  de  $0.01 \text{ \AA}$  [45]. Este deve ser dez vezes menor que o passo horizontal uma vez que a dependência da corrente com a posição é exponencial, o que requer um posicionamento mais preciso. Estes são, portanto, os limitantes inferiores de deslocamento que definem a resolução do instrumento. No outro extremo, devemos definir a janela máxima de varredura levando em consideração que um microscópio, para ser útil, deve permitir ao usuário a magnificação de áreas de interesse na amostra. Valores aceitáveis encontram-se entre  $100 \text{ nm}$  e  $1 \text{ }\mu\text{m}$  ou magnificações entre 1000 e 10000 vezes. Portanto, de forma a conciliar os intervalos máximo e mínimo de deslocamento (intervalo dinâmico), devemos utilizar um passo digital de aquisição com resolução de pelo menos 16 bits.

O sinal adquirido possui valor típico de  $0.1 \text{ nA}$  oscilando sobre um valor constante entre  $1 \text{ nA}$  e  $10 \text{ nA}$  ("setpoint"). A aquisição do sinal envolve sua conversão em um valor de tensão mensurável na escala de dezenas de  $\text{mV}$  que permita sua transmissão e conversão digital. Realizamos esta operação utilizando um circuito conversor corrente-tensão com alto ganho de transimpedância entre  $10 \text{ M}$  e  $1 \text{ G}$  o que, considerado em conjunto com a capacitância parasita de entrada do sinal, implica em uma limitação severa sobre a largura de banda de todo o sistema com valores típicos entre  $100 \text{ Hz}$  e  $10 \text{ kHz}$ . Esta consiste na maior limitação de largura de banda em todo o sistema eletrônico, podendo ser considerada como referência de frequência de operação para os demais componentes.

Na parte mecânica, a operação na escala de dimensões da ordem de  $\text{\AA}$  implica em restrições sobre a amplitude de transferência de vibração tolerável para a cabeça do microscópio onde encontra-se o "scanner". O problema principal é a possibilidade de acoplamento de frequências externas com os modos normais da própria cabeça, o que a faria oscilar com amplitudes superiores à distância ponta-amostra na condição de tunelamento. Deste modo, o projeto mecânico deve consistir em um corpo rígido, com alta frequência própria de ressonância e isolada do ambiente por um sistema de amortecimento eficiente com a frequência de ressonância a mais baixa possível, como será discutido na seção 3.4. Por fim, o projeto mecânico deve ser totalmente compatível com Ultra-Alto Vácuo, o que requer o uso de materiais especiais para a montagem.

Estas são as linhas gerais que guiaram o projeto. Apresentaremos abaixo uma descrição detalhada das partes envolvidas.

## 3.2 Projeto Mecânico

Sendo o STM um equipamento onde uma ponta ou sonda deve atuar para a detecção de uma corrente de tunelamento, esta deve manter-se em uma escala de separação ponta-

amostra da ordem de  $\text{\AA}$ . Por outro lado, a troca da ponta ou da amostra (elementos macroscópios) requer uma separação típica da ordem de mm para que a operação seja realizada sem o risco de colisão. Portanto, o sistema de aproximação ponta-amostra deve ser capaz de cobrir pelo menos 7 ordens de grandeza no deslocamento, um intervalo dinâmico considerável. Além disso, deve também permitir aproximar ponta e amostra com precisão de  $\text{\AA}$  (comprimento característico de detecção da corrente de tunelamento), uma vez que passos maiores poderiam provocar o choque entre as duas.

As partes mecânicas usinadas em equipamentos de precisão possuem tolerância máxima na casa de  $\mu\text{m}$ , o que limita a precisão do deslocamento. No outro extremo, temos os atuadores piezoelétricos (Apêndice C) que possuem a precisão necessária para executarem deslocamentos reprodutíveis de modo controlado na escala sub-nanométrica, mas que não são adequados para a operação na escala de mm por necessitarem do uso de alta voltagem. O quadro apresenta, portanto, dois intervalos distintos que requerem enfoques diferentes para o deslocamento: um grosseiro e o outro fino. Esta é a razão para a adoção de um sistema de aproximação duplo, utilizado na microscopia de ponta desde suas origens com a aproximação grosseira executada pelo "Louse" de Rohrer e Binnig [4] (descrito no Apêndice D) e a aproximação fina executada pelo sistema Tripod piezoelétrico que será discutido na seção 3.2.2.

Este sistema grosseiro, assim como outros desenvolvidos posteriormente ("Inchworm" e "Beetle", referenciados no Apêndice D), possui algumas características em comum importantes listadas abaixo e que constituem uma base para novos desenvolvimentos:

- sistemas de movimentação linear
- são construídos com combinações de atuadores piezoelétricos e partes mecânicas;
- são capazes de permanecer em uma posição estável quando não encontram-se em deslocamento (sem aplicação de tensão nos atuadores piezoelétricos)

O segundo item permite um deslocamento grosseiro com uma resolução de passo da ordem de nm, garantindo uma transição suave para o passo fino. O terceiro item implica que o sistema permanecerá em posição fixa na sua condição de repouso. Levando em conta estes aspectos, desenvolvemos um sistema de aproximação grosseira simples, robusto e compatível com UHV o qual é apresentado abaixo.

### 3.2.1 Sistema de aproximação grosseira

Sistemas de aproximação grosseira utilizados usualmente em STM - "Louse", "Beetle" e "Inchworm" (Apêndice D), apesar de bem estabelecidos, possuem implementação mecânica

difícil uma vez que dependem de usinagem de precisão para alguns de seus componentes e do uso de superfícies de contato com materiais como safira ou molibdênio. De modo a evitarmos este tipo de dificuldade no início do projeto, onde a eletrônica é o elemento principal a ser desenvolvido, adotamos um sistema de aproximação grosseira inspirado naquele aplicado ao nanomanipulador anteriormente desenvolvido no LME-LNLS [46] e apresentado na Figura 3.1.

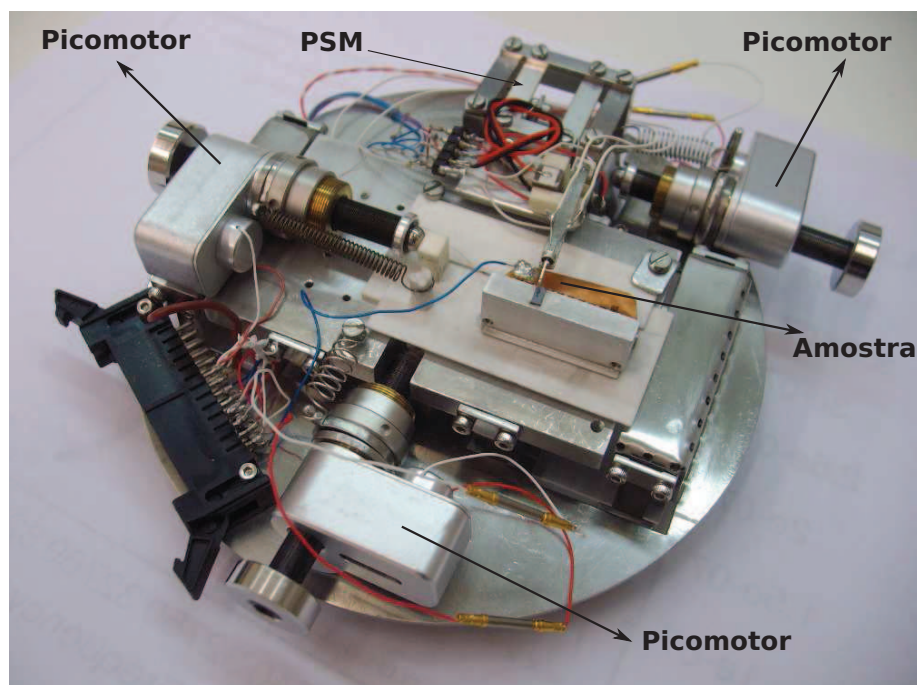


Figura 3.1: Nanomanipulador desenvolvido no LME-LNLS [46] cujo sistema de aproximação grosseira foi utilizado no STM. Notamos a presença dos três picomotores compondo os três eixos de deslocamento. Notamos também o único PSM (dos três utilizados) visível e a posição da amostra.

Cada sistema individual de aproximação consiste em um mecanismo conforme [47] composto por um parafuso micro/nanométrico e uma mesa elástica como esquematizado na Figura 3.2.

O mecanismo é composto por dois blocos metálicos (inferior e superior) unidos por um par de molas planas, compondo uma mesa. O bloco inferior é também conectado a um suporte externo através de um segundo par de molas. O sistema funciona de forma engenhosa: o avanço do parafuso contra o bloco superior provoca o deslocamento deste e do bloco inferior devido ao vínculo da mola. Entretanto, como este segundo encontra-se conectado ao suporte externo, seu deslocamento compensa desvios angulares do bloco superior, promovendo um avanço sempre paralelo deste com relação ao parafuso. Esta condição é a ideal para um sistema de aproximação de amostras. Portanto, utilizando poucos elementos simples que

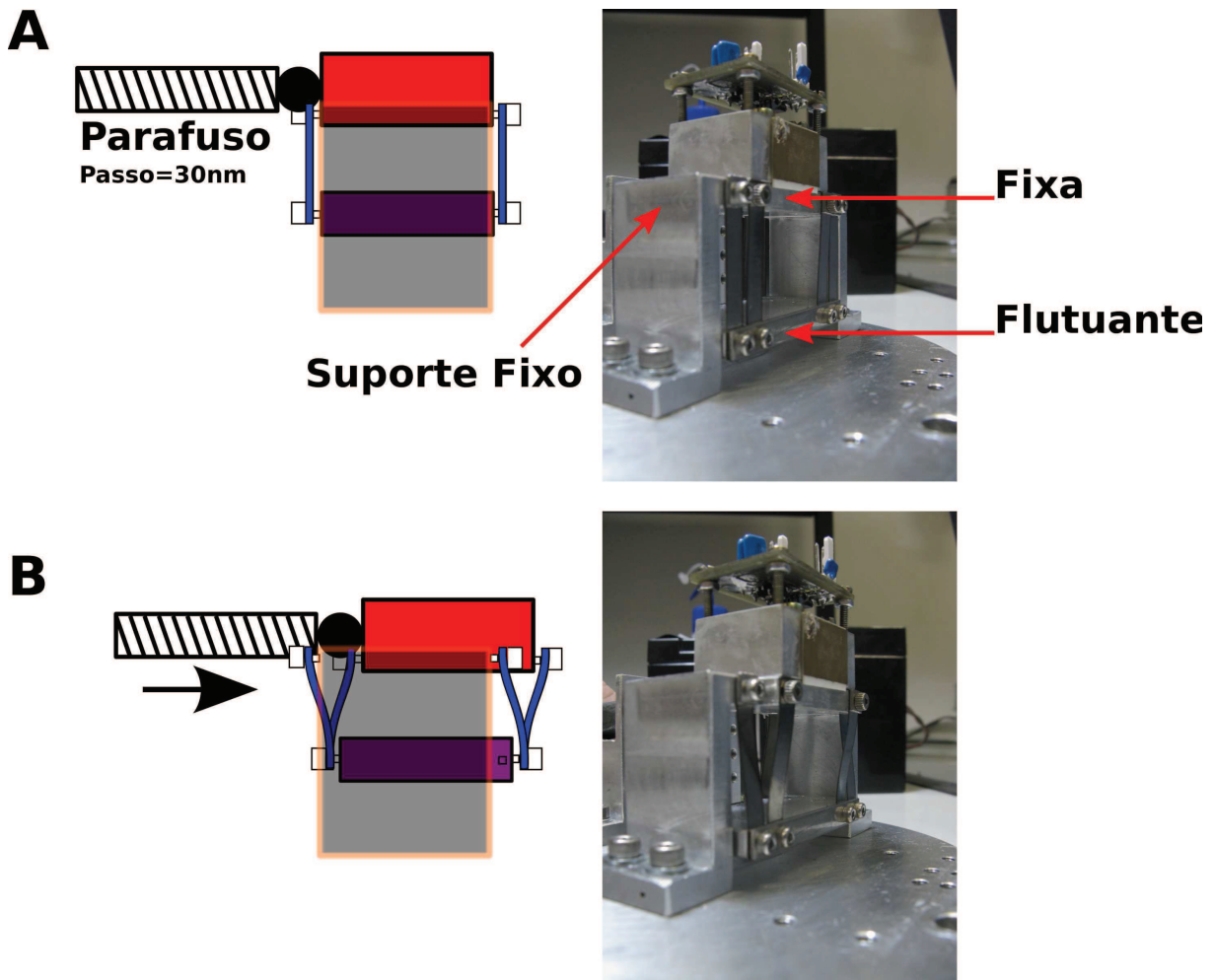


Figura 3.2: Mecanismo de Aproximação composto por um parafuso e dois blocos metálicos. O bloco superior é conectado ao bloco inferior através de uma mola plana. Este, por sua vez, sustenta a mesa uma vez que se encontra preso ao suporte externo por uma segunda mola. O deslocamento do bloco superior através do avanço do parafuso implica no deslocamento conjunto do bloco inferior. Este casamento atua de modo a compensar desvios angulares do bloco superior o qual é mantido sempre paralelo ao parafuso. A) Mesa sem tensionamento do bloco superior pelo parafuso; B) Mesa com tensionamento do bloco superior e o consequente deslocamento do bloco inferior.

não necessitam de técnicas de usinagem de precisão, construímos um dispositivo estável cujo passo de avanço depende apenas do passo do parafuso [46]. Este sistema recebe o nome de "Parallel-Guiding-Spring-Table" (PSM) ou Mesa Elástica Paralelamente Guiada [47].

A aplicação do PSM à aproximação grosseira do STM possui apenas um requerimento específico: o passo do parafuso deve ser da ordem de nm (casamento com o deslocamento fino) e a movimentação do parafuso deve ser compatível com UHV. Esta condição é satisfeita pelo Picomotor (NewFocus, modelo 8321-UHV), um dispositivo de nanoposicionamento composto por um parafuso micrométrico cujo deslocamento angular é gerado pelo passo inercial de um

atuador piezoelétrico (Figura 3.3). O processo é simples: o piezo, conectado ao parafuso, induz sua rotação para a frente através da aplicação de uma rampa de tensão lenta. Desta forma os dois (piezo e parafuso) deslocam-se conjuntamente. Ao término da excursão do piezo, retraímos este abruptamente de forma que o parafuso não consiga acompanhar o deslocamento reverso. Deste modo, temos uma condição final onde um deslocamento líquido ocorreu para a frente. Este passo inercial é portanto função da diferença entre os coeficientes de atrito estático e dinâmico entre o piezo e o parafuso, mesmo processo que é explorado na aproximação grosseira tipo "Beetle" [48]. No caso específico deste modelo de Picomotor, o passo é sempre inferior a 30 nm, o que o torna adequado a ser utilizado para a aproximação grosseira do STM.

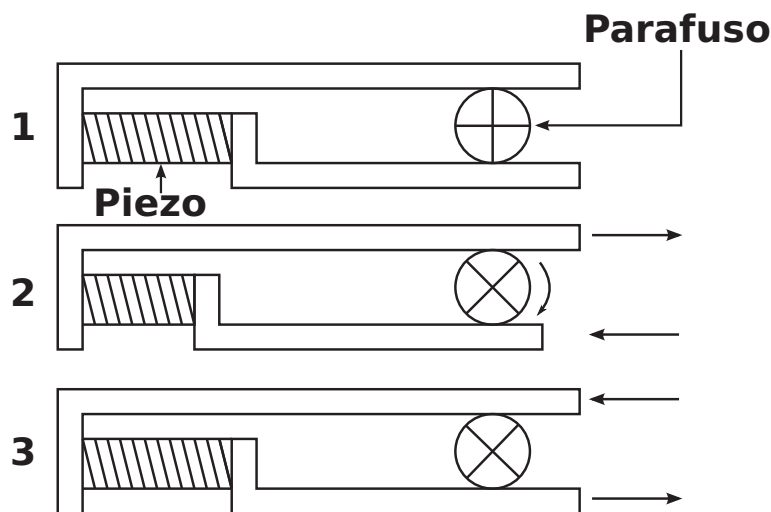


Figura 3.3: Mecanismo de funcionamento de um picomotor [49]. O sistema consiste de um parafuso preso a duas garras acionadas por um piezo. 1) condição inicial com o piezo em posição de equilíbrio; 2) A contração lenta do piezo movimenta uma das garras induzindo uma rotação no parafuso; 3) a extensão rápida do piezo retorna as garras à configuração inicial. O pulso rápido explora a diferença entre os coeficientes de atrito estático e dinâmico, fazendo com que o parafuso não volte ao ângulo original. O resultado líquido do processo é um deslocamento efetivo linear do parafuso menor que 30 nm. Este processo de exploração da diferença dos coeficientes de atrito estático e dinâmico é conhecido como mecanismo "slip-stick".

A grande vantagem deste tipo de sistema de aproximação grosseira reside em sua simplicidade, uma vez que não depende da fabricação de partes mecânicas de precisão ou de lubrificação. Além disso, o módulo de controle do motor possui baixo custo quando comparado aos sistemas comerciais tipo "Beetle" [48] ou "Inchworm" [50], que envolvem um nível maior de complexidade de montagem, controle e ajuste. Portanto, podemos afirmar que este sistema é uma solução realista e de fácil implementação para microscopia de ponta em geral e especificamente para as aplicações em UHV.

### 3.2.2 Sistema de aproximação fina

Além do sistema de aproximação grosseira, a cabeça do STM é também composta pelo sistema de aproximação fina, o qual definimos como o dispositivo capaz de levar a separação ponta-amostra da escala de nm até a escala de Å com precisão de passo de décimos de Å. Esta é a escala característica de comprimentos onde ocorre o fenômeno do tunelamento, e por esta razão o passo de aproximação deve ser fino o suficiente de modo que o controle possa agir quando a corrente de tunelamento é detectada. Como discutimos, apenas atuadores piezoelétricos possuem a precisão de posicionamento necessária para a operação neste limite. Por esta razão, iremos inicialmente discutir seu princípio de operação (detalhes no Apêndice C).

#### Atuadores piezoelétricos

O atuador piezoelétrico consiste em um material capaz de converter a polarização gerada pela aplicação de um campo elétrico externo em deformação mecânica ou, pelo contrário, de converter tensão mecânica externa em uma polarização elétrica em sua superfície. Como descrevemos no Apêndice C, o cristal que apresenta a propriedade piezoelétrica possui naturalmente um eixo preferencial que define as duas superfícies onde os eletrodos são posicionados e um sentido preferencial que define a polaridade destas superfícies. A aplicação de uma voltagem nestes eletrodos produz deformações tanto nos eixos paralelo como nos eixos perpendiculares proporcionais às duas constantes de carga:

- $d_{33}$  - deformação na direção de aplicação do campo
- $d_{31}$  - deformação na direção ortogonal à aplicação do campo

as quais são apresentadas na Figura 3.4 para uma configuração em bastão (planar).

As deformações  $\Delta L$  em cada uma das direções como função da tensão aplicada  $V$  são dadas pelas expressões [28]:

$$\Delta L_{33} = d_{33}V \quad (3.1)$$

$$\Delta L_{31} = -d_{31} \frac{VL}{h} \quad (3.2)$$

sendo  $V$  o potencial aplicado,  $L$  o comprimento do atuador e  $h$  a espessura ou separação entre os eletrodos. Portanto, a aplicação do campo elétrico produz dois tipos de deformação: uma expansão no sentido do campo e uma contração ortogonal ao campo e que depende da geometria do material.

Dado um material piezoelétrico, existem duas configurações básicas para sistemas de nanoposicionamento: Tripod e Tubo. O Tripod, sistema utilizado no STM de Binnig e



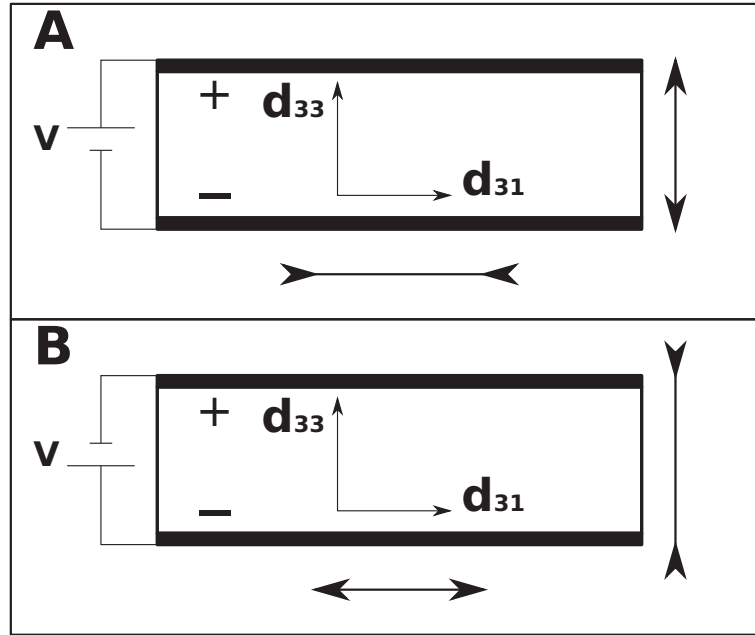


Figura 3.4: Esquema do atuador piezoelétrico (barra) apresentando as dimensões relevantes, a posição dos eletrodos, o sentido de polarização e os eixos de deformação  $d_{31}$  e  $d_{33}$ . A) aplicação da tensão no mesmo sentido da polarização implica em expansão no eixo  $d_{33}$  e contração no eixo  $d_{31}$ ; B) aplicação da tensão no sentido oposto ao da polarização implica em contração do eixo  $d_{33}$  e expansão do eixo  $d_{31}$

Rohrer [4], consiste na combinação de três bastões de forma a gerar um sistema ortogonal de eixos, sendo que a combinação pode utilizar qualquer uma das duas constantes de carga:

- Tripod  $d_{33}$
- Tripod  $d_{31}$

como apresentado esquematicamente na Figura 3.5A.

A outra opção, o Tubo [51] apresentado na Figura 3.5B, pode ser compreendido como um enrolamento do bastão piezoelétrico, dando origem a um eletrodo interno e outro externo. Assim como no caso do bastão, a aplicação de tensão entre o eletrodo interno e o externo induz uma deformação no eixo  $z$  a qual satisfaz a Equação 3.2. O deslocamento no plano requer que os eletrodos sejam quadripartidos, de forma que a aplicação de tensão em um dos quadrantes provoque a curvatura do tubo apenas nesta direção. A deformação (eixo  $x$  na Figura 3.5b), gerada pela aplicação de tensões simétricas em dois eletrodos opostos, é dada pela expressão [28]:

$$\Delta L = \frac{2\sqrt{2}d_{31}VL^2}{\pi Dh} \quad (3.3)$$

sendo  $D$  o diâmetro interno. Notamos portanto, que para uma dada tensão o deslocamento do tubo é maior que o correspondente no Tripod  $d_{31}$ , uma vez que para dimensões usuais



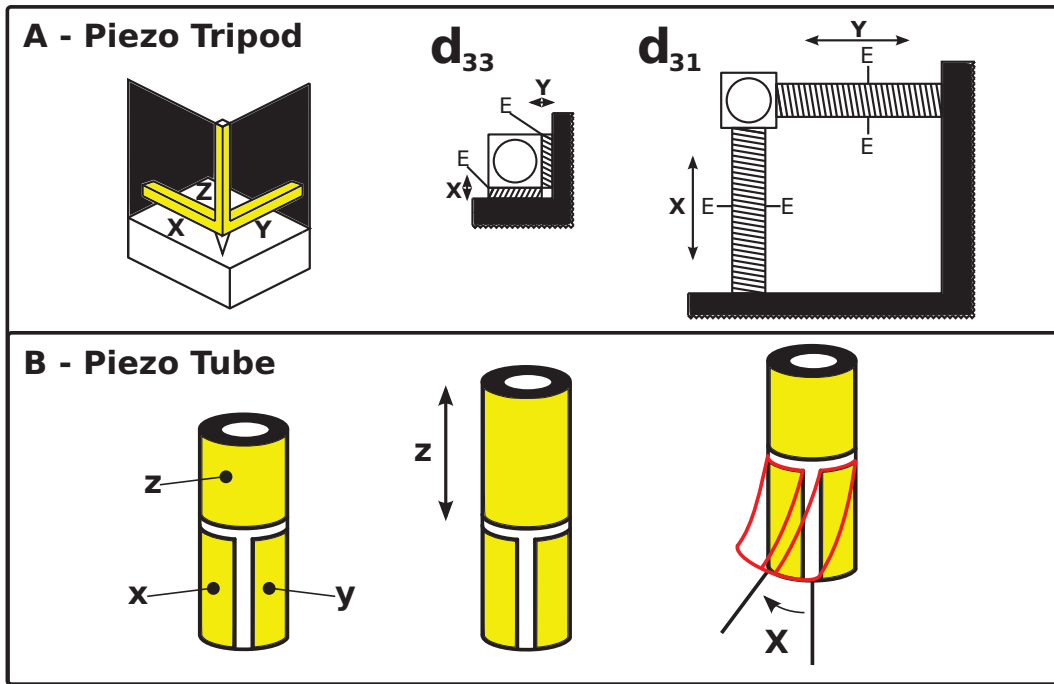


Figura 3.5: A) Esquema de funcionamento dos dois tipos de Tripod (combinação ortogonal de três bastões) com a localização dos eletrodos marcados com a letra E. Tipos de montagem: Tripod  $d_{33}$  com deformação na direção de aplicação do campo; Tripod  $d_{31}$  com deformação na direção ortogonal à aplicação do campo; B) O Tubo consiste no enrolamento do material piezoelétrico com a formação de um eletrodo interno e outro externo. A aplicação de tensão entre estes provoca a deformação do tubo no eixo z; o deslocamento no plano x-y pode ser obtido a partir da partição dos eletrodos em quatro faces (x+,x-,y+,y-). A aplicação de tensão em uma dada face com relação à tensão de referência no eletrodo interno provoca a deformação lateral do tubo na direção desta face.

( $D \propto \text{mm}$ ), o fator  $2\sqrt{2}/\pi D$  é maior que 1. Esta diferença deve-se ao fato de que no caso do tubo, o deslocamento angular deve ser convertido em um deslocamento linear a partir do raio de curvatura. Logo, podemos regular a janela máxima de varredura a partir do comprimento do tubo.

Apesar de mais compacto, este sistema possui maior custo e implementação mais difícil uma vez que requer um particionamento preciso dos eletrodos. Decidimos portanto adotar o sistema Tripod como protótipo inicial devido à maior simplicidade e facilidade de implementação, a qual permite uma melhor compreensão da dinâmica de funcionamento do posicionador. Entretanto, discutiremos no Capítulo 5 a possibilidade de utilizarmos o tubo como forma de ampliar a janela de varredura para as próximas implementações do STM.

### 3.2.3 Protótipo 1 - testes de eletrônica

Com os projetos para os sistemas de aproximação grosseira e fina já definidos, podemos agora combiná-los no projeto de uma cabeça de STM. O objetivo desta primeira montagem, além do teste de conceito, é o de obtermos um dispositivo adequado ao teste da eletrônica e à aquisição de resultados preliminares, fundamentais para a avaliação da qualidade do equipamento construído. Nesta etapa, necessitamos de uma montagem simples, facilmente manuseável e com a possibilidade de rápida reconfiguração de forma a incorporar mudanças e adaptações. Estes requerimentos tornam o alumínio uma escolha óbvia para o material da primeira montagem.

O projeto original é apresentado na Figura 3.6. Consiste em um Tripod com configuração  $d_{33}$  apoiado em um canto de suporte, em um PSM apoiado em seu suporte fixo e em um Picomotor. Utilizamos uma barra de redução (fator 3 : 1) com o objetivo de reduzir o passo máximo efetivo do Picomotor para um valor de  $\approx 10\text{nm}$ , compatível com o pequeno passo do Tripod  $d_{33}$  ( $3.8 \text{ \AA}/\text{V}$  ou  $45.6 \text{ nm}/120 \text{ V}$ ), muito próximo do valor máximo do passo do Picomotor ( $30 \text{ nm}$ ).

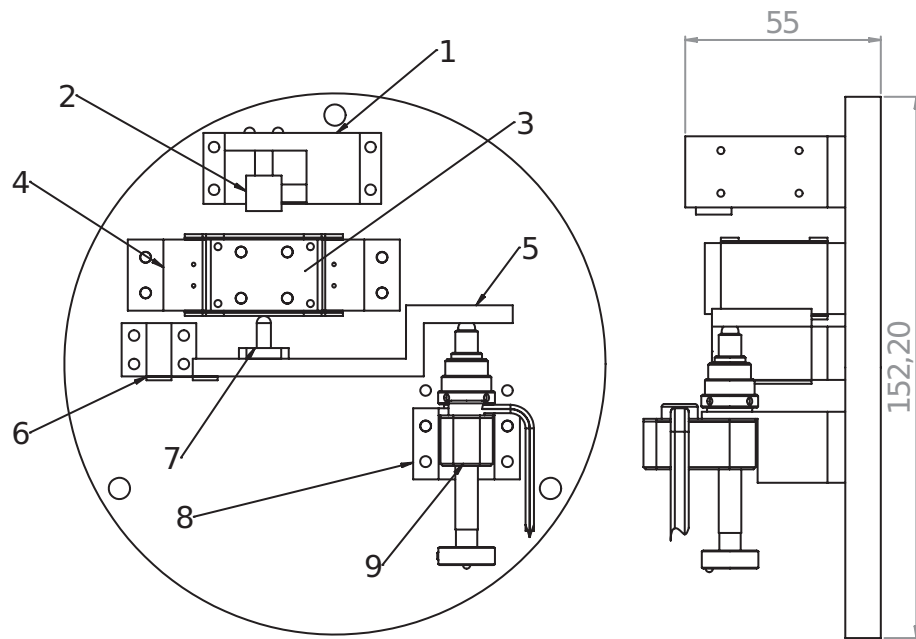


Figura 3.6: Protótipo 1 para a cabeça do STM: vistas topo e lateral (medidas em mm). 1) suporte para Tripod piezoelétrico; 2) Tripod piezoelétrico tipo  $d_{33}$ ; 3) mesa elástica; 4) suporte para mesa elástica; 5) barra de redução; 6) suporte para barra de redução; 7) dedo atuador; 8) Picomotor; 9) suporte para Picomotor; esta versão, a primeira a ser utilizada, utilizou da barra de redução fator 3:1 de forma a casar o comprimento de passo do Picomotor com o deslocamento do Tripod. Medidas em mm.

Como será discutido na seção do projeto eletrônico 3.5, substituímos o Tripod  $d_{33}$  pelo

$d_{31}$  devido às dificuldades envolvidas no projeto da fonte de tensão, as quais serão discutidas adiante. Esta nova configuração possui uma performance superior ( $26.5 \text{ \AA}/\text{V}$ ) o que permite um deslocamento de 100 nm com apenas 36 V. Neste caso a barra foi retirada uma vez que a redução não mostrou-se mais necessária, o que tornou o sistema mais simples e compacto como podemos constatar na Figura 3.7. Esta segunda montagem foi bem sucedida sendo

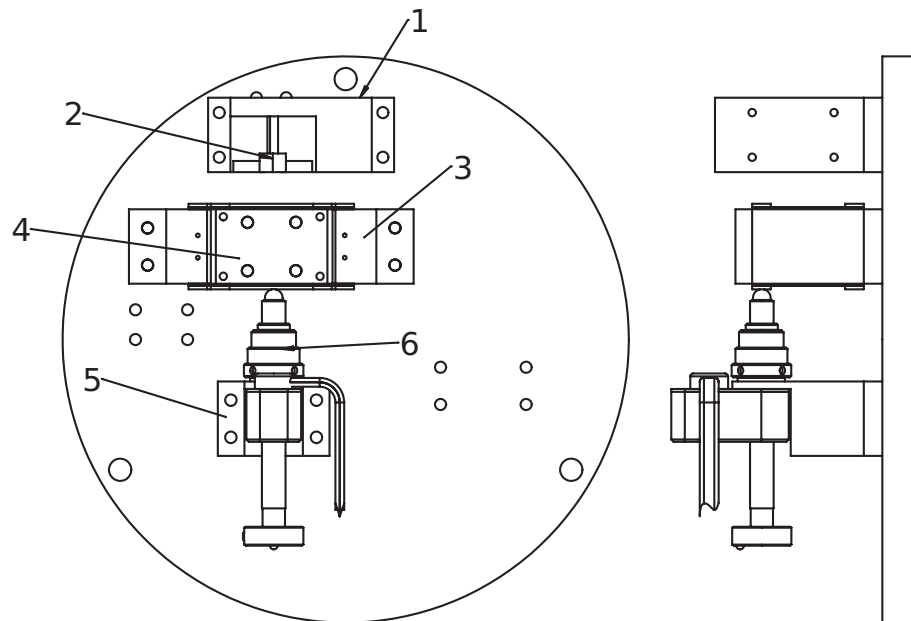


Figura 3.7: Protótipo 2 para a cabeça do STM: vistas topo e lateral. 1) suporte para Tripod piezoelétrico; 2) Tripod piezoelétrico tipo  $d_{31}$ ; 3) mesa elástica; 4) suporte para mesa elástica; 5) suporte para o Picomotor; 6) Picomotor. Medidas em mm.

que todos os resultados referentes ao Protótipo 1 foram obtidos com esta configuração. Mais ainda, esta forma final linear do sistema de aproximação grosseira foi a base para o desenvolvimento da cabeça compatível com UHV - Protótipo 2.

As implementações de ambos os modelos são apresentadas na Figura 3.8. Em 3.8A temos a configuração preliminar com um suporte de testes para tubos piezoelétricos. Este suporte não foi utilizado sendo substituído pelo Tripod  $d_{33}$ , como apresentado na Figura 3.8B. Nesta montagem utilizamos o PSM como suporte tanto para a amostra como para o pré-amplificador montado sobre a mesa e visível na Figura 3.8C. Notamos que ambos, ponta e amostra, permanecem na posição vertical fixos por imãs (Magtek, NdFeB), um posicionado no bloco central do Tripod e o outro no porta amostras sob uma chapa de cobre banhada em ouro que atua como eletrodo (visualizada sobre o PSM na Figura 3.8C). O imã, ao atrair o porta-amostras contra o eletrodo, promove um bom contato para a aquisição do sinal. O contato entre o porta-amostras e o circuito conversor corrente-tensão foi estabelecido utilizando um fio de cobre não-esmaltado (obtido a partir da malha de blindagem de um cabo

coaxial convencional) conectado à chapa de cobre com cola Epóxi condutora (EpoTek,H27D). Na Figura 3.8D, podemos observar a versão final da montagem do Protótipo 1, sem a barra de redução e com a presença de uma mola de fixação adicional retendo a mesa elástica e atuando de modo a garantir o amortecimento de oscilações após o passo do picomotor. Um ponto importante a notar nesta montagem é o fato de que no Protótipo 1, a aquisição de corrente é realizada na amostra enquanto que o bias é aplicado na ponta.

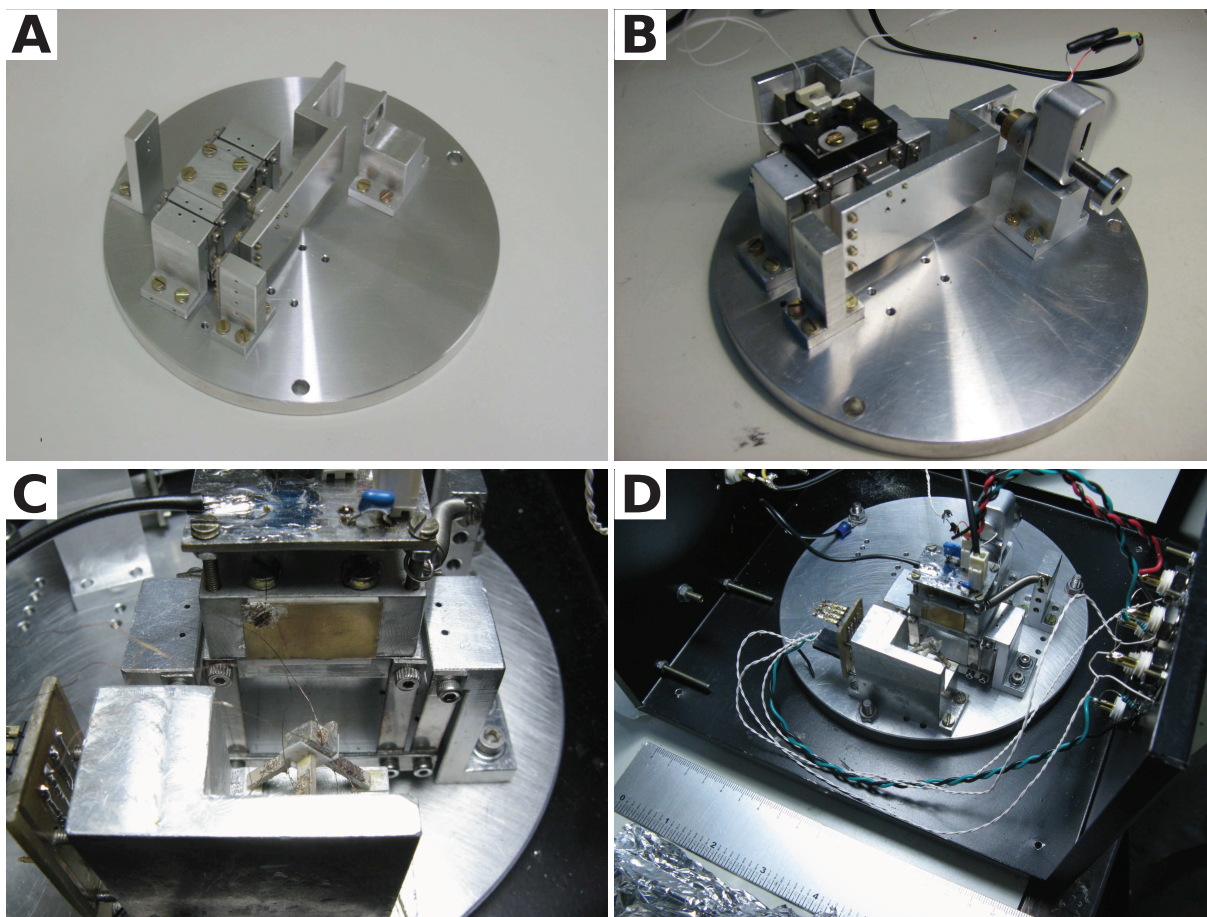


Figura 3.8: Fotos das diversas fases de implementação do protótipo para testes de eletrônica. A) Montagem original com barra de redução e suporte para tubos piezoelétricos o qual não foi utilizado; B) montagem com o piezo tipo  $d_{33}$  e barra de redução; C) detalhe do PSM e do Tripod  $d_{31}$  na versão final. O conversor corrente-tensão se encontra sobre o PSM imediatamente acima do eletrodo (chapa de cobre coberta com ouro) onde a amostra é fixada por um magneto. D) versão final com piezo tipo  $d_{31}$  e sem barra de redução, devidamente acomodada na caixa de blindagem. Notamos a presença dos cabos de sinal para os piezos.

Utilizamos este Protótipo até atingirmos um nível de performance da eletrônica compatível com a aquisição de imagens. Durante o processo de depuração, o Protótipo foi intensamente modificado, o que justifica os requisitos de fácil manuseio e troca de peças. A partir das modificações implementadas, desenhamos a segunda cabeça compatível com UHV

que apresentamos abaixo.

### 3.2.4 Protótipo 2 - compatível com UHV

A segunda cabeça, totalmente compatível com UHV, foi desenhada a partir de um cilindro único de aço 304L com diâmetro de 7 cm e comprimento de 10 cm. O objetivo do projeto foi implementar um dispositivo compacto e extremamente rígido que possuísse a maior frequência de ressonância possível. Para tanto, escavamos o cilindro e acoplamos em seu interior o Tripod, o PSM e o suporte para o Picomotor como módulos. A parede interna possui espessura de 1 cm o que garante sua rigidez, além de servir como alinhador das três partes acopladas e de blindagem eletrostática para a atenuação do pulso eletromagnético gerado pelo passo do Picomotor. Apresentamos na Figura 3.9 uma visão geral do projeto a partir dos desenhos técnicos originais.

Do mesmo modo que no primeiro Protótipo, o sistema foi dividido em três partes: Picomotor, PSM e Tripod. O Picomotor é montado na base do cilindro sendo suportado por um anel aparafusado ao corpo da estrutura. Este atua diretamente sobre o PSM localizado acima e fixado à estrutura através de um suporte removível. A mesa superior do PSM contém o suporte para porta-amostras com um eletrodo em ouro e um ímã retentor na mesma configuração utilizada no Protótipo 1. Entretanto, neste caso, o sistema está orientado na direção vertical o que facilita o processo de troca de amostra. No topo do cilindro fixamos o Tripod, montado em um suporte em forma de canto, que pode ser facilmente retirado para manutenção. Acima instalamos o passante elétrico em Teflon com os conectores de transferência entre os cabos coaxiais de vácuo (MDC Vacuum) e os fios de cobre colados aos eletrodos dos piezos. Estes cabos coaxiais conduzem o sinal até o passante elétrico de vácuo montado em uma flange CF40. A implementação desta cabeça é apresentada na Figura 3.10.

Ao contrário do que ocorre no Protótipo 1, nesta montagem o conversor corrente-tensão é acoplado ao passante elétrico externo da câmara visto que o circuito não é compatível com UHV. O sinal é adquirido na ponta e não mais na amostra, mudança realizada devido à diferença de capacitância nos dois eletrodos: 23 pF na ponta e 57 pF no eletrodo da amostra. Outra medida para diminuir a capacitância parasita no sinal foi a diminuição dos comprimentos dos cabos com sinais críticos (tunelamento, bias e piezo z) através da montagem da cabeça diretamente sobre um passante CF40 BNC de quatro terminais montado em uma conexão CF100-CF40 localizada na parte inferior da câmara. Esta conexão é a base sobre a qual o microscópio está apoiado na Figura 3.10C). De forma a permitir a passagem dos cabos, a cabeça é montada sobre um espaçador em aço que possui espaço interno para a entrada dos cabos provenientes do passante do Tripod e para sua conexão com o passante de vácuo BNC que encontra-se abaixo.

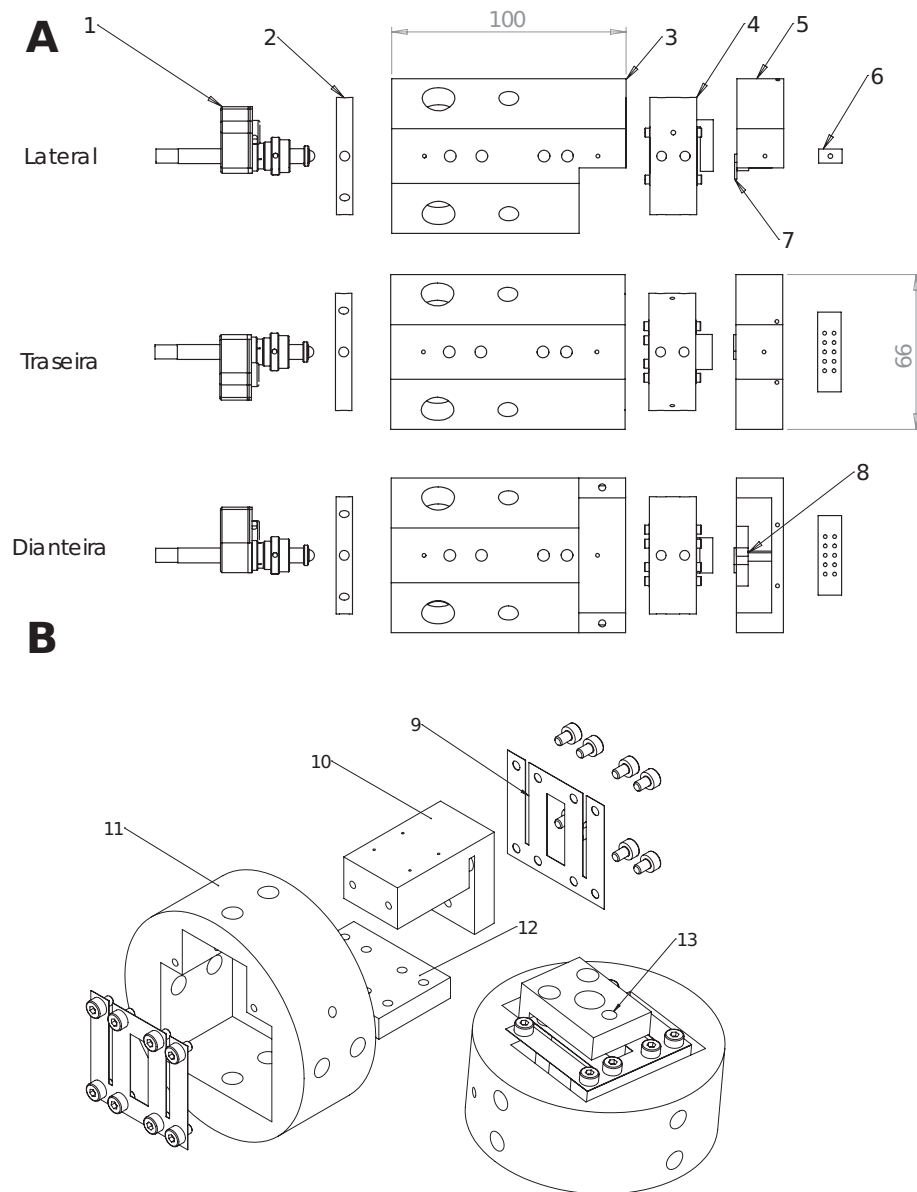


Figura 3.9: Montagem compatível com Ultra-Alto Vácuo. A) Visão explodida da cabeça apresentando os principais blocos funcionais: 1) Picomotor; 2) suporte de fixação para o Picomotor; 3) cilindro; 4) suporte do PSM; 5) suporte do Tripod; 6) passante dos fios conectados ao Tripod; 7) porta-ponta preso ao Tripod; 8) Tripod; B) Visão explodida do PSM e suporte: 9) mola plana frontal; 10) bloco superior com suporte para amostras; 11) suporte de fixação do PSM; 12) bloco inferior; 13) posição do ímã de fixação no suporte para amostras no bloco superior. Esta superfície é coberta com um eletrodo de cobre banhado em ouro para a aplicação do bias. Medidas em mm.

A construção desta cabeça representou uma grande evolução com relação ao Protótipo 1 devido à incorporação de importantes modificações cuja necessidade verificamos durante sua operação:



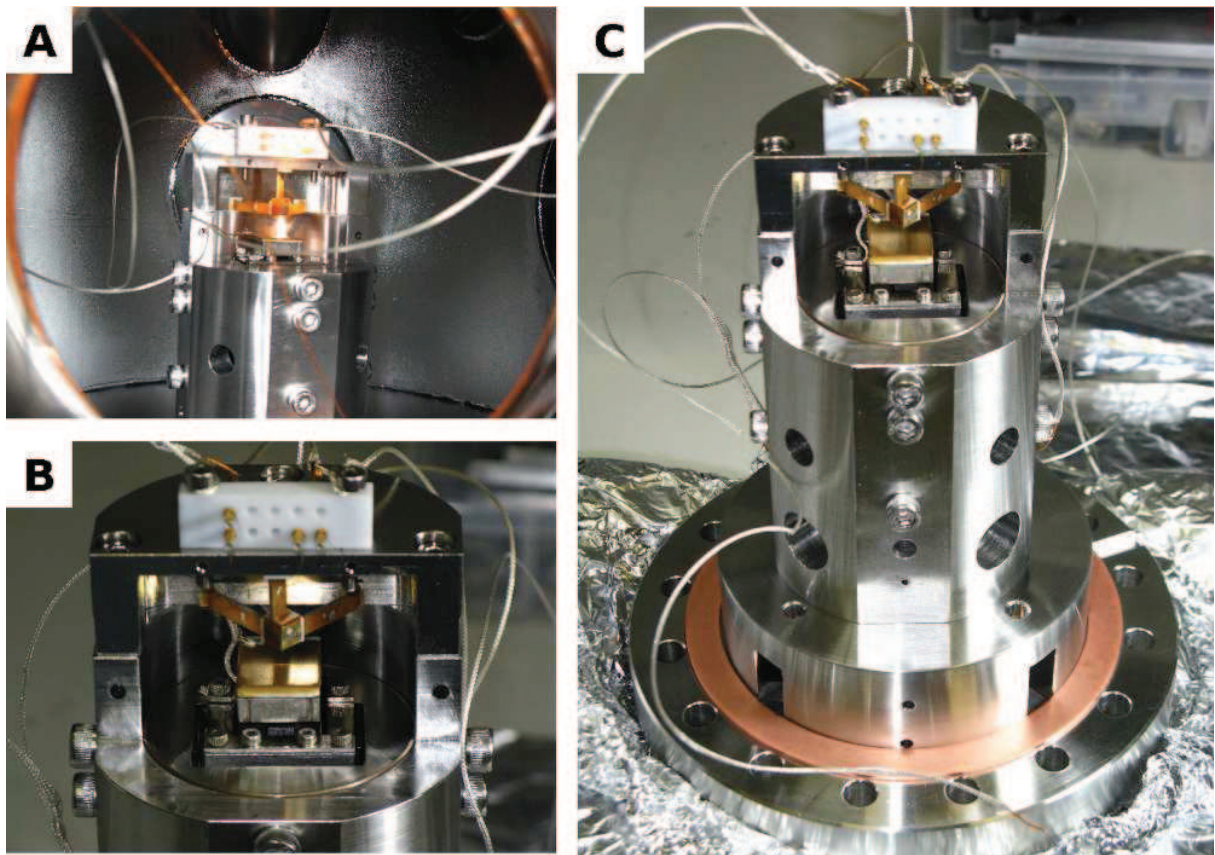


Figura 3.10: A) Cabeça compatível com UHV posicionada no interior da câmara de vácuo - O STM não operou em ambiente UHV; B) Detalhe da cabeça com o Tripod, o passante elétrico e o suporte para porta-amostras coberto com uma chapa de cobre banhada a ouro. C) Visão geral da cabeça apoiada sobre o espaçador o qual conecta-se com a flange CF100 para fixação na câmara.

- ponta e amostra dispostas na horizontal facilitam a manipulação e, no caso da amostra, colaboram para o estabelecimento de um bom contato elétrico
- passante elétrico sobre o Tripod facilita a passagem dos fios para os piezos e reduz seus comprimentos e por consequência a interferência elétrica
- blindagem do Picomotor no interior do cilindro reduz o ruído gerado no conversor corrente-tensão em cada passo

A experiência acumulada no projeto desta cabeça representou um importante avanço em nossa compreensão do funcionamento do equipamento, mas por outro lado apresentou novas dificuldades relacionadas à transmissão do sinal que serão discutidos adiante, no Capítulo 4.

### 3.2.5 Montagens do Tripod

Nesta seção apresentaremos com detalhes a implementação dos Tripods nas duas montagens. Devemos ressaltar que os modelos apresentados são apenas os que apresentaram melhor performance dentre a grande quantidade de versões construídas durante a fase de testes quando estabelecemos as bases para a compreensão do funcionamento deste dispositivo.

#### Tripod tipo $d_{33}$

A montagem tipo  $d_{33}$  foi a primeira a ser utilizada no Protótipo 1. A escolha foi motivada pela possibilidade de se construir um posicionador compacto, com baixa razão de aspecto e alta frequência de ressonância. Como mostraremos, estes argumentos, apesar de plausíveis, não se mostraram suficientes para justificar a montagem deste Tripod que possui performance muito inferior à configuração  $d_{31}$ . Apresentamos na Figura 3.11 duas versões do Tripod  $d_{33}$  construídos utilizando piezos modelos PZT4 e PZT5A (ATCP Brasil).

Na Figura 3.11A apresentamos o Tripod construído com piezos tipo PZT4 com espessura de  $8.0 \pm 0.1\text{mm}$ . O sistema possui um bloco central com  $10.0 \pm 0.1\text{mm}$  de lado no qual posicionamos um porta pontas fixo em um suporte em forma de V. Os piezos são alimentados por fios grossos, o que representa um erro visto que a tensão mecânica do fio pode gerar resistências ao movimento. Na Figura 3.11B apresentamos o Tripod construído com piezos tipo PZT5A com espessura de  $1.0 \pm 0.1\text{mm}$  e com um bloco central com  $5 \pm 0.1\text{mm}$  de lado. Neste caso as conexões são feitas utilizando-se fios de cobre obtidos de malhas de cabo coaxial (espessura de  $0.1\text{mm}$ ), o que consiste na solução mais adequada. Ambos os modelos utilizaram como eletrodos chapas de cobre com aletas onde os fios são colados e chapas de alumina como forma de isolamento entre o eletrodo e o bloco central, que se encontra na tensão de bias. Dois aspectos relevantes nesta montagem devem ser destacados: não deve-se utilizar tinta prata neste tipo de montagem uma vez que esta não possui resistência mecânica suficiente para manter a rigidez do sistema. O correto é o uso de cola Epóxi condutora; não deve-se utilizar placas de mica como isolantes. O correto é o uso de placas de alumina afixadas com cola Epóxi isolante. Mesmo o uso de folhas de Kapton pode ser temerário uma vez que devido à pequena espessura podem haver pequenos pontos de curto circuito entre os lados da folha.

Não obtivemos resultados satisfatórios com nenhuma das duas montagens visto que não foi possível o desenvolvimento de um sistema eletrônico satisfatoriamente estável para os requerimentos de alta tensão desta configuração, como discutiremos na seção 3.5. Além disso, o desenho muito compacto implica que qualquer um dos piezos deve exercer uma força grande (muito maior que no caso do piezo  $d_{31}$ ) contra a tensão de cisalhamento dos outros



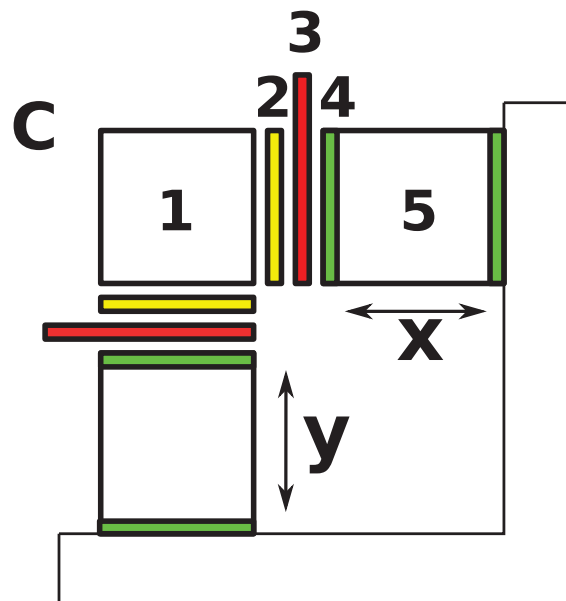
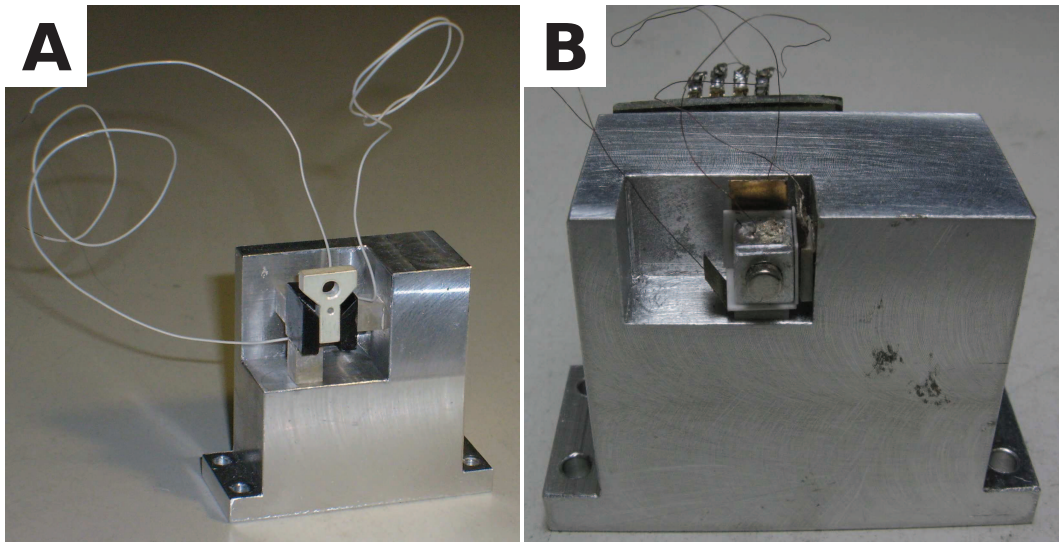


Figura 3.11: Tripods tipo  $d_{33}$  implementados (largura da base - 50 mm): A) utilizando piezo tipo PZT4; B) utilizando piezo tipo PZT5A; C) esquema de colagem: 1 - bloco central, 2 - chapa isolante de alumina colada ao bloco com epoxy isolante, 3 - chapa condutora de cobre colada ao atuador com Epóxi condutora, 4 - eletrodo na superfície do atuador, 5 - atuador piezoelétrico

dois. Devido à grande diferença em performance de conversão de potencial elétrico em tensão mecânica, decidimos substituir este pela configuração tipo  $d_{31}$ .

### Tripod tipo $d_{31}$

A adoção do Tripod tipo  $d_{31}$  foi um dos fatores mais importantes na construção do microscópio. Apesar da dificuldade de montagem devido ao difícil processo de alinhamento, este Tripod possui uma série de vantagens que o tornam o mais adequado para este tipo de aplicação. Podemos destacar: a possibilidade de se controlar o fator de conversão tensão-deslocamento utilizando a geometria do atuador; o conseqüente uso de voltagens baixas para operação em um intervalo de até 100 nm; a colagem dos fios diretamente nos eletrodos que encontram-se posicionados na lateral do bastão, eliminando a necessidade do uso de camadas eletrodo-isolante como no caso  $d_{33}$ . Apresentamos na Figura 3.12 os dois tripods deste tipo implementados para as duas cabeças.

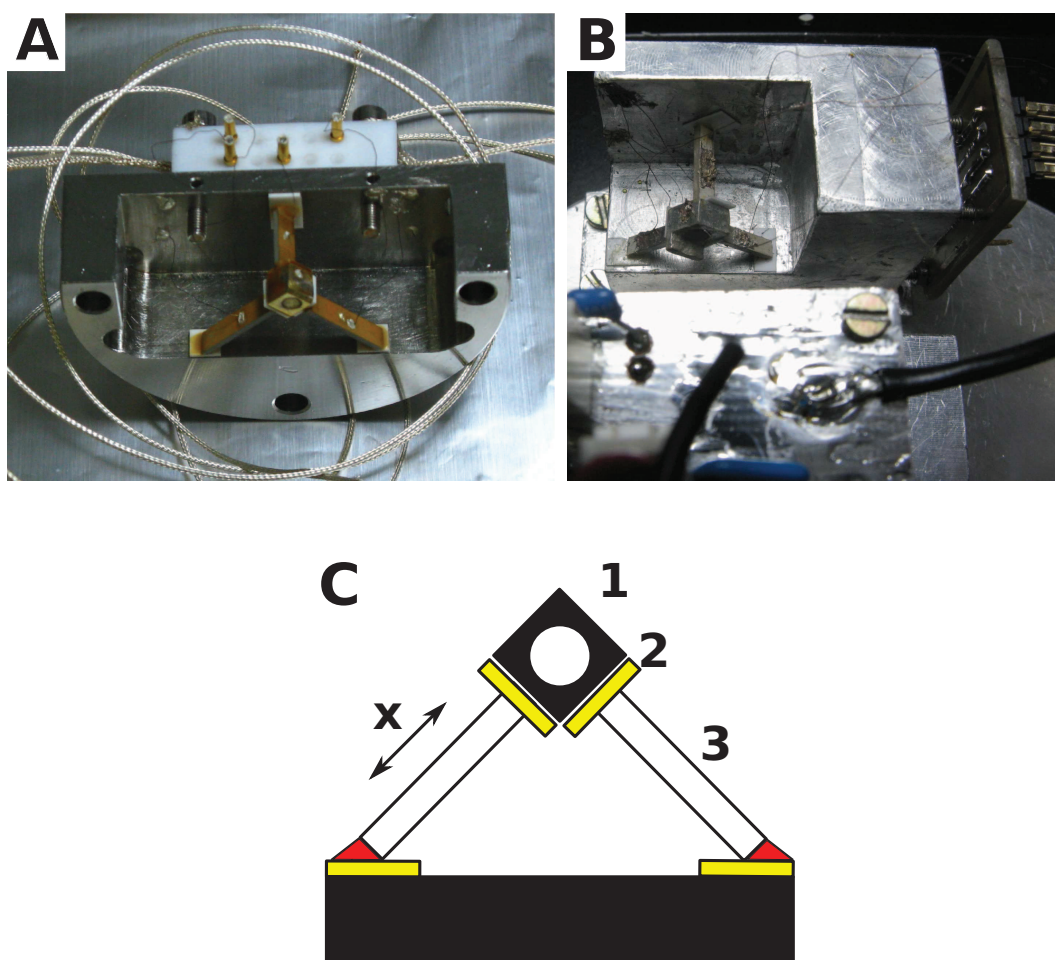


Figura 3.12: A) Tripod utilizado no protótipo 2; B) Tripod utilizado no protótipo 1; C) Esquema de montagem do Tripod: 1- bloco central metálico onde a ponta é fixa; 2- placa de alumina para isolamento elétrico entre o bloco e o atuador piezoelétrico; 3- eletrodo na superfície lateral do atuador piezoelétrico. As conexões são realizadas utilizando-se Epóxi isolante (EpoTek, modelo H77).

A primeira montagem, referente ao Protótipo 1, utilizou piezos em placa (ATCP, modelo PZT-5A) cortados com fio de diamante e fixados ao suporte utilizando-se Epóxi isolante (EpoTek, modelo H77) e placas isolantes de alumina. Os fios de cobre sem esmalte foram conectados aos eletrodos de prata com cola Epóxi condutora (EpoTek, modelo H27-D). O bloco central de alumínio é isolado dos piezos também utilizando placas de alumina. Os três piezos possuem o mesmo comprimento de  $10.0 \pm 0.1$  mm e espessura de  $1.0 \pm 0.1$  mm. No caso da segunda montagem, utilizamos piezos com eletrodos de ouro (EBL, modelo EBL#2) com dois comprimentos:  $15.2 \pm 0.1$  mm para os piezos x e y e  $12.0 \pm 0.1$  mm para o piezo z. Possuem a mesma espessura de  $1 \pm 0.1$  mm e foram colados com o mesmo procedimento utilizado na primeira montagem. Ambos possuem constante de carga  $d_{31} = -1.73 \text{ \AA/V}$ , o que fornece um deslocamento de 73 nm para uma tensão de  $-35$  V e  $0.01 \text{ \AA}$  para uma tensão de 0.5 mV no eixo z. Do mesmo modo, para os eixos x e y temos um deslocamento de 92 nm para uma tensão de 35 V e aproximadamente  $0.01 \text{ \AA}$  para a tensão mínima de 0.5 mV. Estes são precisamente os intervalos máximo e o passo mínimo de operação do Driver de tensão construído e que será apresentado abaixo. Logo, concluímos que esta configuração de montagem satisfaz plenamente o requerimento de resolução atômica [45] sem a necessidade do uso de fontes de alta tensão e com sinais de baixo ruído.

### 3.3 Projeto de Vácuo

O STM consiste em um instrumento de estudo de superfícies, as quais devem ser mantidas limpas de forma a permitir a aquisição de imagens de alta resolução. Portanto, o uso de um sistema de ultra-alto vácuo (UHV) operando em torno de  $10^{-10}$  mbar é parte essencial do equipamento. O sistema de Ultra-Alto Vácuo projetado e construído é apresentado na Figura 3.13 e o esquema de conexões completo é apresentado na Figura 3.14;

O sistema consiste em uma câmara de experimentos em aço 316L com 16 aberturas bombeada por três mecanismos:

- bomba Turbomolecular - bombeamento inicial para pressões superiores a  $10^{-7}$  mbar
- bomba Iônica - pressões entre  $10^{-7}$  mbar a  $10^{-11}$  mbar
- bomba Sublimadora de Titânio (TSP)- mesmo intervalo da iônica. atua principalmente como bomba auxiliar em pressões abaixo de  $10^{-9}$  mbar

O uso de três tipos de bombeamento justifica-se devido ao grande intervalo dinâmico de pressão que deve ser coberto pelo sistema. De fato, o sistema total de bombeamento deve ser capaz de levar a câmara de uma condição de pressão atmosférica (1.0 bar) a pressões

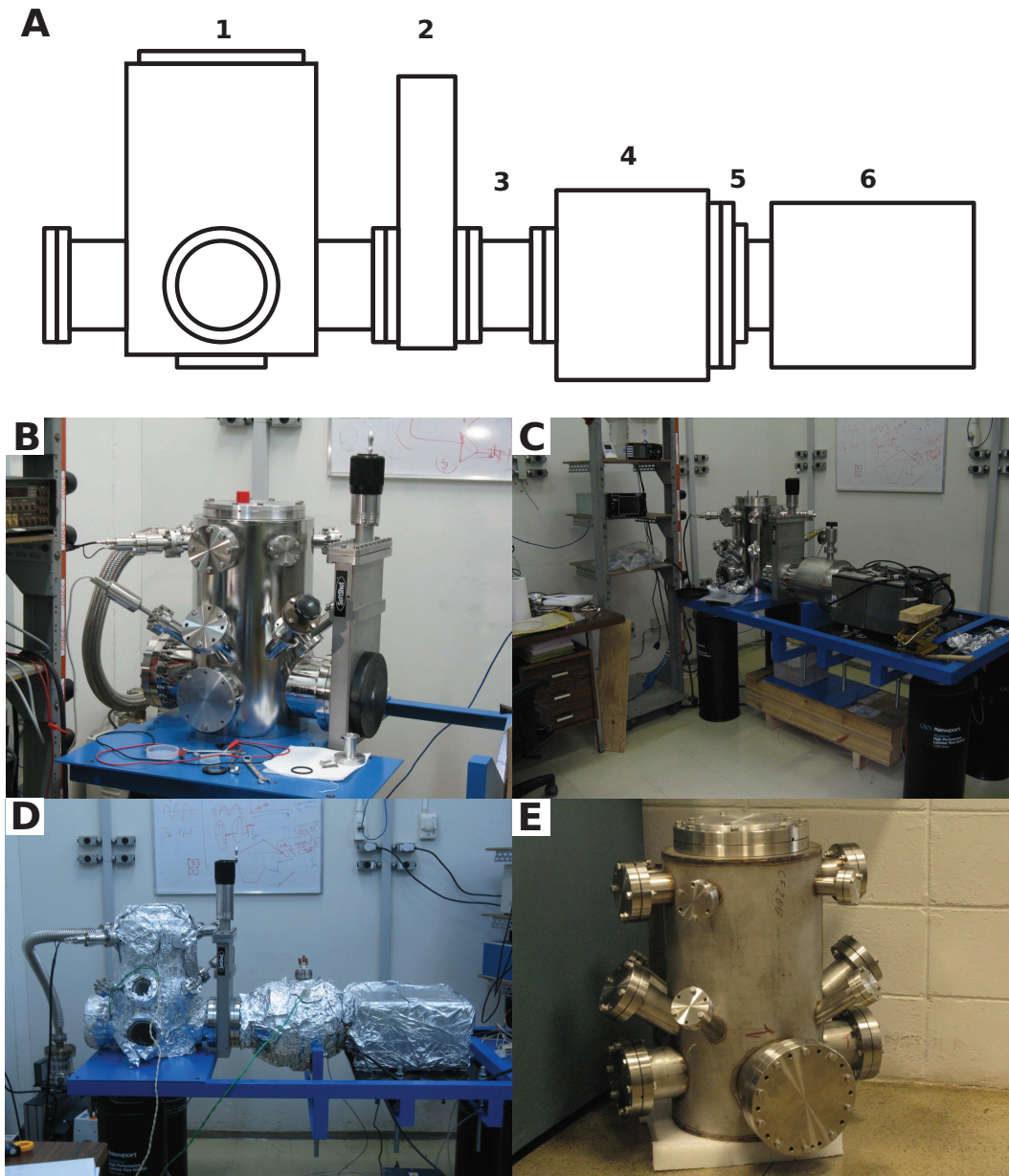


Figura 3.13: Sistema de ultra-alto vácuo projetado e construído. A) Componentes da câmara: 1 - Câmara de experimentos; 2 - válvula gaveta; 3 - pescoço de adaptação CF150-CF150; 4 - bomba TSP; 5 - redução CF200 - CF100; 6 - Bomba Iônica 400L/s; B) Montagem da câmara com a colocação da válvula Gaveta; C) Término da montagem com a colocação das bombas TSP e Iônica; D) Processo de baking para atingir-se condição de UHV; E) Câmara logo após o término do processo de soldagem.

da ordem de ( $10^{-9}$  a  $10^{-11}$  mbar). O primeiro sistema, para o bombeamento inicial até  $10^{-7}$  mbar consiste em uma bomba Turbomolecular com vazão de 100L/s para Nitrogênio (Adixen, modelo ATP100) pré-bombeada por uma bomba mecânica auxiliar de palhetas rotativas (Adixen, modelo Pascal 2005SD) conectada à sua saída.



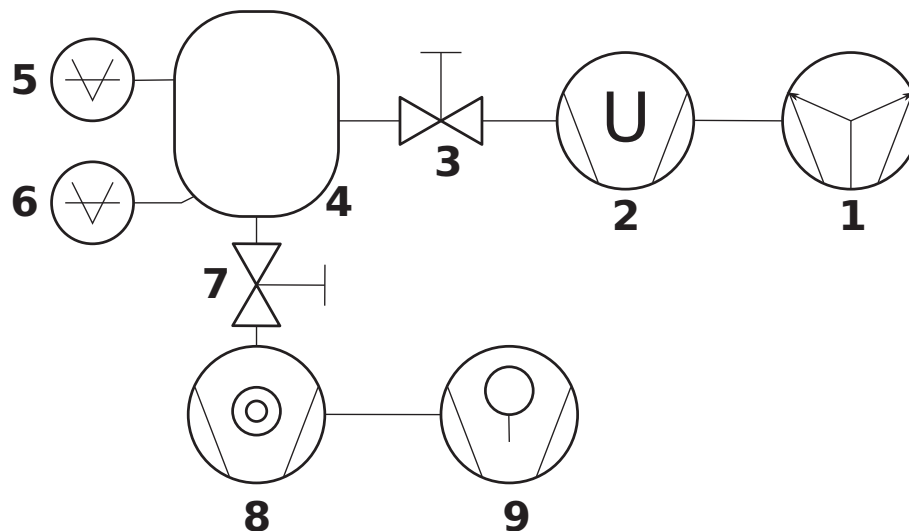


Figura 3.14: Esquema de conexões do sistema de vácuo: 1 - Bomba Iônica; 2 - Bomba TSP; 3 - Válvula Gaveta; 4 - Câmara; 5 - Sensor Pirani (baixo vácuo); 6 - Sensor Catodo Frio (alto vácuo); 7 - Válvula "All-Metal" ângulo; 8 - bomba Turbomolecular (100 L/s); 9 - bomba mecânica de paletas rotativas.

Quando atingido o limite inferior, o bombeamento é convertido para a bomba Iônica (Gamma Vacuum, modelo 400L), a qual é a responsável pela manutenção da pressão final na faixa de  $10^{-9} - 10^{-10}$  mbar. A operação desta não produz vibração mecânica, o que a torna ideal para bombear o microscópio quando este se encontra em operação. Por outro lado, a conexão rígida entre a câmara e o grupo Turbomolecular pode servir como acoplamento para a vibração do solo. Por esta razão, o Bellows que conecta o grupo Turbomolecular à câmara deve ser retirado durante a operação do microscópio.

O sistema TSP atua como bomba auxiliar para operação em Ultra-Alto Vácuo. É utilizada quando existe a necessidade de se baixar a pressão rapidamente após a abertura da câmara e como armadilha para gases não recolhidos pela bomba iônica. Em condições normais, a bomba é utilizada em conjunto com um timer responsável por disparar pulsos regulares de evaporação de forma a compensar qualquer processo interno de degasagem da câmara. O projeto que utilizamos foi desenvolvido pelo Grupo de Vácuo do LNLS e consiste em uma câmara auxiliar conectada à entrada da Bomba Iônica. O sistema possui, além do cartucho (Gamma Vacuum), dois "Shutters" internos que aumentam a impedância e a eficiência do processo de aprisionamento dos gases e camisa de refrigeração a Nitrogênio líquido que atua no resfriamento das paredes internas, o que aumenta a eficiência da captura, atuando como uma bomba Criogênica.

O monitoramento da pressão é realizado por um par de sensores. O sensor Pirani (MKS, modelo 345) atua a partir da pressão atmosférica até pressões da ordem de  $10^{-5}$  mbar. O

sensor de Catodo Frio (MKS, modelo 431) atua a partir de  $10^{-6}$  mbar até pressões da ordem de  $10^{-11}$  mbar, ou seja, condição de Ultra-Alto Vácuo.

A câmara possui três passantes elétricos CF40 com 4 conectores BNC cada para a transmissão dos sinais do microscópio: três eixos de atuadores piezoelétricos, sinal de tunelamento, tensão de bias e duas conexões para o controle do picomotor. A visualização do interior da câmara é possível através de dois "Viewports": um CF100 e um CF63 localizados em frente à cabeça do microscópio. Este é acondicionado à câmara através de uma flange CF100 localizada em sua base. A flange de suporte possui uma redução CF40 que permite o acoplamento de um dos passantes elétricos BNC. Este é o passante mais próximo ao Tripod sendo utilizado para a transmissão dos sinais críticos: bias, corrente e eixo z.

O sistema de vácuo encontra-se atualmente em operação plena com pressão de trabalho em torno de  $10^{-10}$  mbar.

### 3.4 Controle de Vibração

A distância ponta-amostra no qual a corrente de tunelamento é mensurável é extremamente pequena, da ordem de dezenas de Å. Pequenos deslocamentos podem representar o toque da ponta na superfície ou a perda do sinal. Diante desta severa restrição, devemos ser capazes de caracterizar o solo de modo a determinar a amplitude de oscilação em função da frequência e a amplitude de acoplamento destas componentes com as frequências próprias da cabeça do STM.

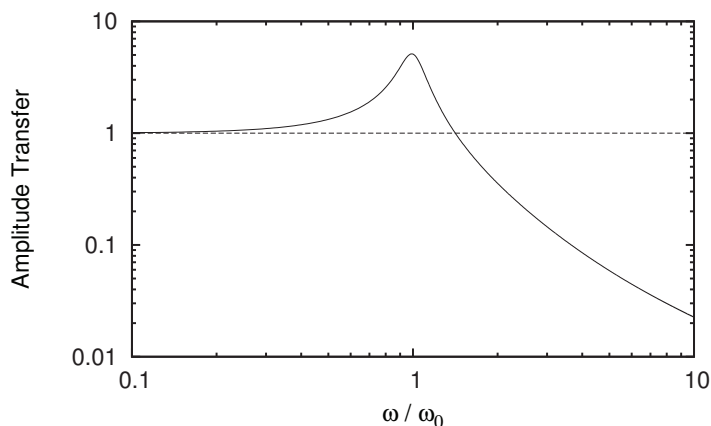


Figura 3.15: Exemplo de função de transferência para um sistema massa-mola sendo  $\omega$  a frequência angular medida e  $\omega_0$  a frequência angular de ressonância.

Podemos apreciar a importância do sistema de isolamento através de um simples modelo massa-mola amortecido e forçado. Conforme discutido no Apêndice A, a amplitude da

oscilação externa transferida pelo sistema de amortecimento é determinada por uma função de transferência como a apresentada na Figura 3.15. Esta possui um pico de ressonância, determinado pela frequência própria do sistema de isolamento e que indica a existência de um polo de segunda ordem e de um fator de amortecimento que limita a capacidade de resposta do sistema. O polo, assim como no caso dos filtros eletrônicos, divide o espectro em duas faixas diferentes de resposta do sistema: para frequências inferiores, uma função de transferência unitária que implica na transferência integral da amplitude externa aplicada; para frequências superiores, uma atenuação da amplitude transferida com a frequência, sendo que a taxa de decaimento depende da intensidade do amortecimento. O valor da frequência de ressonância do sistema de isolamento é dado pela expressão:

$$f = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (3.4)$$

sendo  $k$  a constante de mola e  $m$  a massa da cabeça. Portanto, a diminuição da frequência de ressonância envolve a redução da constante de mola (mola mais suave) ou o aumento da massa. A partir deste modelo, e se considerarmos que a massa no interior do sistema de amortecimento é a cabeça do microscópio, observamos que se levarmos a frequência de ressonância do sistema de isolamento para o valor mais baixo possível, diminuimos a faixa de frequências com amplitudes relevantes para o acoplamento. Além disso, devemos levar a frequência de ressonância da própria cabeça para o valor mais alto possível, o que garante que os acoplamentos com as frequências próprias do sistema de isolamento ocorram em uma faixa em que estas possuem uma amplitude muito atenuada. Entretanto, devemos notar que existe um limite para as duas condições uma vez que tanto uma constante de mola muito baixa como um grande aumento da massa implicam em no aumento da distensão da mola, requerendo mais espaço para sua fixação. Este tipo de situação é incompatível com as dimensões de uma câmara UHV. Entretanto, podemos contornar esta restrição com o uso de sistemas massa-mola com mais de um estágio como descrevemos abaixo.

### 3.4.1 Sistema de amortecimento de dois estágios

A fim de testar o funcionamento do sistema de amortecimento de dois estágios, projetamos e construímos um protótipo baseado em um modelo proposto por Bai [41] apresentado na Figura 3.16.

O equipamento consiste em suporte metálico de apoio fixo no solo que sustenta os dois balanços internos, ou seja, dois estágios conectados por elásticos. O balanço externo conecta-se ao suporte metálico e, internamente, ao segundo balanço. Este contém a cabeça do microscópio em seu interior e consiste tão somente em um disco de madeira suspenso. As

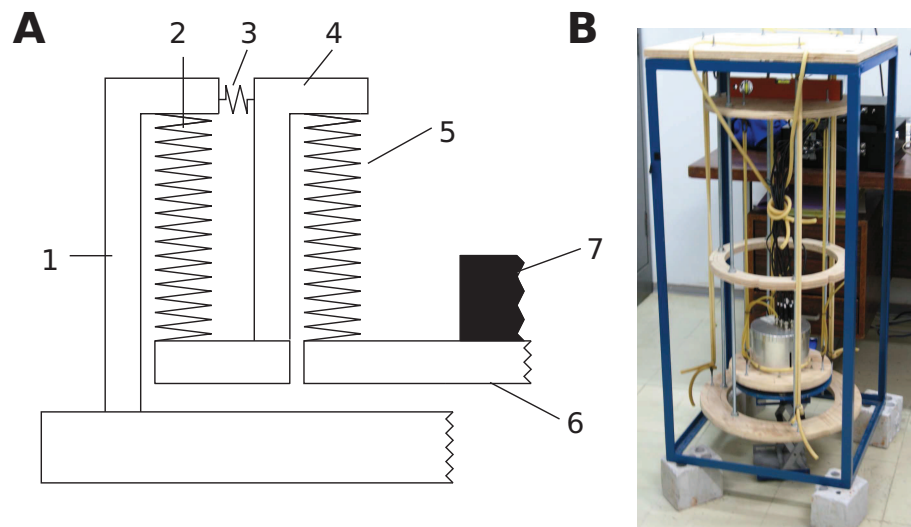


Figura 3.16: Protótipo para o sistema de amortecimento de vibrações com dois estágios montado para o teste do conceito. O sistema foi construído em madeira suportada por barras roscadas e elásticos cirúrgicos, ideais para este tipo de aplicação devido à baixa constante de mola. 1) suporte fixo metálico externo; 2) mola sustentando o balanço externo; 3) mola de estabilização conectando o suporte e o balanço externo; 4) balanço externo; 5) mola de sustentação do balanço interno; 6) balanço interno; 7) cabeça do STM

molares utilizadas são elásticos cirúrgicos, os quais são ideais para este tipo de aplicação devido à sua baixa constante de mola, o que permite uma diminuição na frequência de ressonância. Um detalhe relevante nesta montagem é o fato de que este sistema é instável uma vez que o braço de alavanca no balanço externo induz o sistema a tombar para um dos lados. A correção deste problema é simples, requerendo apenas a adição de três elásticos horizontais conectando o topo do balanço externo (no ponto de fixação das molares verticais - item 3 na Figura 3.16) ao suporte metálico.

Apesar de bem sucedido, este sistema é incompatível com ambiente UHV devido ao uso de elastômeros. O problema central reside no fato de que os elastômeros, além de atuarem como mola, atuam também no amortecimento das oscilações devido ao seu atrito interno. Este não é o caso para molares metálicas, as quais devem ser amortecidas através do uso de um sistema externo, sendo que a solução mais comum é o uso de correntes de Foucault [28] - correntes parasitas geradas em placas condutoras quando da aproximação de um campo magnético. Apesar de as correntes possuírem baixa intensidade, se utilizarmos um grande número de pares ímãs-placas (ímãs de alto campo como CoSm ou NdFeB), podemos atingir um bom nível de eficiência de amortecimento. O uso de um sistema de dois estágios no ambiente UHV é um dos objetivos futuros na construção de uma nova versão do STM, que será discutida no Capítulo 5.



### 3.4.2 Sistema de suportes pneumáticos

Um método convencional e bem estabelecido para o isolamento de vibração é o uso de suportes pneumáticos passivos utilizados em mesas óticas (Newport, modelo I2000). A vantagem deste tipo de montagem é a possibilidade de se isolar todo o sistema de vácuo, sem a necessidade do uso de partes móveis no interior da câmara como no caso dos sistemas massa-mola.

O sistema implementado é apresentado na Figura 3.17. Consiste em quatro suportes isoladores sustentando uma armação em aço desenhada para abrigar a câmara e o sistema de vácuo. Escolhemos a orientação horizontal para o sistema de vácuo de forma a evitar a formação de um pêndulo uma vez que a bomba Iônica, que concentra a maior massa do sistema, encontra-se na ponta de um braço de alavanca composto pelo pescoço da câmara, a válvula Gaveta e bomba TSP. Devemos por outro lado ressaltar que a construção da mesa pode levar a sérios problemas de alinhamento devido a imperfeições locais na estrutura de aço. Os isoladores são sensíveis ao alinhamento, ao balanceamento de carga, à altura do sistema apoiado e à massa suportada, sendo que erros neste itens podem inviabilizar o bom funcionamento do amortecimento. Utilizamos para o projeto uma massa de referência de 300Kg o que implica em uma pressão de 14psi para a alimentação dos suportes. A caracterização deste sistema é apresentada no capítulo 4.

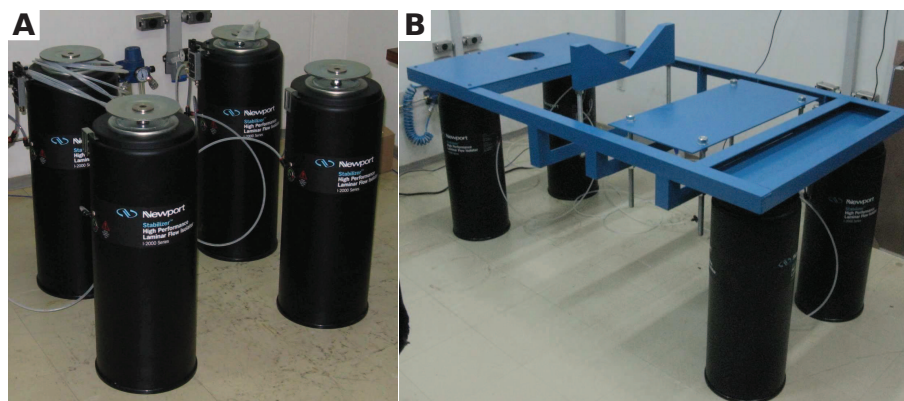


Figura 3.17: A) Amortecedores pneumáticos utilizados na montagem (Newport, modelo I2000); B) suporte em aço construído para receber a câmara e o sistema de vácuo.

### 3.4.3 Critérios para a avaliação da vibração

A avaliação da qualidade do solo e do sistema de amortecimento depende da aquisição do sinal de vibração e de sua comparação com certos critérios de qualidade estabelecidos [52, 53, 54]. Como discutimos no Apêndice A, o acelerômetro (Wilcoxon, modelo 731A), equipamento utilizado para a aquisição dos sinais, fornece os dados de aceleração que são

convertidos em séries temporais da variação da velocidade com o tempo. A partir destes dados brutos, podemos processá-los de três formas distintas [52]:

- Amostra temporal
- Espectro FFT
- Espectro de banda fixa ou variável

A amostra temporal da velocidade consiste na única análise realizada no domínio do tempo. Possui aplicação limitada, sendo utilizada apenas como forma de se detectar transientes de se estimar a variação em tempo real da amplitude das oscilações. Apresentamos uma amostra deste sinal, coletado no solo do laboratório, na Figura 3.18.

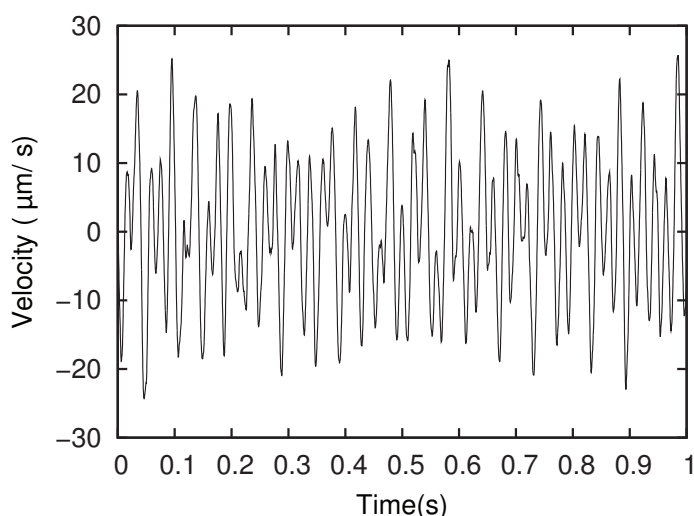


Figura 3.18: Amostra temporal medida no solo do laboratório em condições normais de operação

Por outro lado, a partir destas séries temporais, podemos construir espectros com as informações relevantes sobre as fontes estacionárias de vibração e sobre a composição energética dos sinais aleatórios. No primeiro caso, utilizamos o método FFT para o cálculo do espectro para o solo do laboratório, apresentado na Figura 3.19. O espectro permite que determinemos as fontes de ruído presentes no entorno do instrumento. Para o exemplo apresentado, observamos a presença de picos em 30, 50, 60 e 90 Hz, ou seja, frequências características e harmônicos gerados por motores elétricos. Após as medições, determinamos que o motor em questão tratava-se de uma bomba de água localizada no subsolo do prédio.

No segundo caso, utilizamos a integração da energia da onda em intervalos dinâmicos de frequências, neste caso com espaçamento de um terço de oitava. Estamos interessados em determinar quais o comportamento do ruído randômica por faixas de frequências. Este

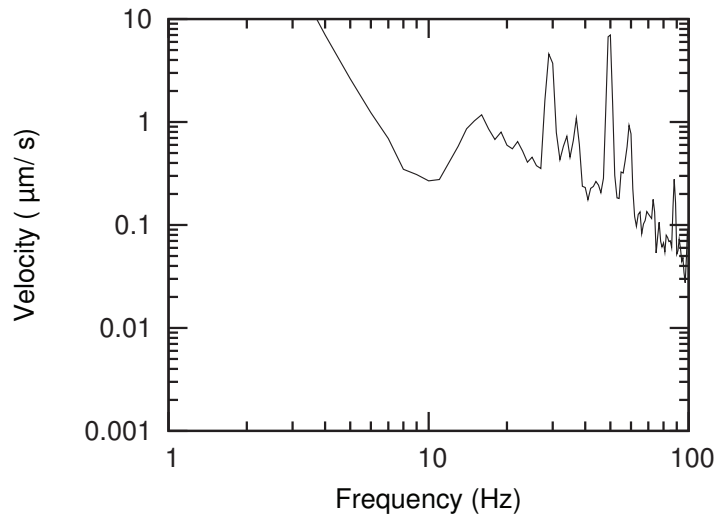


Figura 3.19: Espectro FFT obtido para o solo do laboratório. Os valores de amplitude para frequências inferiores a 5 Hz não devem ser levados em consideração uma vez que o equipamento não possui sensibilidade nesta região.

tipo de ruído é originado da dispersão das frequências determinísticas em função do amortecimento do solo. Portanto, não possui picos de frequências bem definidas e compõe um fundo que se distribui em torno dos picos determinísticos. Este espectro mais abrangente, é a base para os critérios de qualidade de vibração como o NIST-A [53], o qual utilizaremos na avaliação dos resultados. Discutimos este tópico de modo mais detalhado no Apêndice A.

Como exemplo de aplicação do espectro de um terço de oitava, apresentamos na Figura 3.20 uma amostra medida para o solo do laboratório.

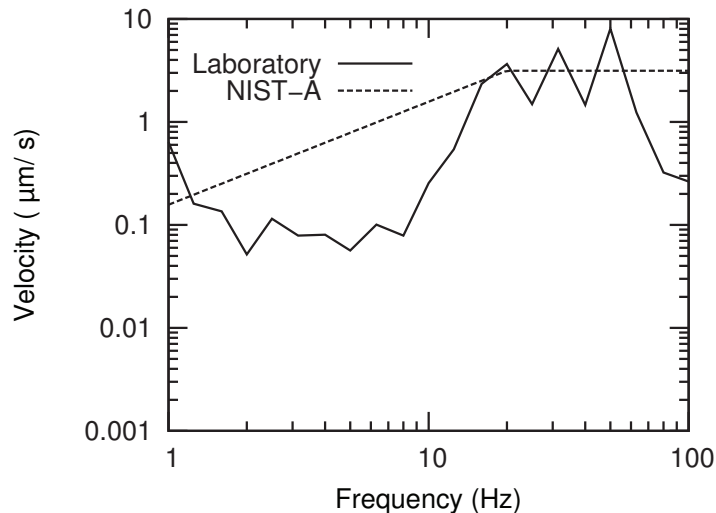


Figura 3.20: Espectro em intervalos de integração de um terço de oitava obtido no solo do laboratório e comparado com o critério NIST-A

Observamos novamente neste gráfico a presença bem definida dos picos em 30, 50, 60 e 90 Hz como no resultado do espectro FFT apresentado na Figura 3.19. Entretanto, este resultado nos fornece uma informação adicional: a energia da oscilação para frequências abaixo de 10 Hz é pequena, abaixo da referência, o que significa que o solo é apropriado para a instalação do STM. Caso contrário, se o solo não satisfizesse esta condição, teríamos que necessariamente instalar um bloco sísmico ou trocar de laboratório. A razão para esta preocupação reside no fato de que os sistemas de amortecimento ressonam em geral entre 1 e 5 Hz, o que impede seu uso em solos que também possuam ressonância nesta faixa devido ao problema do acoplamento. A qualidade do solo é um fator fundamental que dificilmente pode ser corrigido e que requer uma caracterização prévia das instalações de modo a se determinar as posições ideais de acordo com as especificações de cada tipo de equipamento.

Os picos em 30, 50, 60 e 90 Hz devem ser atenuados através do uso do sistema de amortecimento. Como discutimos acima, testamos duas montagens: o isolador de dois estágios e o isolador pneumático, ambos fornecendo resultados satisfatórios compatíveis com o padrão NIST-A. Apresentamos na Figura 3.21 os resultados do FFT e a integração em intervalos de um terço de oitava para o isolador de dois estágios.

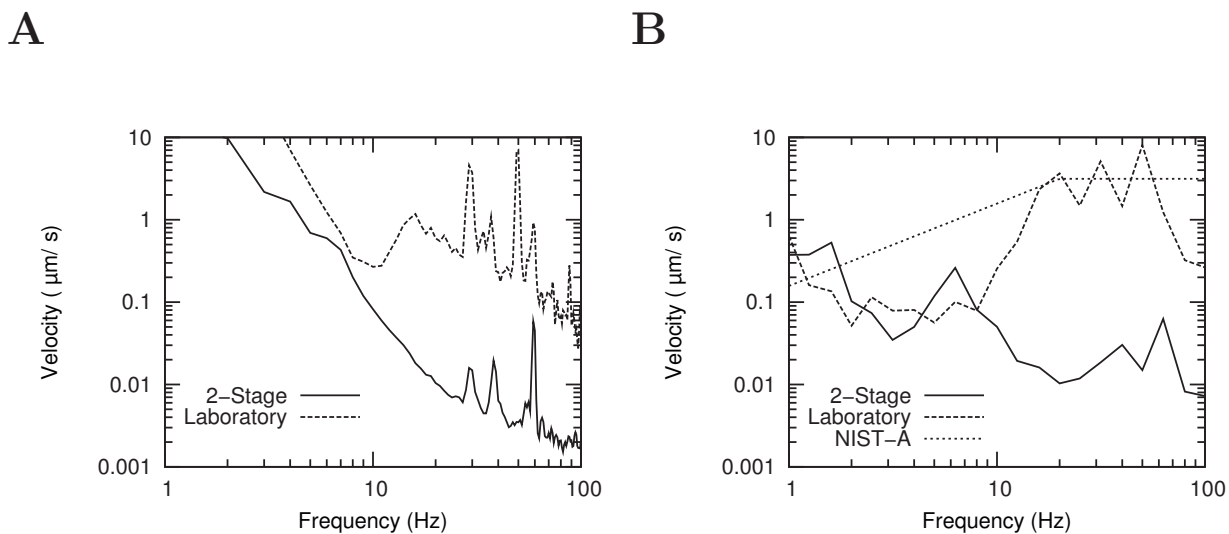


Figura 3.21: A) Espectro FFT para o isolador de dois estágios posicionado diretamente sobre o solo do laboratório comparado com o espectro obtido para o solo do laboratório. Notemos a queda de amplitude por duas ordens de grandeza dos picos em 30, 50, 60 e 90 Hz; B) Espectro de um terço de oitava para o mesmo experimento comparado com o espectro equivalente para o solo do laboratório e com a norma NIST-A. O resultado é satisfatório uma vez que o isolador possui performance dentro da norma em todo o intervalo de medidas.

Do mesmo modo, caracterizamos a performance do sistema de amortecimento com isoladores pneumáticos. Os resultados são apresentados na Figura 3.22. Notamos a diferença de performance entre a montagem de dois estágios e o isolador pneumático, os quais diferem

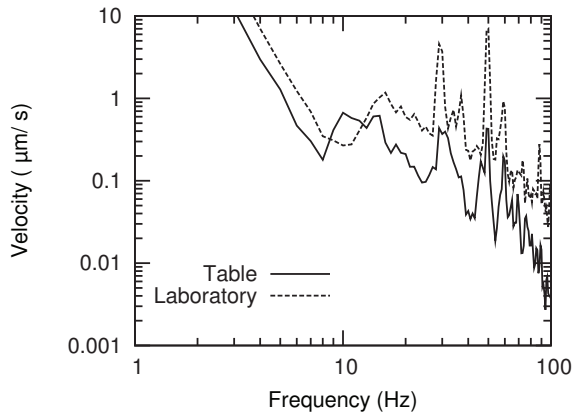
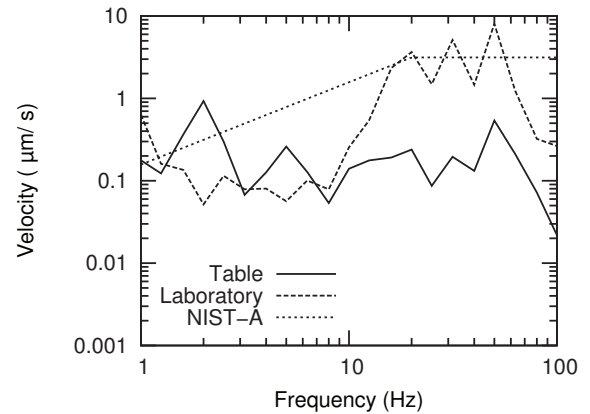
**A****B**

Figura 3.22: A) Espectro FFT para o isolador pneumático posicionado diretamente sobre o solo do laboratório comparado com o espectro obtido para o solo do laboratório. Notemos a queda de amplitude por duas ordens de grandeza dos picos em 30, 50, 60 e 90 Hz; B) Espectro de um terço de oitava para o mesmo experimento comparado com o espectro equivalente para o solo do laboratório e com a norma NIST-A. O resultado é satisfatório uma vez que o isolador possui performance dentro da norma em todo o intervalo de medidas.

de pelo menos uma ordem de grandeza em amplitude de atenuação. Devemos entretanto, considerar que a comparação entre os dois métodos não é justificada uma vez que o primeiro suporta uma massa de no máximo 0.5Kg enquanto o segundo trabalha com uma massa de 250Kg com uma performance compatível. Analisando o gráfico para o isolador, notamos um aparente aumento da amplitude para frequências inferiores a 10 Hz no espectro de um terço de oitavas, o que possivelmente se deve à localização da ressonância do sistema de amortecimento na faixa entre 1 e 5 Hz. Apesar desta dificuldade em baixas frequências, o isolador pneumático consiste em um sistema de fácil utilização o que justifica amplamente sua aplicação. No Capítulo 5 retornaremos a este assunto discutindo a possibilidade do uso de dois sistemas combinados como solução ideal para uma performance ótima do equipamento.

### 3.5 Projeto Eletrônico

O projeto eletrônico do STM consiste em uma tarefa complexa envolvendo tanto eletrônica analógica como digital. Além do desenvolvimento dos blocos individuais de cada um dos sistemas, o projeto deve também levar em consideração o desafio técnico envolvido na interface entre ambos, um ponto crítico que requer a harmonização de especificações de operação distintas. Nesta seção descrevemos detalhadamente os blocos eletrônicos individuais e apresentamos as abordagens bem-sucedidas e malsucedidas como um registro da evolução do

sistema eletrônico e das soluções elaboradas ao longo do projeto.

### 3.5.1 Descrição geral do projeto

O sistema eletrônico foi desenvolvido de modo a possuir o mínimo de componentes no caminho do sinal, buscando assim uma montagem compacta e fortemente apoiada nos recursos digitais embarcados. Nossa intenção foi imprimir ao circuito a flexibilidade que a implementação computacional proporciona, de modo a facilitar sua adequação em função das necessidades dos experimentos. Além disso, em um projeto onde a maior parte dos componentes analógicos deve operar em condições de baixo ruído, o uso mínimo de componentes auxilia também a reduzir a introdução de ruído e não-linearidades que podem deturpar a interpretação final dos dados adquiridos.

O instrumento resultado deste processo é apresentado em forma esquemática na Figura 3.23. O aspecto mais importante que devemos notar é o fato de que o STM consiste em um grande e único laço de realimentação, se considerarmos a própria junção de tunelamento como um elemento eletrônico não-linear (como um diodo abaixo da tensão crítica) onde a corrente é regulada pela tensão aplicada ao atuador piezoelétrico. Esta característica torna o STM um equipamento de muito difícil depuração, uma vez que instabilidades do laço implicam em perturbações no próprio sinal adquirido.

O circuito é construído em torno do microcontrolador de 16 bits que detém as funções básicas de controle em forma de algoritmo. O controlador é interfaceado com o experimento através de dois conversores Digital-Analógicos (DAC) e um conversor Analógico-Digital (ADC), todos de 16 bits. Por outro lado, o controlador comunica-se via porta serial tanto com o Driver do picomotor quanto com o computador para receber comandos e enviar os dados. Notemos que o controle é autônomo e depende apenas do controlador, sem necessitar de fluxo de comunicação com o computador para a tomada de decisões. Através dos conversores, o controlador atua sobre as tensões nos drivers, que controlam os três eixos piezoelétricos, sobre a tensão de bias e recebe o sinal de tunelamento adquirido via conversor corrente-tensão.

A partir deste esquema geral, apresentamos abaixo os blocos funcionais individualmente. Os códigos, que também atuam como parte da eletrônica, serão apresentados na seção 3.5.5.

### 3.5.2 Driver do atuador piezoelétrico

Iniciamos a discussão pelo sistema de alta-tensão uma vez que este consistiu no primeiro bloco montado e onde encontramos a maior dificuldade devido às restrições de ruído. O Driver é o dispositivo responsável pela amplificação do sinal de controle e dos sinais de var-

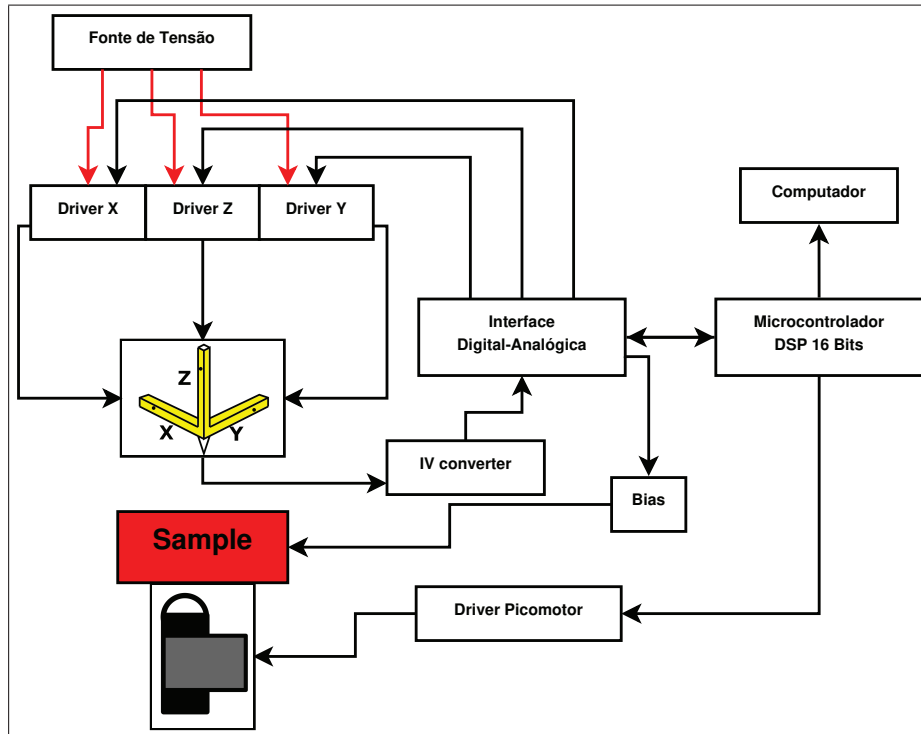


Figura 3.23: Diagrama geral do sistema eletrônico do STM construído descrevendo os blocos funcionais e as principais conexões

redura, oriundos dos conversores DAC, em um sinal de operação com amplitude suficiente para atuar sobre os elementos piezoelétricos. Apesar de aparentemente simples, este dispositivo requer simultaneamente um alto valor de tensão de saída ( $40V - 240V$ , compatível com um deslocamento de pelo menos  $100\text{ nm}$ ) e um baixo nível de ruído compatível com as especificações de deslocamento para resolução atômica de passo mínimo de  $0.1\text{ \AA}$  na horizontal e  $0.01\text{ \AA}$  na vertical [45]. Além disso, a largura de banda deve ser compatível com o tempo característico do sistema de controle, o que impede o uso de filtros passa-baixa muito restritivos que impliquem em operação abaixo de  $1\text{ kHz}$ .

Inicialmente, utilizamos o Tripod tipo  $d_{33}$ , o qual para um deslocamento máximo de  $100\text{ nm}$ , requer uma tensão máxima de operação de  $263V$ . Por outro lado, o nível de ruído RMS deve ser menor que  $2.5\text{ mV}/\sqrt{\text{Hz}}$ , o que corresponde a  $0.01\text{ \AA}$  de deslocamento vertical da ponta do STM. Portanto, o fator de amplificação deve possuir um intervalo de estabilidade de aproximadamente cinco ordens de grandeza em tensão. Levando em consideração estes fatores, executamos tentativas de desenvolvimento de uma eletrônica de precisão construída com elementos discretos. Esta abordagem é uma alternativa aos amplificadores operacionais de alta tensão amplamente utilizados em aplicações SPM (APEX, modelo PA90), os quais são muito sensíveis à eletricidade estática e possuem alto custo ( $\approx 100\text{ US\$}$ ). Nenhum dos projetos foi bem sucedido e a solução final envolveu uma mudança de enfoque com a troca

do Tripod, da configuração  $d_{33}$  para a configuração  $d_{31}$ , o que implicou em uma diminuição da tensão de operação para o deslocamento máximo previsto de 100nm.

Apresentaremos abaixo as várias soluções testadas e as justificativas que levaram à seleção do melhor modelo. Ao término apresentaremos a solução de baixa tensão baseada em baterias que utilizamos no modelo atual. Iniciamos a discussão apresentando o regulador de alta tensão desenvolvido para a alimentação dos Drivers.

### Fonte regulada de alta tensão

Os Drivers de alta tensão construídos requerem, de forma geral, duas fontes de alimentação: fonte de baixa voltagem ( $\pm 6V$ ) e fonte de alta voltagem ( $\pm 80V$  a  $\pm 120V$ ). As fontes de baixa voltagem alimentam os dispositivos utilizados na regulação e na aquisição do sinal de entrada enquanto que as fontes de alta voltagem são as responsáveis pela amplificação do sinal processado em um nível de tensão compatível com a operação dos atuadores piezoelétricos. Mesmo operacionais de alta tensão (APEX, modelo PA90) necessitam de fontes reguladas para sua alimentação, o que justifica a importância dada a este tópico.

A fonte projetada, apresentada na Figura 3.24, utiliza um filtro Pi (dois capacitores conectados por um indutor) de entrada e um regulador versátil (National Semiconductor, LM723) que atua de acordo com a configuração de seu circuito de realimentação externo. Para altas tensões, este regulador atua como um elemento flutuante sobre um transistor de passagem que atua como isolador. A flexibilidade do circuito permite que o utilizemos para controlar tensões positivas utilizando um transistor npn, ou tensões negativas utilizando o complementar pnp. Entretanto, o preço da flexibilidade é a necessidade de se utilizar uma fonte individual de 15 V flutuante para cada um dos reguladores, o que demanda pelo menos mais duas linhas de alimentação reguladas por dispositivos tipo LM7815 (National Semiconductor). As especificações alcançadas com esta fonte são apresentadas na Tabela 3.1. O ruído pico-pico foi estimado no sinal adquirido no osciloscópio (Fluke, modelo PM3380B).

Tabela 3.1: Especificações de sinal para a fonte regulada. Dados de ruído obtidos na saída do filtro pi e na saída do regulador obtidos pelo sinal do osciloscópio.

	Voltagem	Ruído p-p filtro Pi	Ruído p-p LM723
Positiva	80 – 120 V	2 mV	20 mV
Negativa	-80 – -120 V	2 mV	20 mV

O ruído pico-pico de 20 mV corresponde a um ruído RMS aproximado de 14 mV o que, por sua vez, implica em uma oscilação do atuador da ordem de 0.05 Å. Este é um valor superior à especificação de 0.01 Å [45], ainda desconsiderando o ruído considerável introduzido



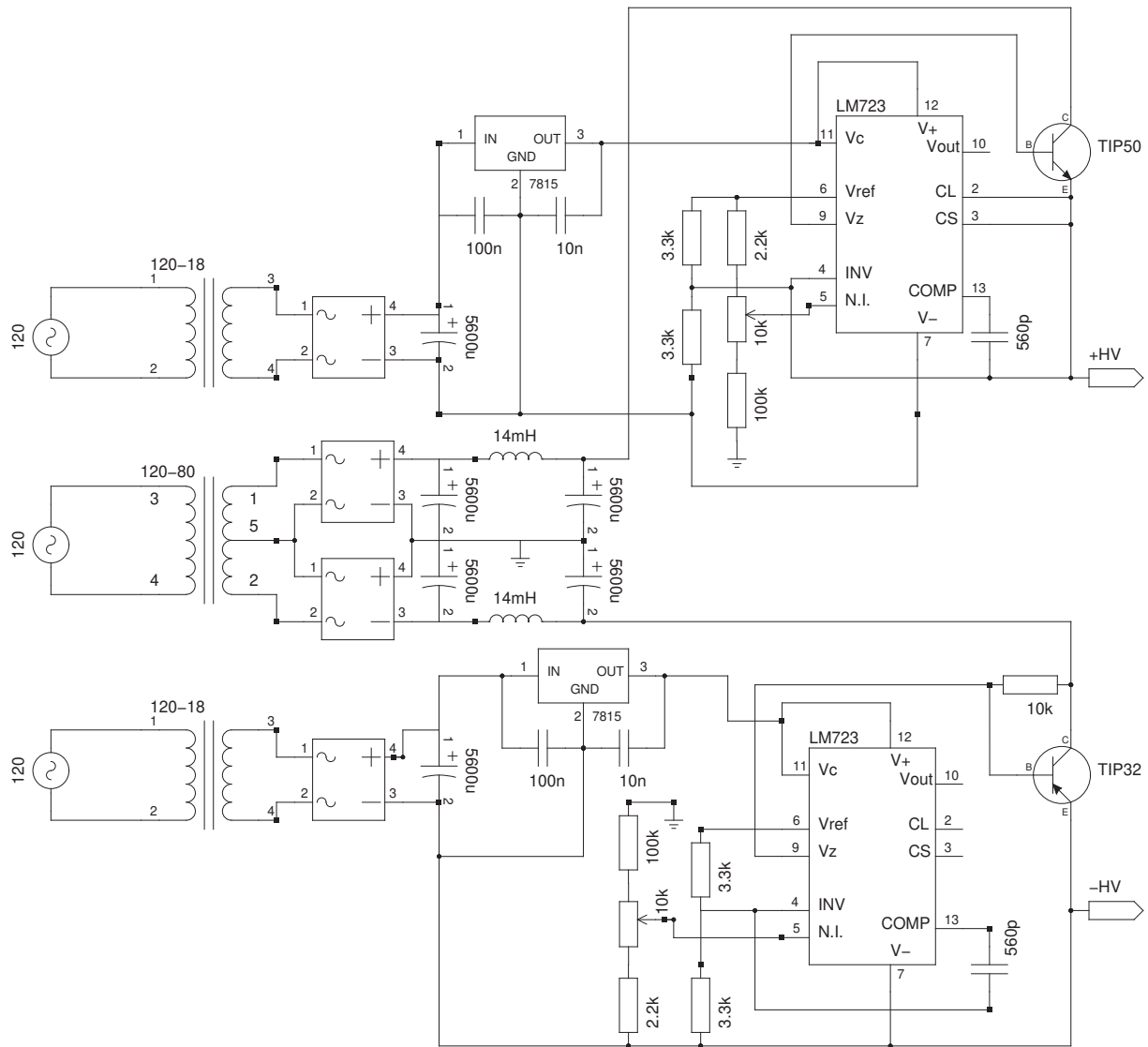


Figura 3.24: Fonte de alta tensão simétrica construída para a alimentação dos Drivers dos atuadores piezoelétricos

pele Driver. Portanto, a própria fonte de alimentação possui um nível de ruído superior à especificação inicial do projeto. Notamos ainda que o problema refere-se ao regulador e não ao filtro retificador (saída do filtro Pi - dois capacitores e um indutor) que fornece um nível de ruído pico-pico muito baixo (inferior ao limite de detecção do osciloscópio de 2 mV).

Concluimos portanto que este regulador não é adequado para uma aplicação com esta especificação de ruído. Entretanto, seu uso foi imposto pela inexistência de um substituto para a operação neste nível de tensão dentre as opções:

- Reguladores simétricos de três terminais (National Semiconductor, modelos LM317-LM337) - admitem tensão máxima de apenas  $\pm 40V$  sendo inadequados para este tipo de aplicação.

- Regulador de alta tensão (Texas Instruments, modelo TL783) - admitem tensão de +125 V mas não possuem simétrico complementar negativo
- Regulador chaveado - solução mais versátil, foi experimentada ao utilizarmos módulos de alta tensão (EMCO,Q05-12) como será apresentado em um dos projetos abaixo

Apesar do resultado inadequado, mantivemos o desenvolvimento dos Drivers considerando que a atuação de um loop de realimentação poderia compensar o ruído de alimentação.

### Driver Assimétrico

O Driver assimétrico (apenas tensões positivas) consiste em uma montagem inspirada em exemplos apresentados em livros de ensino de eletrônica [55], consistindo em uma fonte de alta tensão regulada por um operacional de baixa tensão. Desenvolvemos este projeto como forma de aprender a técnica envolvida no processo de construção de um dispositivo de alta tensão para depois, em uma segunda fase, sermos capazes de avançar para o projeto de um Driver simétrico.

O circuito, apresentado na Figura 3.25 é composto por uma sequência de três transistores (ST, modelo TIP50) regulados por um amplificador operacional de baixo ruído (Burr-Brown, modelo OPA177) como esquematizado na Figura 3.25. O operacional recebe um sinal de entrada no intervalo 0 – 5V em sua entrada inversora e regula a base do transistor *A* o qual atua sobre o transistor de passagem *B*. O transistor *A* isola os sistemas de baixa e alta tensão enquanto que o transistor *B* é o responsável pelo controle da corrente e pela definição da queda de tensão no sistema entre os resistores entre o coletor e a base. O transistor *C* atua como um limitador de corrente. A tensão no emissor do transistor *B* é aplicada ao atuador piezoelétrico e realimentada no operacional em sua entrada não-inversora através de um divisor resistivo que fornece o ganho do loop.

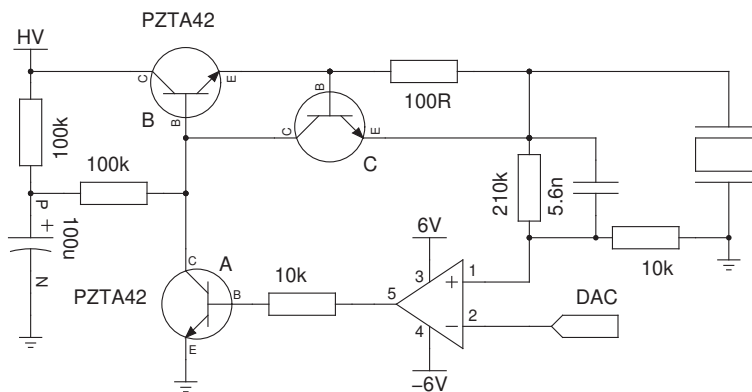


Figura 3.25: Driver do atuador piezoelétrico assimétrico

Este Driver simples é instável, pois apresenta oscilação espontânea. Este comportamento é justificado pelo fato de a realimentação ser realizada na entrada não-inversora, característica típica de projetos de osciladores. Notamos também a presença de dois laços de realimentação no mesmo circuito, o que pode levar a atrasos de fase combinados que geram a oscilação. Portanto, este projeto não apresentou-se adequado para ser utilizado como o Driver do atuador piezoelétrico para o STM.

### **Driver Simétrico**

O segundo projeto consiste em um circuito simétrico regulado por um amplificador operacional de baixa tensão como no caso anterior. A escolha do circuito simétrico foi motivada pela vantagem de se realizar a varredura em torno da condição de equilíbrio do piezo, o que implica que colinearidades que sejam função da deformação produzem artefatos de modo simétrico nas bordas da imagem.

O circuito, apresentado na Figura 3.26 foi inspirado em uma nota de aplicação [56, 57] e consiste em um circuito tipo push-pull adaptado para amplificar uma saída de tensão regulada por dois transistores e um divisor resistivo. Além disso, o uso de um laço de realimentação permite que o operacional atue como um amplificador inversor convencional. Este projeto foi bem sucedido com relação à linearidade da reta de tensão de saída mas com um problema grave que envolve a alimentação dos operacionais. O uso de um divisor resistivo como elemento de amplificação gera variações sensíveis da carga efetiva sobre os transistores do "Push-Pull" invertido. Este tipo de oscilação gera uma demanda por corrente que por sua vez sobrecarrega os resistores  $A$  e  $B$  de 330R. Isto além de provocar oscilações na alimentação do operacional, o que gera ruído de saída, pode também levar à destruição destes resistores em situações de grandes variações. Logicamente, este tipo de problema poderia ser resolvido com um estudo mais detalhado da rede de alimentação do circuito mas diante das dificuldades decidimos adotar uma solução que não envolvesse um laço de realimentação.

### **Driver Amplificador**

O terceiro Driver construído foi desenvolvido de modo a não possuir um laço de realimentação como nos casos anteriores. O intuito do projeto foi a construção de um elemento apenas amplificador, sem a necessidade de uma atuação na regulação das flutuações, uma abordagem mais simples que eliminaria a necessidade do operacional de baixa tensão no circuito. O projeto [58], apresentado na Figura 3.27, consiste em um transistor npn convencional (Fairchild, modelo PZTA42) em modo de realimentação pelo emissor, cuja base é controlada por um sinal de entrada de 0 – 5V isolado por um "Buffer" (isolador). No emissor, temos uma fonte de corrente que alimenta um diodo Zener que além de estabilizar



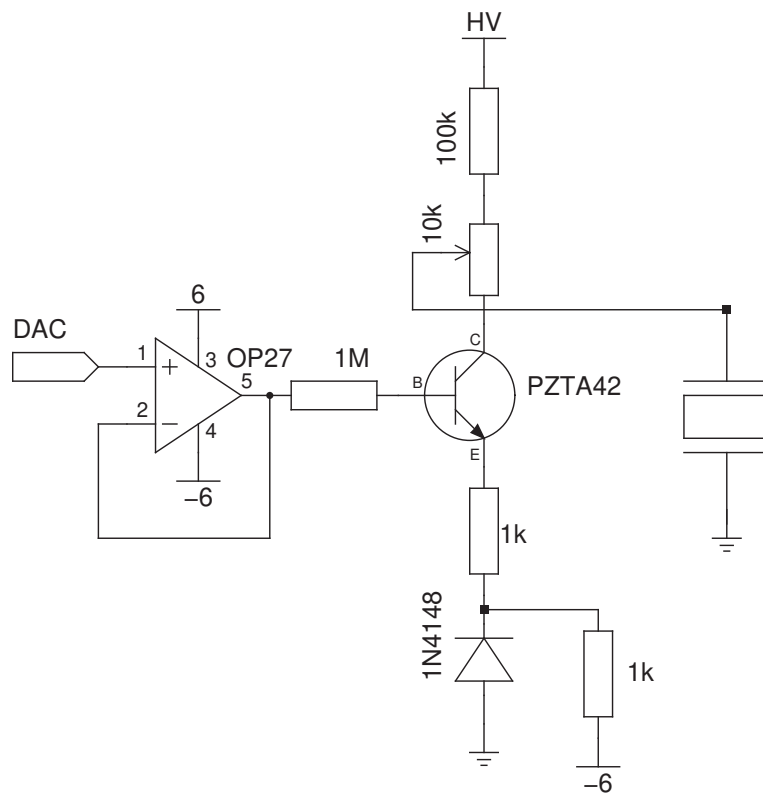


Figura 3.27: Driver do atuador piezoelétrico implementado com elementos discretos e sem laço de realimentação

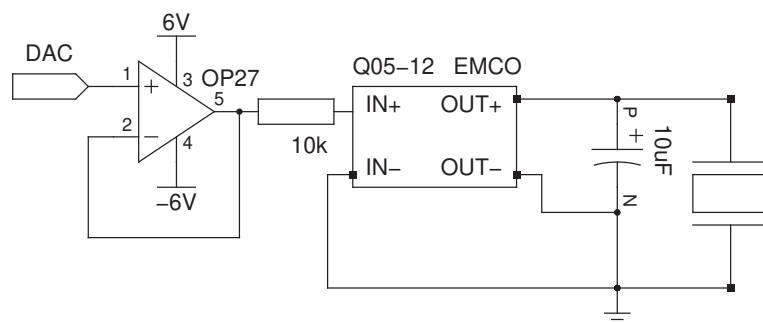


Figura 3.28: Fonte de alimentação de alta tensão construída utilizando um módulo chaveado EMCO alimentado por baterias

potência de saída do módulo incompatível com a especificação. Temos uma condição em que para uma alta demanda de tensão no Driver, a fonte torna-se não-linear apresentando uma queda de tensão significativa para valores extremos devido à alta exigência de potência.

### Driver de baixa tensão

A solução para a questão dos Drivers de alta tensão envolveu uma mudança de enfoque no projeto com a adoção do Tripod  $d_{31}$ , o qual permite que exploremos as possibilidades

geométricas (relação comprimento / espessura) de modo a operarmos com tensões menores. De fato, com uma tensão máxima de operação de 36 V, este Driver pode ser capaz de deslocar o Tripod com 15.3mm de comprimento e 1mm de espessura por uma distância de 100 nm, um comprimento compatível com a operação do microscópio. Além disto, este intervalo permite a adoção de uma fonte de tensão regulada por baterias de 12V, o que elimina do projeto a necessidade do uso da linha de tensão do laboratório que não possui um regime regular e especificação de ruído confiável.

O Driver construído é apresentado na Figura 3.29. Consiste em dois amplificadores operacionais: o primeiro atua no isolamento do sinal de entrada (gerado por um conversor DAC de baixa potência) enquanto que o segundo atua na simetrização e amplificação. A simetrização é obtida a partir da adição de uma referência de 2.5 V ‘a entrada não-inversora, sendo necessária devido ao fato de o sinal de entrada ser assimétrico (0 – 5 V).

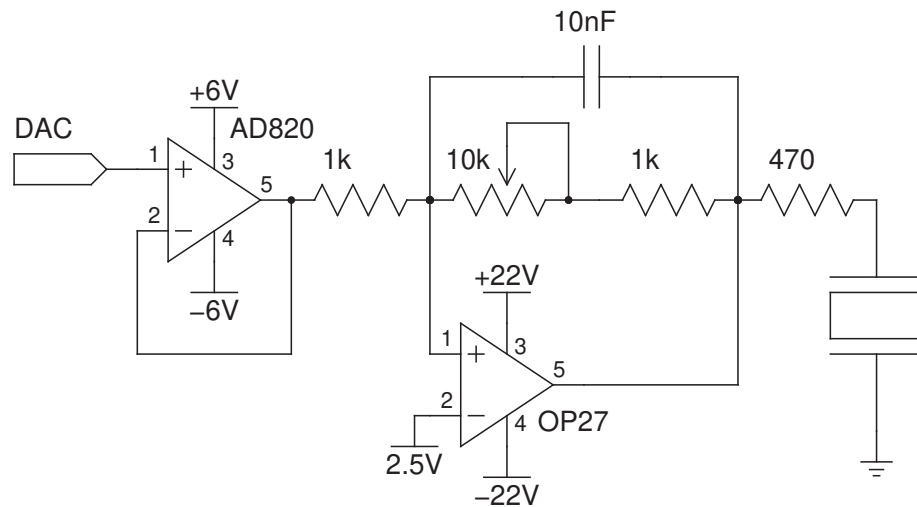


Figura 3.29: Driver de baixa tensão construído utilizando-se amplificadores operacionais convencionais. A variação de tensão de 35 V é suficiente para permitir excursões da ordem de 100 nm nos atuadores piezoelétricos

Utilizamos como buffer um amplificador com entrada de FET (Analog Devices, modelo AD820) que atua de forma efetiva no isolamento e proteção do gerador do sinal de entrada. O segundo estágio utiliza um amplificador operacional convencional de baixo ruído (Analog Devices, modelo OP27) O ganho em tensão é regulado por um resistor variável ajustado para um valor em torno de 7, o que combinado a um capacitor de filtro de  $10nF$  fornece uma largura de banda em torno de 2.2kHz.

Um projeto semelhante foi utilizado para o Driver do bias, o qual é esquematizado na Figura 3.30.

O circuito fornece um bias positivo na faixa 0 – 5V, controlada por uma das saídas do DAC. A estabilidade do circuito e o isolamento da saída do DAC garantem a estabilidade

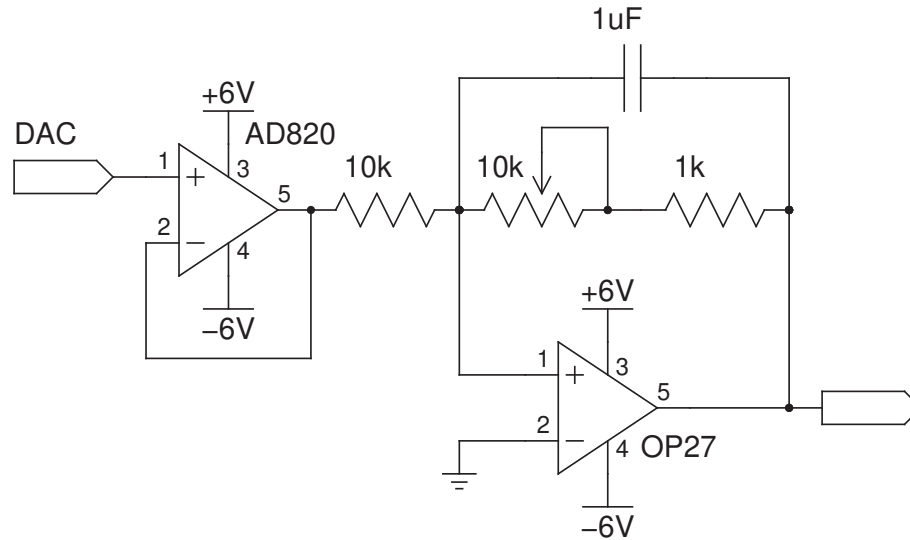


Figura 3.30: Driver de baixa tensão para o controle da tensão de bias. O circuito atua opera com tensão máxima de saída de  $\pm 5V$ .

do sinal contra variações de carga devido à variação da distância ponta-amostra.

### Fonte de alimentação com baterias

O uso de baterias, apesar de questionável devido às limitações de tensão máxima e potência impostas, pode ser encarado como um ponto positivo em situações onde necessitamos de um sinal limpo e estável e onde a linha de alimentação apresenta comportamento transiente instável. Além disso, o prédio carece de um terra individual de instrumentação que poderia estabelecer uma referência confiável para o sistema. Diante disto, a implementação de um sistema de baterias pode ser justificado como uma opção de baixo custo e alta robustez. Apresentamos portanto o sistema construído na Figura 3.31.

A fonte consiste em quatro baterias de 12 V e 12Ah de carga montadas em dois conjuntos de 24 V. A referência do sistema é posicionada entre os dois conjuntos de modo que um fornece tensão positiva e o outra tensão negativa. A partir das duas baterias inferiores de 12 V geramos tensões reguladas de  $\pm 6V$  (ST Electronics, modelo LM7806 para + 6 V e LM7906 para -6V). Com os dois pares geramos tensões de  $\pm 24V$  reguladas por dispositivos de saída variável (National Semiconductor, modelo LM317 para + 22 V e LM337 para -22V). Neste caso, as tensões são reguladas por uma rede resistiva externa que amostra a tensão de saída no terminal de ajuste do componente. Um aspecto importante que deve ser levado em conta em todos os reguladores é a necessidade do uso de capacitores de derivação (100 nF e 1  $\mu F$ ) tanto nas entradas como nas saídas dos reguladores. No caso do LM337, mesmo com estes capacitores observamos oscilação da ordem de mV corrigida com a introdução de um capacitor eletrolítico de 10 $\mu F$  extra.

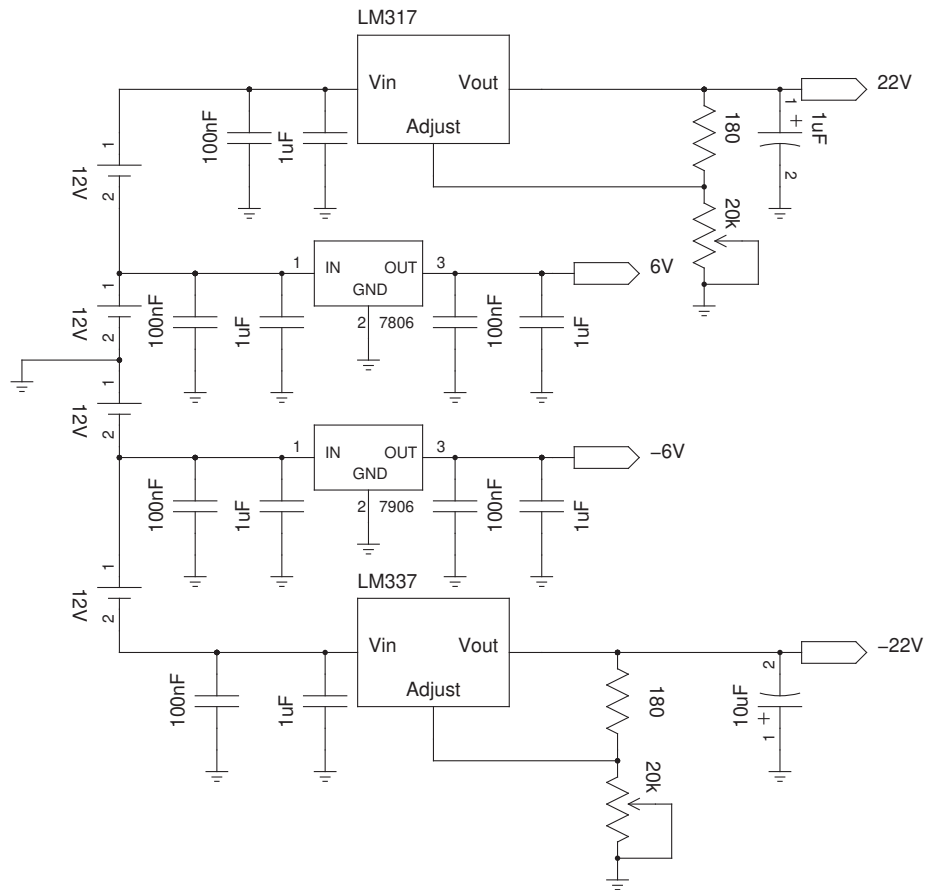


Figura 3.31: Circuito de fonte de tensão para o circuito analógico com quatro saídas de alimentação:  $\pm 6V$  e  $\pm 22V$ .

### 3.5.3 Conversor Corrente-Tensão

O conversor corrente-tensão ou pré-amplificador de corrente, consiste no dispositivo responsável pela conversão do sinal de corrente de tunelamento medida na junção ponta amostra em um sinal de voltagem com amplitude suficiente para ser transmitido e processado sem perdas. O circuito, engenhosamente simples, é composto por um amplificador operacional em configuração inversora e uma resistência de realimentação com valor entre  $10M\Omega$  e  $10G\Omega$ . De fato, a conversão corrente-tensão a princípio poderia ser realizada apenas no resistor através da aplicação da lei de Ohm. O uso do amplificador operacional deve-se à necessidade de se garantir uma fonte de tensão estável para que o processo não sofra a influência de efeitos de carga.

Uma análise inicial poderia induzir-nos a considerar que a melhor solução para a construção do conversor seria o uso de resistências cada vez maiores que permitissem acessarmos correntes menores e a trabalhar com a ponta a uma distância cada vez maior da amostra. De fato, o conversor ideal não possui perda de largura de banda devido ao ganho uma vez



que o ganho de transimpedância não representa um ganho real de tensão. A queda do ganho com a frequência ("roll-off"), observado neste tipo de amplificador, não se deve portanto à limitação do produto ganho-largura de banda (GBW) devido ao uso de altos resistores, mas pela existência de um pólo devido à capacitância de stray do resistor de ganho. Portanto, necessitamos de um maior ganho mas este implica em uma maior limitação na constante de tempo do filtro composto pelo resistor e sua própria capacitância. Além disso, se considerarmos que o ruído devido à resistência  $R$  possui uma densidade espectral igual a  $\sqrt{4KTR}$ , sendo  $T$  a temperatura e  $K$  a constante de Boltzmann, temos que o aumento de seu valor implica no aumento do ruído. Um outro fato relevante é a ocorrência do fenômeno de oscilações [59, 60] devido ao efeito sobre a fase da limitação de largura de banda imposta pela capacitância de "stray" do resistor de ganho. Desvios de fase da ordem de  $180^\circ$  geram um efeito de realimentação positiva no sinal de saída, implicando em instabilidade e ruído com amplitude comparável ao sinal mesmo para frequências acima da largura de banda do filtro.

A solução para a questão da limitação da largura de banda requer o uso de um capacitor em paralelo com o resistor de ganho de modo a se introduzir um pólo dominante na função de transferência que limite a atuação da capacitância de "stray" através do controle do deslocamento de fase. Uma outra solução é a introdução de um segundo estágio que divida o ganho com o primeiro. Desta forma podemos diminuir a resistência no primeiro estágio ampliando a largura de banda [61, 59]. Lembramos que este tipo de efeito é característico da topologia do conversor corrente-tensão, não afetando um segundo estágio inversor. As soluções adotadas para cada um dos projetos desenvolvidos ( ganhos de 100M e 1G ), são apresentados na Figura 3.32.

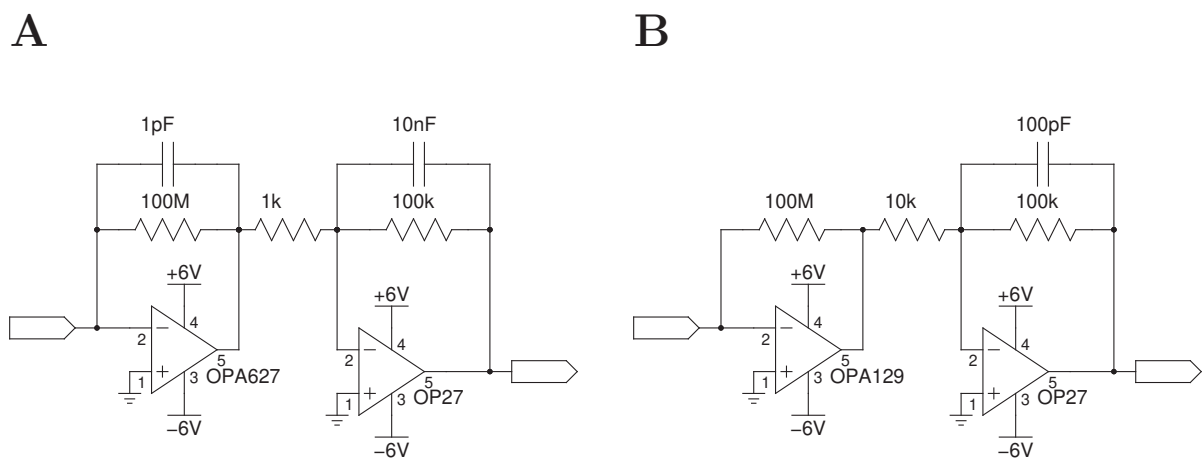


Figura 3.32: A) conversor corrente-tensão com ganho total de 100 M; B) conversor corrente-tensão com ganho total de 1 G

O conversor com ganho de 100M foi construído utilizando-se o OPA627 (Burr-Brown), um operacional com alto produto GBW (16 MHz), baixo ruído de entrada ( $0.6 \mu V$  p-p) e

corrente de bias da ordem de 1 pA. Utilizamos um resistor de 10 M $\Omega$  com tolerância de 1% e um capacitor cerâmico de 1 pF no loop de realimentação. O uso do capacitor cerâmico, apesar de a princípio temerário devido ao seu pobre rendimento com relação à corrente de fuga, não representou problemas para o sinal. Seu uso é necessário como forma de estabilizar o sinal contra ruídos de alta-frequência e devido ao fato de o conversor corrente-tensão possuir sua entrada aberta (não possui um resistor de entrada como no caso do amplificador inversor). Este tipo de topologia implica em uma forte dependência da fase do sinal com a capacitância de "stray" do resistor de ganho, o que pode gerar instabilidades. Neste caso, a adição do capacitor visa a estabelecer um pólo dominante que fixa a largura de banda do circuito.

O segundo estágio utiliza um operacional convencional de baixo ruído tipo OP27 (Analog Devices) em configuração inversora com ganho de 10. Neste caso, a configuração inversora é desejável visto que o sinal invertido gerado no primeiro estágio deve ser novamente invertido para um valor positivo compatível com o ADC que opera entre 0 e 5V. O uso de um capacitor de 10 nF em paralelo com a resistência de realimentação compõe um filtro passa-baixa com frequência crítica em 1.5 KHz, o que é relevante na diminuição do ruído de alta frequência pela limitação da banda passante. Uma segunda limitação opcional utilizando um filtro Sallen-Key com frequência crítica entre 100 Hz e 1KHz pode ser adicionada após este estágio em caso de necessidade de um maior "roll-off" do filtro composto.

O conversor com ganho de 1 G foi construído utilizando-se o OPA129 (Burr-Brown), um operacional com ganho GBW de 1 MHz, ruído de entrada de 4  $\mu$ V p-p mas baixa corrente de bias da ordem de 30fA, o que o torna apropriado para a construção de um eletrômetro. Utilizamos um resistor de 100M $\Omega$  SMD com tolerância de 1% e baixa capacitância. Não utilizamos capacitor em paralelo uma vez que mesmo capacitores de 1pF implicaram em limitações severas na largura de banda em valores abaixo de 1kHz e não foram eficazes na compensação da capacitância de "stray" na entrada do operacional. O segundo estágio utiliza um operacional convencional de baixo ruído (Analog Devices, modelo OP27) com ganho de 10 e com um capacitor de 100 pF em paralelo com a resistência de realimentação compondo um filtro com frequência crítica em 1.5kHz, mesmo valor utilizado no circuito anterior. Apesar de fornecer um fator de 1nA/V, muito confortável para operações com resolução atômica, este conversor mostrou-se muito instável na maior parte das tentativas e extremamente dependente das condições da ponta e da amostra devido à amplificação de sinais espúrios. Isto limitou sua utilização no sistema durante sua implementação, sendo preterido em favor do circuito mais estável de 100M $\Omega$ . Devemos considerar que este circuito é o mais adequado para operação em condições de UHV onde ocorrem menos flutuações de sinal na superfície.

### 3.5.4 Projeto Digital

O surgimento de dispositivos digitais de baixo custo e alto poder de processamento como o microcontrolados possibilitou a incorporação de diversos blocos funcionais eletrônicos como rotinas computacionais. Esta mudança de perfil do equipamento é de grande importância visto que permite um nível de flexibilidade no projeto impossível de ser alcançado utilizando-se apenas componentes analógicos. De fato, o uso de recursos DSP ("Digital Signal Processing"- rotinas numéricas para o tratamento de sinais analógicos muito utilizadas no processamento de sinais de áudio) permite o acesso a rotinas de ponto flutuante que, utilizadas para o projeto de componentes virtuais, reproduzem fielmente o comportamento de suas contrapartes analógicas incluindo filtros, rampas de tensão e o próprio controle. Mais ainda, o uso do microcontrolador permite que o sistema seja autônomo, sem a necessidade de processamento adicional no computador, o que permite uma melhor performance no tempo e maior robustez do sistema. Apresentaremos abaixo o projeto da placa digital que recebe o microcontrolador que realiza o controle embarcado do STM e adiante descreveremos as principais funções implementadas.

#### Circuito Digital

O centro do projeto digital é o microcontrolador DSP de 16 bits (Microchip, dsPIC30F2010), escolhido devido ao seu suporte às operações de ponto flutuante e aos seus vários recursos DSP, úteis no processamento das séries temporais. Em torno do microcontrolador, implementamos três blocos funcionais distintos:

- 1-interface analógico-digital
- 2-controle do picomotor
- 3-comunicação com o computador

os quais serão discutidos separadamente adiante. Apresentamos na Figura 3.33 o projeto total do circuito digital e nas figuras 3.34, 3.35 e 3.36 as partes detalhadas do circuito.

#### Alimentação

A alimentação de 5V é fornecida por um circuito independente com bateria de 12V própria de forma a não contaminar a alimentação do sinal analógico com a oscilação de alta frequência característica de circuitos digitais. O circuito digital possui um terra próprio, conectada à referência analógica somente no terra estrela, um ponto de baixa impedância que recebe as conexões de terra de todas as placas e caixas do equipamento. Este tipo de

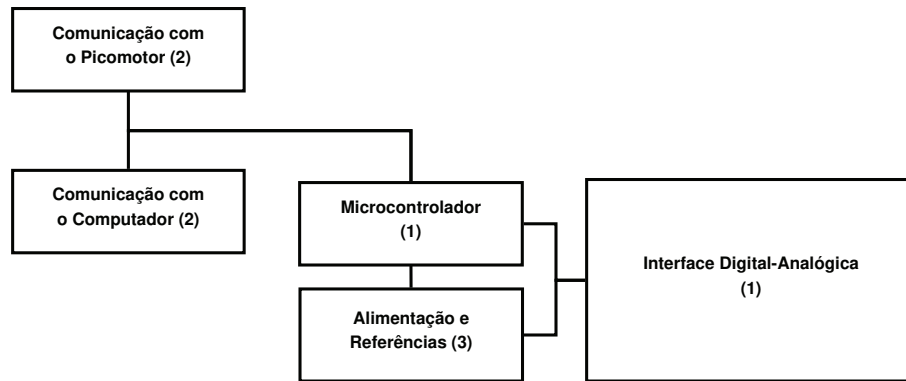


Figura 3.33: Esquema do circuito digital apresentado os blocos funcionais: microcontrolador, interface digital-analógica, comunicação com o computador, comunicação com o picomotor, alimentação e referências. Os números entre parênteses indicam o desenho de detalhamento do bloco.

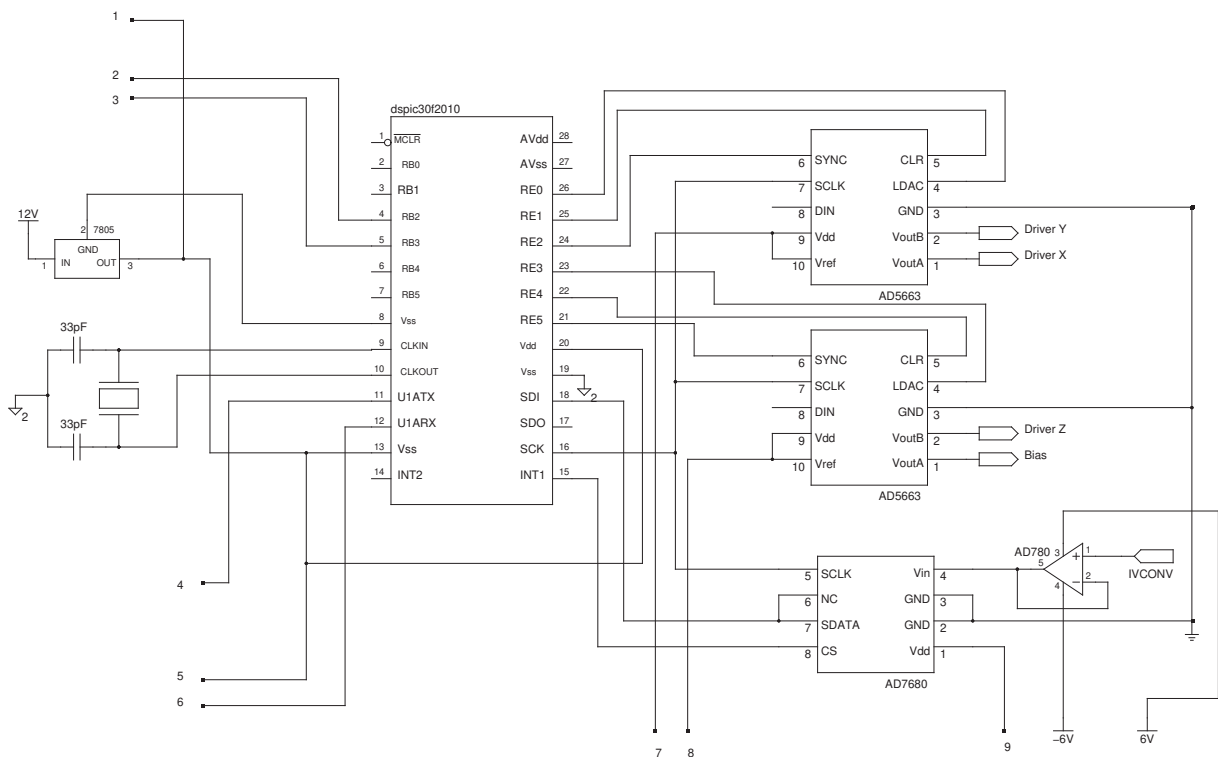


Figura 3.34: Desenho 1 do circuito digital - Microncontrolador, interface digital-analógica.

precaução é essencial se levarmos em conta as especificações de ruído para a medida do sinal de tunelamento. Do mesmo modo, os dois DACs e o ADC possuem alimentação individual através de uma bateria de 12V regulada em 6V (ST Microelectronics, LM7806). Esta bateria alimenta 3 dispositivos de referência de 5V (Analog Devices, modelo REF195) os quais, atuam também como alimentação dos dispositivos da interface, o que garante a estabilidade e o baixo nível de ruído do sinal.



## Interface Digital-Analógica

A interface digital-analógica é a responsável pela atuação do controlador sobre os Drivers, geração da tensão de bias e pela aquisição do sinal de corrente. O circuito deve operar de forma estável entre duas referências (terra digital e terra analógico), evitando a contaminação do sinal analógico com a componente digital. Isto requer um projeto físico de placa capaz de isolar fisicamente os dois blocos, minimizando a interferência eletromagnética.

Os dois conversores duais digital-analógico de 16 bits (Analog Devices, modelo AD5663) são os responsáveis pela geração do sinal de controle no piezo  $z$ , dos sinais de varredura  $x$  e  $y$  e do sinal de bias. Possui uma tensão de saída assimétrica de  $0 - 5V$  e, portanto, um LSB de  $7.6 \times 10^{-5}V$ . O settling time de  $7\mu s$  é da ordem do controlador, o que elimina retardo na definição da tensão de saída. A densidade de ruído espectral de  $120nV/\sqrt{Hz}$  em torno de 1kHz corresponde a um ruído de saída de  $840nV/\sqrt{Hz}$  que corresponde a um deslocamento de  $2 \times 10^{-5}\text{Å}$ , muito inferior ao limite de  $0.01\text{Å}$  no eixo  $z$  para resolução atômica. O envio de instruções é realizado através de comunicação serial síncrona utilizando o protocolo SPI de três vias, o que permite o controle de ambos os DACs utilizando-se um único canal.

O conversor analógico-digital tipo SAR (aproximações sucessivas) de 16 bits (Analog Devices, modelo AD7680) possui a função de digitalizar o sinal de tunelamento convertido em tensão pelo pré-amplificador. O sinal de entrada é assimétrico com valores entre  $0 - 5V$  e o LSB corresponde a  $7.6 \times 10^{-5}V$ . O conversor possui taxa de conversão de 100kSPS ("kilosamples per second") ou uma atualização do valor de tensão medido a cada  $10\mu s$ , valor compatível com o "clock" do controlador e muito superior à taxa de Nyquist de 3kHz. O acesso ao valor convertido é realizado através de comunicação serial síncrona, utilizando o protocolo SPI de três vias.

## Comunicação com o computador

A transferência de comandos e sinais processados entre o microcontrolador e o computador é realizada através uma conexão serial assíncrona a partir das portas Tx e Rx do microcontrolador. Apesar de possuir taxa de transmissão máxima de 115200 símbolos/s, um valor baixo se comparado à taxa de 2M para a porta USB, este protocolo é compatível com a taxa de varredura máxima prevista para o protótipo de 0.1 linha/s, que corresponde a 20480 caracteres/s. Desta forma, sob a pena de adicionarmos dificuldades desnecessárias ao projeto, decidimos adotar a porta serial nativa do dsPIC como padrão de transmissão do microscópio. Os parâmetros de comunicação utilizados são apresentados na Tabela 3.2

A transmissão serial entre o controlador e o computador não pode ser realizada de modo direto uma vez que o sinal gerado no controlador é do tipo TTL e o sinal recebido na entrada serial do computador deve ser do tipo RS232. A conversão entre estas duas categorias é rea-

Tabela 3.2: Parâmetros do protocolo serial utilizado.

Baud	115200
Data Bits	8
Stop Bits	1
Parity	None
Handshake	None

lizada pelo MAX232, um componente com alimentação assimétrica (5V) capaz de converter o sinal de entrada com pico de 3.3V (TTL) em uma saída de  $\pm 12V$  (RS232) utilizando de modo engenhoso os picos de carga de quatro capacitores eletrolíticos de  $1\mu F$ . Outra questão elétrica relacionada ao uso da porta serial é a da flutuação do ponto de terra. De fato, o uso da porta serial requer o compartilhamento de três fios: envio, recepção e terra, o que implica em um compartilhamento dos terras do emissor. Logo, nesta condição, temos uma contaminação do terra digital com sinal de alta frequência (MHz) originado do retorno de alta potência da fonte do computador. Devemos, portanto, isolar os dois sistemas através do uso de desacopladores óticos, pares diodo emissor e foto-transistor receptor que transmitem o sinal digital via pulsos óticos que podem ser interpretados como sinais altos sem o uso de um terra comum. O modelo utilizado (Vishay, modelo SFH636) foi escolhido devido à sua capacidade de transmitir sinais com Baud rate 115200 o que é inviável para desacopladores simples comumente utilizados para aplicações de porta serial (Texas Instruments, modelo 4N25).

O circuito serial mostrou-se adequado para o projeto proposto mas consiste em uma das principais limitações na velocidade de operação do microscópio. Como não implementamos nenhum tipo de sistema de memória embarcada, os dados devem ser transmitidos imediatamente após adquiridos. Como as operações no microcontrolador são realizadas de modo serial, temos que o envio implica em um tempo de espera até que o Buffer interno da porta seja esvaziado. Este tipo de restrição acarreta na diminuição da eficiência de varredura e resposta do controle quando o sistema é exigido em altas frequências. Estimamos em 2ms/linha para o tempo mínimo de varredura, o que representa um fator 10 sobre a frequência característica do Tripod. Portanto, ainda possuímos uma larga margem para futuros desenvolvimentos no sentido de tornar a comunicação entre o controlador e o computador mais eficiente. Discutiremos propostas para uma nova implementação no Capítulo 5.

## Controle do Picomotor

O Driver do Picomotor também é acessado via porta serial, sendo que o controle do passo é realizado utilizando-se instruções específicas do fabricante. De forma a não sobrecarregar

o único canal de comunicação do microcontrolador DSP, adicionamos um segundo microcontrolador (Microchip, PIC16F628A) ao circuito com a única função de interfacear o sistema de controle com o Picomotor. Realizamos a comunicação entre os dois controladores através da mudança de nível em duas portas lógicas, uma indicando avanço e a outra retorno. Da mesma forma que no caso da comunicação com o computador, o sinal deve ser convertido de TTL para RS232, o que requer o uso de um segundo conversor MAX232 e de um acoplador óptico para isolar os terras. O controlador neste caso, é alimentado por uma saída de 5V gerado no próprio Driver.

### 3.5.5 Algoritmos Embarcados

O uso do microcontrolador DSP fornece um alto grau de flexibilidade do projeto, o qual não seria possível se o sistema fosse implementado com elementos analógicos. De fato, a maior parte dos blocos analógicos para o processamento de sinais podem ser implementados como algoritmos embarcados [64]. Isto permite-nos, por exemplo, adicionar ou retirar filtros ou alterar ganhos no algoritmo de controle sem que haja qualquer alteração de hardware no caminho do sinal. Isto é um fato importante, visto que permite-nos selecionar no sinal bruto recebido no conversor ADC, o que pode ser considerado como sinal útil. Devemos ressaltar que a arquitetura DSP permite o uso de rotinas de ponto flutuante para os cálculos utilizando suporte para notação complemento para dois que converte os 65536 pontos em um decimal em -1 e 1. Este fato é importante visto que permite uma identificação imediata entre o código e o bloco analógico correspondente.

Descrevemos abaixo os principais algoritmos desenvolvidos de forma a reproduzirem suas contrapartes analógicas. Devemos recordar que o código Assembly embarcado possui em torno de 5000 linhas e que, portanto, podemos considerar que uma parte considerável da eletrônica do STM encontra-se embutida neste algoritmo.

#### Algoritmo de Varredura

O algoritmo de varredura atua sobre os atuadores horizontais sob a forma de duas rampas: uma rampa rápida (x) e uma lenta (y). As duas rampas são sincronizadas sendo que um passo no eixo y é dado ao término de uma rampa completa de ida e volta no eixo x. A cada passo no eixo x adquirimos o sinal de tunelamento. Ao término, a imagem é construída a partir das coordenadas x e y e do sinal de corrente em cada ponto como matrizes de  $128 \times 128$  ou  $256 \times 256$  pixels. Ao longo do processo de elaboração do código, implementamos dois tipos de algoritmo:

- 1 - Circuito de avanço discreto em que a posição é atualizada em passos variáveis e



não de modo contínuo como no caso anterior.

- 2 - Simulação de um circuito analógico com um avanço próximo do contínuo (utilizando o menor intervalo de passo do DAC) e aquisição em intervalos regulares de tempo

As curvas de tensão com o tempo para um ciclo do eixo x são apresentadas na Figura 3.37. Apesar de consistir em um algoritmo menos elaborado, adotamos como padrão o primeiro tipo de varredura uma vez que o ganho em contraste da imagem utilizando o algoritmo contínuo foi negligenciável. O primeiro código, mais simples, permite varreduras mais rápidas, o que consiste em um fator mais importante para a estabilidade do piezo do que o uso de um avanço contínuo.

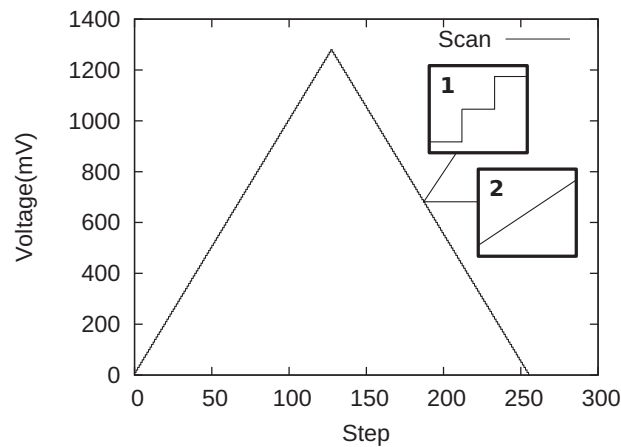


Figura 3.37: Algoritmos de Varredura: 1 - rampa com passos discretos; 2 - rampa contínua.

O tempo de varredura mínimo é determinado pela soma dos tempos do algoritmo de controle ( $28\mu\text{s}$ ), do tempo de transmissão de um pixel ( $87\mu\text{s}$  considerando um Baud de 115200) e do tempo do passo no algoritmo de varredura ( $86\mu\text{s}$ ). Para uma imagem de  $128 \times 128$ , o tempo total é de 25ms por linha, sendo que este período é utilizado apenas como valor de referência (usualmente utilizamos tempos de varredura da ordem de 0.1s por linha). Notamos portanto o peso do tempo de transmissão para a eficiência do tempo de varredura. De fato, a opção da Porta Serial é justificada devido à sua simplicidade mas representa um grande limitador da performance do sistema. Discutiremos este atraso devido à transmissão de dados no Capítulo 5.

### Algoritmo de Controle

O STM, desenvolvido em 1982 [4], possuía tanto aquisição como controle analógicos. Para a aquisição utilizaram-se fotos de osciloscópio ou plotters e, para o controle, utilizou-se um circuito Proporcional-Integral (PI) analógico [65], o qual é muito eficiente, robusto e

estável. Entretanto, a crescente disponibilidade de memória digital possibilitou não apenas a aquisição digital do sinal, como também da própria conversão de partes do circuito em dispositivos virtuais, implementados via algoritmo.

A primeira implementação de controle digital [66] utilizou uma abordagem tipo busca sistemática onde o sinal é constantemente comparado com o valor de referência ("setpoint") e a resposta é aumentada ou diminuída de uma unidade dependendo do sinal da comparação com o valor de referência. Apesar de robusta, esta abordagem é pouco eficiente se comparada a um controle PI com relação ao número de passos necessários para estabilização. De fato, esta última tornou-se um padrão para a microscopia de ponta devido à sua implementação simples [67] e ao fato de poder ser analisada utilizando-se métodos padrões da teoria de controle.

A forma básica de um algoritmo tipo PI como função do tempo [68, 69] é dada pela expressão:

$$z(t) = k_p e(t) + k_i \left( \int_0^t e(t) dt \right) \quad (3.5)$$

sendo  $e(t)$  o sinal de erro no instante  $t$ ,  $z(t)$  a posição do piezo,  $k_p$  a constante proporcional e  $k_i$  a constante integral. Formalmente estas duas são definidas em termos de um ganho global  $k$  que define um fator de escala e o tempo característico de integração  $T_i$ . Neste caso temos portanto a constante proporcional  $k_p = k$  e a constante integral  $k_i = k/T_i$ . Esta definição é importante visto que define o vínculo do algoritmo digital com a versão analógica do controle.

A implementação computacional do PI é dada a partir da seguinte expressão:

$$z_t = k_p e_t + k_i S_t \quad (3.6)$$

sendo  $S_t = S_{t-1} + e_t$ . Temos portanto que o termo proporcional responde diretamente ao sinal de erro atual enquanto que o termo integral consiste em um acumulador de sinais de erro multiplicado pela constante  $k_i$ .

Este algoritmo possui período de  $28\mu s$  (100 instruções com  $0.27\mu s$  cada), ou uma frequência de 36kHz. Consideremos que a largura de banda do sinal, limitada pelo conversor corrente-tensão em 1.2kHz. Pelo critério de Nyquist [64], a frequência mínima de amostragem do sinal deve ser o dobro do valor de sua largura de banda, portanto 2.4kHz, o que é 15 vezes inferior à frequência do controle. Portanto, temos que o sinal é corretamente amostrado na condição de operação deste algoritmo.

Apresentaremos o controlador PI de modo mais detalhado e discutiremos sua estabilidade na seção 3.6

## Conversão logarítmica

O sinal de tunelamento adquirido possui dependência exponencial com a distância entre ponta e amostra, o que pode gerar instabilidades no controle visto que formalmente, o algoritmo PI prevê um sinal de entrada linear. Deste modo, é necessário que o sinal seja linearizado através da aplicação de uma função log, no caso  $\ln(1+x)$ . O algoritmo implementado parte da expansão desta função:

$$\ln(1+x) = x - \frac{x^2}{2} + \frac{x^3}{3} - \frac{x^4}{4} \quad (3.7)$$

O gráfico do sinal convertido para uma entrada entre 0 e 65536 (16 bits) é apresentado na Figura 3.38. Notamos que a função não reproduz exatamente uma curva log. Entretanto,

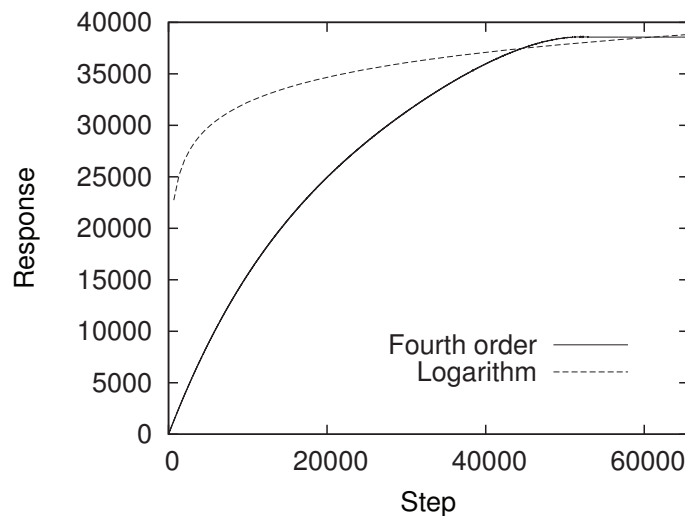


Figura 3.38: Função logaritmo implementada. Entrada e saída em escalas de 16 bits

se considerarmos que esta função é chamada em conjunto com o controle, uma expansão superior à quarta ordem seria computacionalmente muito custosa e limitaria em demasia a largura de banda da resposta. Além disso, o objetivo da aplicação desta função é suavizar o sinal exponencial de modo que este seja adequado para o controle PI em todo o intervalo de operação da melhor forma possível sem atrasar em demasia o tempo de atuação do controle, que é o fator mais importante neste processo.

## Algoritmo de Aproximação

O algoritmo de aproximação tem por função garantir que a ponta entre em regime de tunelamento em uma distância da ordem de  $\text{\AA}$  da amostra de modo seguro e sem colisões saindo de uma separação ponta-amostra da ordem de mm. O algoritmo consiste em uma

rampa de tensão aplicada sobre o piezo z que conduz a ponta até a excursão máxima permitida pelo Driver. Para cada passo da rampa, o sinal é medido. Caso não haja sinal no decorrer da expansão do piezo, um passo de picomotor é ordenado pelo controlador ao Driver do picomotor. O processo se reinicia até que o sinal seja medido e que o sistema entre em regime.

## Filtros Passa-Baixa e Passa-Alta

A implementação de filtros consiste em uma das principais aplicações dos dispositivos tipo DSP, principalmente em sistemas de áudio. A implementação de um filtro é uma tarefa simples que envolve apenas um algoritmo recursivo. Este tipo de filtro da classe IIR (Infinite Impulse Response - filtros com resposta diferente de zero por um período infinito de tempo. Ex. Filtro RC analógico com seu decaimento exponencial caracterizado por uma constante de tempo) é um dos mais aplicados em sistemas embarcados devido à sua simplicidade e ao fato de reproduzir fielmente o resultado esperado de sua contraparte analógica, o filtro RC. A implementação do filtro envolve uma expressão recursiva [64]:

$$y[n] = a_0x[n] + a_1x[n - 1] + \dots + b_1y[n - 1] + b_2y[n - 2] + \dots \quad (3.8)$$

Para um filtro de primeira ordem (pólo simples) temos dois coeficientes:

$$a_0 = 1 - x \quad (3.9)$$

$$b_1 = x \quad (3.10)$$

sendo  $x$  um parâmetro entre 0 e 1 que pode ser obtido a partir da constante de tempo  $d$ :

$$x = e^{-1/d} \quad (3.11)$$

que representa o número de amostragens para que o filtro decaia de 36.8%. Portanto quanto menor o número de amostragens para que o sistema decaia, maior o valor de  $x$ .

Da mesma forma, o filtro passa-alta pode ser implementado utilizando a mesma forma recursiva com a diferença de que utilizamos uma constante  $a$  mais:

$$a_0 = (1 + x)/2 \quad (3.12)$$

$$a_1 = -(1 + x)/2 \quad (3.13)$$

$$b_1 = x \quad (3.14)$$

Observamos portanto que utilizando um único método podemos implementar de modo efi-

ciente filtros passa-baixa e passa-alta. Esta facilidade de implementação é um exemplo da versatilidade do método DSP.

### 3.6 Projeto de Controle

Um regime estável de tunelamento requer que a distância ponta-amostra seja mantida constante em torno de 1nm com oscilação atômica da ordem de 1Å. O controle do sinal adquirido de modo a manter a corrente constante deve ser executado continuamente por um loop de realimentação que envolve todo o instrumento. O processo ocorre através da comparação, em cada passo de aquisição, do sinal medido ( $I_t$  convertido em  $V_1$ ) com um valor de referência ( $V_{sp}$ ), o que gera um sinal de erro ( $V_2$ ). Este é processado por um algoritmo com capacidade de responder (sinal  $V_3$ ) com pesos diferentes tanto para o erro imediato quanto para o histórico dos erros. Este é o chamado algoritmo PI, que consiste em uma forma robusta e simples de se implementar um sistema de controle. Desenvolvemos nesta seção um modelo analítico deste sistema [70, 71, 72] que irá nos auxiliar na definição dos parâmetros, uma escolha crítica tanto para a estabilidade do sistema quanto para a qualidade da imagem.

#### 3.6.1 Modelo

Consideremos um modelo de STM como o apresentado na Figura 3.39. Seguindo o

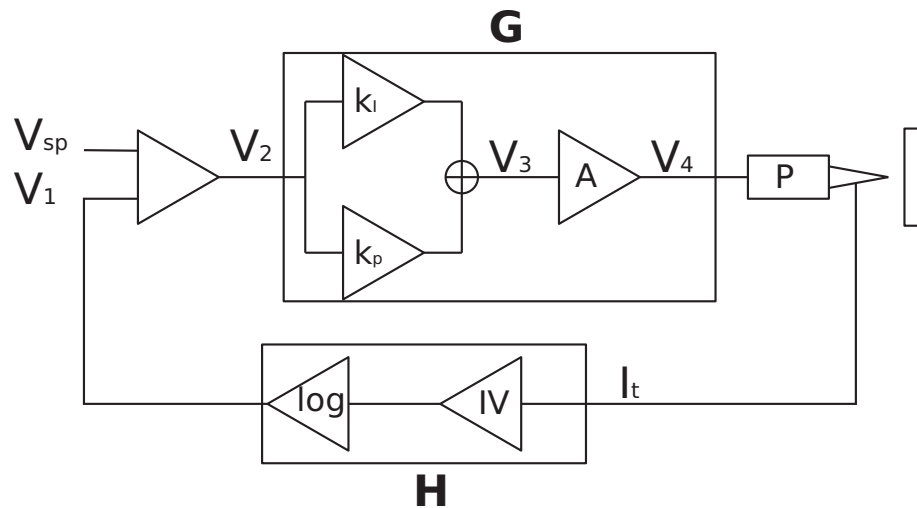


Figura 3.39: Esquema de blocos para a análise do controle no STM

circuito a partir da ponta, temos uma corrente de tunelamento dada pela Equação 3.15 [4].

$$I_t = \sigma_0 V_B e^{-1.025\sqrt{\phi}\delta} \quad (3.15)$$

sendo  $V_B$  a tensão de bias,  $\phi$  a altura da barreira de potencial do material da superfície,  $\delta(\omega)$  a distância entre ponta e amostra que depende da frequência do sinal adquirido e  $\sigma_0$  uma constante de ajuste. Este sinal é convertido em tensão no pré-amplificador, o que equivale à aplicação da Lei de Ohm:

$$V_t = R I_t \quad (3.16)$$

sendo  $R$  a resistência de feedback utilizada, no caso  $R = 100 \text{ M}\Omega$ . Este sinal é digitalizado pelo conversor ADC e processado pelo algoritmo embarcado. O primeiro passo do processamento é a linearização através da aplicação de uma função log dada pela Equação 3.17,

$$V_1 = K_l \log\left(\frac{V_t}{E_l}\right) \quad (3.17)$$

sendo  $K_l = 1$  um fator de conversão e  $E_l = 5.7 \times 10^{-3} \text{ V}$  a sensibilidade do conversor. Este passo é opcional uma vez que se o "setpoint"  $V_{sp}$  for muito baixo em corrente ( $< 1 \text{ nA}$ ), temos uma resposta do sistema aproximadamente linear que pode ser utilizada diretamente pelo controle. Se substituirmos a Equação 3.15 em 3.17, chegamos à expressão para o sinal linearizado:

$$V_1(\omega) = -1.025 K_l \log(e) \sqrt{\phi} \delta(\omega) + K_l \log(R\sigma_0 V_B / E_l) \quad (3.18)$$

Definimos  $\alpha = 1.025 K_l \log(e) \sqrt{\phi} = 0.445 K_l \sqrt{\phi}$  e  $V_0 = K_l \log(R\sigma_0 V_B / E_l)$ , o que nos fornece uma versão reduzida da expressão:

$$V_1(\omega) = -\alpha \delta(\omega) + V_0 \quad (3.19)$$

A partir deste sinal de entrada iniciamos a rotina de controle. O primeiro passo é o cálculo do sinal de erro  $V_2$  com relação ao setpoint  $V_{sp}$ :

$$V_2(\omega) = V_{sp} - V_1(\omega) = V_{sp} - V_0 + \alpha \delta(\omega) \quad (3.20)$$

De posse do sinal de erro, calculamos o sinal de resposta do controle PI:

$$V_3 = \left(\frac{k_i}{i\omega} + k_p\right) \left(1 + \frac{i\omega}{\omega_c}\right)^{-1} V_2(\omega) = \beta(\omega) V_2(\omega) \quad (3.21)$$

sendo  $k_p$  o coeficiente do termo proporcional,  $k_i$  o coeficiente do termo integral,  $(1 + i\omega/\omega_c)^{-1}$  o filtro passa-baixa associado ao amplificador e  $i^2 = -1$ .

O sinal gerado é amplificado pelo fator  $A = 7$  do Driver (35V de sinal de saída do Driver por 5V de sinal de entrada gerado pelo DAC) para que possua amplitude suficiente para

atuar sobre o atuador piezoelétrico:

$$V_4(\omega) = AV_3(\omega) = A\beta(\omega)[V_{sp} - V_0 + \alpha\delta(\omega)] \quad (3.22)$$

A partir do sinal  $V_4$ , calculamos a deformação do piezo  $d(\omega)$ :

$$d(\omega) = d_0 - \gamma(\omega)V_4(\omega) \quad (3.23)$$

sendo  $d_0$  o comprimento de equilíbrio do piezo e  $\gamma(\omega)$  a constante de carga para a frequência  $\omega$ . Fechamos o ciclo a partir da relação entre o comprimento do piezo com a altura da topografia  $h(\omega)$  e a distância ponta amostra  $\delta(\omega)$ :

$$\delta(\omega) = d(\omega) - h(\omega) \quad (3.24)$$

Substituindo as relações 3.23 e 3.24 na Equação 3.22, temos:

$$V_4(\omega) = A\beta(\omega)[V_{sp} - V_0 + \alpha d_0 - \alpha\gamma(\omega)V_4(\omega) - \alpha h(\omega)] \quad (3.25)$$

Se considerarmos que na condição estacionária, onde a análise é realizada,  $V_1 = V_{sp} = V_0 - \alpha d_0$ , temos uma forma simplificada para  $V_4(\omega)$ :

$$V_4(\omega) = -A\alpha\beta(\omega) [\gamma(\omega)V_4(\omega) + h(\omega)] \quad (3.26)$$

$$= \frac{A\alpha\beta(\omega)}{1 + A\alpha\beta(\omega)\gamma(\omega)} h(\omega) \quad (3.27)$$

$$= W(\omega)h(\omega) \quad (3.28)$$

Reconhecemos o fator  $W(\omega)$  como a função de transferência de loop fechado definida na Equação E.3 (Apêndice E). A partir desta expressão concluímos que o potencial  $V_4$  corresponde à topografia da superfície com o sinal invertido e distorcida pelo fator  $W(\omega)$ . Se expressamos a topografia em termos de um valor de tensão:

$$h_v(\omega) = h(\omega)/\gamma_0 \quad (3.29)$$

podemos definir uma função de transferência adimensional:

$$G(\omega) = \gamma_0 W(\omega) = \frac{A\alpha\beta(\omega)\gamma_0}{1 + A\alpha\beta(\omega)\gamma(\omega)} \quad (3.30)$$

que é a base para a análise de estabilidade.

Resta a definição do modelo para o piezo. Um modo simples de modelá-lo é considerando

uma resposta em frequência com um pólo de segunda ordem e um termo dissipativo (tempo de relaxação) de modo que haja um pico de ressonância e um damping para valores acima desta. O modelo é apresentado na Equação 3.31,

$$\gamma(\omega) = \frac{\gamma_0}{1 + i\omega\tau - \omega^2/\omega_0^2} \quad (3.31)$$

sendo  $\omega_0$  a frequência de ressonância do piezo e  $\tau$  o tempo característico de relaxação.

Tomando as expressões 3.30 e 3.31, obtemos a função de transferência de loop fechado adimensional em sua forma final:

$$G(\omega) = \frac{G_0 \left( \frac{k_i}{i\omega} + k_p \right) \left( 1 + \frac{i\omega}{\omega_c} \right)^{-1} (1 + i\omega\tau - \omega^2/\omega_0^2)}{G_0 \left( \frac{k_i}{i\omega} + k_p \right) \left( 1 + \frac{i\omega}{\omega_c} \right)^{-1} + (1 + i\omega\tau - \omega^2/\omega_0^2)} \quad (3.32)$$

sendo  $G_0 = A\alpha\gamma_0 = 0.445k_l\sqrt{\phi}A\gamma_0$ . A partir desta expressão, obtemos a função de transferência de loop aberto (Apêndice E):

$$F(\omega) = \frac{k_i G_0 \left( 1 + \frac{i\omega}{\omega_c} \right)^{-1}}{i\omega (1 + i\omega\tau - \omega^2/\omega_0^2)} + \frac{k_p G_0 \left( 1 + \frac{i\omega}{\omega_c} \right)^{-1}}{(1 + i\omega\tau - \omega^2/\omega_0^2)} \quad (3.33)$$

Por fim, reescrevemos esta como razão de polinômios em função da variável  $s = i\omega$  que relaciona a transformada de Fourier com a transformada de Laplace:

$$F(s) = \frac{G_0\omega_c\omega_0^2(k_i + k_p s)}{s^4 + (\omega_c + \tau\omega_0^2)s^3 + (\tau\omega_c\omega_0^2 + \omega_0^2)s^2 + \omega_c\omega_0^2 s} \quad (3.34)$$

Para os valores utilizados, esta função de transferência possui um pólo na origem, um no ponto  $-\omega_c$  e dois pólos complexos (aos pares) no semiplano esquerdo. A partir deste modelo podemos estudar a estabilidade do sistema a partir dos métodos da Teoria de Controle [68, 69].

### 3.6.2 Análise de estabilidade

Os valores dos ganhos proporcional e integral consistem nas principais variáveis do sistema de controle com as quais podemos atuar sobre a amplitude da resposta e a estabilidade do sistema. A definição de um par de coeficientes compatível com uma operação eficiente e estável passa pela estudo do modelo analítico desenvolvido acima através do método de Nyquist descrito no Apêndice E. A partir desta, podemos definir regiões de estabilidade



e instabilidade do sistema dinâmico e avaliar uma condição confortável de operação que contemple tanto amplitude de resposta, essencial para o contraste no sinal do eixo z, como estabilidade. Não utilizaremos o método de Ziegler-Nichols [73], uma vez que este é aplicado em casos em que o sistema não possui modelo analítico. Neste estudo, privilegiamos o desenvolvimento de um modelo consistente que seja capaz de prever o comportamento do sistema de controle do STM e que possa ser validado experimentalmente, como faremos no Capítulo 4.

Partindo do modelo analítico desenvolvido acima, apresentamos na Tabela 3.3 os parâmetros utilizados nos cálculos obtidos a partir de especificações do STM.

Tabela 3.3: Parâmetros utilizados no modelo de controle do STM

Parâmetro	Descrição	Valor
$\gamma_0$	constante de carga do piezo	26.5Å/V
$G_0$	$0.445k_l\sqrt{\phi}AG_1\gamma_0$	165.1√eVÅ/V
$k_l$	fator de escala	1
$E_l$	sensibilidade	$5.7 \times 10^{-3}V$
$\phi$	altura da barreira HOPG	4 eV
$\omega_0$	ressonância do piezo	69115 rad/s
$t$	tempo de relaxação do PZT5A	5 $\mu s$

Utilizamos três pares de valores de  $k_p$  e  $k_i$  para a análise, os quais são apresentados na Tabela 3.4. Os valores correspondem a diferentes estados de estabilidade sendo que os dois

Tabela 3.4: Pares de coeficientes  $k_p$  e  $k_i$  utilizados para os testes

	$k_p$	$k_i$	Estabilidade
1	$5 \times 10^{-4}$	$5 \times 10^{-5}$	Estável
2	0.1	0.01	Instável
3	0.008	0.001	Ótimo

primeiros descrevem condições extremas de estabilidade e instabilidade e o último descreve um estado estável que otimiza a resposta. A partir da função de transferência (Equação 3.34), substituímos estes valores e geramos os diagramas de Nyquist utilizando o pacote de controle do software Octave [74, 75]. A análise de estabilidade requer a definição do número de pólos que encontram-se no lado direito do espaço gerado pela função de transferência (espaço GH) e do número de vezes em que a curva paramétrica envolve o ponto  $s = -1 + i0$ . Maiores detalhes do método são apresentados no Apêndice E.

Apresentamos inicialmente, na Figura 3.40 o digrama de Nyquist para o conjunto número 1 de pontos. Como a função de transferência de loop aberto 3.34 não possui pólos no subespaço direito do espaço s, temos que a condição de estabilidade requer apenas que a curva gerada não envolva o ponto  $s = -1 + i0$ .

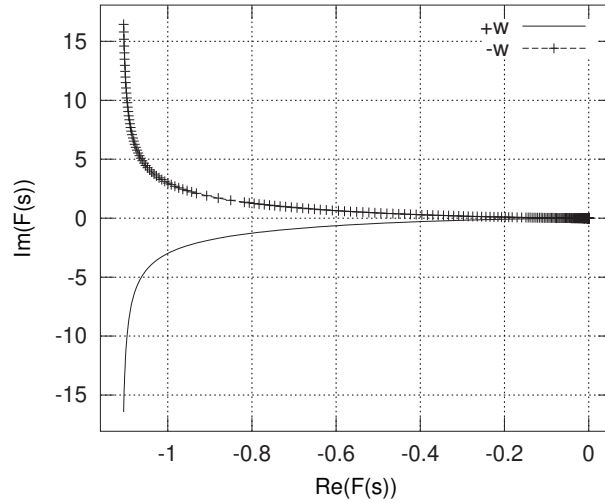


Figura 3.40: Diagrama de Nyquist para o conjunto de valores número 1. Notemos que a curva não envolve o ponto  $-1 + i0$ , o que indica que o sistema é estável.

Notamos que o sistema é estável mas com ganho baixo e baixa largura de banda, o que deve-se ao uso de um baixo valor proporcional e um baixo tempo de integração. Este tipo de situação, apesar de manter a estabilidade da ponta, não permite a aquisição de sinais uma vez que a baixa amplitude de resposta implica em perda de faixa de contraste no eixo z.

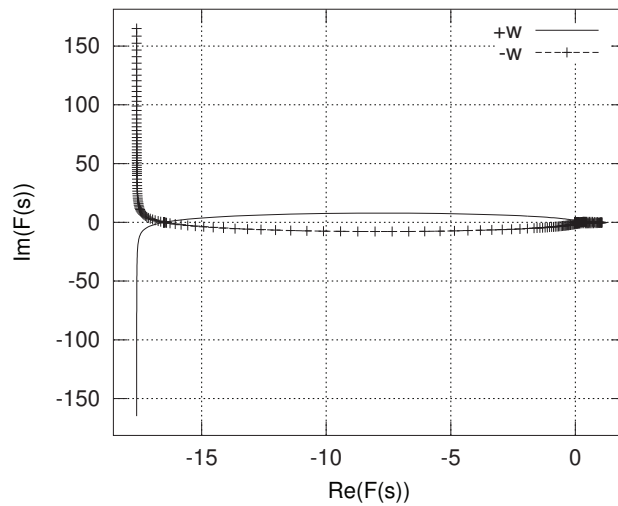


Figura 3.41: Diagrama de Nyquist para o conjunto de valores número 2. Notemos que o sistema é instável uma vez que o ponto  $-1 + i0$  é envolvido uma vez pela curva

Em comparação com o caso estável, apresentamos na Figura 3.41 o diagrama de Nyquist para o conjunto de pontos número 2. Neste caso, notamos um alto ganho ao custo de

instabilidade uma vez que o sistema possui ganho maior que 1 na frequência na qual a variação de fase atinge  $180^\circ$ . Portanto o sistema é instável e oscila.

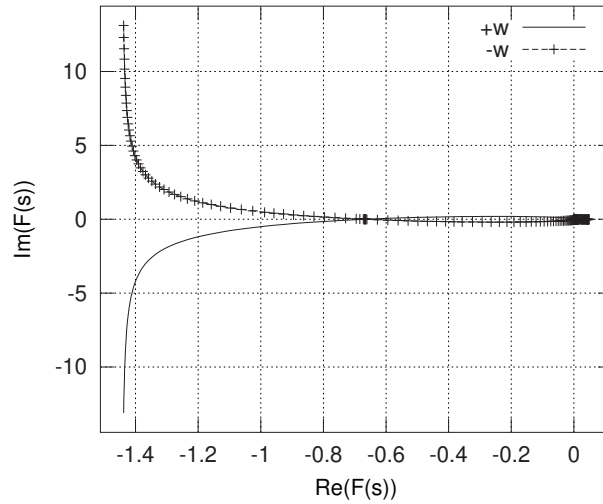


Figura 3.42: Diagrama de Nyquist para o conjunto de valores número 3. Notemos que o sistema é estável uma vez que a curva não envolve o ponto  $-1 + i0$

O caso ideal encontra-se entre os dois, com um ganho maior que 1 para uma banda de pelo menos 1kHz e com baixa variação de fase neste intervalo. Esta condição é alcançada com o conjunto número 3 de pontos cujo diagrama de Nyquist é apresentado na Figura 3.42. Neste caso temos uma condição otimizada, na qual aumentamos o ganho de resposta do sistema levando a curva paramétrica para próximo do ponto  $-1 + i0$  mas sem envolvê-lo. Este conjunto de parâmetros foi o mais utilizado durante os experimentos.

Testamos experimentalmente estas condições e os resultados serão apresentados no Capítulo 4 quando comprovaremos a validade da análise e dos parâmetros definidos.



# Capítulo 4

## Caracterização dos Sistemas Eletrônico e Mecânico

Neste capítulo apresentamos os dados da caracterização eletrônica e mecânica do equipamento. Estes resultados consistem em um aspecto fundamental para a avaliação da performance do microscópio e como forma de se determinar possíveis pontos críticos, sensíveis ou frágeis no projeto. A análise deve levar em consideração os dois perfis de comportamento do circuito eletrônico: o comportamento CC (corrente contínua), que descreve a resposta não dependente do tempo, e o comportamento CA (corrente alternada), sobreposto a este e dependente do tempo. As análises das duas componentes são complementares e igualmente importantes para a avaliação da performance.

A análise CC do circuito deve apresentar as seguintes informações básicas:

- tensão e limites de operação
- linearidade da resposta
- estabilidade com o tempo

Para esta análise utilizamos um multímetro de bancada de precisão com 6 dígitos (Keithley, modelo 2000).

Por outro lado, a análise CA deve ser capaz de descrever a resposta do sistema em função do sinal aplicado, seja no domínio do tempo como no da frequência. A resposta CA possui um nível maior de dificuldade para aquisição uma vez que, dependendo das características do sistema, o próprio processo de medida pode influenciar no sinal gerado pelo circuito via processos de acoplamento de impedância. Na análise CA, as principais informações adquiridas são:

- Largura de Banda

- Fase
- Ruído

A Largura de Banda e a Fase são apresentadas como diagramas de Bode de onde podemos retirar informações sobre a resposta e estabilidade do circuito em função da frequência do sinal de entrada. Já a análise de ruído consiste na obtenção da densidade espectral através do cálculo do desvio quadrático médio dos sinais adquiridos nos dois canais do Lock-In, sendo o valor apresentado em unidades de  $V/\sqrt{Hz}$ . Para a análise CA utilizamos o Lock-In (SRS, modelo SR830, com princípio de operação apresentado no Apêndice F) e o Osciloscópio digital (Tektronix, TDS2004C) que possui função FFT em tempo real.

## 4.1 Caracterização dos blocos

Apresentaremos abaixo a seguinte sequência de caracterização eletrônica dos blocos funcionais:

1. Fonte de Tensão
2. Driver
3. Bias
4. Conversor IV
5. Controle
6. Montagem mecânica - Tripod

### 4.1.1 1 - Fonte de tensão regulada

A fonte de tensão é composta por quatro baterias de 12 V (duas para o ramo positivo e duas para o ramo negativo) estabilizadas por quatro reguladores:

- LM317 (+22 V)
- LM337 (-22 V)
- LM7806 (+6 V)
- LM7906 (-6 V)

Ruídos espúrios gerados no processo de regulação da tensão podem comprometer o funcionamento do microscópio, principalmente com relação ao conversor corrente-tensão. Mesmo com o uso de capacitores conforme a especificação de operação dos quatro dispositivos [76, 77, 78, 79], dificuldades relacionadas à demanda de carga pelos circuitos podem implicar em oscilação e ruído. Deste modo, é fundamental que caracterizemos a alimentação dos circuitos como forma de definir um limitante inferior de ruído sobre o qual o resto da eletrônica irá operar. As medidas de ruído dos reguladores com o microscópio em operação são apresentadas nas Figuras 4.1 e 4.2.

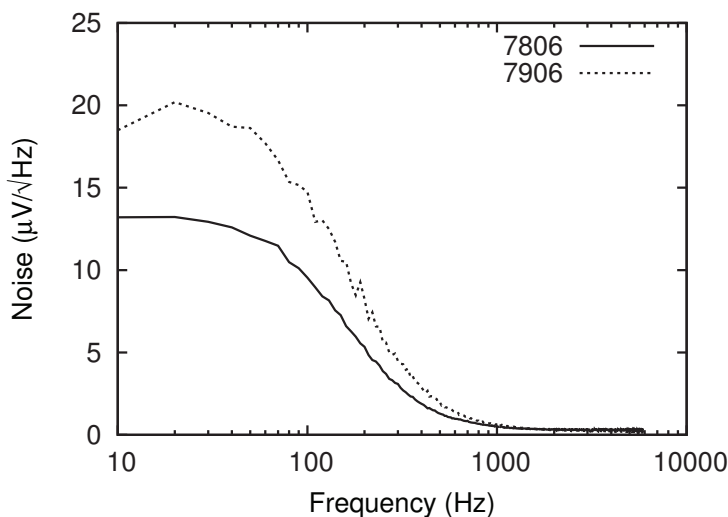


Figura 4.1: Espectro de ruído para os reguladores LM7806 (+ 6V) e LM7906 (-6V) com o circuito em funcionamento

Observamos que todos os reguladores possuem ruído máximo inferior a  $20\mu V/\sqrt{Hz}$ , compatíveis com o LSB do DAC e do ADC com valor de  $76\mu V$ . Um fato relevante a se ressaltar é a presença de oscilações no espectro do regulador negativo LM337 (Figura 4.2), as quais possuem baixa amplitude devido ao uso de um capacitor de  $10\mu F$  (Figura 3.31) exclusivo para este dispositivo. O uso do capacitor não implicou em consequências graves para a alimentação uma vez que todos os circuitos utilizados são de baixa potência e não foi notada queda de tensão em diferentes condições de operação.

#### 4.1.2 2 - Driver do atuador piezoelétrico

O Driver é o responsável por amplificar e simetrizar o sinal de voltagem gerado pelo conversor DAC. Este sinal, aplicado sobre o atuador piezoelétrico, induz sua deformação e o conseqüente deslocamento da ponta. Portanto, janela CC de operação e seu ruído RMS determinam o limite de resolução espacial do Tripod. Por outro lado, a largura de banda

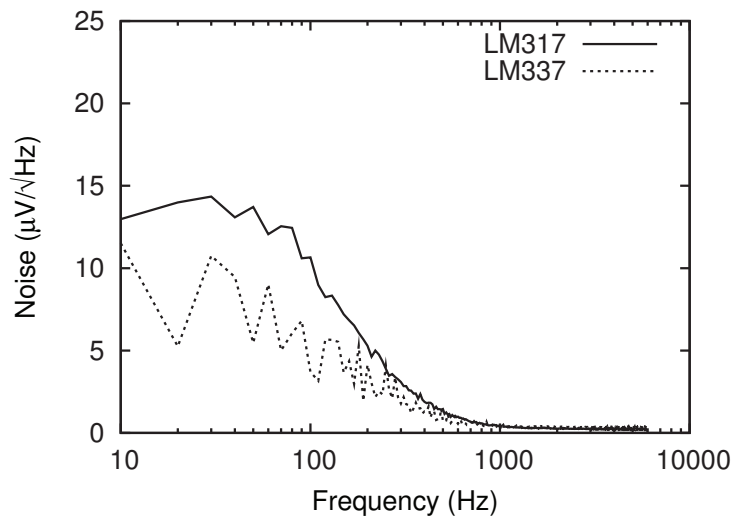
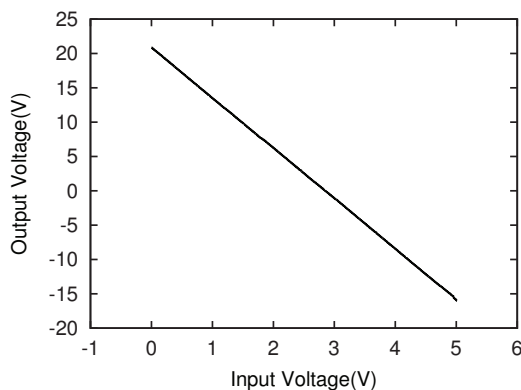


Figura 4.2: Espectro de ruído para as fontes positiva e negativa ( $\pm 22V$ ) com o circuito em funcionamento

do Driver é um limitante para o tempo de resposta do algoritmo de controle. Logo, a especificação do Driver deve ser capaz de conciliar largura de banda e ruído de um modo coerente com as especificações do resto do circuito.

O Driver construído apresenta resposta CC linear em todo o intervalo de operação, como apresentado na Figura 4.3A. O intervalo de 35 V encontra-se compreendido entre +20 V e -15 V, sendo a assimetria devido ao uso de uma referência de 2.5 V e não 3 V para simetrizar o sinal. O passo unitário de 0.53 mV é real e confirmado por medidas no multímetro de bancada.

**A**



**B**

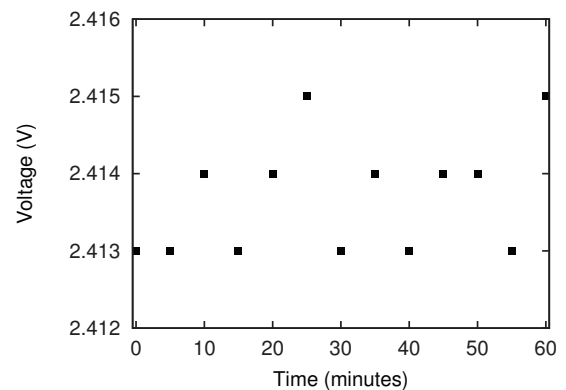


Figura 4.3: A)Resposta DC linear do Driver do atuador piezoelétrico; B)Estabilidade temporal do Driver Z.



Dada a janela de operação CC, devemos estimar o deslocamento nos três eixos. Utilizamos um atuador tipo PZT-5A, com constante de carga  $d_{31} = -1.73 \text{ \AA}/\text{V}$ , espessura de  $1.0 \pm 0.1 \text{ mm}$ , comprimentos de  $15.2 \pm 0.1 \text{ mm}$  para os eixos X e Y e  $12.0 \pm 0.1 \text{ mm}$  para o eixo Z e espessura de  $1.0 \pm 0.1 \text{ mm}$ . Aplicando-se a expressão 3.2, esperamos um deslocamento total de  $92.6 \text{ nm}$  no plano X-Y, o que é suficiente para aplicações de STM de alta resolução. De fato, este intervalo é uma ordem de grandeza inferior ao utilizado em equipamentos comerciais mas plenamente adequado para a operação do protótipo construído para o teste do método. No capítulo 5, apresentaremos modificações que podem ser implementadas a fim de ampliar este intervalo mantendo-se o uso de baterias.

A estabilidade temporal de um dos Drivers (Z) foi testada ao longo de uma hora com resultado apresentado na Figura 4.3B. Constatamos uma baixa variação da tensão com o tempo que corresponde a uma oscilação espacial de  $0.5 \text{ \AA}$  no eixo z. A baixa deriva térmica da fonte é uma das vantagens de se utilizar um circuito de baixa potência que não requer radiadores como no caso de alta tensão.

Analisemos agora a resposta CA do Driver a partir de seus diagramas de Bode apresentados na Figura 4.4.

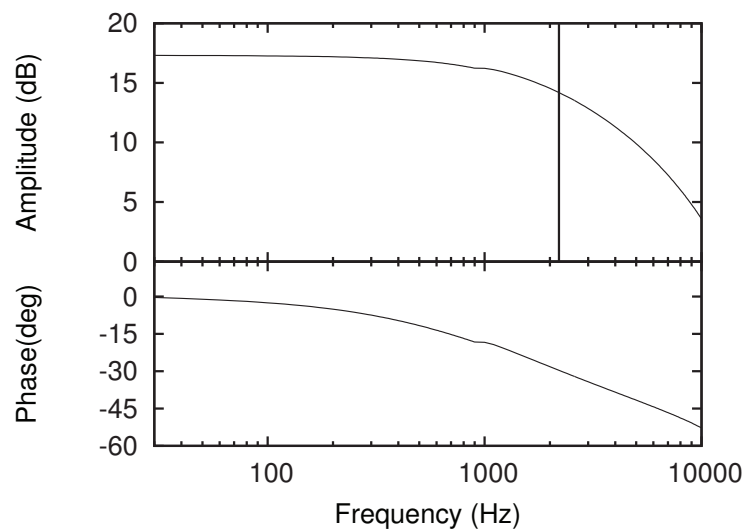


Figura 4.4: Diagramas de Bode para Amplitude e Fase do Driver do atuador piezoelétrico. A reta marca o ponto de -3 dB no gráfico de amplitude na frequência de 2200 Hz.

O ponto de -3dB do Driver encontra-se em 2200 Hz como previsto no projeto. A margem de fase da ordem de  $120^\circ$  e a margem de ganho muito alta garantem a estabilidade do circuito [80].

Os espectros de ruído dos três Drivers, adquiridos utilizando-se o desvio padrão do sinal medido no Lock-In, são apresentados na Figura 4.5. Os sinais foram medidos com uma tensão CC aplicada de 2.8 V.

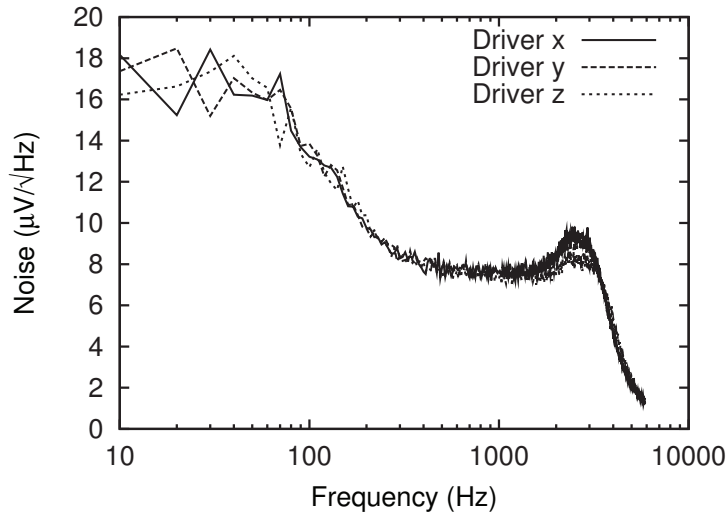


Figura 4.5: Ruído RMS nos três Drivers medidos para uma tensão CC de 2.8V

A amplitude em toda a faixa de operação um baixo ruído RMS inferior a  $18 \mu/\sqrt{V}$ . Este valor corresponde a um deslocamento de  $4.8 \times 10^{-4} \text{Å}$ , o que estabelece um limite inferior de resolução espacial bem abaixo da condição vertical para resolução atômica de  $0.01 \text{Å}$ . Concluimos portanto que o Driver é adequado para a operação do microscópio.

### 4.1.3 3 - Fonte de Bias

A fonte de bias consiste em um circuito de dois estágios sendo o primeiro um isolador ("Buffer") do DAC e o segundo um amplificador inversor com ganho variável (Figura 3.30). Apesar de simples, este circuito é crítico visto que oscilações na tensão de bias podem induzir oscilações na corrente de tunelamento. Se considerarmos que a largura de banda neste caso é relevante apenas para as funções de espectroscopia, as quais não são o objetivo deste primeiro protótipo, podemos utilizar um filtro passa-baixa com frequência de corte de 160Hz no segundo estágio de forma a limitarmos o ruído de alta frequência. O espectro de ruído é apresentado na Figura 4.6.

Notamos portanto um, valor de amplitude máxima de ruído da ordem de  $12 \mu V/\sqrt{Hz}$  para valores inferiores a 100Hz. Se tomarmos o valor da resistência no gap ponta-amostra da ordem de  $1 G\Omega$ , temos que este valor de tensão implica em uma corrente RMS da ordem de 12fA, valor abaixo do limite de detecção do conversor corrente-tensão. Logo este circuito é adequado para a operação do microscópio.

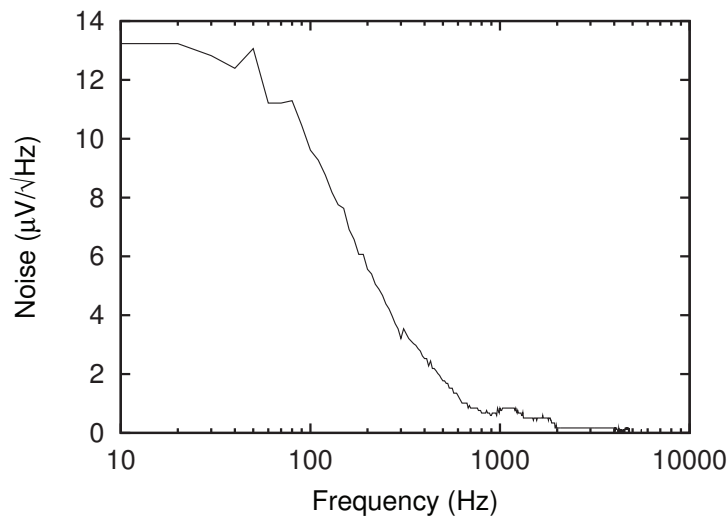


Figura 4.6: Espectro de ruído medido na saída da fonte de bias para um valor CC de 10mV

#### 4.1.4 4 - Conversor Corrente-Tensão

O conversor corrente-tensão deve ser projetado de modo a permitir a aquisição da menor corrente possível com a máxima largura de banda. Se consideramos o caso ideal, no qual a capacitância parasita é desprezível, temos uma condição onde não há perda no ganho GBW uma vez que trata-se de um ganho de transimpedância. Entretanto, o efeito da capacitância de entrada, ao introduzir um zero na função de transferência, implica em uma considerável perda na largura de banda devido ao alto ganho utilizado. A solução para este tipo de dificuldade encontra-se na introdução de um polo, que compense o zero na função de transferência, através de um capacitor em paralelo com o resistor de ganho. Devemos ressaltar que este capacitor deve ser pequeno, inferior a 10pF, de modo que o polo não limite a largura de banda a valores inferiores a 1kHz.

O conversor com ganho de 100 M de dois estágios (ver Figura 3.32A), o qual foi construído utilizando-se o amplificador operacional OPA627 (Burr-Brown), fornece um fator de conversão de 100mV/1nA e uma oscilação do sinal da ordem de 10mV para um setpoint de 1nA. Apesar de possuir um ótimo produto GBW de 16MHz e um baixo ruído de entrada da ordem de 0.1 $\mu\text{V}$  p-p, este amplificador possui uma corrente de bias de 1pA, alta se comparada a outros eletrômetros.

A linearidade do amplificador foi verificada utilizando-se uma fonte de tensão e um resistor de 100M na entrada do amplificador para fornecer a corrente. O resultado, apresentado na Figura 4.7, mostra que o amplificador possui resposta linear no intervalo de operação entre 0 e 5 V.

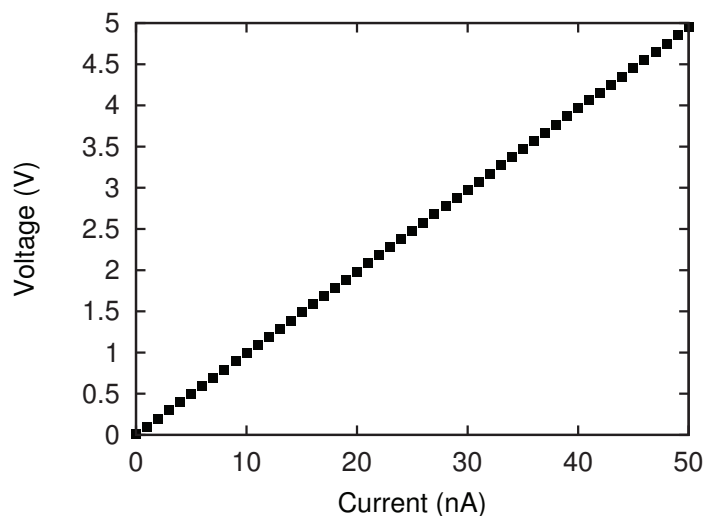


Figura 4.7: Linearidade do conversor corrente-tensão com ganho de 100M. As barras de erro são desprezíveis.

Os diagramas de Bode para o conversor com ganho de 100 M são apresentados na Figura 4.8.

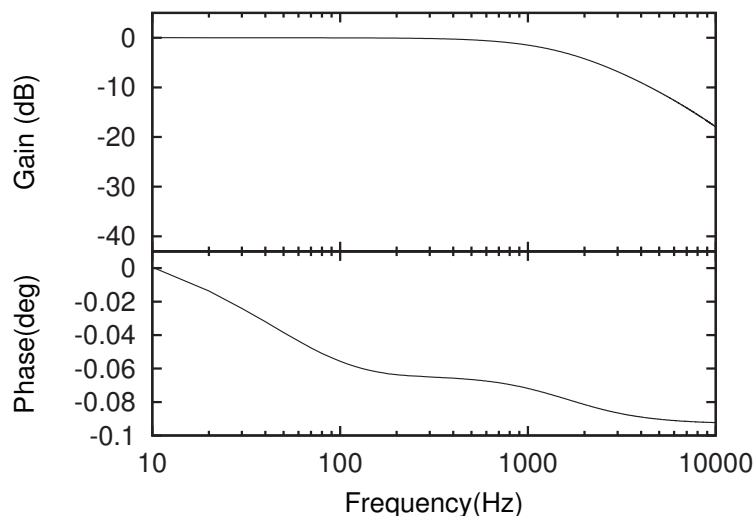


Figura 4.8: Diagramas de Bode para o conversor corrente-tensão com ganho de 100M

Observamos que o sistema possui largura de banda de 1.5kHz e baixa variação de fase o que é de grande relevância para a estabilidade do circuito. Notamos que não há ganho de tensão envolvida no amplificador de transimpedância, o que resulta em uma amplitude de ganho de 0 dB na banda.

Para completar a caracterização CA, obtivemos o ruído apresentado na Figura 4.9 para os casos em que a entrada do amplificador encontra-se aberta e aterrada.

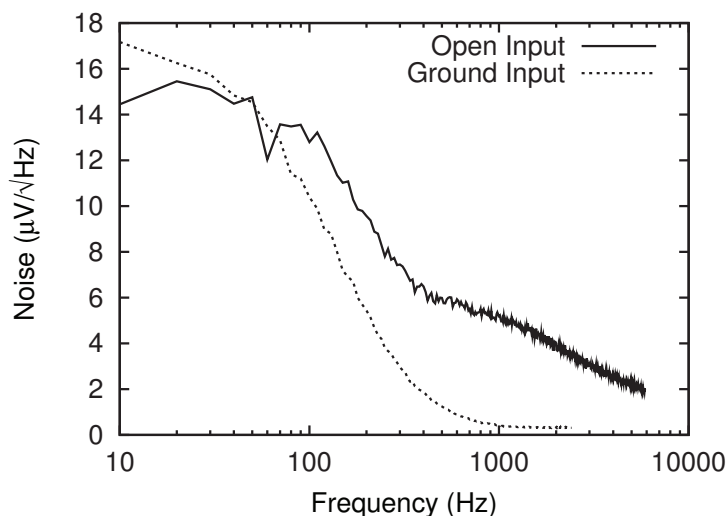


Figura 4.9: Espectros de ruído para a entrada do amplificador aberta e fechada.

Os dados de ruído mostram em ambos os casos uma amplitude máxima em torno de  $17\mu V/\sqrt{Hz}$ , inferior ao limite de detecção do ADC de  $76\mu V$ . Portanto, o conversor mostra-se adequado para a operação sem apresentar oscilações que poderiam afetar o sinal em frequências altas. Este resultado demonstra portanto, a importância do uso do capacitor em paralelo com o resistor de ganho no pré-amplificador como forma de prevenir efeitos de ruído acima da largura de banda do sinal.

#### 4.1.5 Controle

O projeto de controle desenvolvido com base em um modelo analítico permitiu que identificássemos as condições de estabilidade e instabilidade em termos da variação dos coeficientes  $k_p$  e  $k_i$ . Testamos a estabilidade dos três pares de valores descritos no capítulo 3 através do teste da função degrau. Este consiste na aplicação de uma variação abrupta ao valor do setpoint ( $6.2nA$ ) e no registro do comportamento do controle com esta variação.

Para o conjunto de valores 1, a resposta do controle é apresentada na Figura 4.10. Notamos que, como previsto pelo modelo, o sistema é estável com este conjunto de valores mas não possui alta amplitude de resposta. Temos portanto um controle altamente amortecido que atenua oscilações mas que do mesmo modo não transfere de modo eficiente o sinal obtido. Como o sinal de topografia depende do controle, temos neste caso uma redução drástica do contraste o que prejudica a imagem.

Para o conjunto número 2, a resposta do controle é apresentada na Figura 4.11. Este conjunto gerou uma resposta instável como previsto pelo modelo. O alto ganho promove uma resposta exagerada ao impulso que não permite que o sistema convirja para um valor

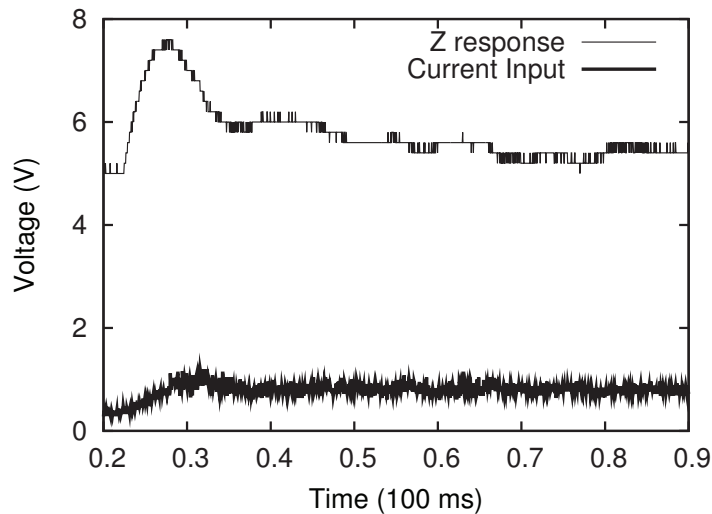


Figura 4.10: Resposta do sistema de controle com o conjunto de parâmetros 1 ao teste da função degrau. O sistema de controle é estável mas apresenta baixa amplitude de resposta.

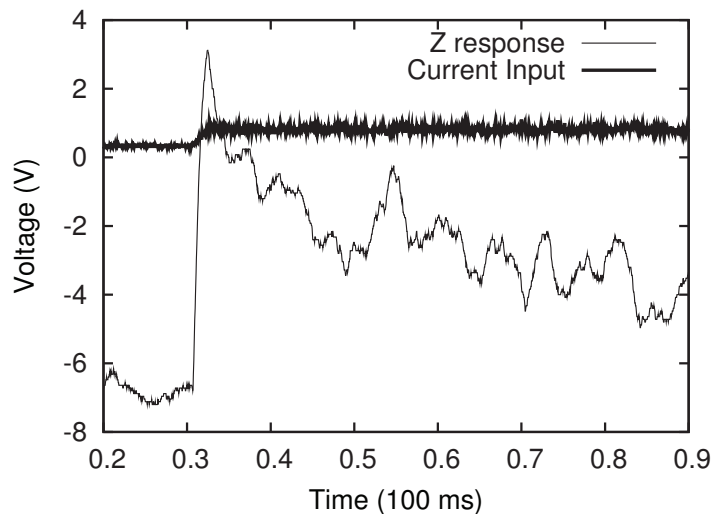


Figura 4.11: Resposta do sistema de controle com o conjunto de parâmetros 2 ao teste da função degrau. O sistema de controle é instável pois oscila após a aplicação do degrau.

estável de tensão.

Para o conjunto número 3, a resposta do controle é apresentada na Figura 4.12. Este sistema não oscila e possui resposta de maior amplitude que no caso 1. Encontra-se portanto dentro de uma faixa ideal de parâmetros de controle que permitem alto ganho sem oscilação.

Utilizando este conjunto de parâmetros, adquirimos os diagramas de Bode para o controle apresentados na Figura 4.13. Estes confirmam a estabilidade do sistema uma vez que a frequência na qual o desvio de fase torna-se  $180^\circ$  possui ganho menor que 1.

Concluimos que a análise realizada no capítulo E é válida, permitindo a previsão dos

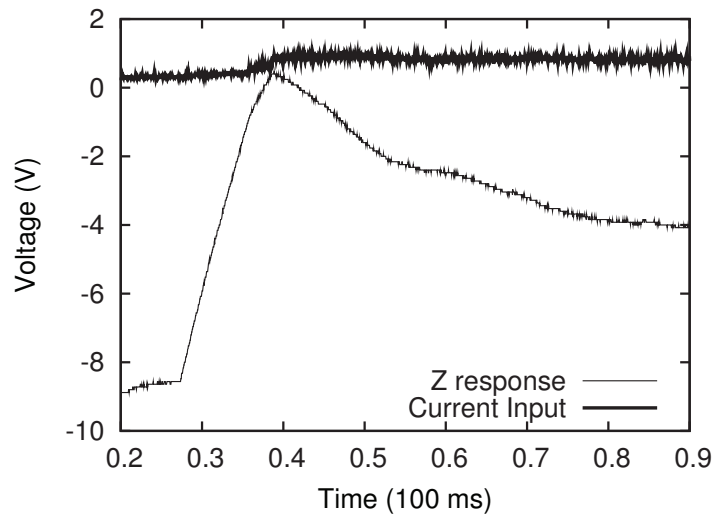


Figura 4.12: Resposta do sistema de controle com o conjunto de parâmetros 3 ao teste da função degrau. O sistema de controle é estável e apresenta uma amplitude de resposta em tensão superior à apresentada pelo conjunto 1

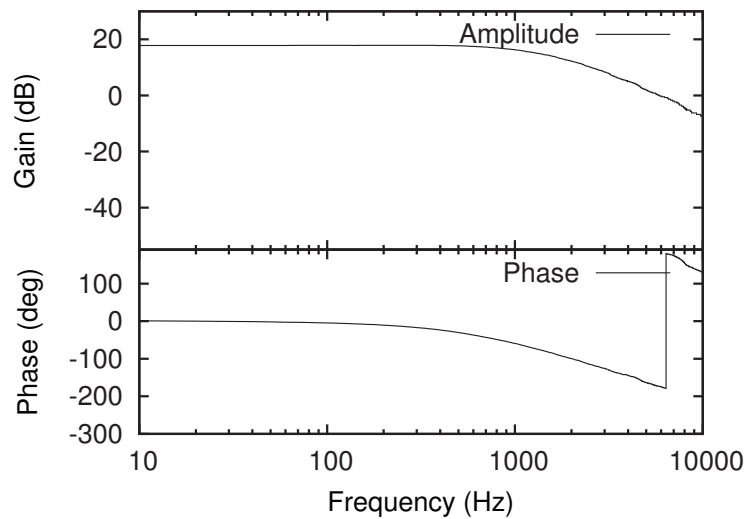


Figura 4.13: Diagramas de Bode para Amplitude e Fase do sistema de controle adquiridos utilizando o conjunto de parâmetros número 3

conjuntos de parâmetros que podem ser utilizados de modo a fornecer um controle estável do microscópio. Este tipo de estudo possui vantagens com relação à abordagem via algoritmo Ziegler-Nichols [73], uma vez que envolve a compreensão do funcionamento da máquina em um nível mais fundamental e permite que façamos previsões com relação à sua estabilidade em diferentes condições de operação.

Devemos por fim ressaltar que um aspecto importante para a estabilidade do controle não prevista no modelo analítico utilizado é a velocidade de varredura. Neste caso, o modelo

requer apenas que o tempo de varredura seja menor que o tempo de estabilização do sistema dinâmico, visto que a análise vale apenas para condições estacionárias. Em nosso caso, o tempo de varredura utilizado entre 0.1ms/linha e 1ms/linha foi o suficiente para satisfazer esta condição de estabilização.

#### 4.1.6 Caracterização Mecânica do Tripod

Além do sistema eletrônico, outro fator que pode contribuir para dificuldades na obtenção de imagens é o comportamento do sistema mecânico em função da frequência. De fato, ressonâncias podem levar a picos de oscilação que podem ser interpretados com ruído elétrico ou mesmo como sinal atômico. Por esta razão, é fundamental que caracterizemos o Tripod através do estudo das frequências próprias de acoplamento entre os eixos. Uma forma de se estimar as frequências de ressonância do Scanner é o experimento esquematizado na Figura 4.14 A.

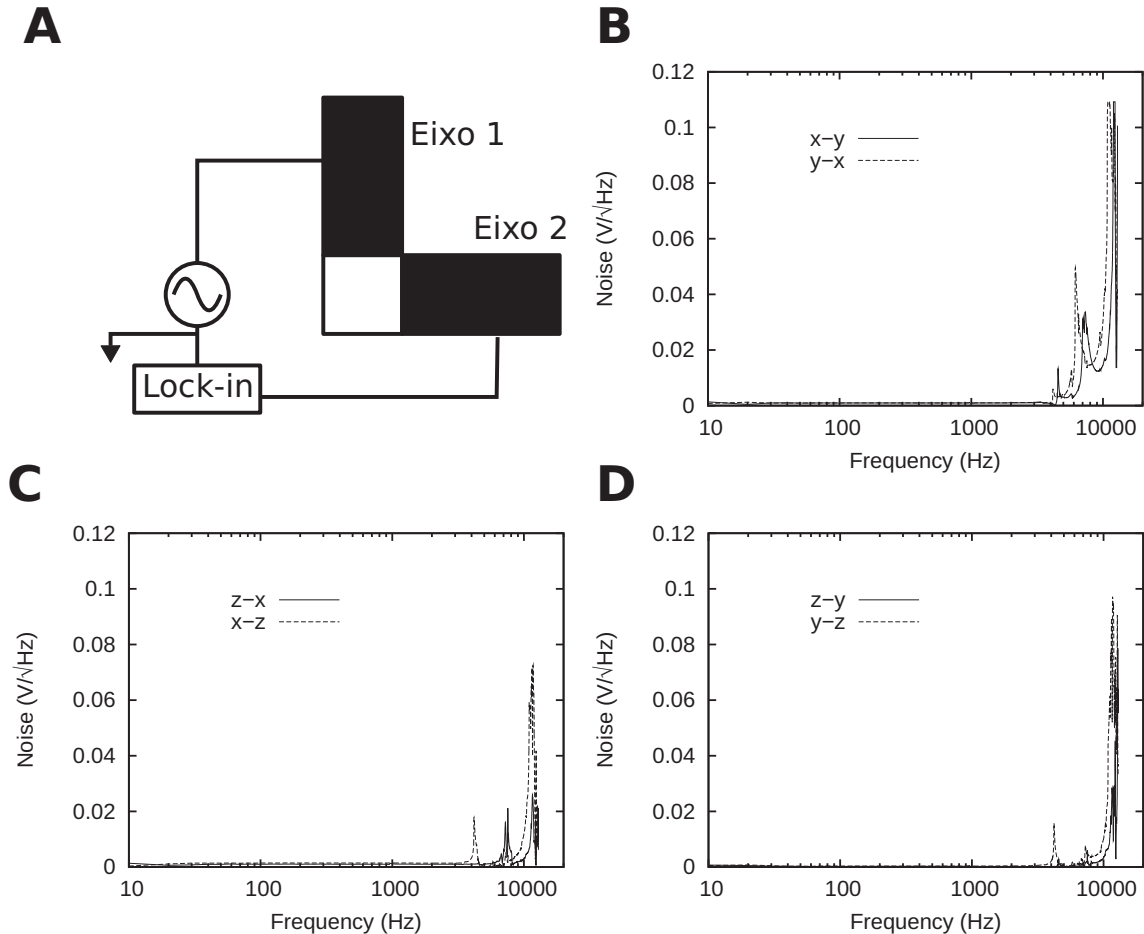


Figura 4.14: Medida dos acoplamentos entre os eixos do Tripod. A) Esquema do experimento; B) Acoplamento entre os eixos x e y; C) Acoplamento entre os eixos x e z; D) Acoplamento entre os eixos y e z.



O experimento consiste na excitação de um dos eixos do Tripod utilizando um sinal senoidal com frequência variável e 1V de amplitude [81]. Adquirimos em um dos outros dois eixos a resposta utilizando o Lock-In. Variando-se a frequência do sinal injetado, podemos construir o espectro da resposta mecânica do Tripod.

Devemos ressaltar que o experimento deve ser realizado nos dois sentidos, ou seja, aplicar e adquirir os sinais nos dois eixos uma vez que a resposta mecânica não necessariamente é isotrópica. resultado para o acoplamento entre os eixos x-y é apresentado na Figura 4.14B, entre os eixos x-z na Figura 4.14C e entre os eixos y-z na Figura 4.14D. Observamos resultados semelhantes para todos os casos com a presença de três picos: 7kHz, 11kHz e 12kHz. O primeiro refere-se a uma ressonância da montagem do Tripod enquanto os outros dois são ressonâncias próprias do bastão individual. Concluimos portanto que a faixa de trabalho abaixo de 1.2kHz é adequada segundo o critério de Pohl [45] que recomenda banda máxima passante 3 vezes inferior à ressonância mecânica do Scanner.

Estes dados concluem o processo de caracterização dos blocos funcionais do microscópio. A partir dos resultados, concluimos que os blocos encontram-se individualmente plenamente adequados com os requisitos de operação definidos no Capítulo 3. Entretanto, como o STM consiste em um loop fechado, efeitos adicionais não previsíveis a partir da performance das partes, podem influenciar as imagens obtidas. Apresentaremos no próximo Capítulo os dados e imagens obtidos e discutiremos tais efeitos não previstos detectáveis apenas com o microscópio em operação.



# Capítulo 5

## Caracterização do Microscópio

Os resultados apresentados no capítulo 4 referem-se aos dados obtidos para os blocos individuais eletrônicos e mecânicos que compõem o microscópio. Apresentaremos neste capítulo dados de caracterização do funcionamento do STM em plena operação com uma corrente de tunelamento estável. Estes são compostos pela curva característica da corrente pelo deslocamento (I-D) e pelas imagens obtidas para superfícies de HOPG (“Highly Oriented Pyrolytic Graphite”) e Ouro. O HOPG é particularmente importante, uma vez que é a única amostra que nos permite obter resolução atômica no ar, o que é essencial para uma estimativa do deslocamento efetivo do piezo em escala sub-nm. A partir da avaliação destes resultados e de sua comparação com resultados semelhantes obtidos em microscópios comerciais, podemos estimar a performance do microscópio construído e verificar possíveis dificuldades.

### 5.1 Curva I-D

O principal elemento de caracterização do gap ponta-amostra é a curva de corrente de tunelamento em função da posição vertical  $z$  da ponta para um bias constante. Esta curva define integralmente o comportamento do instrumento em condições de tunelamento e permite a escolha da zona de trabalho de acordo com a amplitude da corrente a ser medida. Podemos construir a curva de dois modos:

- a partir do avanço do setpoint de corrente com o controle ligado
- a partir o avanço contínuo do piezo  $z$  com o controle desligado.

No primeiro modo, partimos de uma condição inicial de tunelamento e geramos uma rampa de valores para o setpoint de corrente. Para cada valor, adquirimos os valores de corrente e tensão correspondentes, sendo que o segundo corresponde ao deslocamento vertical da ponta. Obtemos a curva em torno da região de interesse de operação e onde o sistema

seja estável. A curva I-D obtida para o conversor de 100M no protótipo 2 é apresentada na Figura 5.1. 5.1. A partir deste gráfico, determinamos a região em torno de 1 nA como ponto

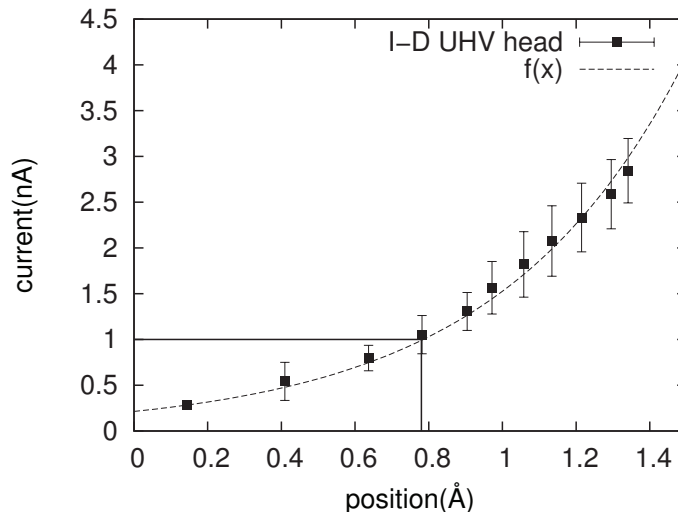


Figura 5.1: Curva I-D obtida a partir da variação do setpoint em passos discretos para o protótipo 2. Dados: amostra HOPG, ponta Pt-Ir (90-10), bias = 50mV.

de operação do microscópio. A variação de  $0.2 \text{ \AA}$  nesta faixa corresponde a uma variação da ordem de  $0.5 \text{ nA}$ , portanto um sinal de tensão de  $50 \text{ mV}$  na saída do conversor corrente-tensão. A partir do ajuste desta curva utilizando uma função modelo para o tunelamento no vácuo [4], obtivemos um valor da ordem de  $3.4 \text{ eV}$  para a barreira de potencial do Grafite, o qual é inferior à Função Trabalho do HOPG ( $\approx 5 \text{ eV}$ ). Esta é a única afirmação que podemos fazer a respeito deste valor visto que não consideramos as moléculas adsorvidas na superfície (o experimento foi realizado no ar). O fato de o valor da barreira de potencial ser inferior ao da Função Trabalho  $\phi_w$  consiste em um efeito esperado, uma vez que este é o valor limite para a condição em que a partícula removida da superfície é levada ao infinito. Por outro lado, os valores de barreira de potencial descritos na literatura para o HOPG no ar fornecem um intervalo de  $0.6 \text{ eV}$  [82] a  $1.5 \text{ eV}$  [83] De fato, como discutido em [84], a altura da barreira medida depende da distância ponta-amostra, sendo que este valor ( $\phi_b$ ) deve tender ao da Função Trabalho ( $\phi_w$ ):

$$\phi_b = \phi_w - \frac{\alpha}{s} \quad (5.1)$$

sendo  $\alpha \approx 9.97 \text{ \AA eV}$  e  $s$  a distância ponta-amostra. Portanto, a medida de um valor confiável depende da realização do experimento em ambiente UHV.

Outra forma de obtermos a curva I-D é através do avanço contínuo da ponta contra a amostra. Neste caso, a ponta é deslocada continuamente, sem controle, contra a amostra e o sinal de corrente é obtido durante o processo. Uma curva deste tipo obtida para o HOPG

é apresentada na Figura 5.2.

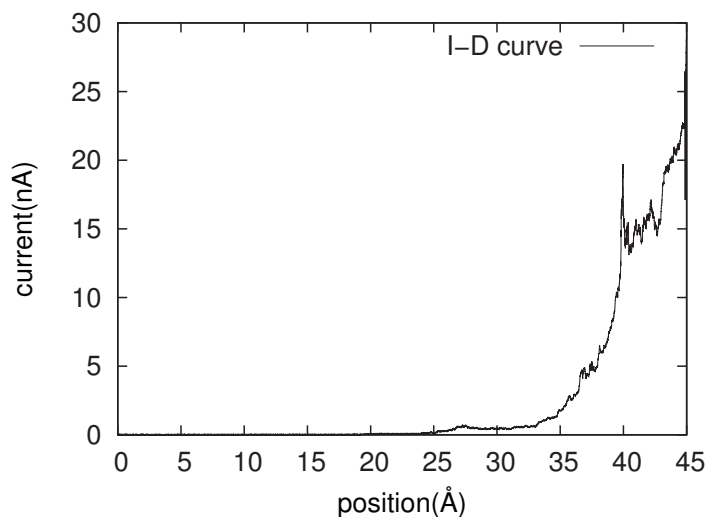


Figura 5.2: Curva I-D obtida a partir do avanço contínuo da ponta com o loop de controle desligado. Dados: amostra HOPG, ponta Pt-Ir (90-10), bias= 100mV.

Observamos claramente a tendência exponencial em um intervalo de aproximação de 10 Å seguido de mudança de regime e um posterior aumento abrupto da corrente por volta de 40 Å. Associamos a mudança de regime à camada indefinida adsorvida sobre a superfície que, ao ser tocada pela ponta promove uma resposta elétrica sem padrão. Na sequência, o aumento abrupto da corrente indica o contato entre a ponta e a amostra de HOPG. Neste caso, temos a formação de um curto-circuito no laço de realimentação do sistema.

Devemos ressaltar que em ambos os casos, as posições medidas são relativas ao ponto zero do piezo e não à superfície da amostra. O valor apresentado corresponde à voltagem aplicada sobre o piezo convertido para um deslocamento através da expressão 3.2. Este valor possui difícil calibração em nosso caso, visto que o uso de interferometria ótica é proibitivo nesta faixa de deslocamentos. Neste caso os valores obtidos para o deslocamento nesta curva foram corroborados pelas imagens de HOPG, as quais forneceram valores compatíveis com a amplitude de corrugação esperada para este tipo de material. É importante notarmos que a medida da distância com relação à superfície da amostra é proibitiva, uma vez que implica no toque da ponta como posição de referência.

## 5.2 Imagens de HOPG

O grafite HOPG representa a superfície tradicional para a caracterização do desempenho de um STM. O fato de ser bom condutor e de possuir baixa reatividade química e de ser plano torna-o ideal como substrato para a microscopia de ponta. Além disso, é o único material

que permite estudos de resolução atômica no ar [39]. Esta característica é fundamental uma vez que, como as distâncias interatômicas no grafite são bem conhecidas, podemos utilizar sua estrutura como referência para a calibração do deslocamento dos piezos na escala de Å. Lembremos que nesta faixa, não podemos utilizar a interferometria uma vez que um laser de He-Ne possui comprimento de onda igual a 632.8 nm, muito maior que o passo característico de 0.1 Å do Scanner.

### 5.2.1 Imagens de Resolução Atômica

Obtivemos imagens de resolução atômica de Grafite com as duas cabeças de STM construídas. Apresentamos na Figura 5.3 uma imagem de resolução atômica obtida com o primeiro protótipo em modo de operação de corrente constante. Todas as imagens apresentadas na tese foram obtidas com uma interface desenvolvida em Tcl-Tk e processadas com o programa Gwyddion [85]. Podemos observar o padrão atômico triangular característico de

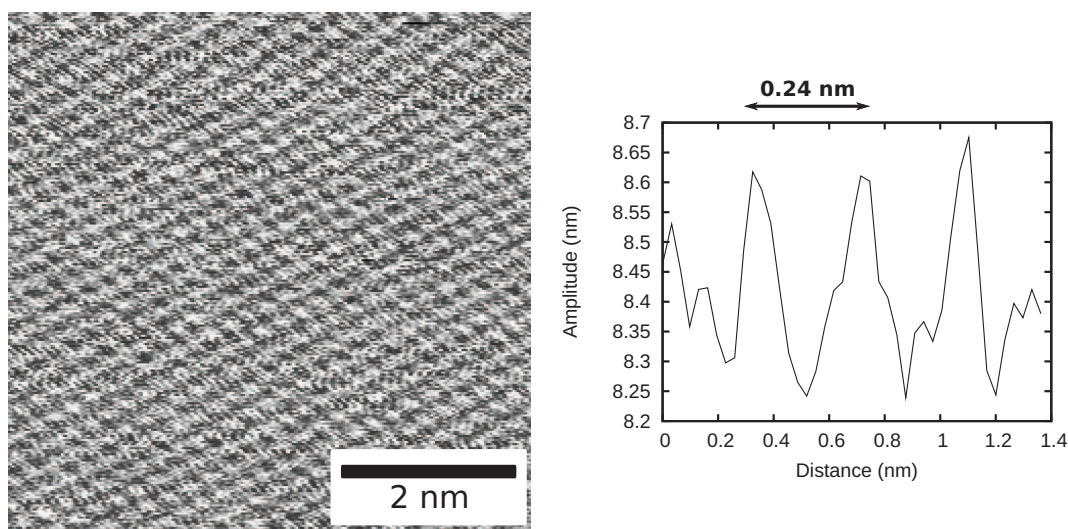


Figura 5.3: Imagem ( $256 \times 256$ ) de resolução atômica de HOPG obtida com o protótipo 1 e perfil apresentado os picos atômicos. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), setpoint = 1 nA e bias = 100 mV. Utilizamos subtração de plano.

imagens de HOPG com o STM. O perfil apresenta o espaçamento entre picos correspondente à distância entre segundos vizinhos no Grafite ( $2.4 \text{ \AA}$ ).

De modo a demonstrar que esta imagem é reproduzível, realizamos uma nova sequência de medidas em um dia diferente, com resultado apresentado na Figura 5.4A obtido para a mesma amostra e as mesmas condições de operação.

Podemos observar que as imagens são morfologicamente semelhantes entre si o que valida o resultado obtido com o protótipo 1 do STM..

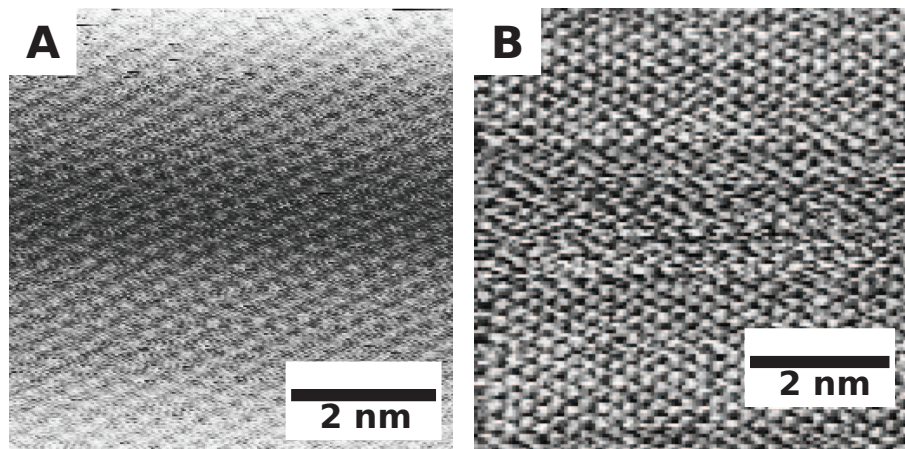


Figura 5.4: A) Imagem de resolução atômica de HOPG obtida com o protótipo 1 sem subtração de plano. B) Imagem de resolução atômica obtida com um STM comercial (Nanosurf, modelo EasyScan2). Ambos utilizaram subtração de fundo. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), set-point = 1 nA e bias = 100 mV

Os resultados de resolução atômica obtidos com o protótipo 1 permitiram que iniciássemos as medidas com o protótipo 2 de modo a preparar sua inserção em ambiente UHV. Obtivemos novamente imagens de resolução atômica com HOPG no ar as quais são apresentadas na Figura 5.5.

Esta imagem foi obtida com maior resolução que a apresentada na Figura 5.3. Podemos constatar, entretanto, uma baixa relação sinal-ruído, consequência de um provável problema de aterramento responsável pela oscilação do circuito em uma frequência bem definida de 180Hz. Discutiremos a origem e as possíveis correções para este ruído abaixo na seção 5.4

Como discutido no capítulo 2, o padrão triangular visualizado na superfície pode ser compreendido em termos da simetria dos átomos A e B. De fato, o valor de  $2.4 \text{ \AA}$  medido para a distância entre os vértices do triângulo concorda com a interpretação em termo do contraste devido aos átomos B (ver Seção 2.4. Este efeito, visualizado inicialmente no vácuo [86] e no ar [39] consiste em um padrão bem estabelecido para imagens de STM.

### 5.2.2 Imagens em Baixa Resolução

As imagens de alta resolução representam o teste mais importante para o STM no ar. Entretanto, no caso do estudo de superfícies com camadas orgânicas, a capacidade do microscópio de lidar com variações abruptas de altura em terraços quando no modo de corrente constante é de extrema importância. Além disso, o grafite consiste em um dos substratos mais utilizados em microscopia de ponta em baixa resolução devido à sua superfície plana e ao fato de ser inerte quimicamente. Portanto, a capacidade do STM de distinguir a morfologia do grafite em baixa resolução é de extrema importância para futuras aplicações deste



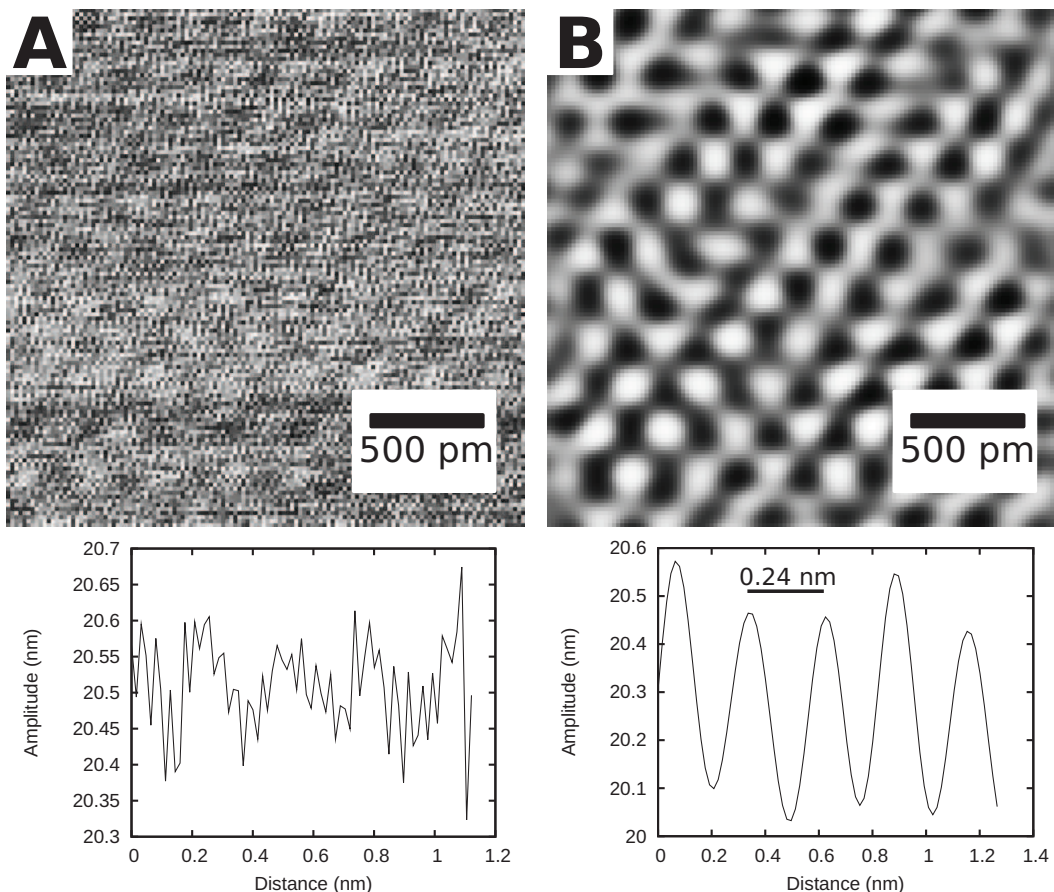


Figura 5.5: Imagens ( $128 \times 128$ ) de resolução atômica de HOPG obtidas com o protótipo 2 no ar. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), setpoint = 1 nA, Bias = 50 mV. A) Imagem apresentando os três átomos característicos das imagens de STM em HOPG mas com alta amplitude de ruído. O perfil de varredura apresenta a baixa razão sinal-ruído; B) Filtro de Fourier aplicado revelando as posições atômicas dos átomos de carbono. O perfil de varredura apresenta as posições atômicas com separação de 0.24nm correspondendo à distância entre segundos vizinhos no grafite. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), setpoint=1 nA, bias=50 mV

instrumento.

As medidas realizadas em grafite em baixa resolução são apresentadas nas Figuras 5.6. A primeira imagem foi obtida com a varredura máxima ( $92 \times 92$ nm) enquanto a segunda é um zoom no quarto inferior direito da primeira imagem. Utilizamos o protótipo 2 utilizando uma ponta de Pt-Ir (80-20), setpoint de 1 nA e bias de 50 mV e tempo de varredura de 1 linha/s. Observamos que o STM foi capaz de distinguir adequadamente os patamares e de responder à descontinuidade o que é visível devido à variação abrupta na topografia. Estas imagens demonstram também a adequação dos parâmetros do controle com o tempo de varredura.



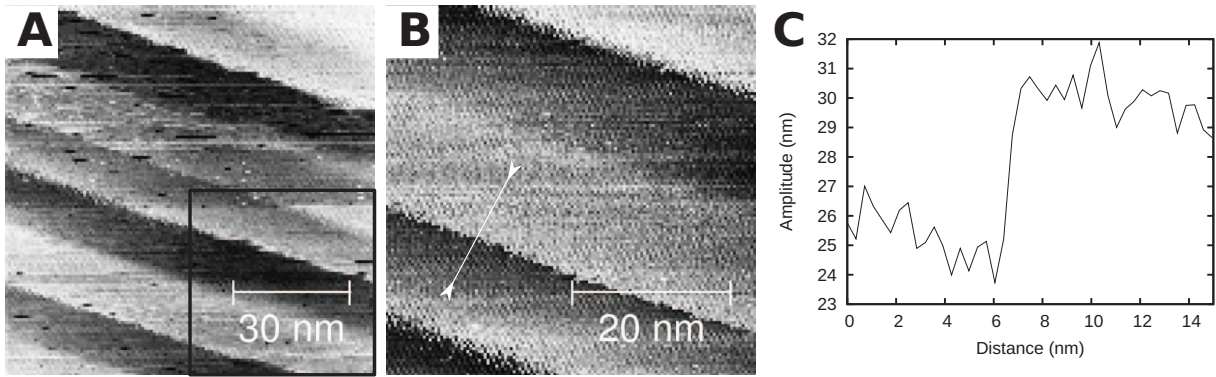


Figura 5.6: Imagem ( $128 \times 128$ ) de patamares de HOPG obtida com o protótipo 2. A) Imagem obtida com a menor resolução possível ( $92 \times 92$ nm). O quadrado indica a região magnificada; B) magnificação da imagem A com área  $46 \times 46$ nm. A linha indica o perfil extraído; C) perfil extraído da imagem B apresentando o patamar com altura de 6nm ou aproximadamente 17 planos atômicos.

### 5.2.3 Calibração do deslocamento

O microscópio possui um área de varredura muito pequena o que implica na inviabilidade da caracterização do deslocamento do piezo por métodos de interferometria ótica. Uma solução para este tipo de questão técnica é o uso de elementos na imagem de baixa resolução como forma de guia para testarmos a coerência dos deslocamentos nas imagens.

Apresentamos na Figura 5.7 uma imagem de HOPG com aglomerados (impurezas) em sua superfície. Esta distinção de elementos na superfície nem sempre é possível, e o HOPG limpo é de pouco valor para este tipo de teste.

Dividimos a superfície em quatro quadrantes para referência do sistema de posicionamento. Realizamos quatro aumentos de magnificação correspondentes aos quatro quadrantes apresentados na Figura 5.8.

Podemos identificar nas quatro partes da Figura 5.8 os quatro quadrantes marcados na Figura 5.7. Para o quadro 1, notamos em a presença de uma impureza à direita que é facilmente distinguível em 5.7. Para o quadro 2, temos no canto esquerdo inferior uma impureza que é atraída para o centro da imagem pela ponta. A impureza aparece em 5.7 como uma mancha branca indistinguível no canto esquerdo inferior da imagem. Para o quadro 3, distinguimos em ambas as imagens a presença de uma ilha no canto direito, a qual é ligeiramente deslocada provavelmente devido à ponta. Para o quadro 4, notamos a presença de três ilhas pequenas que podem ser discernidas como pequenos pontos na Figura 5.7. Portanto, constatamos que o sistema de posicionamento e de aumento de magnificação forneceram resultados consistentes com relação aos pontos de referência na superfície.

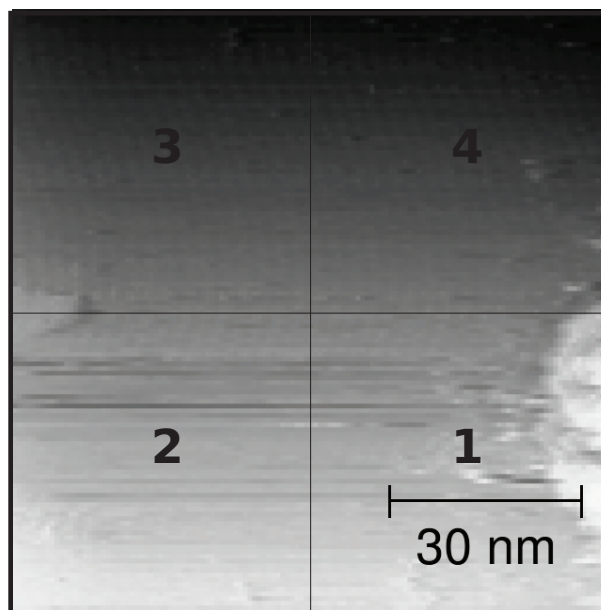


Figura 5.7: Imagem ( $128 \times 128$ ) de baixa resolução ( $92\text{nm} \times 92\text{nm}$ ) de superfície de HOPG com aglomerados em sua superfície. Dividimos em quatro quadrantes de referência para magnificações. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), bias=50mV, setpoint=1nA.

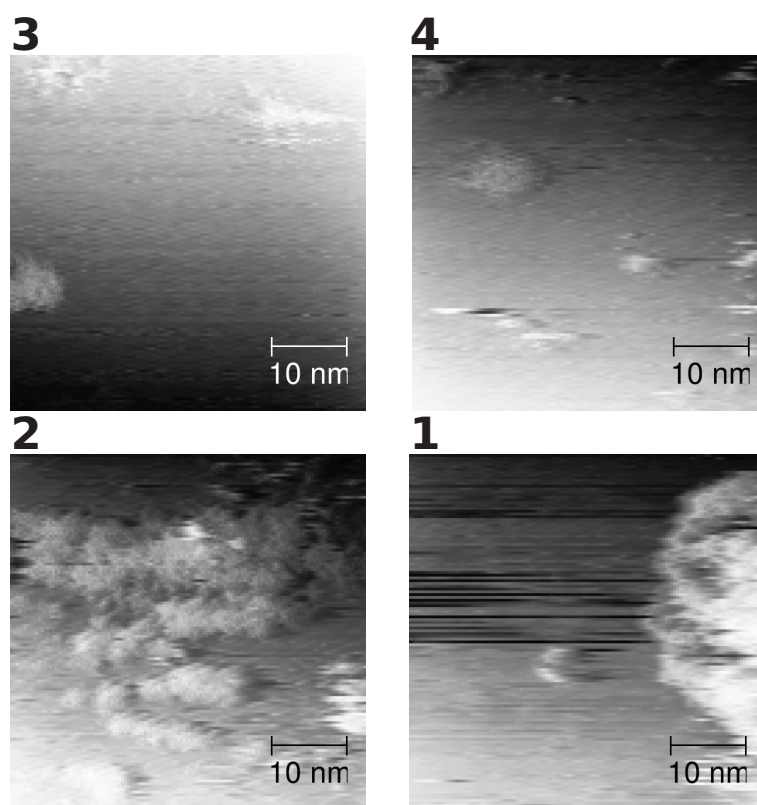


Figura 5.8: Magnificações das regiões demarcadas em 5.7.

## 5.3 Imagens em Superfícies de Au

Superfícies de ouro representam um dos sistemas mais importantes para a avaliação de performance visto que possuem alta condutividade e estão entre os substratos mais utilizados para microscopia STM. Produzimos e analisamos superfícies de Au com duas morfologias: grãos e patamares, ambas crescidas por evaporação térmica. O processo de formação de ambas as superfícies é esquematizado na Figura 5.9.

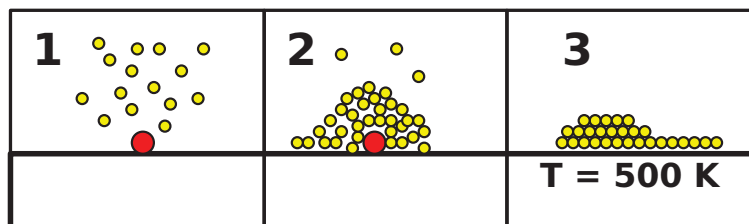


Figura 5.9: Esquema de formação das duas superfícies de Au por evaporação: 1) evaporação de ouro; 2) formação de grãos em torno de impurezas; 3) aquecimento da superfície aumentando a difusão - expressão da faceta (111).

O ouro evaporado é depositado aleatoriamente sobre uma superfície de mica. A existência de impurezas gera sítios localizados de deposição onde há a formação de grãos. A obtenção da superfície (111) requer que aqueçamos o substrato utilizando no caso uma lâmpada alógena posicionada abaixo do porta-substratos metálico. Este processo aumenta a probabilidade de difusão de átomos que possuem energia suficiente para vencer as barreiras de potencial locais e se organizarem na configuração cristalina de menor energia para uma superfície de ouro. Como forma de facilitar o processo, utilizamos uma camada intermediária de Ag evaporada sobre a mica. A Ag possui menor temperatura de fusão (1234.1K) que o Au (1337.6K), o que permite que se difunda mais facilmente gerando um molde com orientação (111) e com parâmetro de rede próximo.

### 5.3.1 Amostra de Au com grãos

O interesse nas amostras de grãos deve-se à sua similaridade com a superfície de nanopartículas. O alto grau de curvatura e o diâmetro da ordem de 10 – 100 nm representam uma forma de se avaliar a performance do microscópio em condições não-ideais de operação. Se o microscópio é capaz de operar neste tipo de superfície, muito provavelmente será capaz de operar sobre a superfície de nanopartículas. Apresentamos na Figura 5.10 uma imagem de grão obtida com o protótipo 2.

Podemos observar no perfil que o STM foi capaz de controlar a posição no eixo z ao longo de uma variação espacial de 30 nm com uma variação vertical aproximada de 8 nm

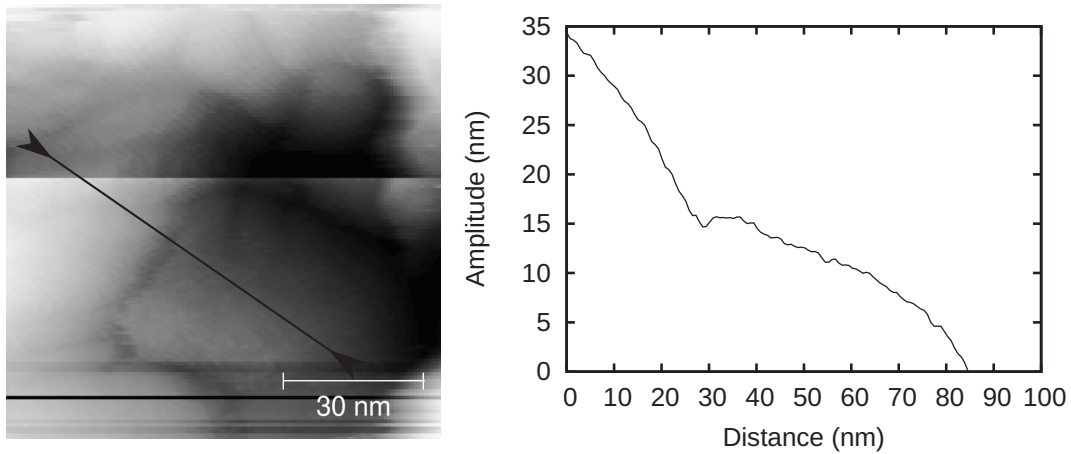


Figura 5.10: A) Imagem ( $128 \times 128$ ) de superfície de Au apresentando o contorno de grão; B) perfil apresentando a grande variação de altura na superfície do grão. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), setpoint = 1 nA, bias = 50 mV

em um deslocamento horizontal de 10 nm. O microscópio permaneceu estável em todo o percurso mas esta estabilidade demandou o uso de um ganho proporcional mais alto que o usualmente utilizado. A importância deste resultado reside no fato de que demonstra que o STM é capaz de lidar com superfícies muito inclinadas, o que é essencial para o estudo de partículas em superfícies. De fato, o controle é peça importante neste cenário uma vez que o peso dos coeficientes  $k_p$  e  $k_i$  podem ser otimizados de forma a proporcionar uma melhor resposta para sistemas com variações de altura. No caso desta imagem, notamos que uma boa condição de estabilidade envolve dois aspectos: uso de um parâmetro  $k_i = 0.001$  maior que  $k_p = 5 \times 10^{-4}$  e varredura mais lenta (1 linha / s). Devemos ressaltar que esta possibilidade de fácil otimização dos parâmetros de varredura dependendo do sistema estudado é uma das principais motivações para a construção de um equipamento "homemade". Este tipo de disponibilidade de atuação sobre todos os parâmetros de controle e filtros em geral não é possível em microscópios comerciais.

Apresentamos na Figura 5.11 uma segunda amostra de interesse em que grãos de menor diâmetro são visíveis. Notemos a similaridade deste com a partícula sintetizada quimicamente apresentada na Figura 1.3B. Ambas possuem aproximadamente 10nm de diâmetro por 10nm de altura [10]. Notamos novamente que o STM foi capaz de distinguir o grão sobre o substrato e definir de maneira clara suas bordas. Este teste demonstra a adequação do equipamento para a operação em superfícies curvas. Podemos também confirmar que a área de varredura utilizada é suficiente para o estudo proposto, uma vez que o grão com dimensões características foi totalmente visualizado com esta janela.

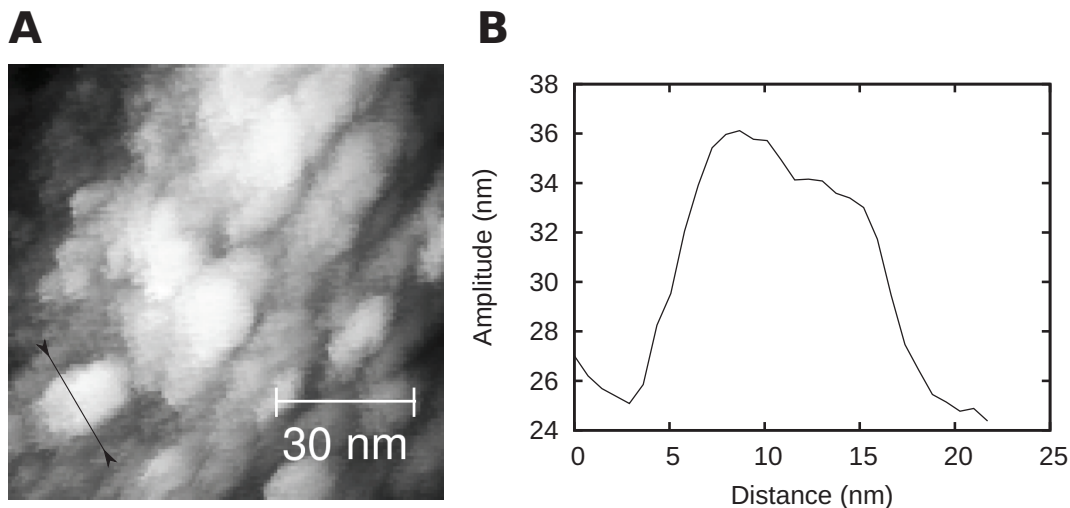


Figura 5.11: A) Imagem ( $128 \times 128$ ) de grão de Au com dimensões semelhantes às apresentadas por partículas sintetizadas quimicamente. B) perfil de intensidade apresentando a topografia do grão. Dados: ponta de Pt-Ir, setpoint = 1 nA, bias = 50 mV

### 5.3.2 Amostra de Au (111) com Patamares

Utilizando o processo descrito acima, baseado no aquecimento do substrato e no crescimento de uma camada intermediária de Ag, produzimos amostras de Au (111) com superfícies organizadas sob a forma de patamares triangulares. Apresentamos na Figura 5.12 uma das imagens obtidas em superfícies deste tipo, onde é possível a visualização de mais de um patamar.

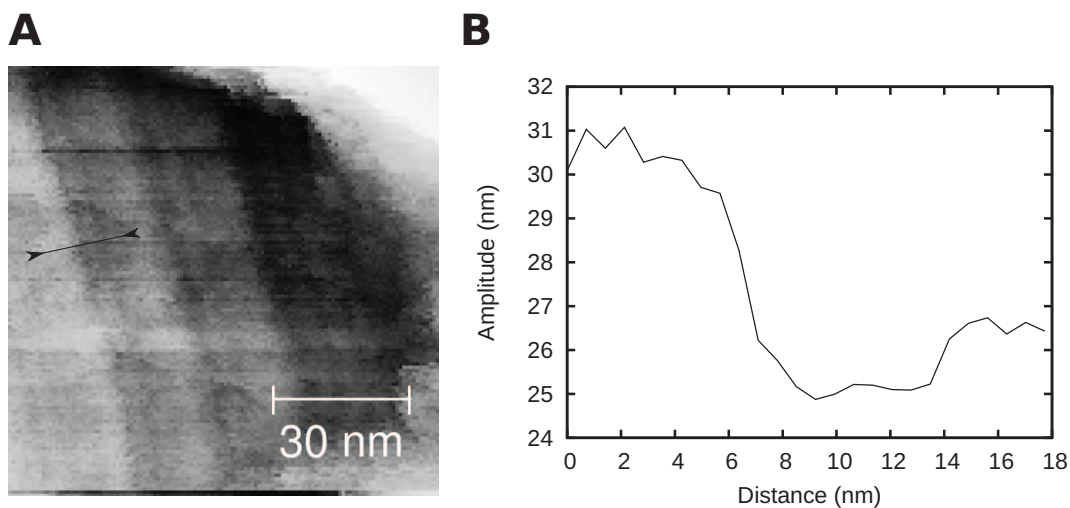


Figura 5.12: A) Imagem ( $128 \times 128$ ) obtida com o protótipo 2 para amostra de Au (111) apresentando patamares. Notamos a presença de quatro níveis de altura. B) Perfil apresentando um dos patamares com aproximadamente 5 nm de altura. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), bias=50 mV, setpoint=1 nA

A mesma amostra foi analisada utilizando-se o microscópio Agilent 5500. Apresentamos na Figura 5.13 uma imagem obtida nas mesmas condições de operação.

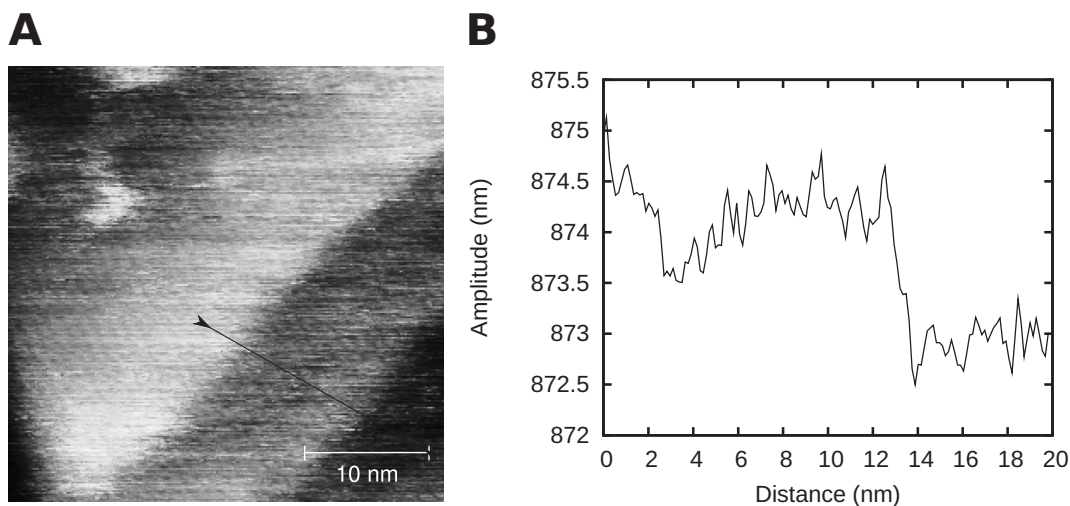


Figura 5.13: A) Imagem ( $256 \times 256$ ) obtida com o microscópio Agilent 5500 para a mesma amostra de Au(111). Notamos a presença de patamares como na Figura 5.12A B) perfil apresentando um dos patamares com aproximadamente 2 nm de altura. Notamos uma amplitude maior do ruído neste perfil em comparação com a amplitude na Figura 5.12B. Dados: ponta Pt-Ir (90-10), bias=50mV, setpoint=1nA

Os resultados mostram que o protótipo 2 possui performance compatível com a operação de um microscópio comercial. Ambos são capazes de distinguir patamares na superfície de Au (111), um material de alta relevância para microscopia STM uma vez que consiste em um dos substratos mais utilizados, principalmente no estudo de crescimento e organização de "Self-Assembled Monolayers" orgânicas [13]. Entretanto, notamos que a imagem adquirida com o microscópio Agilent 5500 apresenta uma maior amplitude de ruído que a apresentada para uma imagem similar adquirida com o protótipo 2. Apesar da diferença de resolução nas duas imagens, o que limita a validade desta análise, consideramos que a compatibilidade dos resultados é de grande importância para a caracterização uma vez que o microscópio apresenta um nível de ruído pelo menos compatível com o apresentado por um microscópio comercial.

## 5.4 Discussão

Somos conscientes de que os resultados apresentados acima descrevem um instrumento em desenvolvimento que ainda não atingiu o nível de maturidade técnica necessária para a operação regular como uma ferramenta de pesquisa no laboratório. De todo modo, não foi nossa intenção a duplicação da performance de um instrumento comercial. A microscopia



STM representa uma nova atividade em nosso grupo e o processo de aquisição de experiência consumiu boa parte dos esforços. Assumindo que devemos continuar o desenvolvimento do instrumento, apresentaremos neste capítulo uma análise crítica dos resultados e propostas para correções e melhorias.

Analisamos em detalhe as principais dificuldades encontradas durante a operação:

- Aterramento e Ruído
- Área de Varredura
- Vibração Mecânica do Solo
- Velocidade de conexão
- Intervalo Dinâmico do sinal

### **Aterramento e Ruído**

A maior dificuldade na operação de um sistema STM refere-se ao fato de que o sinal é obtido internamente em um loop de controle. Esta situação é diferente daquela encontrada quando possuímos uma amostra e a medimos utilizando uma sonda que adquire um sinal sem a necessidade de se controlar parâmetros da própria aquisição. No caso do STM, o sinal faz parte do loop de controle e, portanto, pode ser alterado por instabilidades deste próprio loop.

Os blocos eletrônicos caracterizados no capítulo anterior não apresentaram individualmente sinais de ruído em níveis críticos, no entanto a aquisição da imagem revelou a presença de um sinal estável com frequência de 180Hz. De fato, como apresentamos na Figura 5.14A, o espectro FFT do conversor corrente-tensão não apresenta isoladamente nenhum pico nesta faixa quando não há passagem de corrente. Este dispositivo seria o principal candidato a possuir um pico nesta faixa devido à sua sensibilidade a ruídos decorrente da topologia do circuito que possui a entrada inversora aberta e suscetível a efeitos de capacitância parasita. Por outro lado, o sinal espúrio apresentado na Figura 5.14B, é medido apenas em condição de tunelamento.

A consequência imediata deste efeito pode ser muito facilmente visualizada em imagens feitas em HOPG com baixa magnificação, como apresentado na Figura 5.15, adquirida em um dia onde o efeito apresentou-se com alta intensidade de oscilação em 180Hz.

O principal candidato para a causa deste efeito é o aterramento. De fato, a presença de loops de terra no sistema pode gerar efeitos espúrios detectáveis como harmônicos da frequência da rede de 60Hz, condição satisfeita pelo pico de 180Hz. Este efeito é pequeno e em geral indetectável mas no caso o elemento eletrônico não-linear formado pelo gap

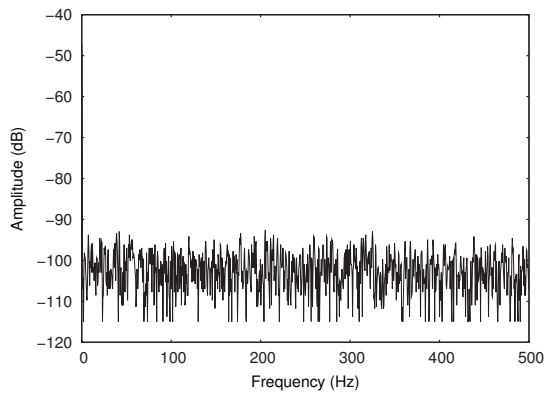
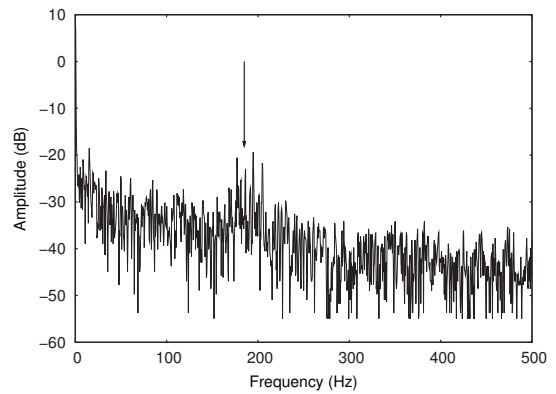
**A****B**

Figura 5.14: A) Espectro FFT medido na entrada do conversor ADC na ausência de corrente de tunelamento no sistema; B) Espectro FFT medido na mesma posição para o sistema em regime de tunelamento. Notamos a presença de um pico em 180Hz.

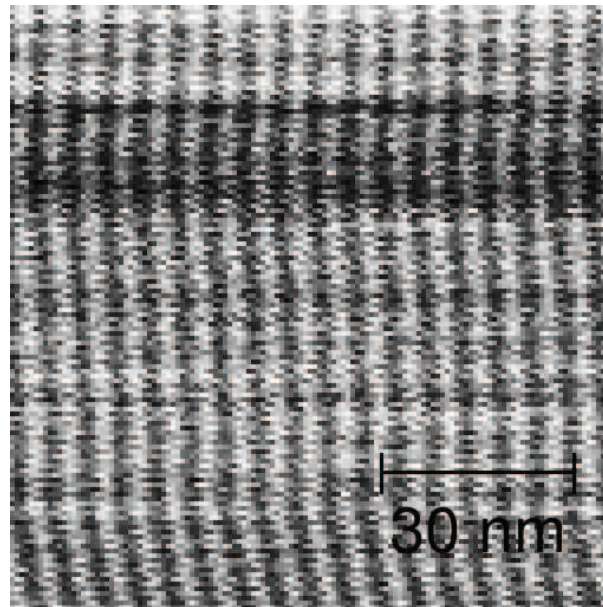


Figura 5.15: Imagem de HOPG em baixa magnificação onde pode-se distinguir o efeito da oscilação de 180 Hz sobre a imagem. No dia de aquisição deste imagem, a amplitude do efeito estava particularmente alta.

ponta-amostra atua como um sensor de sinais de muito baixa amplitude, comparáveis com a amplitude da corrente de tunelamento ( $\approx$  nA).

A origem deste efeito está relacionada à existência de múltiplos caminhos para o retorno do sinal para o ponto de referência global do circuito (terra da rede). Este tipo de conexão deve ser realizado entre os blocos do sistema sob a forma de cabos individuais conectados em pontos de baixa impedância comuns (terra estrela). O terra estrela deve ser conectado



diretamente ao terra da rede. A existência de loops neste caminho de retorno pode gerar a circulação de corrente devido às diferenças de potenciais locais. O sinal neste caso é excitado pode ser excitado pela própria radiação do ambiente ou por um sinal espúrio no próprio terra da rede, ambos ocorrendo com frequências típicas de 60Hz ou múltiplos.

A solução para este tipo de problema [87, 88] envolve a recomposição de todos os caminhos de retorno do circuito. Especial importância deve ser dada às caixas de blindagem, as quais devem ser conectadas ao terra estrela separadamente dos circuitos contidos em seu interior, e aos cabos, os quais devem possuir conexão com as caixas em apenas uma de suas extremidades. Outra questão importante refere-se à câmara, uma vez que esta possui aterramento próprio via fonte de tensão da bomba iônica. Neste caso, a conexão dos cabos BNC no passante elétrico da câmara pode dar origem a múltiplos loops. Portanto, a correção desta dificuldade envolve um trabalho de planejamento das conexões e de isolamento de sinais.

## Área de Varredura

Uma das principais limitações do projeto é o pequeno intervalo espacial de operação dos atuadores piezoelétricos  $(\Delta x, \Delta y, \Delta z)$ . Os atuadores horizontais possuem intervalo máximo de 93nm enquanto que o atuador em z possui intervalo de 60nm. Estes valores são uma ordem de grandeza inferiores aos utilizados usualmente em microscópios comerciais (faixa de  $\approx 1\mu\text{m}$ ). Esta limitação deve-se à combinação do uso de um tripod com a baixa tensão da eletrônica, dimensionada para um deslocamento de 100nm.

A proposta mais simples para a correção deste tipo de dificuldade consiste na substituição do Tripod por um Scanner tubular. No caso, estudamos a possibilidade do uso de um Scanner com dois tubos concêntricos [89], como apresentado na Figura 5.16. A geometria do tubo permite uma maior eficiência de deslocamento quando comparado ao Tripod como discutimos na seção 3.2.2, Equação 3.3. Além deste ganho devido à geometria, dois outros fatores presentes em particular no esquema de tubos concêntricos permitem um ganho de deslocamento em função da tensão: o sistema permite o uso integral dos comprimentos dos dois tubos, o que não é o caso na maior parte dos sistemas onde um único tubo é dividido em duas seções: metade inferior para deslocamento horizontal e metade superior para deslocamento vertical; o esquema de conexões apresentado na Figura 5.16 permite que dobremos o intervalo de deslocamentos no plano (x-y), um fator 4 no ganho da área de varredura.

Consideremos por exemplo o par de tubos concêntricos com características apresentadas na Tabela 5.4 (Sensortech, modelos 532 0160 0120 1000 e 532 0260 0210 1000) com constante de carga  $d_{31} = -2.7\text{AA}/V$ .

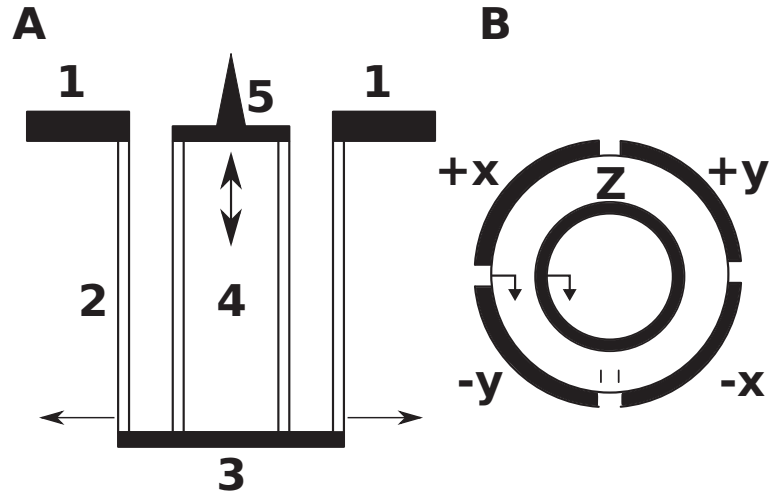


Figura 5.16: A) Esquema de montagem do Scanner de dois tubos concêntricos (vista lateral): 1) suporte externo onde o Scanner é fixado; 2) tubo externo com deslocamento horizontal (x-y); 3) base colada ao tubo interno (usinada em Macor para baixa dilatação térmica); 4) tubo interno com deslocamento vertical (z); 5) suporte superior onde a ponta é fixada. B) Esquema de conexão elétrica que maximiza o deslocamento dos tubos (vista superior).

Tabela 5.1: Dados dos piezos concêntricos utilizados para os cálculos

	Comprimento	Diâmetro Externo (mm)	Diâmetro Interno (mm)
Tubo externo	25	6.6	5.3
Tubo interno	25	4.1	3

Temos neste caso um deslocamento no plano xy de  $1.6\mu$  para uma tensão de  $72V$  aplicada na configuração apresentada na Figura 5.16, um valor muito confortável para operação. No eixo z, para a mesma tensão, temos um deslocamento de  $373nm$ , seis vezes maior que o deslocamento atual de  $60nm$ .

O valor de tensão de  $72V$  baseia-se no novo projeto de Driver, apresentado na Figura 5.17, o qual é baseado em um amplificador operacional de alta tensão (Texas Instruments, modelo OPA445) com intervalo de operação máximo entre  $\pm 45V$ . Podemos considerar elevar a tensão atual de operação de  $\pm 22V$  para  $\pm 36V$  acrescentando uma bateria às duas já existentes para cada polaridade. Isto não representa problemas para a regulação visto que o LM317 e o LM337 possuem tensões máximas de operação respectivamente de  $+40V$  e  $-40V$ .

No caso deste driver, o sinal é injetado no atuador em seus dois eletrodos de forma simétrica: sinal direto no eletrodo positivo e sinal invertido no eletrodo negativo. Construímos um protótipo deste circuito, o qual apresentou níveis de ruído compatíveis com o Driver utilizado atualmente (Figura 3.29) mas com a vantagem do acréscimo expressivo de tensão de operação. Este circuito, associado ao uso do Scanner de tubo concêntrico,

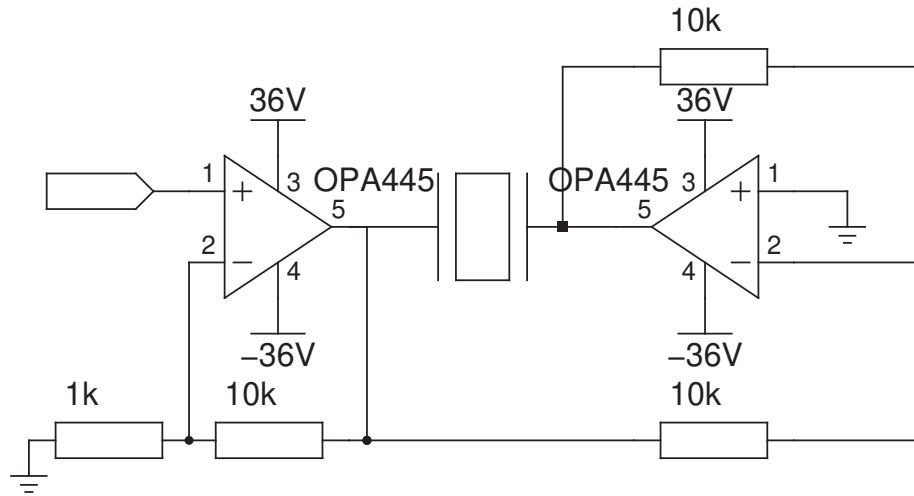


Figura 5.17: Driver de tensão para alimentação simétrica dos dois eletrodos de um atuador piezoelétrico

representa uma ótima solução para a questão da área de varredura uma vez que permite que continuemos utilizando a alimentação via baterias, a qual se mostrou muito confiável e estável durante a operação do microscópio construído.

### Vibração Mecânica do Solo

O sistema utilizado, baseado em amortecedores para mesas óticas (Newport, modelo I2000) mostrou-se adequado para a operação de acordo com suas especificações. Entretanto, o solo do laboratório possui uma forte componente de vibração em frequências de 30, 50, 60 e 90 Hz, as quais correspondem a motores elétricos. O pico de 30 Hz em particular, o qual está associado a bombas de água presentes no subsolo, atinge em geral amplitude de velocidade de vibração da ordem de  $1 \mu\text{m/s}$  em medidas realizadas sobre a mesa. Este valor eventualmente pode ser detectado no microscópio quando verificamos a transformada de Fourier do sinal obtido. Uma solução para este tipo de dificuldade reside no uso de amortecedores (Vibra-Stop) nas bombas de água, o que pode atenuar a amplitude de oscilação transmitida em até duas ordens de grandeza. Uma segunda solução envolve o uso de um segundo estágio de amortecimento interno na câmara que atue na atenuação da amplitude de oscilação em baixas frequências. O sistema, apresentado na Figura 5.18, é composto por três molas pendentes da flange CF200 superior sustentando o balanço onde a cabeça está apoiada. O amortecimento é induzido por correntes de Foucault geradas em aletas de cobre devido à oscilação de imãs presos ao balanço. Imãs de NdFeB ou CoSm podem gerar o campo necessário para uma corrente de Foucault de amplitude relevante capaz de amortecer as oscilações. Este tipo de sistema apresenta o único inconveniente de necessitar de fixação para o processo de troca de

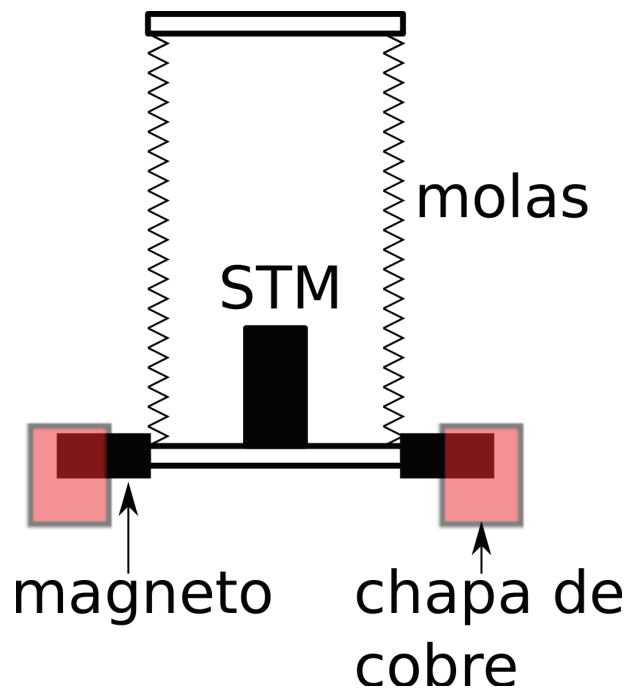


Figura 5.18: Sistema de amortecimento interno composto por três molas pendentes da flange CF200 superior. Os magnetos presos ao balanço geram correntes de Foucault nas placas de cobre, o que dissipa a energia da oscilação.

amostra e pontas na cabeça do STM.

Um ponto importante com relação ao uso dos dois sistemas é o fato de que o sistema interno deve possuir frequência de ressonância superior à do sistema externo (mesa pneumática). Caso contrário, frequências transferidas pelo sistema externo com amplitude considerável poderiam excitar a frequência de ressonância do sistema interno. Como o sistema de isolamento para mesas óticas (externo) possui frequência de ressonância no intervalo (1 – 5Hz), o sistema interno deve ser dimensionado com ressonância em 10Hz através do desenho das molas e do controle da massa da cabeça.

### A velocidade de conexão com o computador

O microcontrolador funciona de forma linear executando uma sequência de tarefas sem a possibilidade de qualquer tipo de paralelização. Portanto, para cada passo do algoritmo de varredura, este deve aguardar o envio do dado medido ao computador pela porta serial. Esta espera implica em atraso, o que limita a largura de banda de varredura e controle. Atualmente, o Baud Rate de 115200 da porta serial implica em um tempo mínimo de envio de  $86\mu\text{s}$  por ponto (8 bits de dados mais 2 de moldura).

Este gargalo não compromete a operação do microscópio mas uma maior taxa de transmissão é desejável de modo a permitir modos mais rápidos de varredura. Uma solução

viável e bem estabelecida é o uso de comunicação TCP-IP com largura de banda de 100M. O projeto desenvolvido utiliza um controlador de rede (Microchip, ENC28J60) que pode ser acessado pelo protocolo SPI convencional do dsPIC. Neste caso, com uma largura de banda 1000 vezes maior, a latência devido à transmissão seria desprezível e a limitação temporal seria da própria transmissão SPI para o controlador.

### **Intervalo Dinâmico do Sinal**

A questão do intervalo dinâmico do sinal é crítico para a qualidade das imagens de tunelamento. Se considerarmos um setpoint de 1 nA, que corresponde a um valor de 100 mV, o sinal atômico sobreposto possui amplitude entre 10 mV e 50 mV. Na escala digital de inteiros entre 0 e 65536 (16 bits), a amplitude do sinal corresponde a valores entre inteiros 6 e 655, o que representa uma janela muito pequena do intervalo total de digitalização. Uma forma de contornar esta dificuldade consiste na aplicação de um offset ao sinal, da ordem do valor CC do setpoint, que permita que o sinal seja extraído via um filtro passa-alta e amplificado de modo a ser representado como uma fração maior do intervalo de 16 bits. Este procedimento eleva a relação sinal-ruído melhorando o contraste e reduzindo a granulosidade da imagem. Devemos entretanto ressaltar o detalhe relevante de que este sinal deve ser adquirido com um conversor ADC adicional paralelo ao conversor principal. O fato é que o controle do piezo Z (sinal da imagem do STM no modo corrente constante) necessita do valor CC sinal do sinal para estabelecer sua resposta estacionária. Logo, o valor filtrado sem a componente CC, deve ser direcionado a um segundo ADC que não participa do loop de controle.

Este tipo de aplicação não é possível na configuração atual visto que o conversor ADC utilizado é assimétrico (0–5V). A aquisição de um sinal CA requer que o ADC seja simétrico, uma vez que o sinal pode assumir tanto valores positivos quanto negativos em relação ao valor do offset.

#### **5.4.1 Projeto Complementar - Implementação de um AFM-STM**

O STM construído representa a base para o desenvolvimento de um microscópio AFM capaz de operar em ambiente UHV e com resolução atômica. Trabalhos preliminares utilizando o Tuning Fork [90] como elemento de medida de força permitiram o desenvolvimento de uma base mínima para a operação de um AFM. Este requer o monitoramento sobre desvios de fase ou a frequência do sinal medido, os quais são proporcionais à força aplicada. O imageamento portanto consiste na aquisição das diferenças de fase locais, as quais compõem um mapa da força na amostra. Estes desvios são detectados sob a forma de sinais de corrente gerados pelo Tuning Fork que necessitam serem convertidos em sinais de tensão, como no

caso da corrente de tunelamento no STM, e processado por um PLL (Phase-Locked Loop) ou pelo Lock-In. O sinal analógico gerado pelo Lock-In pode ser adquirido por um ADC e processado de forma semelhante ao caso do STM. Um detalhe importante é a necessidade de se manter a amplitude de oscilação constante no Tuning Fork, o que requer o uso de mais uma saída DAC em adição às já utilizadas.

A implementação do STM-AFM é uma consequência direta do processo de desenvolvimento de instrumentação. Neste caso devemos combinar os dois loops de controle em um único microcontrolador, o qual anteriormente foi utilizado apenas para o STM. Este controle integrado permite um chaveamento eficiente entre imagens de corrente e tensão que podem inclusive serem adquiridas simultaneamente. Este tipo de instrumento representa uma enorme expansão em termos de perspectivas com relação ao STM, uma vez que possibilita que acessemos informações complementares sobre a mesma amostra. Como discutido anteriormente, um instrumento deste tipo foi capaz de resolver a origem do padrão triangular em de HOPG com STM através da aquisição de imagens de AFM sobre a mesma região que revelaram os átomos escondidos [38].

# Capítulo 6

## Conclusões e Perspectivas

Apresentamos nesta tese o processo de desenho e construção de um STM compatível com Ultra-Alto Vácuo. O projeto foi desenvolvido a partir do zero, sem uso de projetos anteriores. Como discutimos, numerosas dificuldades foram encontradas, principalmente relacionadas aos projetos eletrônico, de aproximação fina e de controle. As soluções apresentadas são, em geral, originais e representativas do processo de ganho de experiência ao longo do projeto.

Com relação ao projeto mecânico, o uso de um sistema de aproximação grosseria previamente testado consistiu em uma escolha conveniente e bem sucedida. O uso do sistema elástico movimentado por um Picomotor consistiu em uma solução simples, robusta e compatível com UHV que evitou o longo e custoso desenvolvimento de um sistema tipo "Inchworm" [50]. Esta escolha permitiu-nos o início imediato do desenvolvimento do sistema eletrônico. Podemos afirmar que este mecanismo constitui uma opção real que pode ser utilizada para a aproximação grosseira em aplicações em UHV. O projeto mecânico de aproximação fina e varredura utilizou uma montagem tipo Tripod, similar às utilizadas originalmente em microscópios STM, em detrimento do Scanner tipo tubo, que é o mais aplicado atualmente. A escolha deve-se ao fato do mecanismo ser mais intuitivo e linear que o tubo além de possuir menor custo. O resultado apresentado comprovou a eficácia da montagem fornecendo valores de deslocamento efetivo condizentes com o esperado no projeto.

Para a eletrônica, desenvolvemos um equipamento de baixa voltagem e baixo ruído que satisfaz as especificações de operação em alta resolução. Este projeto foi elaborado como opção às fontes de alta tensão desenvolvidas inicialmente e que não apresentaram boa performance com relação ao nível de ruído. Desenvolvemos da mesma forma dois modelos de conversor corrente-tensão de baixo ruído que forneceram resultados coerentes com os valores previstos para a corrente de tunelamento.

Com relação ao controle, o projeto apresentou numerosas dificuldades. Apesar da possibilidade de implementação de uma versão analógica, optamos pelo projeto digital devido à

facilidade de interfaceamento com o Picomotor e à flexibilidade inerente ao uso de algoritmos. Isto permitiu a implementação de filtros digitais passa-baixa e passa-alta e diferentes versões do algoritmo PID. Além disso, a digitalização e a transferência de funções analógicas para o domínio digital permitiu a montagem de um sistema de controle compacto e altamente eficiente. Apesar da performance individual dos componentes ser compatível com os requisitos do projeto, dificuldades foram encontradas durante a operação devido à presença de um sinal espúrio estacionário com frequência de  $180Hz$  sobreposto ao sinal de tunelamento. Interpretamos este sinal como uma consequência de um loop de terra persistente no projeto. Neste caso o STM atua como um detector de loops uma vez que o sinal medido possui muito baixa amplitude, comparável à amplitude do sinal espúrio.

Do fato de ser desenvolvido totalmente a partir de um desenho próprio ("full home-made"), o instrumento tornou-se fortemente configurável, o que permite o uso de modos não-convencionais de operação como por exemplo a modulação de bias ou o uso do lock-in como forma de selecionar frequências no sinal de tunelamento. Além disso, permite uma maior integração com outros instrumentos, o que é essencial para o desenvolvimento de um STM-AFM ou para o acoplamento do microscópio a uma linha de luz Síncrotron para a realização de experimentos de PEEM ("Photoemission Electron Microscopy") [91].

O trabalho de construção do STM representou o primeiro passo do projeto de um instrumento integrado para o estudo estrutural de nanopartículas, nanofios e nanoclusters. O projeto prevê a implementação de um AFM compatível com UHV que atue em conjunto com o STM de modo a permitir o uso dos dois modos de imagem simultaneamente durante a operação. Este instrumento sozinho ou combinado com uma linha de luz Síncrotron representa uma ferramenta avançada de pesquisa em nanociência construída sobre uma expertise sólida em instrumentação científica. O principal objetivo científico envolvido é o estudo de problemas complexos em nanociência - interface metal-orgânico em nanopartículas. Esperamos que com este instrumento combinado, possamos fornecer uma nova abordagem para estudos de alta-resolução capazes de identificar os padrões de organização de passivantes e sua influência na cristalografia da partícula. Portanto, o microscópio UHV-STM básico aqui descrito atua de forma a abrir portas para o desenvolvimento de um instrumento relevante e firmemente baseado em um projeto científico de longo prazo.



# Apêndice A

## Vibração

### A.1 Modelo Analítico

A operação de um microscópio de tunelamento envolve a aquisição de sinais de corrente que possuem dependência exponencial com a distância ponta-amostra, a qual possui escala característica da ordem de  $\text{\AA}$ . Por outro lado, se considerarmos que as frequências de oscilação encontradas no solo, podem ser acopladas com as frequências próprias da cabeça do microscópio com amplitudes de acoplamento da ordem de  $\mu\text{m}$ , produzindo oscilações muito superiores à distância característica, concluímos que o uso de um sistema de isolamento de vibrações é necessário.

Podemos compreender o papel das grandezas envolvidas no problema utilizando um modelo de sistema tipo massa-mola amortecido e harmonicamente excitado [92] conforme apresentado na Figura A.1 Consideremos uma massa acoplada a uma mola excitada harmonicamente por uma força externa. O sistema dinâmico é descrito pela equação A.1.

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = F_0\cos(\omega t) \quad (\text{A.1})$$

Esta pode ser reescrita como a equação A.2 de modo a destacar alguns parâmetros relevantes: a frequência de ressonância  $\omega_n = \sqrt{k/m}$ , o termo de amortecimento  $\xi = c/(2m\omega_n)$  e a força por unidade de massa  $f_0 = F_0/m$ .

$$\ddot{x} + 2\xi\omega_n\dot{x} + \omega_n^2x = f_0\cos(\omega t) \quad (\text{A.2})$$

Esta equação diferencial não homogênea possui solução total dada pela expressão A.3.

$$x(t) = Ae^{-\xi\omega_n t}\text{sen}(\omega_n t + \phi) + X\cos(\omega t - \theta) \quad (\text{A.3})$$

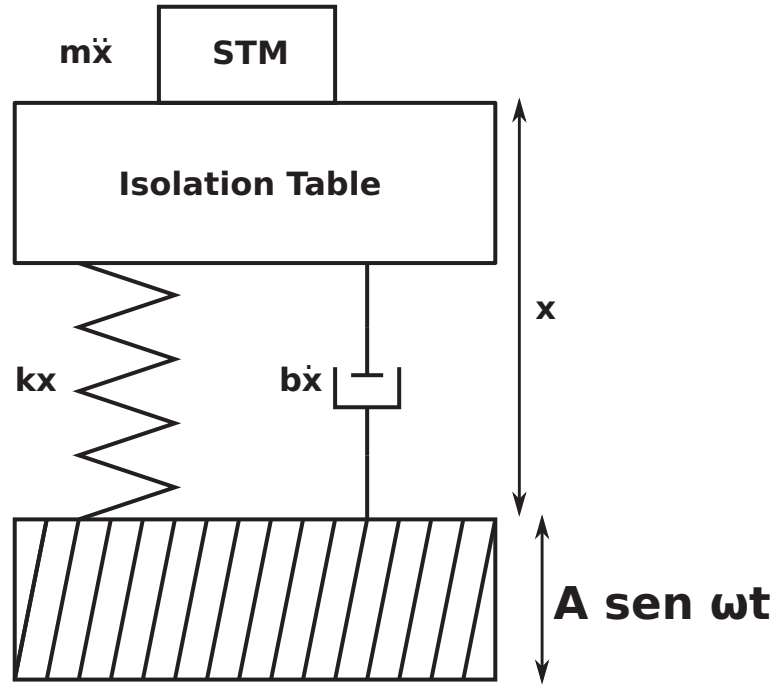


Figura A.1: Modelo massa-mola amortecido e forçado para o isolamento do microscópio

sendo  $X$  dado pela expressão A.4

$$X = \frac{f_0}{\sqrt{(\omega_n^2 - \omega^2)^2 + (2\xi\omega_n\omega)^2}} \quad (\text{A.4})$$

e  $\theta$  dado pela expressão A.5.

$$\theta = \tan^{-1} \frac{2\xi\omega_n\omega}{\omega_n^2 - \omega^2} \quad (\text{A.5})$$

Para valores grandes de  $t$ , o primeiro termo tende a zero, implicando em uma solução particular de comportamento estacionário. O fator  $X$  corresponde à amplitude da resposta do sistema a uma oscilação externa. Consideramos este o termo mais relevante a ser caracterizado no sistema uma vez que a partir deste podemos construir a curva de transferência do modelo. A partir da expressão A.6 para a amplitude normalizada

$$\frac{X\omega_n^2}{f_0} = \frac{1}{\sqrt{(1 - r^2)^2 + (2\xi r)^2}} \quad (\text{A.6})$$

sendo  $r = \omega/\omega_n$ , construímos as curvas de transferência teóricas em função dos coeficientes de atenuação apresentadas na Figura A.2. O gráfico apresenta que todas as curvas começam a atenuar a partir do ponto  $\sqrt{2}\omega_n$ , o papel do coeficiente de atenuação sendo o de definir a amplitude do pico de ressonância e a taxa de queda do sinal. Quanto maior o coeficiente

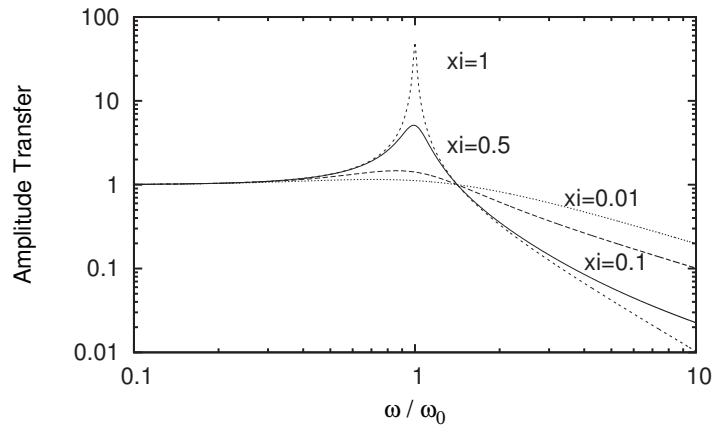


Figura A.2: Função de transferência teórica derivada a partir do oscilador amortecido forçado para diferentes valores do coeficiente de amortecimento  $\xi$ .

de atenuação menor a amplitude do pico mas do mesmo modo menor a atenuação para frequências altas. Notamos também que a frequência de ressonância, dada pela expressão  $\omega = \sqrt{k/m}$ , pode ser deslocada a partir de um aumento na massa do sistema ou na diminuição da constante de mola (esta torna-se menos resistente).

A partir desta simples análise, formulamos algumas conclusões sobre as características do projeto de isolamento de vibração:

- A região mais apropriada para a operação do microscópio encontra-se acima da frequência de ressonância do sistema de amortecimento.
- o sistema de amortecimento deve possuir sua frequência de ressonância deslocada para o valor mais baixo possível ( $\approx 1\text{Hz}$ ) de forma que na faixa de kHz, onde se encontra a frequência típica de ressonância da cabeça, o valor da função de transferência seja o menor possível.
- caso o sistema não forneça uma taxa de atenuação suficiente, um segundo estágio de isolamento deve ser utilizado em conjunto com o primeiro.

Estas definições básicas nos permitem discutir as medidas de vibração realizadas e sua interpretação realizadas no Capítulo 3. Introduzimos agora o instrumento utilizado para a aquisição do sinal de vibração, o Acelerômetro.

## A.2 Acelerômetro

Utilizamos para a medida de vibração um acelerômetro, mecanismo sensível a forças mecânicas externas geradas pela oscilação do solo que produzem acelerações da ordem de

$\mu\text{m/s}$ . A medida de força pode ser realizada de duas formas: através de um capacitor ou de um atuador piezoelétrico; nos dois casos, o deslocamento do sensor com relação à massa sísmica utilizada como referência pode ser detectado como um sinal elétrico [93], como esquematizado na Figura A.2.

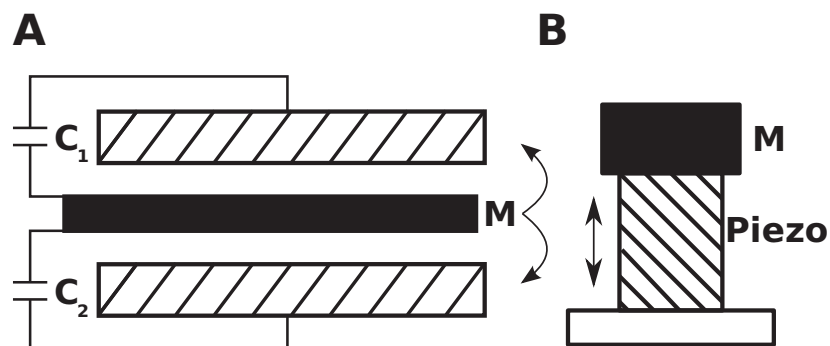


Figura A.3: Modelos de acelerômetro: A) capacitivo - a vibração da membrana central com massa  $m$  devido à aplicação de uma força externa altera a capacitância relativa entre os capacitores  $C_1$  e  $C_2$ . Esta diferença é proporcional à intensidade da força; B) piezoelétrico - o deslocamento da massa  $m$  induz uma deformação no atuador piezoelétrico que é convertida em um sinal de tensão proporcional à força

No caso do acelerômetro capacitivo, um Cantilever de massa  $M$  é posicionado entre duas placas metálicas, formando dois capacitores ( $C_1$  e  $C_2$ ). O movimento do Cantilever altera a capacitância relativa entre os dois, gerando um pequeno sinal de corrente proporcional à força externa aplicada. O modelo do acelerômetro piezoelétrico consiste em um atuador conectado a uma massa de referência na extremidade de um de seus eixos. O deslocamento do sensor provoca uma compressão no elemento piezoelétrico, o que pode ser detectado como um sinal de tensão proporcional à força externa aplicada.

Utilizamos em nossas medidas o acelerômetro Wilcoxon série 731A do tipo piezoelétrico A.2, apresentado na Figura A.2. Este sensor possui sensibilidade de  $10^{-7}\text{g}$ , o que implica em uma frequência mínima de detecção de 3Hz para uma razão sinal ruído  $SNR = 3$ .

O sinal é adquirido como aceleração e convertido para velocidade. Esta escolha deve-se ao fato de que dada a natureza do gráfico log-log velocidade por frequência, podemos estimar deslocamento e aceleração apenas pela inclinação da reta.

### A.3 Critérios para Avaliação de Vibração

A partir dos dados adquiridos para o solo e para o sistema de isolamento utilizando o acelerômetro, precisamos definir critérios de qualidade que permitam uma avaliação crítica dos dados. Desejamos um padrão de comparação que nos permita definir a faixa de amplitudes



Figura A.4: Acelerômetro tipo piezoelétrico utilizado nas medidas de vibração

de acoplamento tolerável para o bom funcionamento do instrumento.

Os primeiros padrões de avaliação de qualidade do solo foram definidos nos anos 70 a partir da expansão da indústria de microeletrônica e da necessidade de equipamentos de litografia ótica com especificações cada vez mais rigorosas para resolução [53]. Estes mesmos critérios serviram como base para a construção de instalações de metrologia e microscopia, as quais levaram os critérios a um novo patamar de exigência. Foi com base em um desses critérios (NIST-A), que avaliamos a qualidade do solo e do sistema de isolamento do equipamento construído.

As medidas de vibração devem levar em conta a existência de dois tipos de dados que podem ser detectados [52]

- dados determinísticos - sinais periódicos ou que podem ser previstos através de um modelo físico
- dados aleatórios - sinais que não podem ser previstos e que compõe um fundo sob os picos definidos dos sinais determinísticos

Os dados determinísticos possuem frequência bem definida, o que permite a identificação da fonte da oscilação. Por exemplo, um pico em 30 Hz indica a existência de um motor elétrico de 1800rpm nas proximidades. Por outro lado, dados aleatórios são originados da dispersão do sinal determinístico de acordo com a dissipação do meio de propagação. Por exemplo, o ruído originado da rua é randômico mas sua origem reside em frequências de rotação bem definidas de carros. Ambos os tipos são importantes e contribuem para a oscilação do sistema, mas as análises de cada categoria devem ser realizadas de modo diferenciado.

Os dados adquiridos podem ser apresentados de três formas:

- Amostra temporal

- Espectro FFT
- Espectro de integração em banda fixa ou variável

A amostra temporal consiste no sinal RMS adquirido pelo sensor. A partir de seu processamento obtemos o espectro FFT ou o espectro de banda fixa ou variável. O espectro FFT recupera os picos característicos das fontes determinísticas mas não fornece informação sobre a densidade espectral de energia, a qual descreve a distribuição das fontes aleatórias no espectro. Esta densidade pode ser obtida a partir do espectro pela integração em banda fixa ou variável. O uso da banda variável como a banda de um terço de oitava, permite que o intervalo de integração da faixa se ajuste ao intervalo de frequências considerado. O sinal é adquirido a partir do acúmulo utilizando do sinal processado via FFT na janela de frequências.

O uso do intervalo de um terço de oitava remete à teoria musical. Uma oitava é definido como o intervalo:

$$f_{i+1} = 2 \times f_i \quad (\text{A.7})$$

sendo que estes valores definem o centros das bandas. Definimos a região em torno do centro ( $f_0$ ) a partir da média geométrica:

$$f_0 = \sqrt{f_1 f_2} \quad (\text{A.8})$$

sendo,

$$f_1 = 2^{-1/(2n)} f_0 \quad (\text{A.9})$$

$$f_2 = 2^{1/(2n)} f_0 \quad (\text{A.10})$$

Para um intervalo de um terço,  $n = 3$  e  $f_1 = 2^{-1/6} f_0$  e  $f_2 = 2^{1/6} f_0$ . Este tipo de abordagem permite uma separação confortável dos intervalos de integração, ainda mais se considerarmos que a maior parte da energia do espectro aleatório encontra-se concentrada na região de baixas frequências, a qual possui melhor amostragem. Devemos ressaltar que, devido à sua capacidade de adquirir o comportamento dos dados aleatórios, este tipo de análise é o utilizado nos padrões de avaliação.

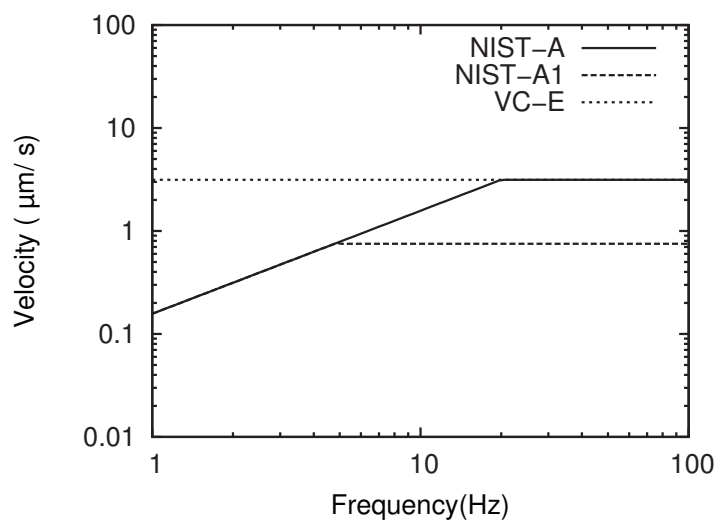


Figura A.5: Padrão NIST-A utilizado para a avaliação da qualidade do solo.

Na análise que desenvolvemos, utilizamos o chamado padrão NIST-A o qual é apresentado na Figura A.5 junto aos padrões NIST-A1 e VC-E. Verificamos que o padrão NIST-A possui especificação intermediária entre o VC-E e o NIST-A1. A razão para a adoção deste padrão é o fato de que este consiste em uma especificação avançada para os padrões atuais de prédios de alta tecnologia. O laboratório não possui bloco sísmico e o projeto de máquinas não prevê o impacto destas na vibração. Devemos observar que estes padrões referem-se a solo e não ao sistema de amortecimento.





# Apêndice B

## Preparação de Pontas

A ponta consiste em um dos principais fatores que determinam a qualidade de uma imagem de STM. Em se tratando de imagens de alta resolução, a qualidade do ápice da ponta, o qual deveria idealmente possuir apenas um átomo, é fundamental para a obtenção de resolução atômica. Pontas de má qualidade, além de prejudicarem este tipo de imagem, podem gerar artefatos que impedem uma correta interpretação dos dados. Portanto, a produção de pontas é um aspecto importante, que justifica a discussão sobre as técnicas de preparação.

Durante o processo de construção do STM experimentamos dois tipos de ponta:

- Pontas de Tungstênio (W) preparadas por corrosão com NaOH ou KOH
- Pontas de Platina-Irídio (Pt-Ir) preparadas por stress mecânico com um alicate

Em vácuo, ambas são capazes de fornecer imagens com resolução atômica, mas no ar apenas a ponta de Pt-Ir, um material inerte ou que apresenta pouca oxidação, é útil. No caso da ponta de W, o óxido formado cria uma camada isolante que limita a resolução espacial e a intensidade da corrente detectável. Em vácuo, podemos tratar a ponta através de aquecimento com elétrons ejetados da amostra para degasagem e emissão Field-Emission para reconstrução da geometria do ápice.

Descrevemos abaixo o processo de preparação de ambas as pontas e apresentamos alguns resultados de caracterização.

### B.1 Preparação de pontas de Tungstênio

Pontas de Tungstênio são preparadas através de um processo de corrosão eletroquímica [41] no qual o fio de tungstênio, que atua como eletrodo metálico, é dissolvido por uma

solução de NaOH ou KOH através da passagem de uma corrente CC como apresentado na Figura B.1.

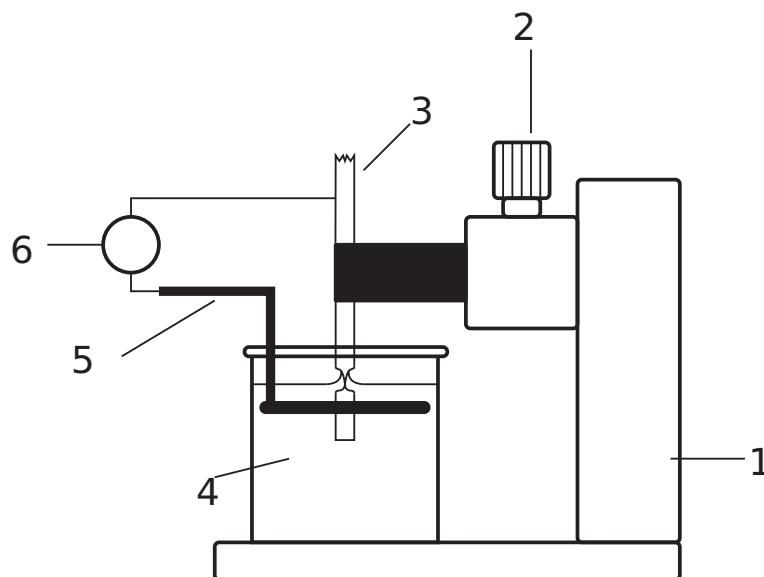
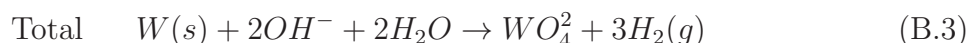
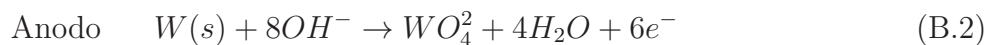
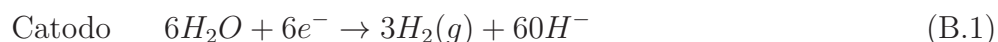


Figura B.1: Esquema do sistema de preparação de pontas de W por corrosão química. 1 - suporte do parafuso vertical; 2 - parafuso vertical; 3 - fio de W; 4 - solução de KOH ou NaOH; 5 - anel de aço (catodo). O fio deve ser posicionado no centro do anel de modo que sofra a influência de um campo simétrico; 6 - fonte de tensão responsável por manter a tensão no sistema constante em 3 V.

A reação depende da aplicação de uma tensão contínua de 3 V gerada por uma fonte regulada. O processo:



envolve a dissolução do fio de W cujos ânions  $WO_4^{2-}$  são absorvidos no anodo. Utilizamos uma solução de NaOH com 3 mol/l com água desmineralizada e deionizada. O fio deve ser previamente limpo com acetona em ultrassom.

Após o momento da quebra do menisco, no qual temos a formação da ponta, esta deve ser retirada da solução, cortada e lavada em água desmineralizada e deionizada. A lavagem deve seguir as seguintes etapas:

- mergulha-se o fio cortado com a ponta para cima de modo que esta não toque na superfície da água na entrada
- dentro da solução, a ponta deve invertida

- retira-se o fio com a ponta para baixo de modo que esta não seja danificada pela interface da água.

Apresentamos na Figura B.2 exemplos de pontas de W caracterizadas por imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura. Observamos que a consequência de erros cometidos durante

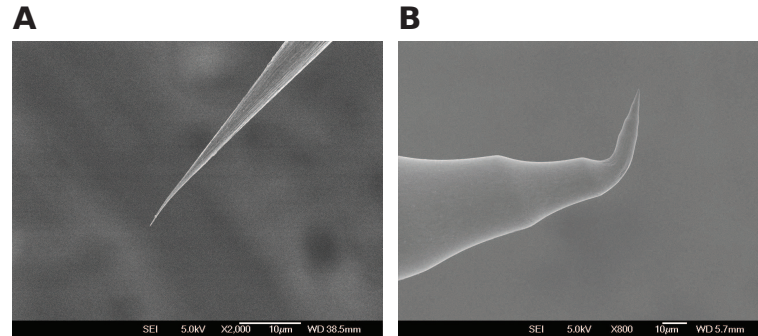


Figura B.2: A) ponta de W corroída corretamente - verificamos o apex bem definido e a ponta sem irregularidades; B) ponta de W corroída incorretamente - a ponta dobrada indica choque mecânico com a água no processo de lavagem

o processo de manipulação ou de lavagem produz pontas com geometria irregular que podem impedir a operação do microscópio devido à impossibilidade de estabilização do sinal.

## B.2 Preparação de pontas de Pt-Ir

Como discutimos acima, pontas de W não podem ser utilizadas em condições atmosféricas devido ao problema da camada de óxido. Neste caso o uso de um material como Pt é desejável. Entretanto o método de produção possui um nível de dificuldade superior ao encontrado no caso do W, uma vez que utilizamos corrente alternada e Ácido Sulfúrico para corrosão. Entretanto, a adição de Ir à Pt torna o fio mecanicamente mais resistente de modo a permitir que as pontas sejam produzidas a partir de tensionamento mecânico. O procedimento, esquematizado na Figura B.3, é simples e requer o uso de dois alicates: um de bico e o outro de corte (EREN, modelo 612N). B.3.

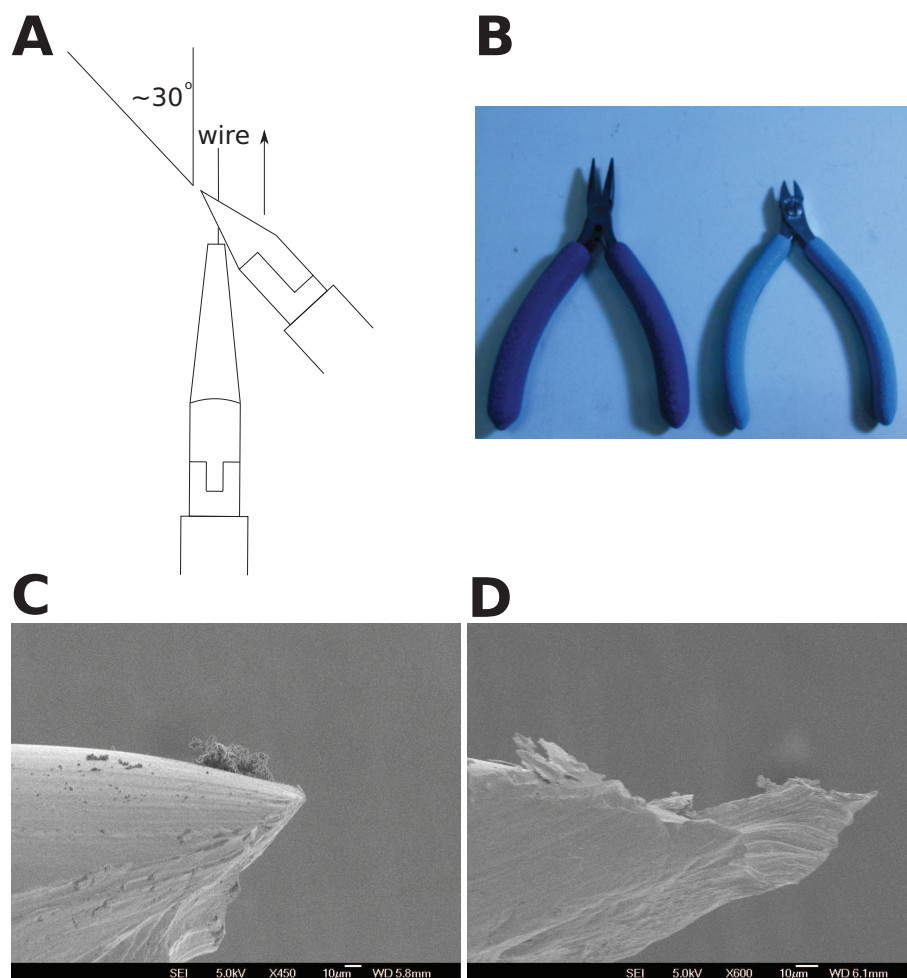


Figura B.3: A) Esquema de posicionamento para a ruptura do fio. O fio deve ser posicionado em um ângulo de aproximadamente  $30^\circ$  com relação ao alicate de corte. B) Par de alicates utilizado. C) Ponta de Pt-Ir cortada - verificamos a formação de uma superfície plana sem ápice; D) ponta de Pt-Ir puxada - a ponta possui um apex bem definido apesar de possuir má aparência. Esta ponta é adequada para operação em alta-resolução

O ângulo entre os alicates deve ser de aproximadamente  $30^\circ$ . O fio não deve ser cortado

mas esticado até que se rompa. O corte produz uma superfície plana onde não há a formação do ápice. Notamos a grande diferença do perfil destas pontas quando comparadas com as produzidas por corrosão química. Entretanto, estas podem fornecer resolução atômica da mesma forma uma vez que o apex, apesar de fraturado, ainda possui uma ponta bem definida devido às propriedades mecânicas da Platina.



# Apêndice C

## Atuadores Piezoelétricos

Deslocamentos controlados na escala sub-nm estão além da capacidade de sistemas mecânicos convencionais. Esta escala de comprimentos requer o uso de um novo dispositivo, o atuador piezoelétrico, uma cerâmica cuja deformação mecânica é controlada através da aplicação de uma voltagem em sua superfície. Descreveremos neste apêndice detalhes deste material essencial para qualquer de posicionamento em escala nanométrica.

### O Efeito Piezoelétrico

O efeito piezoelétrico [94] consiste no aparecimento de uma tensão elétrica entre as superfícies de um material proporcional à aplicação de uma deformação mecânica sobre o mesmo. O efeito é simétrico, o que implica que a aplicação de uma voltagem sobre a superfície induz um efeito de deformação mecânica proporcional.

O material piezoelétrico pode ser encontrado em duas conformações cristalinas: cúbico ou tetragonal, sendo que a conformação depende da temperatura [95]. Para temperaturas abaixo da chamada temperatura de Curie, o cristal apresenta estrutura tetragonal, como apresentado na Figura C.1. para o material PZT. Nesta condição, cada célula unitária do cristal possui um dipólo elétrico associado, cuja intensidade depende de sua deformação. Este é a origem do efeito, o qual se propaga pela rede gerando uma tensão elétrica linear com a deformação nas superfícies definidas pelo eixo assimétrico. Para temperaturas acima da temperatura crítica, o cristal assume estrutura cúbica perdendo o dipólo elétrico associado. Nesta condição o efeito piezoelétrico não é mais possível.

Os materiais que apresentam esta propriedade, apesar de não possuírem Ferro em sua constituição, são chamados Ferroelétricos em analogia com os efeitos Ferromagnéticos em materiais magnéticos. O efeito pode ocorrer em cristais naturais como o Quartzo ou a Turmalina, mas os materiais mais utilizados e com melhor performance são os cerâmicos, dentre os quais podemos destacar o PZT (Chumbo Zirconato Titanato), um material policristalino

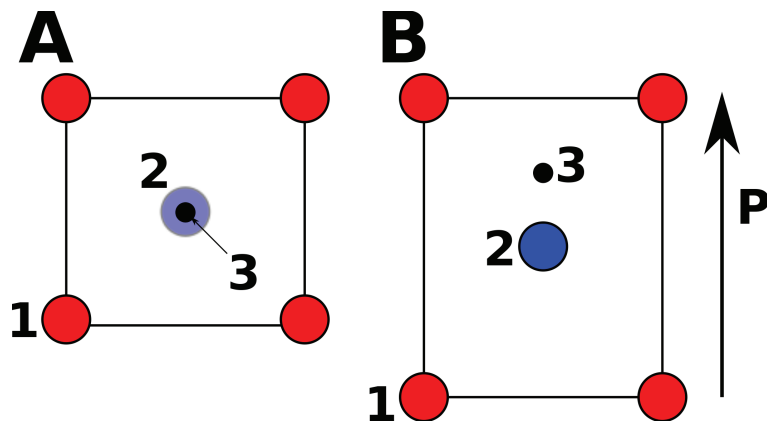


Figura C.1: A) cristal PZT cúbico acima da temperatura de Curie - não há efeito piezoelétrico ; B) cristal PZT tetragonal abaixo da temperatura de Curie - há efeito piezoelétrico; 1 - Pb, 2 - O, 3 - Ti,Zr

com estrutura tipo Perovskita.

A cerâmica piezoelétrica não possui inicialmente um eixo preferencial uma vez que os dipólos encontram-se orientados de acordo com domínios locais. A definição de uma direção global de deformação depende da exposição da cerâmica a um forte campo elétrico a uma temperatura pouco acima da temperatura de Curie. Nesta situação, os domínios melhor orientados com relação ao campo crescem agregando domínios com outras orientações. Quando o campo é removido, os domínios permanecem parcialmente alinhados em suas posições e o material assume um eixo de simetria que define a posição dos eletrodos. Como apresentamos na Figura C.2, a aplicação de um campo externo faz com que os domínios reassumam um alinhamento proporcional ao campo aplicado: quanto maior o campo, maior o alinhamento. Da mesma forma, quando o campo é removido, os dipólos retornam às posições relaxadas. Percebemos que este grau de liberdade em torno da posição de alinhamento implica em uma curva de histerese, onde o dipólo não retorna à condição inicial antes da aplicação do campo.

### A deriva térmica

Um dos aspectos mais relevantes para a operação do STM é a estabilidade térmica dos piezos. De fato, fatores como o coeficiente de dilatação do piezo, da cola, da base isolante (alumina) ou do próprio suporte metálico podem produzir deslocamentos com amplitude de nm. De fato, o material utilizado (PZT-5A) possui coeficiente de expansão térmica de 4.7 ppm/°C, o que implica em um deslocamento de 72 nm/°C na direção de deslocamento para um piezo com 15.3mm de comprimento. Devemos também levar em consideração o coeficiente de expansão térmica da cola (EpoTek, H77): 33 ppm/°C e da alumina: 6 ppm/°C.



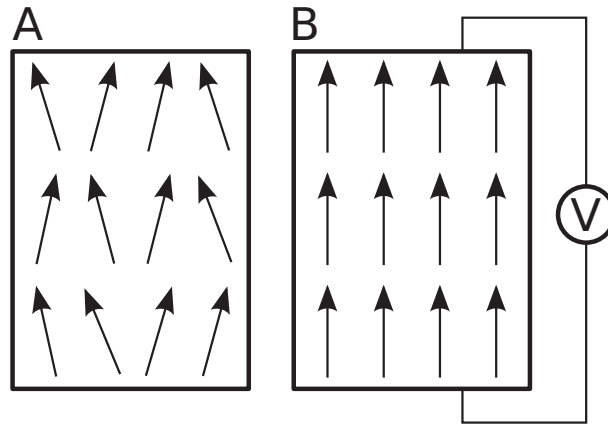


Figura C.2: A) orientações relaxadas em torno da direção de polarização antes da aplicação do campo; B) o campo orienta os dipólos: quanto maior o campo, maior a orientação e maior a deformação do cristal.

Podemos notar portanto que a instabilidade térmica pode acarretar em graves consequências para a estabilidade da ponta com relação à amostra.

Uma solução aproximada para esta questão envolve a termalização do piezo antes da realização de medidas. O piezo deve ser "exercitado" em ciclos de tensão por períodos longos de tempo (2-4 h). Apesar de consistir em um método empírico, notamos uma melhora significativa no rendimento do microscópio com uma diminuição da deriva térmica devido a este procedimento. O ciclo deve ser realizado após a colocação da ponta e da amostra, uma vez que o contato do tripod com a pinça pode gerar instabilidade térmica. Entretanto, devemos ressaltar que este procedimento nem sempre conduz a bons resultados, sendo que a qualidade dos dados obtidos dependem das condições do ambiente no dia.



# Apêndice D

## Sistemas de Aproximação Grosseira

Neste apêndice discutiremos o sistema de aproximação grosseira, um dispositivo engenhoso capaz de levar a distância ponta-amostra de uma separação inicial macroscópica da ordem de mm a uma separação final da ordem de nm, faixa onde o sistema de controle fino atua. O grande intervalo dinâmico de atuação requer o uso de um sistema robusto, estável e preciso - condições essenciais para que não haja a possibilidade de colisão entre ponta e amostra durante o processo.

Para aplicações em ambiente UHV, três tipos de abordagens são as mais utilizadas:

- Louse
- Inchworm
- Beetle

Descreveremos as três detalhadamente como forma de justificar a discussão da montagem utilizando o PSM.

### D.1 Sistema Louse

O sistema Louse foi primeiro sistema de aproximação grosseira, implementado no STM de Binnig e Rohrer [2]. O esquema de funcionamento é apresentado na Figura D.1

O Louse consiste em uma placa piezoelétrica apoiada sobre três pés condutores. Os três são individualmente apoiados em eletrodos com superfície isolada (vidro ou safira). A aplicação de alta tensão (100V – 1000V) entre um pé e seu eletrodo faz com que este seja eletrostaticamente fixado, o que impede seu movimento. Para o deslocamento, iniciamos com os três pés fixos com alta tensão; liberamos um dos pés e aplicamos alta tensão sobre o piezo induzindo sua expansão. Apenas o pé livre se desloca. Prendemos novamente este e liberamos

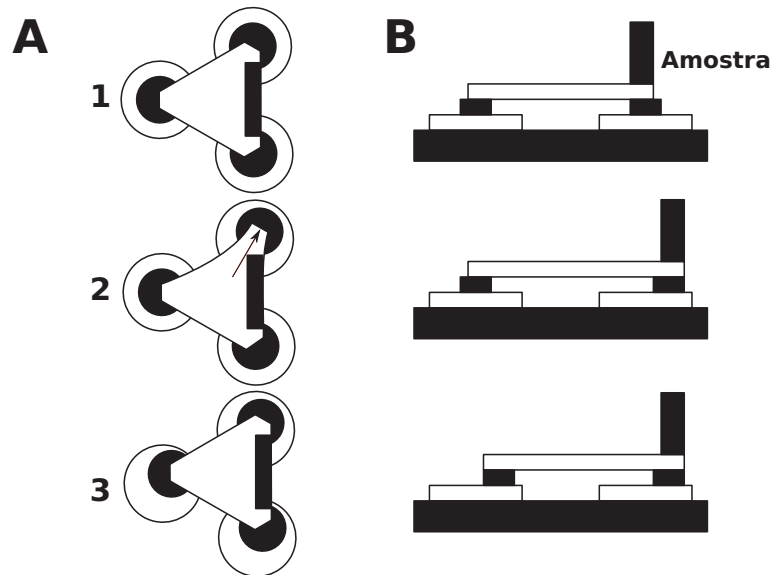


Figura D.1: Sistema de aproximação grosseira tipo Louse. 1) sistema em repouso; 2) o pé superior é solto e desloca-se para cima - os outros dois pés permanecem fixos; 3) o pé que superior é fixo e os outros dois soltos - a contração do piezo faz com que estes se desloquem.

outro pé. Retiramos a tensão do piezo provocando a sua contração e o deslocamento do pé solto. Repetimos o processo para o terceiro pé terminando o ciclo. A amostra, que encontra-se em um suporte vertical sobre a placa piezoelétrica, movimenta-se desta forma em direção à ponta.

Este sistema apresenta duas grandes dificuldades: alta tensão e a superfície isolante entre o pé e o eletrodo. Com relação à alta tensão, temos a necessidade do uso de voltagens até 1000V com alta velocidade de chaveamento (30 passos por segundo) e isolamento eletrostático de alta tensão. Com relação à superfície, esta requer um polimento ótimo de modo que o pé possa movimentar-se sem o efeito de imperfeições locais no coeficiente de atrito. Esta condição implica no uso de mecânica de precisão para a montagem do instrumento.

## D.2 Sistema Beetle

O sistema Beetle [48], esquematizado na Figura D.2 consiste em um mecanismo tipo "slip-stick" que utiliza a diferença entre os coeficientes de atrito estático e dinâmico entre duas superfícies para gerar um deslocamento efetivo. O dispositivo consiste em três atuadores piezoelétricos para o deslocamento grosseiro (marcados com 1 na Figura D.2A) e em um atuador para varredura, todos presos superiormente a um suporte metálico. Os três piezos de suporte apoiam-se sobre três rampas circulares dispostas em torno da amostra. O deslocamento da ponta com relação à amostra deve-se à rotação do suporte metálico gerada

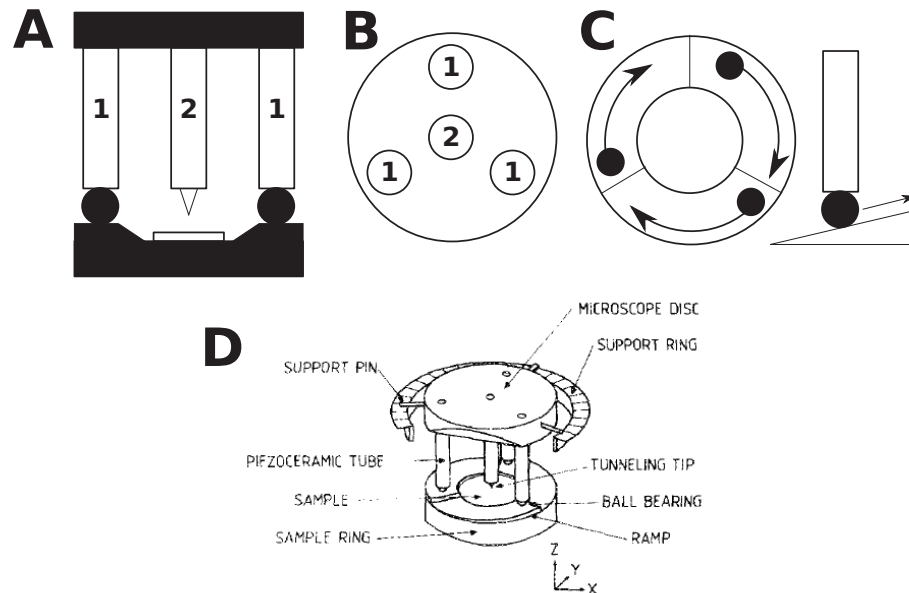


Figura D.2: Sistema de aproximação grosseira tipo Beetle. A) Esquema geral de montagem com os piezos tipo 1 apoiando a montagem sobre a rampa. O piezo 2 atua na varredura. B) esquema de conexão dos piezos na peça superior com os três piezos de movimentação dispostos simetricamente em torno do piezo de varredura; C) esquema de movimentação do piezo na rampa. A peça inferior consiste em três rampas concêntricas dispostas em torno da amostra; D) Figura apresentando a montagem total do "Beetle" [48]. Notamos a disposição das três rampas concêntricas em torno da amostra.

pela deformação lateral (aplicação de tensão sobre os eletrodos particionados na superfície do tubo) dos três piezos através de uma rampa lenta seguida por uma variação abrupta. A diferença entre o atrito estático e o atrito dinâmico entre as superfícies da esfera e da rampa determina o deslocamento líquido do piezo.

Este tipo de sistema, apesar de muito utilizado, requer como no caso no do "Louse", um controle muito fino sobre o atrito das superfícies utilizadas para movimentação. Por outro lado, possui a grande vantagem de compensar automaticamente efeitos de deriva térmica nos piezos.

### D.3 Sistema Inchworm

O sistema "Inchworm" [50], esquematizado na Figura D.3 consiste em um motor linear piezoelétrico que utiliza sequências de extensão e contração do atuador como forma de deslocamento.

O sistema consiste em seis atuadores piezoelétricos: dois traseiros e dois dianteiros para o pressionamento da barra rígida (corpo a ser deslocado) e dois de deslocamento conectando os

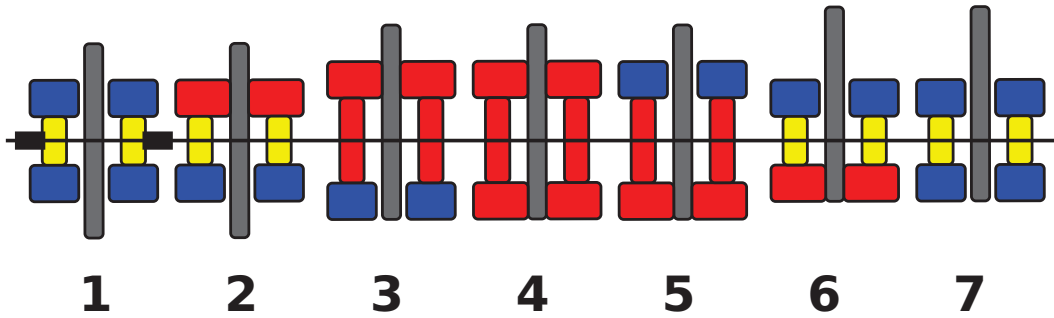


Figura D.3: Sistema de aproximação grosseira tipo "Inchworm" composto por uma barra a ser movimentada, dois pares de piezos de travamento (dianteiro e traseiro) e um par de piezos de deslocamento.

blocos traseiro e dianteiro. Partindo da configuração 1 apresentada na figura D.3, queremos movimentar a barra para a direita. Inicialmente acionamos o par dianteiro que pressiona a barra (sequência de aplicação de tensão indicada em vermelho). Com esta fixa, aplicamos tensão no piezo de deslocamento que se expande, fazendo com que a barra se desloque. acionamos o par traseiro fixando a barra em sua traseira e liberamos o par dianteiro. Contraímos o piezo de deslocamento gerando novo deslocamento da barra. A movimentação de volta segue o mesmo princípio apenas com a troca da sequência de abertura e fechamento dos pares dianteiro e traseiro.

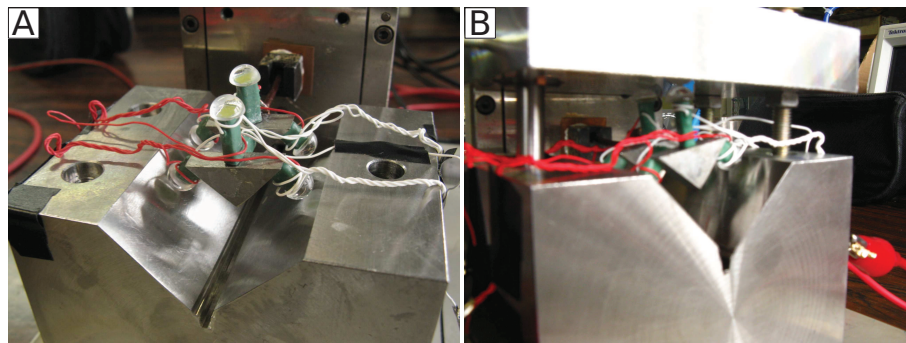


Figura D.4: Protótipo do sistema "Inchworm" implementado no grupo [96]. A) Visão lateral apresentando o trilho de deslocamento composto por duas rampas com  $90^\circ$  de ângulo e o motor composto por 7 piezos: 3 de travamento no triângulo dianteiro, 3 de travamento no traseiro e um de deslocamento entre os triângulos; B) Vista superior apresentando a esfera de vidro utilizada na ponta de cada piezo de travamento. O uso da esfera de vidro diminui a sensibilidade do motor às imperfeições da superfície do trilho.

Implementamos um protótipo do tipo "Inchworm" [96] a fim de substituir o sistema de aproximação grosseira elástico utilizando o PSM e o picomotor. O sistema é apresentado na Figura D.4 e possui uma pequena diferença com relação ao inchworm descrito na figura D.3: em nosso caso os piezos de deslocamento são fixos à barra e não ao corpo do instrumento.

O sistema consiste em dois triângulos conectados por um piezo de deslocamento, sendo que cada um possui um trio de piezos de deslocamento. O trilho de deslocamento consiste em duas superfícies retificadas com ângulo de  $90^\circ$ . A escolha desta geometria visa permitir um bom assentamento do motor em uma posição de equilíbrio estável. O sistema funciona de modo satisfatório e consiste em uma boa opção para a substituição do sistema de aproximação grosseira.





# Apêndice E

## Controle

O processo de formação da imagem no STM em modo de corrente constante envolve o processamento do sinal através de um loop de realimentação que adquire o valor de corrente e atua sobre o elemento piezoelétrico, cuja posição é variada de modo a manter o valor da corrente constante (modo de operação corrente constante). Esta condição peculiar de aquisição de dados pode ser altamente influenciada por instabilidades do loop, as quais podem implicar no surgimento de artefatos na imagem adquirida. Portanto, podemos afirmar que no STM a qualidade do sinal depende diretamente da estabilidade do sistema de controle. Por esta razão, a compreensão do funcionamento e dos critérios de qualidade para o projeto de controle são essenciais para que o STM possa operar de modo correto.

Consideremos um sistema de controle fechado como o apresentado na Figura E.1, composto por um bloco  $H$  a ser controlado (planta) e por um elemento de controle  $G$  com saída  $C(s)$ . A planta possui um conjunto de estados possíveis dentre os quais escolhemos um, o estado de referência (setpoint). Temos, portanto que o sistema de controle consiste em um mecanismo destinado a manter a planta em seu estado de referência através da atuação do elemento de controle sobre variáveis de controle da planta.

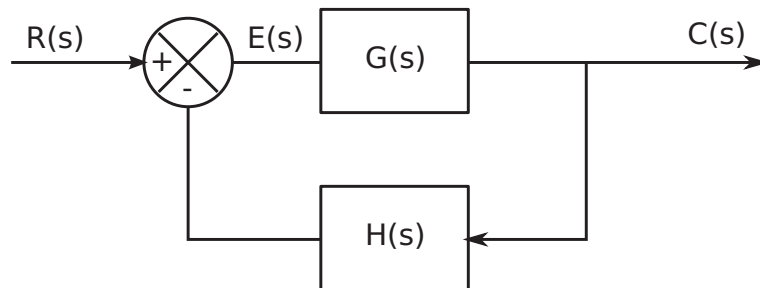


Figura E.1: Esquema de um sistema de controle com um laço de realimentação

O primeiro passo do algoritmo do sistema de controle é a comparação entre o valor do estado da planta medido com o valor de referência  $R(s)$ , já definido como uma variável no

espaço de Laplace. Esta diferença é o chamado sinal de erro  $E(s)$ , uma medida do quão distante o estado atual da planta se encontra do estado desejado. Este valor é processado pelo elemento de controle  $G(s)$  utilizando um modelo que fornece uma saída  $C(s)$  reinserida na planta. O resultado desta atuação é a resposta dada por  $H(s)$ . Por fim, fechamos o ciclo com a comparação do sinal gerado por  $H(s)$  com o valor de referência  $R(s)$  no ponto de soma. A partir destas definições, deduzimos as funções de transferência do sistema [68]:

- Função de transferência de malha aberta: razão entre o sinal de realimentação  $B(s)$  e o sinal de erro;

$$\frac{B(s)}{E(s)} = G(s)H(s) \quad (\text{E.1})$$

- Função de transferência de alimentação direta: razão entre o sinal de saída e o sinal de erro;

$$\frac{C(s)}{E(s)} = G(s) \quad (\text{E.2})$$

- Função de transferência de malha fechada: descreve o comportamento global do sistema em termos de atuação e resposta;

$$C(s) = G(s)E(s) \quad (\text{E.3})$$

$$E(s) = R(s) - H(s)C(s) \quad (\text{E.4})$$

$$\frac{C(s)}{R(s)} = \frac{G(s)}{1 + G(s)H(s)} \quad (\text{E.5})$$

Notemos que a estabilidade da função de transferência de malha fechada depende da análise da expressão  $G(s)H(s)$ , a qual não pode ser igual a  $-1$ . Esta é uma característica relevante de sistemas de controle: a análise da estabilidade não depende da função de transferência de malha fechada sendo que a informação sobre a resposta já está contida no sistema de malha aberta. Deste modo, a determinação das condições de estabilidade do sistema dependem apenas de que estudemos o comportamento do sinal de entrada no espaço gerado pelo operador  $G(s)H(s)$ .

Expandimos este operador em termos de uma razão de polinômios da forma:

$$G(s)H(s) = K \frac{(s - z_1)(s - z_2) \dots (s - z_{m-1})(s - z_m)}{(s - p_1)(s - p_2) \dots (s - p_{n-1})(s - p_n)} \quad (\text{E.6})$$

As raízes da expressão  $z_i$  são os chamados zeros e os termos  $p_i$ , são os polos da função. Estes dois conjuntos de termos junto ao ganho global  $K$  determinam o comportamento da função no espaço  $G(s)H(s)$ . Notemos dois fatos relevantes. O primeiro refere-se aos coeficientes dos dois polinômios que são números reais. Temos portanto que os polos e os zeros devem

também ser reais ou pares complexos conjugados. O segundo refere-se ao limite de  $G(s)H(s)$ , o qual deve ser nulo ou constante. Isto implica que o grau do polinômio do denominador deve ser maior que o grau do polinômio do numerador.

O sistema será estável se respeitar a condição de estabilidade: A amplitude do ganho deve ser menor que 1 para a frequência em que o sistema possui uma diferença de fase de  $180^\circ$  com relação ao sinal de entrada. A partir desta condição definimos duas grandezas relativas a estabilidade:

- Margem de ganho: diferença entre o valor da amplitude medido e 0dB para a frequência na qual o sistema muda de fase de  $180^\circ$ .
- Margem de fase: diferença entre o valor da fase medido e  $180^\circ$  para a frequência na qual o ganho torna-se menor que 0 dB.

A partir destas definições, podemos analisar a estabilidade do sistema de controle em termos da frequência se considerarmos a transformação  $s = j\omega$  que conecta as transformadas de Fourier e de Laplace. As ferramentas utilizadas são dois métodos complementares: os diagramas de Bode ou o diagrama de Nyquist [68, 69], os quais são apresentados abaixo.

## E.1 Diagramas de Bode

Os diagramas de Bode consistem em um par de gráficos semilog: ganho do sinal (razão entre amplitudes de saída e de entrada) e fase em função da frequência. Além de apresentarem de modo claro a resposta do sistema com a frequência, permitem que derivemos informações sobre a estabilidade e sobre a função de transferência envolvida. Os gráficos consistem em uma superposição de termos que podem ser separados e relacionados com fatores da função de transferência. Podemos enumerar quatro componentes básicos que compõe um diagrama de Bode [68]:

- ganho K constante
- fatores integral e derivativo  $(i\omega)^{\pm 1}$
- fatores de primeira ordem  $(1 + j\omega/\omega_c)^{\pm 1}$
- fatores de segunda ordem  $(1 + 2\xi(j\omega/\omega_n) + (j\omega/\omega_n)^2)^{\pm 1}$

### E.1.1 Ganho $K$ constante

O diagrama de Bode para um ganho  $K = 10$  é apresentado na Figura E.2. O diagrama de amplitude consiste em uma reta horizontal de altura constante com magnitude  $20 \log_{10}(K)$ . Não há alteração de fase.

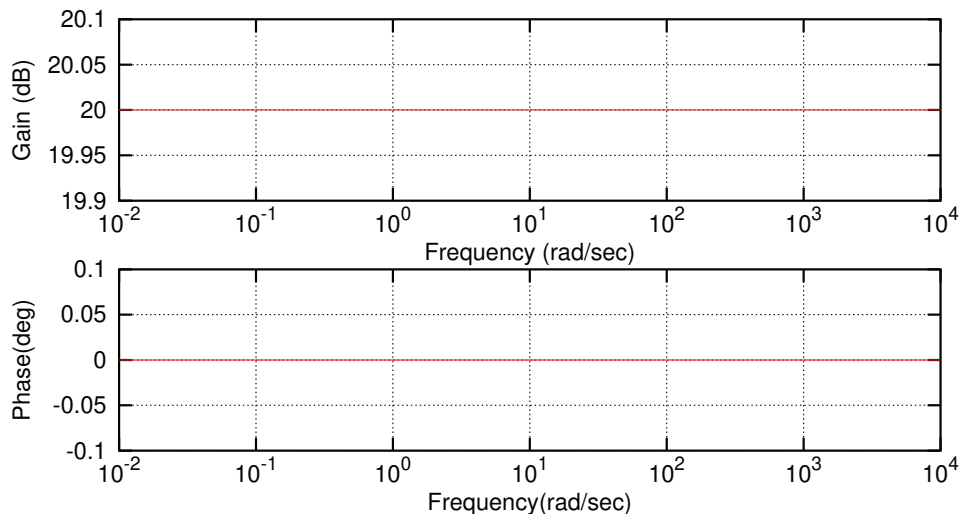


Figura E.2: Diagramas de Bode para um ganho constante  $K = 10$

### E.1.2 Fatores integral e derivativo

O diagrama de Bode para o fator integral  $(i\omega)^{-1}$  ou de ordem um com centro na origem é apresentado na Figura E.3. O diagrama de amplitude consiste em uma reta horizontal com inclinação constante de  $-20$  dB e fase constante de  $-90^\circ$ . Para um fator derivativo o diagrama consiste em uma reta horizontal com inclinação constante de  $20$  dB e fase constante de  $90^\circ$ .

### E.1.3 Fatores de primeira ordem

O diagrama de Bode para o fator de primeira ordem  $(1 + j\omega/\omega_c)^{-1}$  é apresentado na Figura E.4. O diagrama de amplitude possui uma frequência crítica que o divide em duas regiões: para frequências inferiores a  $\omega_c$  o diagrama consiste em uma reta constante enquanto que para frequências superiores o diagrama possui uma inclinação constante de  $-20$  dB. O diagrama de fase apresenta variação suave a partir da frequência crítica.

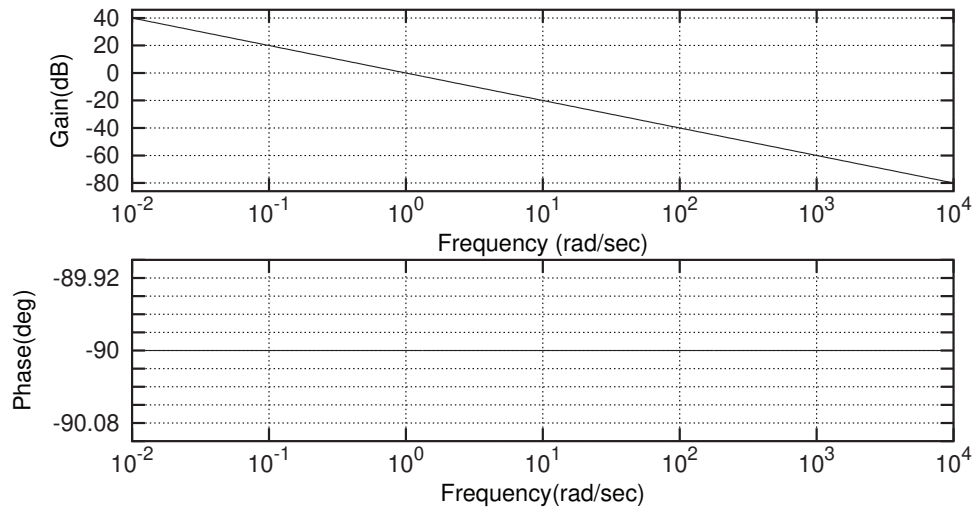


Figura E.3: Diagramas de Bode para um fator integral

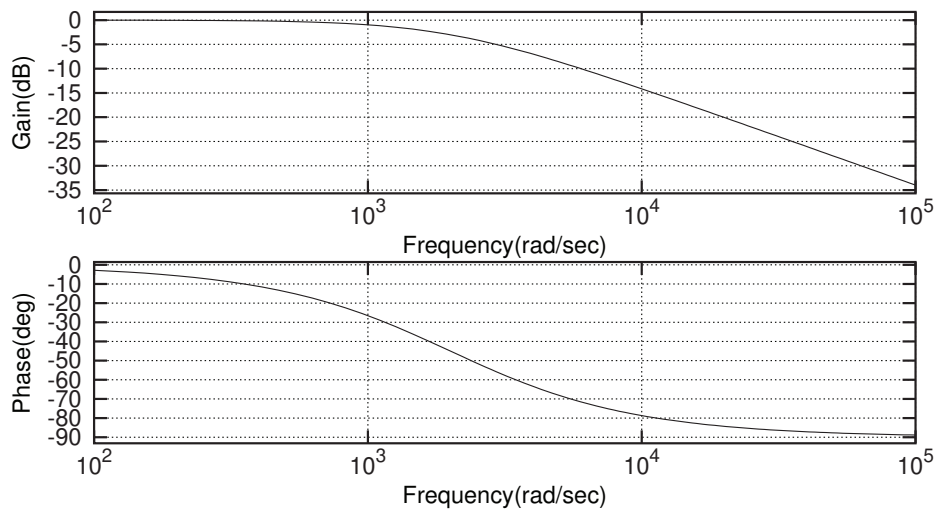


Figura E.4: Diagramas de Bode para um fator de primeira ordem

### E.1.4 Fatores de segunda ordem

O diagrama de Bode para o fator de segunda ordem  $(1 + 2\xi(j\omega/\omega_n) + (j\omega/\omega_n)^2)^{-1}$  é apresentado na Figura E.5. O diagrama de amplitude apresenta um pico de ressonância na frequência crítica com largura dada pela fator de de dissipação  $\xi$ . Para frequência acima do pico, temos uma queda acentuada com inclinação de  $-40\text{dB}$ , maior que no caso do fator de primeira ordem. No diagrama de fase temos uma variação abrupta passando por  $180^\circ$ , que dá origem ao pico de ressonância na amplitude.

A partir destes componentes básicos podemos desmembrar um diagrama de Bode e recuperar termos da função de transferência  $G(s)H(s)$  sem possuir acesso à mesma.

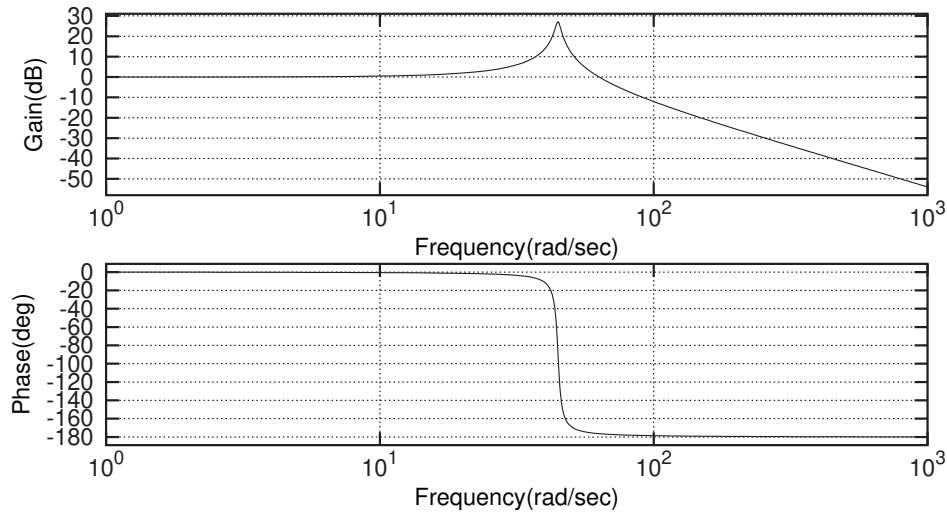


Figura E.5: Diagramas de Bode para um fator de segunda ordem

## E.2 Diagramas de Nyquist

Uma outra forma de apresentarmos a condição de estabilidade consiste em postularmos que a equação característica  $1 + G(s)H(s) = 0$  encontrada no denominador da função E.6, deve possuir todas as raízes no semiplano  $s$  da esquerda no espaço  $G(s)H(s)$ . Neste caso, garantimos que para qualquer fase, a amplitude será menor que 1 para as condições de ressonância da função de transferência de malha fechada.

Esta condição é a base para o critério de estabilidade de Nyquist [68], o qual consiste em um mapeamento de um caminho no sentido horário no semiplano direito do plano complexo das variáveis  $s = \sigma + j\omega$  em um plano complexo  $G(s)H(s)$ . Este mapeamento é o chamado Diagrama de Nyquist, o qual consiste em uma curva parametrizada pela frequência desenhada sobre o plano complexo  $(\text{Re}(G(s)H(s)), \text{Im}(G(s)H(s)))$ . Para este tipo de análise, o critério de estabilidade é dado pela expressão:

$$Z = N + P \quad (\text{E.7})$$

sendo:

- $Z$  = número de zeros de  $1 + G(s)H(s)$  no semiplano direito do plano  $s$
- $N$  = número de envoltimentos do ponto  $-1 + j0$  no sentido horário (sinal negativo para envoltimentos no sentido anti-horário)
- $P$  = número de polos de  $G(s)H(s)$  no semiplano direito do plano  $s$

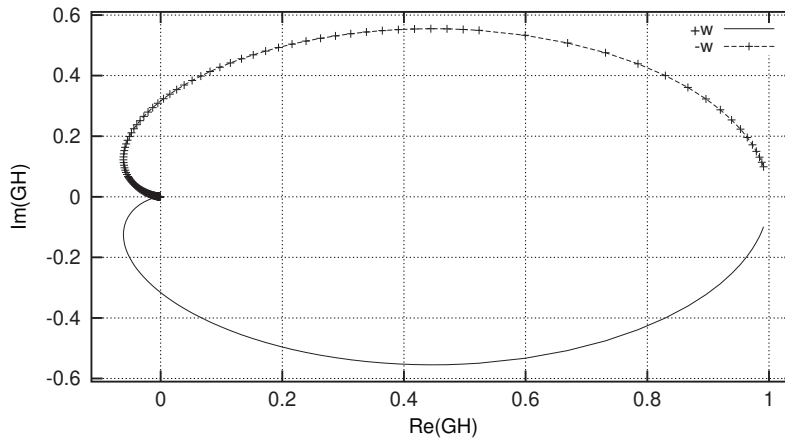


Figura E.6: Diagrama de Nyquist para um termo de segunda ordem no denominador da função  $G(s)H(s)$ .

Este critério é equivalente àquele discutido acima para os diagramas de Bode. Portanto, se  $P$  for diferente de zero, para um sistema de controle estável devemos ter  $Z=0$  ou  $N=-P$ , o que significa um envolvimento do ponto  $-1 + j0$  no sentido horário. Um exemplo de um diagrama de Nyquist é apresentado na Figura E.6 para uma função  $G(s)H(s)$  composta por um termo de segunda ordem ( $w_c = 1000\text{rad/s}$  e  $\xi = 0.1$ ). Notamos que a curva paramétrica parte de uma valor assintótico constante igual a 1 ( $s = 0$ ), contorna o espaço no sentido horário tendendo a zero ( $s \rightarrow +\infty$ ) e retorna a  $s = 0$  para o valor assintótico igual a 1 pelo subespaço negativo. Como neste caminho o diagrama não circunda o ponto  $-1 + j0$  e como o sistema não possui polos no semiplano direito do espaço  $G(s)H(s)$ , temos que o sistema é estável.





# Apêndice F

## O Amplificador Lock-in

O amplificador Lock-In consiste em uma ferramenta fundamental para a aquisição de sinais de baixa amplitude necessários para a caracterização de circuitos de baixo ruído abaixo do nível de amplitude permitido pelo osciloscópio ( $2mV$ ). O conceito do equipamento é simples mas extremamente engenhoso [97]. Consideremos dois sinais: um sinal de referência não necessariamente senoidal com frequência  $\omega_r$  usado para excitar o sistema e uma referência interna senoidal  $V_L \text{sen}(\omega_L t + \theta_{ref})$ . O sistema excitado responde com o sinal de saída  $V_{sig} \text{sen}(\omega_r t + \theta_{sig})$ , o qual é adquirido pelo equipamento. O Lock-in multiplica os dois sinais:

$$\begin{aligned} V_{psd} &= V_{sig} V_L \text{sen}(\omega_r t + \theta_{sig}) \text{sen}(\omega_L t + \theta_{ref}) & (F.1) \\ &= \frac{1}{2} V_{sig} V_L \cos((\omega_r - \omega_L)t + \theta_{sig} - \theta_{ref}) - \frac{1}{2} V_{sig} V_L \cos((\omega_r + \omega_L)t + \theta_{sig} + \theta_{ref}) & (F.2) \end{aligned}$$

gerando dois sinais CA que, podem ser eliminados se aplicados a um filtro passa-baixa. Entretanto, se  $\omega_r = \omega_L$ , o sinal de diferença filtrado converte-se em um sinal CC bem definido:

$$V_{psd} = \frac{1}{2} V_{sig} V_L \cos(\theta_{sig} - \theta_{ref}) \quad (F.3)$$

o qual é proporcional à amplitude do sinal medido  $V_{sig}$ . Este é o princípio da detecção sensível à fase (PSD - Phase Sensitive Detector).

Um ponto interessante a ser ressaltado é o grau de liberdade no ajuste da fase do sinal interno de referência  $\theta_{ref}$ . Neste caso, através deste ajuste, podemos fazer com que a diferença  $\theta_{sig} - \theta_{ref}$  seja igual a zero. Como conhecemos o valor de  $V_L$ , temos que neste caso conseguimos recuperar o valor de  $V_{sig}$ . Por outro lado, se a diferença for de  $90^\circ$ , o Lock-In fornece um sinal nulo de resposta. Esta sensibilidade à fase pode ser eliminada se utilizarmos dois PSD

defasados de  $90^\circ$ , o que implica em uma saída da forma:

$$V_{psd2} = \frac{1}{2} V_{sig} V_L \text{sen}(\theta_{sig} - \theta_{ref}) \quad (\text{F.4})$$

Renomeando  $\theta = \theta_{sig} - \theta_{ref}$ , temos duas saídas geradas pelo Lock-in:

$$X = V_{sig} \cos\theta \quad (\text{F.5})$$

$$Y = V_{sig} \text{sen}\theta \quad (\text{F.6})$$

as quais podem ser consideradas como componentes de um vetor em um espaço bidimensional. Portanto, o módulo do vetor, dado por  $R = \sqrt{X^2 + Y^2} = V_{sig}$ , fornece o módulo do vetor medido enquanto que a fase do sinal é dada pelo ângulo do vetor  $\theta = \tan^{-1}(Y/X)$ . Portanto utilizando um Lock-In com dois PSDs, podemos recuperar tanto a amplitude como a fase do sinal de entrada sem a necessidade de ajuste do grau de liberdade da fase interna.

# Bibliografia

- [1] National Nanotechnology Initiative, *Instrumentation and Metrology for Nanotechnology* (2004)
- [2] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, *Phys. Rev. Lett* **50**, 120 (1983)
- [3] K. Takayanagi, Y. Tanishiro, S. Takahashi, and M. Takahashi, *Surf. Sci* **164**, 367 (1985)
- [4] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, *Phys. Rev. Lett.* **49**, 57 (1982)
- [5] R. Jin, Y. Cao, C. A. Mirkin, K. L. Kelly, G. C. Schatz, and J. G. Zheng, *Science* **294**, 1901 (2001)
- [6] Y. Y. Yu, S. S. Chang, C. L. Lee, and C. R. C. Wang, *J. Phys. Chem. B* **101**, 6661 (1997)
- [7] Y. Sun and Y. Xia, *Science* **298**, 2176 (2002)
- [8] A. R. Tao, S. Habas, and P. Yang, *Small* **4**, 310 (2008)
- [9] Y. Yin and A. P. Alivisatos, *Nature* **437**, 664 (2005)
- [10] A. M. Jackson, J. W. Myerson, and F. Stellacci, *Nature Materials* **3**, 330 (2004)
- [11] G. A. DeVries, M. Brunnbauer, Y. Hu, A. M. Jackson, B. Long, B. Neltner, O. Uzun, B. H. Wunsch, and F. Stellacci, *Science* **315**, 358 (2007)
- [12] Z. Lee, K.-J. Jeon, A. Dato, R. Emi, T. J. Richardson, M. Freklach, and V. Radmilovic, *NanoLett.* **9**, 3365 (2009)
- [13] C. Vericat, M. E. Vela, G. A. Benitez, J. A. M. Gago, X. Torrelles, and R. C. Salvarezza, *J.Phys.: Condens. Matter* **18**, R867 (2006)
- [14] D. Anselmetti, A. Baratoff, H. J. Guntherodt, E. Delamarche, B. Michel, C. Gerber, H. Kang, and H. Wolf, *Europhys. Lett.* **27**, 365 (1994)

- [15] D. M. Eigler and E. K. Schweizer, *Nature* **344**, 524 (1990)
- [16] C. R. Moon, L. S. Mattos, B. K. Foster, G. Zeltzer, W. Ko, and H. C. Manoharan, *Science* **319**, 782 (2008)
- [17] R. Wiesendanger, H. J. Guntherodt, R. J. Gambino, and R. Ruf, *Phys. Rev. Lett.* **65**, 247 (1990)
- [18] R. A. Wolkow, *Rev. Sci. Instrum.* **63**, 4049 (1992)
- [19] S. H. Pan, E. W. Hudson, and J. C. Davis, *Appl. Phys. Lett.* **73**, 2992 (1998)
- [20] Y. J. Song, A. F. Otte, V. Shvarts, Z. Zhao, Y. Kuk, S. R. Blankenship, A. Band, F. M. Hess, and J. A. Stroscio, *Rev. Sci. Instrum.* **81**, 121101 (2010)
- [21] F. Besenbacher, E. Laegsgaard, K. Mortensen, U. Nielsen, and I. Stensgaard, *Rev. Sci. Instrum.* **59**, 1035 (1988)
- [22] G. Meyer, *Rev. Sci. Instrum.* **67**, 2960 (1996)
- [23] C. R. Ast, M. Assig, A. Ast, and K. Kern, *Rev. Sci. Instrum.* **79**, 093704 (2008)
- [24] B. C. Stipe, M. A. Rezaei, and W. Ho, *Rev. Sci. Instrum.* **70**, 137 (1999)
- [25] L. Gross, F. Mohn, N. Moll, P. Liljeroth, and G. Meyer, *Science* **325**, 1110 (2009)
- [26] Y. Yamada, A. Sinsarp, M. Sasaki, and S. Yamamoto, *Jpn. J. Appl. Phys.* **41**, 5003 (2002)
- [27] P. Han, A. R. Kurland, A. Giordano, S. U. Nanayakkara, M. M. Blake, C. M. Pochas, and P. S. Weiss, *ACS Nano* **3**, 3115 (2009)
- [28] C. J. Chen, *Introduction to Scanning Tunneling Microscopy*, segunda ed. (Oxford University Press, 1991)
- [29] O. Paz and J. M. Soler, *Phys. Status Solidi B* **243**, 1080 (2006)
- [30] J. Cerdá, M. A. van Hove, P. Sautet, and M. Salmeron, *Phys. Rev. B* **56**, 15885 (1997)
- [31] J. Cerdá, A. Yoon, M. A. V. Hove, P. Sautet, M. Salmeron, and G. A. Somorjai, *Phys. Rev. B* **56**, 15900 (1997)
- [32] B. A. Janta-Polczynski, J. I. Cerdá, G. Éthier Majcher, K. Piyakis, and A. Roquefort, *J. Appl. Physics* **104**, 023702 (2008)

- [33] H. Ishida, D. Wortmann, and T. Ohwaki, Phys. Rev. B **70**, 085409 (2004)
- [34] J. Tersoff and D. R. Hamann, Phys. Rev. B **31**, 805 (1985)
- [35] J. Bardeen, Phys. Rev. Lett **6**, 57 (1961)
- [36] D. Tománek, S. G. Louie, H. J. Mamin, D. W. Abraham, R. Thomson, E. Ganz, and J. Clarke, Phys. Rev. B **35**, 7790 (1987)
- [37] Y. Wang, Y. Ye, and K. Wu, Surface Science **600**, 729 (2006)
- [38] S. Hembacher, F. J. Giessibl, J. Mannhart, and C. F. Quate, PNAS **100**, 12539 (2003)
- [39] S. Park and C. F. Quate, Rev. Sci. Instrum. **48**, 112 (1986)
- [40] Y. kuk and P. J. Silverman, Rev. Sci. Instrum. **60**, 165 (1989)
- [41] C. Bai, *Scanning Tunneling Microscopy and Its Applications*, primeira ed. (Springer, 1992)
- [42] J. A. Stroscio, R. M. Feenstra, and A. P. Fein, J. Vac. Sci. Tech. A **5**, 838 (1987)
- [43] S. Grafstrom, J. Kowalski, and R. Neumann, Meas. Sci. Technol. **1**, 139 (1990)
- [44] M. Wilms, M. Schmidt, G. Bermes, and K. Wandelt, Rev. Sci. Instrum. **69**, 2696 (1998)
- [45] D. W. Pohl, IBM J. Res. Develop. **30**, 417 (1986)
- [46] D. Nakabayashi, P. Silva, and D. Ugarte, Appl. Surf. Sci. **254**, 405 (2007)
- [47] L. L. Howell, *Compliant Mechanisms*, primeira ed. (Wiley-Interscience, New York, 2001)
- [48] J. Frohn, J. F. Wolf, K. Besocke, and M. Teske, Rev. Sci. Instrum. **60**, 1200 (1989)
- [49] “Newfocus inc..” [www.newfocus.com](http://www.newfocus.com)
- [50] “Burleigh instruments inc..” [www.burleigh.com](http://www.burleigh.com)
- [51] D. P. E. Smith and G. Binnig, Rev. Sci. Inst. **57**, 2630 (1986)
- [52] H. Amick, Journal of the Institute of Environmental Sciences **XL**, 35 (1997)
- [53] C. G. Gordon, Proceedings of International Society for Optical Engineering **1619**, 71 (1991)
- [54] “Generic vibration criteria for vibration-sensitive equipment,”

- [55] A. P. Malvino, *Eletrônica*, quarta ed., Vol. 1 (Pearson Makron Books, 1997)
- [56] *PMI application note 106*
- [57] P. Horowitz and W. Hill, *The Art of Electronics*, segunda ed. (Cambridge University Press, 1994)
- [58] J. Millman and C. C. Halkias, *Integrated Electronics: Analog and Digital Circuits and Systems*, segunda ed. (McGraw-Hill, 1972)
- [59] Burr-Brown, *Photodiode monitoring with op amps*
- [60] Burr-Brown, *Compensate Transimpedance Amplifiers Intuitively*
- [61] L. Libioulle, A. Radenovic, E. Bystrenova, and G. Dietler, *Rev. Sci. Instrum.* **74**, 1016 (2003)
- [62] Microchip Technology Inc., *dsPIC30F2010 DataSheet*
- [63] Microchip Technology Inc., *dsPIC30F Programmer's Reference Manual*
- [64] S. W. Smith, *The Scientist and Engineer's Guide to Digital Signal Processing*, primeira ed. (California Technical Publishing, 1997)
- [65] R. C. Munoz, P. Villagra, G. Kremer, L. Moraga, and G. Vidal, *Rev. Sci. Instrum.* **69**, 3259 (1998)
- [66] R. Piner and R. Reifenberger, *Rev. Sci. Instrum.* **60**, 3123 (1989)
- [67] D. R. Baselt, S. M. Clark, M. G. Youngquist, C. F. Spence, and J. D. Baldeschwieler, *Rev. Sci. Instrum.* **64**, 1874 (1993)
- [68] K. Ogata, *Engenharia de Controle Moderno*, segunda ed. (Prentice/Hall, 1993)
- [69] R. C. Dorf, *Modern Control Systems*, oitava ed. (John Wiley and Sons, 1989)
- [70] A. I. Oliva, E. Anguiano, N. Denisenko, M. Aguilar, and J. L. Peña, *Rev. Sci. Instr.* **66**, 3196 (1995)
- [71] E. Anguiano, A. I. Oliva, M. Aguilar, and J. L. Peña, *Rev. Sci. Instrum.* **67**, 2947 (1996)
- [72] E. Anguiano, A. I. Oliva, and M. Aguilar, *Rev. Sci. Instrum.* **69**, 3875 (1998)
- [73] J. G. Ziegler and N. B. Nichols, *Transactions of the ASME* **64**, 759 (1942)

- [74] J. W. Eaton, *GNU Octave Manual* (Network Theory Limited, 2002) ISBN 0-9541617-2-6
- [75] A. S. Hodel, R. B. Tenison, D. A. Clem, and J. E. Inram, Proceedings of the 1996 International Symposium on Computer-Aided Control System Design, 386(1996)
- [76] Fairchild Semiconductor, *LM7806 Data Sheet*
- [77] Fairchild Semiconductor, *LM7906 Data Sheet*
- [78] National Semiconductor, *LM317 Data Sheet*
- [79] National Semiconductor, *LM337 Data Sheet*
- [80] R. C. Dorf, *Introduction to Electric Circuits*, segunda ed. (John Wiley and Sons, 1989)
- [81] A. I. Oliva, M. Aguilar, J. L. Peña, and E. Anguiano, Meas. Sci. Technol. **8**, 501 (1997)
- [82] J. Ahn and M. Pyo, Bull. Korean Chem. Soc. **21**, 644 (2000)
- [83] Tomás E. Lamas, “Espectroscopia a nível atômico usando um microscópio de tunelamento (STM) - Dissertação de Mestrado. Instituto de Física - Universidade de São Paulo,” (1999)
- [84] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, and E. Weibel, Appl. Phys. Lett. **40**, 178 (1982)
- [85] “Gwyddion - spm data analysis software,” [Http://gwyddion.net/](http://gwyddion.net/)
- [86] G. Binnig, H. Fuchs, C. Gerber, H. Rohrer, E. Stoll, and E. Tossatti, Europhys. Lett. **1**, 31 (1986)
- [87] R. Morrison, *Grounding and Shielding Techniques in Instrumentation*, terceira ed. (Wiley-Interscience, 1986)
- [88] H. W. Ott, *Noise Reduction Techniques in Electronic Systems*, segunda ed. (Wiley-Interscience, 1988)
- [89] A. S. Ferlauto, “Construção e Aplicações de um Microscópio de Tunelamento (STM) - Dissertação de Mestrado. Instituto de Física - Universidade de São Paulo,” (1996)
- [90] V. T. Oiko, “Quantificação de forças na manipulação de nano-objetos individuais em experimentos in-situ de microscopia eletrônica - Dissertação de Mestrado. Instituto de Física ”Gleb Wataghin” - Unicamp,” (2010)
- [91] T. Okuda, T. Eguchi, K. Akiyama, A. Harasawa, T. Kinoshita, Y. Hasegawa, M. Kawamori, Y. Haruyama, and S. Matsui, Phys. Rev. Lett. **102**, 105503 (2009)

- [92] D. J. Inman, *Engineering Vibration*, segunda ed. (Prentice Hall, 2001)
- [93] J. A. Blackburn, *Modern Instrumentation for Scientists and Engineers* (Springer-Verlag, 2001)
- [94] J. Curie and P. Curie, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences* **91**, 294 (1880)
- [95] Morgan Matroc, *Manual de atuadores piezoelétricos*
- [96] S. P. Fatayer, “Desenho e construção de sistemas de movimentação linear baseados em elementos piezoelétricos - projeto de iniciação científica (fapesp processo 09/50543-5),” (2010)
- [97] Stanford Research Systems, *DSP Lock-In Amplifier Model SR830*