

Automatización de un microscopio de barrido por efecto túnel utilizando una tarjeta OMB-DaqBoard/2000 y LabVIEW

J.A. Martínez^a, J. Valenzuela^b, M.P. Hernández^a y J. Herrera^a

^aInstituto de Ciencia y Tecnología de Materiales,

Universidad de La Habana, Zapata y G, El Vedado, Plaza de la Revolución, La Habana, 10400, Cuba.

e-mail: javmar@imre.oc.uh.cu

^bCentro de Nanociencias y Nanotecnología, Universidad Nacional Autónoma de México, km 107 Carretera Tijuana-Ensenada, Ensenada, Baja California, 22860, México.

Received 06 February 2015; accepted 30 October 2015

El artículo muestra el trabajo para la automatización y control de un microscopio de barrido por efecto túnel (STM) construido por los autores. La interfase entre la computadora y el microscopio ha sido implementada por medio de una tarjeta de adquisición de datos OMB-DaqBoard/2000. Un programa desarrollado en LabVIEW genera las señales requeridas para el barrido X-Y, y simultáneamente adquiere los voltajes de Z relacionados con la corriente de túnel entre la punta y la muestra. El programa construye la imagen de microscopía de la superficie estudiada a partir de los voltajes Z. El proceso para la calibración del instrumento utilizó imágenes de resolución atómica de superficies conocidas.

Descriptores: Microscopía de barrido por efecto túnel; instrumentación para microscopía; adquisición de datos.

This paper shows the work for the automation and control of a scanning tunneling microscope (STM) built by the authors. The interface between the computer and the microscope has been implemented by mean of the data acquisition board OMB-DaqBoard/2000. A developed software in LabVIEW generates the signals required for the X-Y scanning, and it simultaneously acquires the Z voltages, related to the tunneling current between the tip and the sample. The program constructs the microscopy images of the studied surface from the Z voltages. The process to calibrate the instrument using atomic resolution images of known samples is also presented.

Keywords: Scanning tunneling microscopy; microscopy instrumentation; data acquisition.

PACS: 07.79.Fc; 07.05.Hd

1. Introducción

La microscopía de barrido por efecto túnel (STM) [1] es una técnica de caracterización de materiales en la nanoescala, que posibilita la observación de superficies y la manipulación de átomos y moléculas individuales [2]. El STM tiene la capacidad de adquirir imágenes topográficas con resolución atómica de una superficie conductora, con relativa sencillez y facilidad de operación [3]. Además, este instrumento puede determinar las estructuras electrónicas locales y los bordes de la bandas de los materiales mediante la espectroscopía de barrido por efecto túnel (STS) [4-5].

Entre las aplicaciones más importantes del STM está el estudio de los autoensambles moleculares (SAM), jugando un papel primordial en el análisis de la orientación espacial y conformación de las moléculas individuales sobre el sustrato [6-7]. Trabajando con el STM a resolución sub-molecular es posible estudiar cómo la combinación de las interacciones moleculares y sustrato-molécula gobiernan la formación de los SAM, haciendo posible fabricar estructuras complejas con aplicaciones potenciales en dispositivos moleculares, etcétera [8-11].

Técnicas como la nanolitografía han sido posibles mediante el STM, permitiendo la fabricación de compuertas lógicas a escala atómica [12], nanohilos [13] y nanoalambres [14].

El STM está integrado por una punta metálica colocada en un cabezal piezoeléctrico que realiza el movimiento de

barrido en las direcciones X y Y, así como un movimiento en Z de acuerdo con los valores de la corriente de túnel. El cabezal piezoeléctrico es colocado sobre una base rígida que contiene el portamuestras y un motor de pasos, que lleva a cabo la aproximación de la punta a la muestra hasta establecer la corriente de túnel [15-17].

Dada su relativa sencillez, ha sido factible que diversos grupos científicos construyan y/o automaticen sus propios microscopios de barrido por sonda (SPM) [3,18-22]. En la automatización de estos SPM, han sido empleadas previamente herramientas de programación, como LabVIEW de National Instruments [19,22].

La tarjeta OMB-DaqBoard/2000 de Omega Engineering [23] utilizada en este trabajo, ha sido empleada en la automatización de equipos médicos [24], de investigación de fluidos [25], microscopios de fluorescencia [26] y también existe un reporte de su empleo en la automatización de un STM [27].

El objetivo de este trabajo es automatizar un STM en aire construido por los autores, mediante el desarrollo de un programa en LabVIEW versión 7.1 de National Instruments [28] empleando una tarjeta de adquisición de datos OMB-DaqBoard/2000. El programa diseñado genera las señales para el movimiento de la punta del STM y adquiere los voltajes de Z. Con las señales de movimiento y los voltajes de Z se forma la imagen.

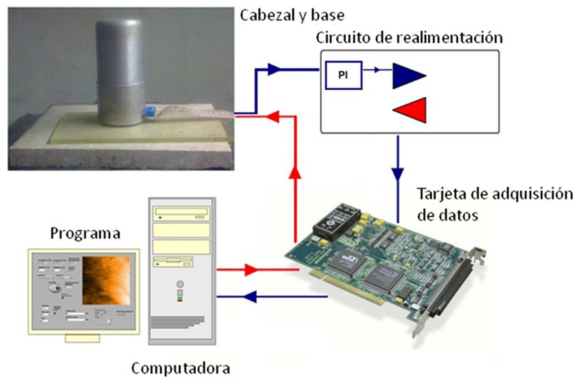


FIGURA 1. Esquema del STM, mostrando sus partes fundamentales. El flujo de datos desde el programa hasta el cabezal aparece señalado con líneas rojas, mientras que los datos transmitidos en dirección contraria se señalan con líneas azules.

2. Tarjeta de adquisición de datos

La tarjeta de adquisición de datos OMB-DaqBoard/2000 posee un convertidor analógico/digital de 16 bits con 8 canales de entrada analógica en un rango de -10 V a $+10\text{ V}$ y precisión de $\pm 0.02\text{ V}$ que operan a una frecuencia de muestreo máxima de 200 kHz . También dispone de un convertidor digital/analógico de 16 bits, cuya frecuencia de muestreo máxima es 100 kHz con 2 canales de salida analógica en el rango de -10 V a $+10\text{ V}$ con una precisión de $\pm 0.02\text{ V}$ [23].

La tarjeta de adquisición permite que una computadora personal controle el proceso de obtención de imágenes del STM. Las salidas analógicas controlan remotamente los parámetros de operación y el barrido del microscopio. Las entradas analógicas adquieren el voltaje de Z provenientes del cabezal, que consiste en un tubo piezoeléctrico segmentado EBL#2 de EBL Products, con una característica $d_{31} = -1.73\text{ \AA/V}$ a 293 K [29].

Un circuito de retroalimentación del tipo proporcional-integral (PI) [30] basado en amplificadores operacionales TL084 de Texas Instruments [31] fue construido por los autores para controlar la corriente de túnel y el voltaje de polarización entre la punta y la muestra. El circuito integrado UCN-4204B de Sprague, gobierna el movimiento del motor de pasos para el acercamiento fino de la punta [32].

La Fig. 1 muestra un esquema del funcionamiento del STM.

La tarjeta de adquisición de datos se conecta al bus PCI de la PC y al control PI. El cabezal y su base, colocados en una mesa antivibratoria, también van conectados al control PI. Mediante el programa, la tarjeta recibe los datos relativos a la configuración del barrido para generar las señales X y Y . Éstas son generadas por los canales 0 y 1 de la salida analógica y aplicadas al piezoeléctrico, lo que se indica con líneas azules en la Fig. 1.

Simultáneamente la señal de voltaje de Z es adquirida por el canal 0 de la entrada analógica y transmitida a la PC para formar la imagen. Este proceso es señalado en la Fig. 1 mediante líneas rojas.

3. Generación de ondas

El ajuste correcto de la relación entre las frecuencias de las señales de barrido en las direcciones X y Y es importante pues garantiza la calidad de la imagen, de modo tal que no haya corrimientos ni distorsiones en los píxeles que la conforman. Esto lo asegura el empleo de LabVIEW, que también permite asegurar la simultaneidad entre los procesos de generación de ondas de barrido y de adquisición de los voltajes en Z , produciendo imágenes libres de desfaseamiento.

Ondas de barrido en X - Y con forma triangular se aplican al tubo piezoeléctrico, que mueve la punta, cambiando su deformación en un sentido u otro dependiendo del crecimiento o decrecimiento del voltaje aplicado. La onda de barrido Y hace mover la punta de una forma similar pero en la dirección perpendicular a la del barrido en X . Como resultado de la combinación de los movimientos en ambas direcciones se logra el barrido bidimensional de la superficie.

La frecuencia de la onda Y (f_y) está determinada por la relación:

$$f_y = \frac{f_x}{2R} \quad (1)$$

donde f_x es la frecuencia de la onda X y R la resolución de la imagen (en píxeles). El número 2 en el divisor aparece porque son adquiridas simultáneamente dos imágenes, correspondientes a cada sentido del barrido en la dirección X . Del mismo modo, la frecuencia de muestreo f_m fue calculada por:

$$f_m = 2Rf_x \quad (2)$$

y el tiempo que tarda el sistema en adquirir ambas imágenes:

$$t = \frac{2R^2}{f_m} \quad (3)$$

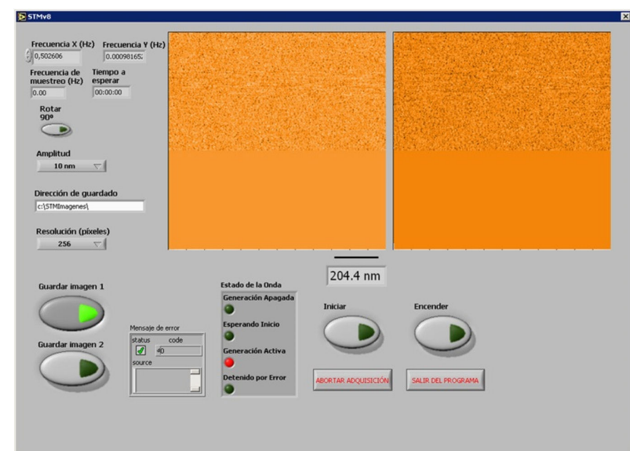


FIGURA 2. Ventana de interfaz de usuario del programa, mostrando las imágenes, controles e indicadores.

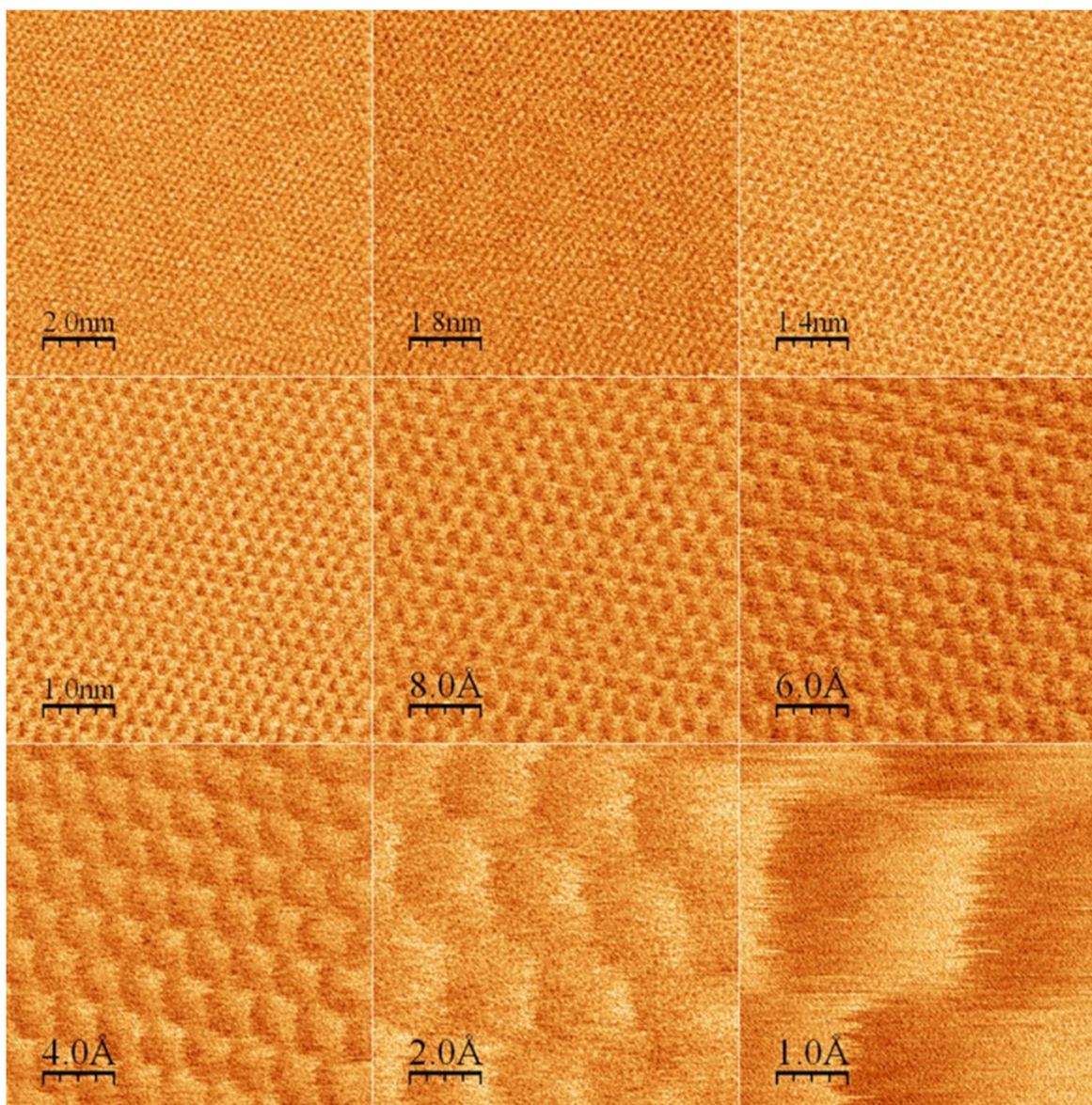


FIGURA 3. Secuencia de imágenes por STM con resolución atómica de una superficie de grafito altamente orientado (HOPG).

4. Adquisición de datos y formación de las imágenes

Los valores de voltaje en Z adquiridos durante el movimiento combinado de la punta en las direcciones X y Y permiten reconstruir el mapa 3D de la superficie. Un bloque del programa registra estos voltajes por el canal 0 de entrada analógica de la tarjeta.

Cada voltaje de Z fue asociado a un píxel de la imagen final. Éstos son organizados en forma de listas, correspondientes a cada barrido en X, formando dos matrices cuadradas, cuyo tamaño depende de la resolución, que es de 256×256 píxeles o de 515×512 píxeles.

Ambas matrices son graficadas en tiempo real en forma de mapa 3D, teniendo una escala asociada de tonos que van

desde los más claros para voltajes altos de Z a los más oscuros para los voltajes bajos de Z. Estos mapas de voltajes representan las imágenes de STM de la superficie.

5. Funcionamiento del programa del STM

El programa desarrollado consta de dos bloques fundamentales: el de generación de ondas de barrido, y el de adquisición de los voltajes de Z para la formación de la imagen.

La generación de las ondas de barrido desde la computadora fue diseñada a partir de una adaptación de la aplicación "Analog Waveform Output.vi" para LabVIEW, suministrada por el fabricante de la tarjeta. En esta aplicación modificada, el usuario introduce mediante controles los parámetros amplitud y frecuencia, mientras que la forma de onda triangu-

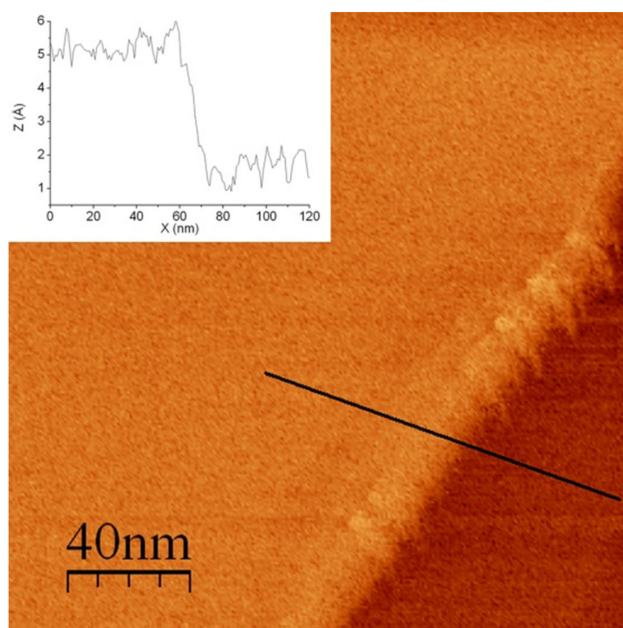


FIGURA 4. Imagen y perfil de escalón monoatómico de HOPG.

lar, fase, ciclo útil y canales de salida permanecen fijos. Una vez definidos todos estos parámetros, el sistema configura la onda, que será generada por la tarjeta cuando lo indique el usuario, hasta que se dé la señal de detener el proceso.

Adicionalmente, fue necesario modificar la aplicación "Infinite Acquisition.vi" para LabVIEW, también suministrada por el fabricante de la tarjeta, que permitió la adquisición de los voltajes de Z. En este bloque del programa, un ciclo adquiere los valores del voltaje de Z a través de la lectura del canal 0 de la entrada analógica de la tarjeta. El reinicio del ciclo al finalizar un período completo de la onda permite adquirir nuevos valores hasta completar un semiperíodo de la onda Y.

Las matrices generadas forman la imagen en la interfaz de usuario del programa mediante la aplicación 3D Surface.vi de LabVIEW.

El formato de las matrices es compatible con el programa de procesamiento de imágenes WSxM [33], lo que permite procesar las imágenes eliminando ruidos y señales espurias.

La Fig. 2 muestra la ventana de interfaz de usuario del programa.

Los controles del programa ubicados en la interfaz de usuario son:

- *Frecuencia X*: determina el valor de la frecuencia de barrido en X en hertz.
- *Amplitud*: define la amplitud del área del barrido en nanómetros.

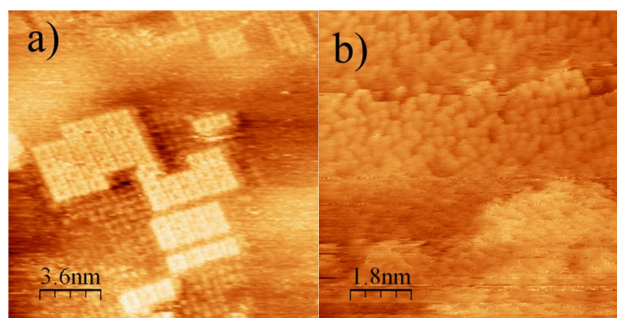


FIGURA 5. Átomos de azufre sobre sustratos de oro: a) Au(100); b) Au(111). Aparecen estructuras de ocho átomos de azufre denominadas octámeros.

- *Iniciar*: Inicializa el programa, cargando la configuración de las ondas seleccionada por el usuario.
- *Encender*: Comienza el proceso de generación de ondas y adquisición de datos.
- *Rotar 90°*: permite la rotación $\pm 90^\circ$ de la adquisición de la imagen.
- *Resolución*: selecciona la resolución de la imagen (256×256 o 512×512 píxeles)
- *Dirección de guardado*: define la dirección del fichero de las imágenes.
- *Guardar imagen 1 y 2*: guarda las imágenes adquiridas en cada una de las direcciones de barrido.
- *Abortar adquisición*: interrumpe la adquisición.
- *Salir del programa*: permite cerrar el programa.

Los indicadores del programa son:

- *Frecuencia Y*: indica el valor de la frecuencia de barrido en Y en hertz, de acuerdo con (1).
- *Frecuencia de muestreo*: señala el valor de la frecuencia de muestreo, determinado por (2).
- *Tiempo a esperar*: muestra el tiempo necesario para completar la adquisición de cada imagen, calculado mediante (3).
- *Escala*: muestra el valor de la escala de las imágenes.
- *Mensaje de error*: indica los posibles mensajes de error durante la ejecución del programa.
- *Estado de la onda*: consiste en una serie de indicadores que muestran el estado activo o no de la generación de las ondas.

6. Calibración del microscopio y obtención de imágenes de resolución atómica

El proceso de calibración de las escalas del microscopio utilizó 20 imágenes con resolución atómica de una muestra de grafito pirolítico altamente orientado (HOPG, del inglés: *highly oriented pyrolytic graphite*). Los voltajes empleados en X y Y variaron entre 0.560 y 0.019 V. A partir de estas imágenes, y con el valor del parámetro de red del HOPG $a = 0.246$ nm, fue posible obtener la calibración del cabezal en las direcciones X y Y, resultando ser de (32.0 ± 0.2) nm/V.

La Fig. 3 muestra una secuencia de imágenes de resolución atómica, adquiridas variando en forma decreciente el área barrida.

La medición de escalones monoatómicos de HOPG en 20 imágenes permitió la calibración del eje Z. El valor obtenido fue de (70.0 ± 0.2) nm/V. En la Fig. 4 se muestra una imagen y el perfil de uno de estos escalones.

La Fig. 5 consiste en dos imágenes de resolución atómica por STM de átomos de azufre adsorbidos sobre superficies de Au(100) (Fig. 5a) y Au(111) (Fig. 5b) y obtenidas con el STM automatizado aquí presentado. Las imágenes muestran estructuras rectangulares formadas por ocho átomos de azufre denominadas octámeros [34-36].

7. Conclusiones

Un STM construido por los autores ha sido automatizado mediante una tarjeta de adquisición de datos OMB-DaqBoard/2000 y un programa desarrollado en LabVIEW 7.1. En el programa el usuario fija los parámetros de las señales de barrido y la resolución de la imagen. Las señales son generadas por el programa, que simultáneamente adquiere los voltajes de Z para formar las imágenes correspondientes. Las imágenes obtenidas tienen un formato compatible con el programa WSxM permitiendo su procesamiento posterior.

Agradecimientos

La realización de este trabajo ha sido posible gracias a becas de doctorado del Centro Latinoamericano de Física (CLAF) y de la Red de Macrouiversidades de América Latina y el Caribe otorgadas a Javier A. Martínez. Este trabajo ha sido financiado mediante los proyectos PAPIIT-DGAPA UNAM No. IN108212 (UNAM, México) y PNCB-58-UH-15 (CITMA, Cuba). Al Dr. Manuel Herrera Zaldívar (CNyN-UNAM, México) y al MC Yohan Pérez (Sepradel, México) por el apoyo y sugerencias brindadas.

- G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber y E. Weibel, *Appl. Phys. Lett.* **40** (1982) 178.
- D.M. Eigler y E.K. Schweizer, *Nature* **344** (1990) 324.
- A.I. Oliva *et al.*, *Rev. Mex. Fis.* **40** (1994) 106.
- S. Katano, M. Hori, Y. Kim y M. Kawai, *Chem. Phys. Lett.* **614** (2014) 117.
- A. Bera, S. Dey y A.J. Pal, *Nano Lett.* **14** (2014) 2000.
- M. Hietschold, M. Lackinger, S. Griessl, W.M. Heckl, T.G. Gopakumar y G.W. Flynn, *Microelectronic Eng.* **82** (2005) 207.
- D. Wang, L.-J. Wan y C. Bai, *Mater. Sci. Eng. R* **70** (2010) 169.
- J.A. Boscoboinik, R.R. Kohlmeier, J. Chen y W.T. Tysoe, *Langmuir* **27** (2011) 9337.
- A. Zhao, S. Tan, B. Lin, B. Wan, J. Yang y J.G. Ho, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **15** (2013) 12428.
- A. Barea *et al.*, *Faraday Discuss.* **174** (2014) 79.
- Z. Li *et al.*, *Nano Lett.* **14** (2014) 5493.
- M. Kolmer, S. Godlewski, J. Lis, B. Such, L. Kantorovich y M. Szymanski, *Microelectronic Eng.* **109** (2013) 262.
- J.G. Rodrigo, V. Crespo, H. Suderow, S. Vieira y F. Guinea, *New J. Phys.* **15** (2013) 055020.
- A. Greuling *et al.*, *Phys. Status Solidi B* **250** (2013) 2386.
- C.J. Chen, *Introduction to Scanning Tunneling Microscopy* (Oxford, 1993).
- R. Wiesendanger, *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy* (Cambridge, 1994).
- C. Bai, *Scanning Tunneling Microscopy and Its Applications* (Springer, Berlin, 1995).
- P.H. Schroer y J. Becker, *IBM J. Res. Develop.* **30** (1986) 543.
- J. Guillén Rodríguez, E. Valaguez-Velázquez, A. Zapata-Navarro, A. Márquez-Herrera, M. Meléndez-Lira y M. Zapata-Torres, *Rev. Mex. Fis.* **59** (2013) 208.
- J. Valenzuela y J. Rodríguez, en *Surface Science* (Springer, Berlin Heidelberg, 1991), ed. F. A. Ponce y M. Cardona, p. 115.
- R.K. Sears, B.G. Orr y T.M. Sanders, *Comp. Phys.* **4** (1990) 427.
- J.P. Arrieta Navarro, *Tesis de Bachillerato en Ingeniería Electrónica*, (Universidad de Costa Rica, 2010).
- Omega Engineering*, OMB-DaqBoard/2000 Series User's Guide (Stamford, CT, 2005).
- A.P. Colbert, J. Yun, A. Larsen, T. Edinger, W.L. Gregory y T. Thong, *eCAM* **5** (2008) 443.
- C.E. Bigelow *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.* **72** (2001) 3407.
- M. Piasecka, *Heat Mass Transfer* **49** (2013) 261.
- F. El Gabaly y J. de la Figuera, Adaptación de Gxsm: aplicación del software libre para Microscopía Túnel (STM), en: <http://mmc.igeof.unam.mx>
- National Instruments, LabVIEW User Manual (Austin, TX, 2003).
- <http://www.eblproducts.com/piezotube.html>
- K. Ogata, *Ingeniería de control moderna* (Pearson, México, DF, 1998).

31. <http://pdf.datasheetcatalog.com/datasheet/texasinstruments/tl084.pdf>
32. <http://www.datasheetarchive.com/UCN4204B-datasheet.html>
33. I. Horcas, R. Fernández, J.M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero y A.M. Baró, *Rev. Sci. Inst.* **78** (2007) 013705.
34. J.A. Martínez, J. Valenzuela B., R. Cao Milán, J. Herrera, M.H. Farías y M.P. Hernández, *Appl. Surf. Sci.* **320** (2014) 287.
35. C. Vericat, G. Andreasen, M.E. Vela y R.C. Salvarezza, *J. Phys. Chem. B* **104** (2000) 302.
36. K.M. Koczkur, E.M. Hamed, C.R. Hesp y A. Houmam, *Phys. Chem. Chem. Phys.* **15** (2013) 348.