

2ª aula

SCANNER

Todas as modalidades do *Scanning Probe Microscope* fazem uso de um *scanner* (sistema ou estágio de varredura) que tenha a propriedade de realizar deslocamentos com alta precisão. Conforme o microscópio, a varredura pode ser realizada com a sonda (*probe*) sobre a amostra ou com a amostra sob a sonda (no caso do *NanoScope IIIA*, a amostra realiza a varredura abaixo da sonda).

A Figura 1 mostra esquematicamente uma possível varredura realizada pelo *scanner*. Quanto menor for a amplitude de varredura maior será a ampliação. Na figura os pontos correspondem a locais onde a sonda estaria realizando “medidas”. Por exemplo, no caso da modalidade de AFM, em cada ponto assinalado, o microscópio ajusta a altura z de forma que a deflexão do cantilever seja mantida constante; então, os valores de x , y e z são armazenados na memória do computador e, no final da varredura, temos a imagem correspondente a uma superfície tridimensional.

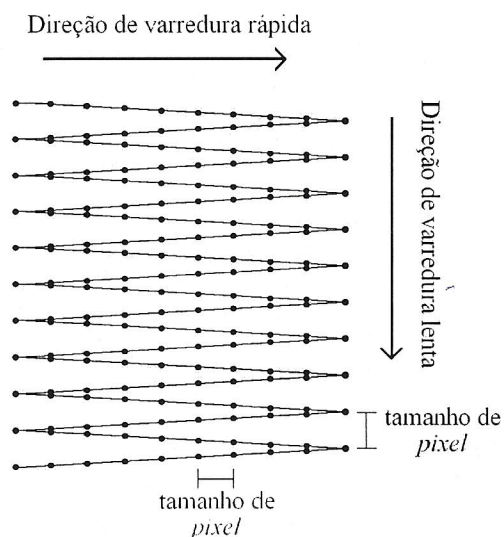


Figura 1

Note que, neste exemplo, a varredura rápida está sendo efetuada na direção horizontal, e as “medidas” estão sendo tomadas durante o trajeto da esquerda para a direita (*trace*) e da direita para a esquerda (*retrace*). Simultaneamente à varredura rápida ocorre um deslocamento na direção perpendicular, chamado de varredura lenta. Desta forma toda uma área da amostra é varrida, gerando uma imagem de 512 por 512 pontos (ou 256 x 256 ou 128 x 128). O registro de uma imagem é feito utilizando apenas as varreduras “*trace*” ou apenas as varreduras “*retrace*”.

O espaço entre dois pontos onde se tirou medidas, que deve ser uniforme durante toda a varredura, é conhecido como tamanho de *pixel*. Ele é dado pela razão entre a amplitude de varredura (em μm) e o número de pontos “medidos” em uma linha. Como por exemplo, varrendo $160\ \mu\text{m} \times 160\ \mu\text{m}$, com uma resolução de 512 pontos, teremos um

tamanho de *pixel* de $0,3\mu\text{m}$. Note que uma imagem sempre apresenta o número de linhas igual ao número de pontos em cada linha, o que significa que uma imagem no SPM pode ser vista como uma grade quadrada de medidas.

Veremos a seguir as dificuldades em se obter uma varredura perfeita com pontos igualmente espaçados no plano da amostra, incluindo ainda a dificuldade em medir as alturas correspondentes a cada ponto.

Os deslocamentos durante as varreduras são realizados através de material piezelétrico. Um material piezelétrico tem a propriedade de alterar sua dimensão quando lhe aplicamos um potencial elétrico e, inversamente, apresenta um potencial elétrico quando comprimido mecanicamente, como ilustrado na Figura 2.

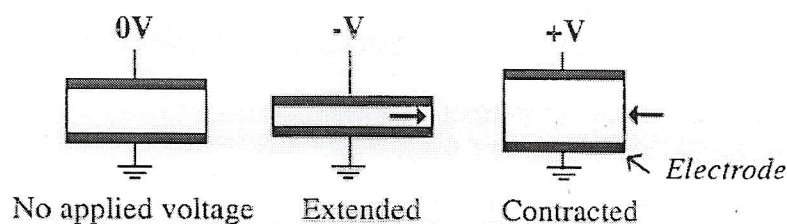


Figura 2

A forma como os *scanners* têm sido fabricados é apresentada na Figura 3. O material piezelétrico está representado pela região preta e a região cinza é composta por um material condutor.

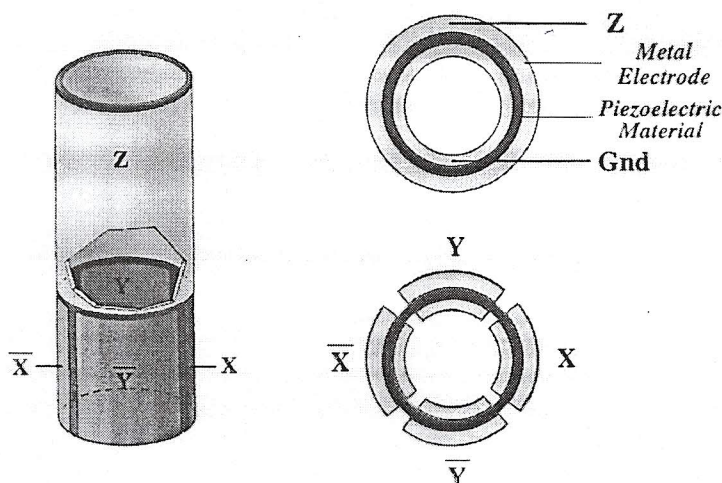


Figura 3

Aplicando-se potenciais elétricos, como indicado na Figura 4, podemos realizar varreduras nas direções x e y e movimentar o *scanner* na direção z.

Um exemplo de varredura realizada pelo *scanner* é apresentada na Figura 5 e na Figura 6 são apresentadas as voltagens aplicadas na direção x e na direção y.

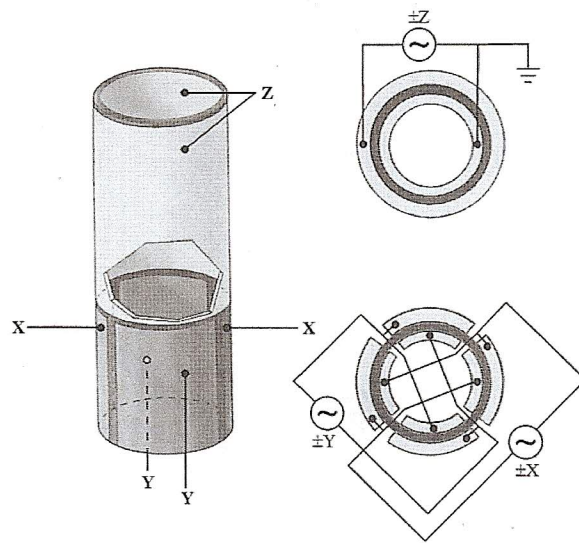


Figura 4

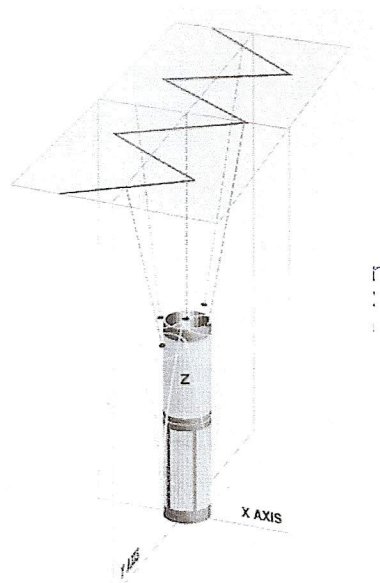


Figura 5

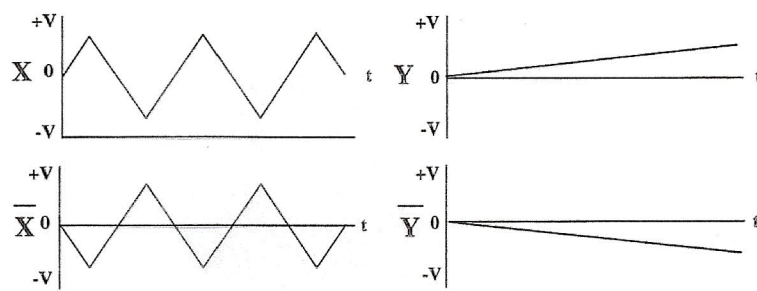


Figura 6

O *NanoScope IIIA* possui diversos tipos de *scanners*, sendo que basicamente utilizamos três deles. O denominado por *scanner J*, com amplitude máxima de varredura de 180 μm nas direções x e y e um alcance em altura de 5 μm ; o *scanner E*, com amplitude máxima de varredura de 16 μm nas direções x e y e um alcance em altura de 2,5 μm ; e o *scanner A*, com amplitude máxima de varredura de 1 μm nas direções x e y e um alcance em altura de 0,5 μm .

O material piezelétrico normalmente utilizado num *scanner* é o titanato de zircônio chumbo ou PZT, com diversos dopantes adicionados para criar propriedades específicas no material. O *scanner* é fabricado prensando e sinterizando pó deste material, obtendo como resultado um sólido policristalino cerâmico. Cada cristal neste material piezelétrico possui seu próprio momento de dipolo elétrico, sendo necessário alinhar todos numa mesma direção, para que o sólido se comporte como um material piezelétrico. Para este alinhamento, o *scanner* é aquecido até cerca de 200°C para liberar a movimentação dos dipolos, e uma voltagem DC é aplicada nele, assim permanecendo por algumas horas. O *scanner* é então resfriado, obtendo-se assim praticamente todos os momentos de dipolo alinhados.

O uso freqüente do *scanner* ajudará a manter os momentos de dipolo alinhados, desde que voltagens estarão sendo aplicadas na direção de seu alinhamento. Se um *scanner* é deixado sem uso por um longo tempo, um número significativo de dipolos começará a se orientar aleatoriamente, levando à perda de suas propriedades piezelétricas. Este efeito é muito acelerado se o *scanner* é submetido a uma temperatura acima de 150°C (que é aproximadamente a temperatura de Curie do material PZT). Isto significa que se desejarmos utilizar um estágio de aquecimento no SPM, temos de isolá-lo termicamente do *scanner*.

Como uma primeira aproximação a contração relativa ($s = \Delta\ell / \ell$) sofrida pelo *scanner* piezelétrico varia com a voltagem aplicada. Idealmente temos a relação $s = d E$, onde s é a contração relativa em $\text{\AA}/\text{m}$, E é o campo elétrico em V/m e d é uma constante característica do material piezelétrico em $\text{\AA}/\text{V}$.

Na prática o comportamento do *scanner* piezelétrico não é tão simples. Suas não linearidades serão discutidas a seguir.

Não linearidade intrínseca

Suponha que uma voltagem crescente é aplicada num sólido piezelétrico. Um gráfico de sua expansão em função da voltagem aplicada é mostrado na Figura 7. No gráfico, a linha pontilhada corresponde à resposta ideal de um material piezelétrico e a linha contínua corresponde à resposta real.

A não linearidade intrínseca do material piezelétrico é expressa como o percentual máximo de desvio da linearidade, isto é, é dada pela razão entre o máximo desvio Δy do comportamento linear, pela expansão y correspondente a mesma voltagem:

$$\Delta y/y$$

Tipicamente temos 2% a 25% de não linearidade intrínseca em materiais piezelétricos usados em microscópios do tipo SPM.

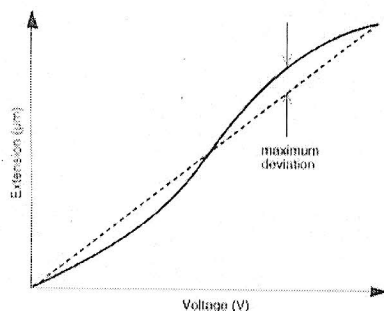


Figura 7

No plano da superfície da amostra o efeito da não linearidade intrínseca do *scanner* piezelétrico é a distorção da grade de medidas (veja Figura 8). Devido ao fato do *scanner* não se mover linearmente com a voltagem aplicada, os pontos de medida não são igualmente espaçados. Como resultado a imagem de SPM de uma superfície de estrutura periódica (Figura 8) será não uniformidade em seu espaçamento, apresentando ainda curvas em lugar de linhas retas. No plano perpendicular à superfície da amostra (na direção z) a não linearidade intrínseca causa erros nas medidas de alturas.

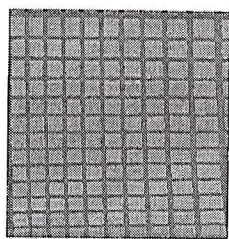


Figura 8

As distorções causadas pela não linearidade intrínseca do *scanner* são corrigidas através de calibrações frequentes, utilizando amostra padrão. Medindo a voltagem aplicada a cada eletrodo (nas três direções) e conhecendo-se as dimensões da amostra padrão é possível calibrar um *scanner*, obtendo desvios bastante aceitáveis (tipicamente inferiores a 5%).

Histerese

Cerâmicas piezelétricas apresentam comportamento de histerese. Aplicando uma voltagem crescente em um *scanner* piezelétrico, ao reduzirmos a voltagem ao valor inicial, a curva da expansão em função da voltagem aplicada não será a mesma, como mostra a Figura 9.

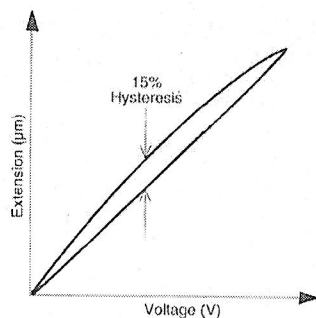


Figura 9

A histerese é expressa como a razão da máxima divergência ΔY entre as 2 curvas, pela máxima expansão Y_{MAX} que a voltagem pode produzir no *scanner*. A histerese pode chegar a 20% nestes materiais piezelétricos.

Como mencionado anteriormente, na obtenção de uma imagem coletamos dados em apenas um dos sentidos da varredura rápida, justamente para minimizar os erros causados pela histerese do *scanner*.

Verificaremos a histerese de um *scanner* na próxima aula prática. Para tanto, basta comparar imagens obtidas através de dados coletados em diferentes sentidos na varredura rápida ('*trace*' e '*retrace*'). As duas imagens quando comparadas (ou subtraídas) devem apresentar um deslocamento na direção da varredura rápida. Na varredura lenta a histerese também pode ser observada registrando-se duas imagens obtidas sucessivamente. Elas devem apresentar um deslocamento na direção da varredura lenta.

Na direção perpendicular ao plano da amostra a histerese causa erros no perfil de alturas como exemplifica a Figura 10.

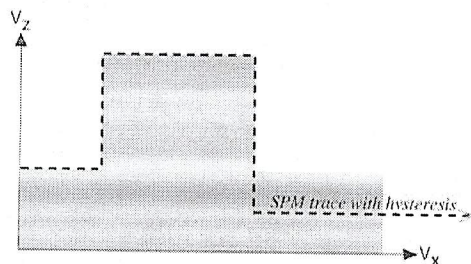


Figura 10

Creep

Quando uma mudança abrupta é feita na voltagem aplicada, o material piezelétrico, não altera suas dimensões de uma só vez. Essa alteração ocorre em 2 estágios: o primeiro se dá em menos de 1 ms e o segundo numa escala de tempo muito mais longa (da ordem de minutos). Este segundo estágio é conhecido como "*creep*". Na Figura 11 a subida e a descida verticais se dão em 1 ms e o Δx_c se dá em uma escala da ordem de minutos.

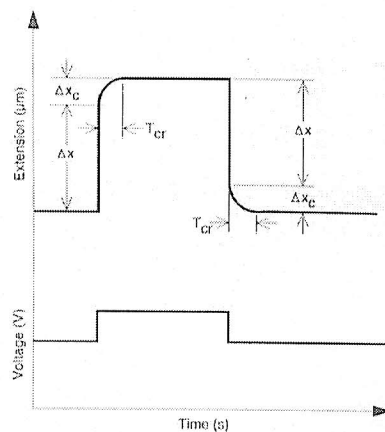


Figura 11

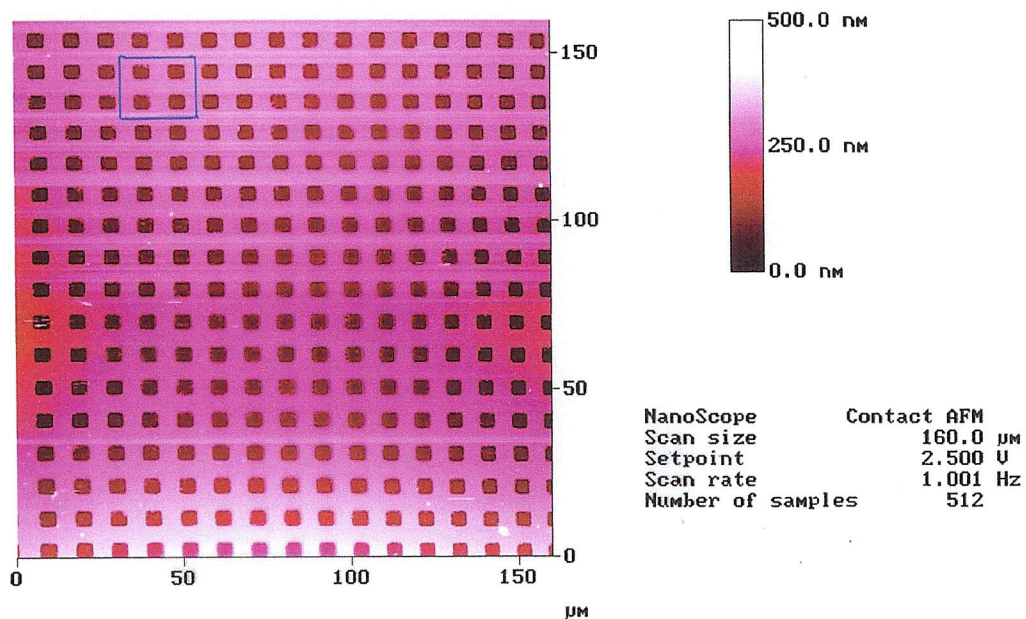
O *creep* é expresso quantitativamente como a razão $\Delta x_c / \Delta x$ (ver Figura 11), na forma de percentagem, mas sempre relacionado a um tempo característico T_{cr} , no qual a expansão Δx_c ocorre. Valores típicos para o *creep* estão entre 1% e 20% em tempos T_{cr} entre 10 segundos e alguns minutos.

Em frequências características de varredura (velocidades de varredura), durante a obtenção de imagens, os tempos envolvidos no deslocamento lateral do *scanner* são menores que T_{cr} , o que faz com que varreduras em diferentes frequências gerem pequenas diferenças de amplitude de varredura, isto é, pequenas diferenças de ampliação. Assim, uma ampliação é confiável quando a imagem é obtida na velocidade de varredura usada durante a calibração.

Outro efeito de *creep* no plano da amostra ocorre quando desejamos realizar um zoom em um detalhe de interesse, que esteja fora do centro de uma imagem panorâmica. Uma micrografia da grade padrão exemplifica o caso. Inicialmente obtém-se uma imagem com uma grande amplitude de varredura para se localizar um defeito, como ilustra a Figura 12. Supondo encontrado um pequeno defeito em um dos extremos da imagem, como representado por um retângulo na Figura 12, realiza-se um zoom para obter um maior aumento deste defeito, mas fora do centro de varredura do *scanner* (isto é, estaremos introduzindo um “*offset*”). Assim, o *scanner* terá de aplicar uma tensão elevada (fixa) para se deslocar até as vizinhanças da região do defeito, e então iniciará uma varredura na nova amplitude desejada. Esta tensão elevada, produzindo o efeito de *creep*, poderá levar alguns minutos para realmente atingir o alvo desejado.

Em nosso exemplo, a imagem ampliada e fora de centro é apresentada na Figura 13. A imagem da esquerda foi obtida imediatamente após o “*zoom*”, apresentando distorções devido ao efeito de *creep*. Após uma varredura completa (com distorções), que levou cerca de 10 minutos, temos a imagem seguinte (a da direita) já sem distorções e no local desejado.

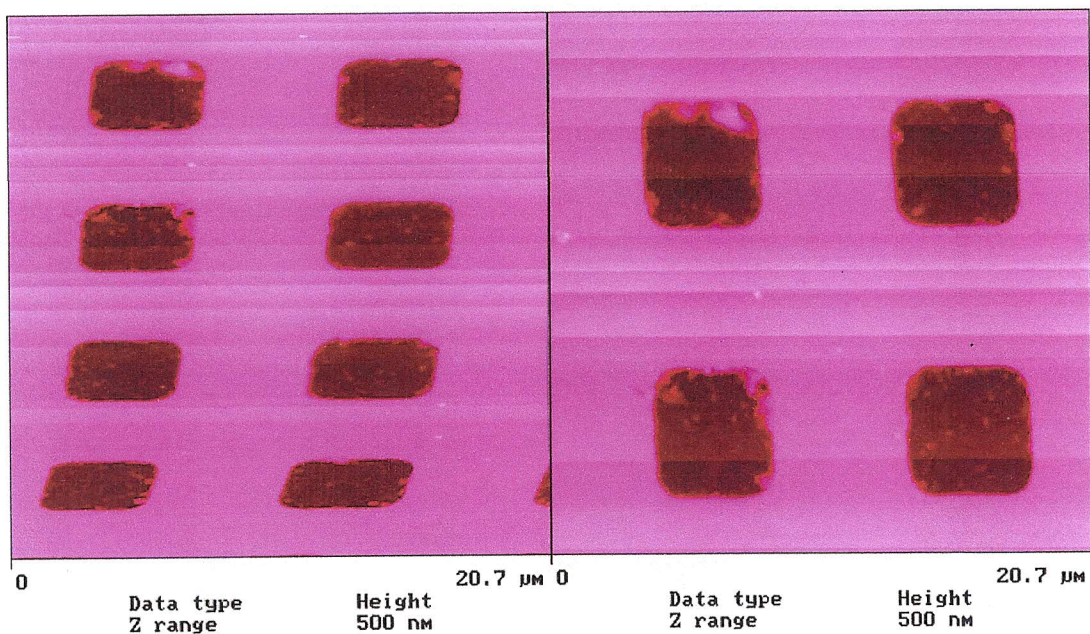
Height Angle Surface Normal Clear Calculator



03261545.001

Height

Figura 12



03261549.001

03261555.001

Figura 13

O efeito de *creep* na direção z está exemplificado na Figura 14. A sonda passa por um degrau da base para o topo, onde a tensão aplicada logo no “início do patamar” tem de ser maior para compensar a demora do *scanner* em responder a bruscas variações, decaindo em seguida. Na passagem do topo para a base, o efeito inverso ocorre. Note que o microscópio sempre interpreta que, quanto maior é a tensão aplicada no *scanner*, maior é o deslocamento realizado.

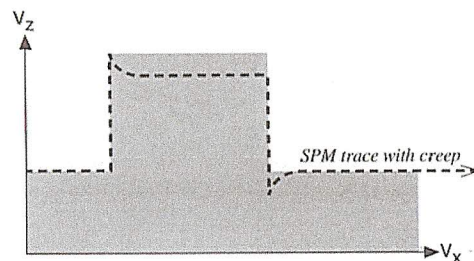


Figura 14

Uma forma de verificar se está ocorrendo o efeito de *creep* na direção vertical numa amostra é inverter o sentido de aquisição de dados na varredura rápida. Se o efeito inverter nos topos e bases, temos o efeito de *creep*, se a imagem permanecer a mesma, então o perfil é da própria amostra.

Aging (Envelhecimento)

A constante característica do material piezelétrico d ($s = d E$) muda exponencialmente com o tempo. A Figura 15 apresenta um gráfico do envelhecimento de um *scanner* piezelétrico, para dois casos.

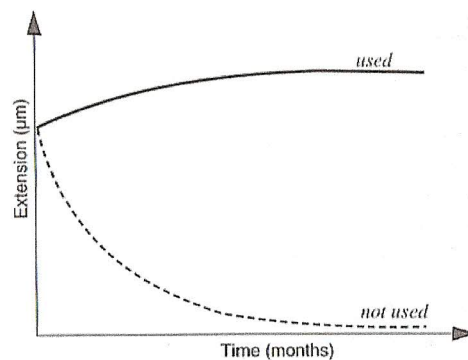


Figura 15

Quando um *scanner* não é utilizado, sua deflexão ativada por aplicação de voltagem diminui gradualmente. Quando um *scanner* é usado regularmente, a deflexão ativada por aplicação de voltagem aumenta lentamente com o passar do tempo.

Estes dois fenômenos fazem parte de um mesmo processo, onde os momentos de dipolo elétrico do material tenderão a se orientar aleatoriamente sem a aplicação freqüente de voltagem e, na situação inversa, tenderão a se alinhar cada vez em maior número com a aplicação freqüente de voltagem.

Assim, fica evidente que um *scanner* precisa ser recalibrado ao longo de sua vida, caso contrário apresentará erro nas dimensões laterais e verticais medidas. Existe todo um algoritmo para a calibração de *scanners*, utilizando amostras padrões. Este procedimento não será visto em detalhes neste curso.

Cross Coupling

Este efeito se refere ao acoplamento inevitável existente entre os deslocamentos x , y e z do *scanner*.

Uma primeira justificativa para a existência deste efeito está no próprio comportamento de materiais piezelétricos. Na realidade eles não são lineares como descrito anteriormente por $s = d E$, onde d seria uma constante. Na verdade d é um tensor complexo.

Outra justificativa está no simples fato das cerâmicas piezelétricas estarem fisicamente acopladas entre si, o que fatalmente leva a uma interferência entre seus movimentos.

Mas o efeito mais importante é o que está ligado à geometria do sistema. A Figura 16 mostra que a varredura (x, y) não é plana, mas sim varre uma calota esférica. A Figura 17 exemplifica uma forma de corrigir este efeito utilizando *software*: para uma dada deflexão em x ou y , automaticamente é aplicada uma tensão na direção z , transformando o arco em uma reta.

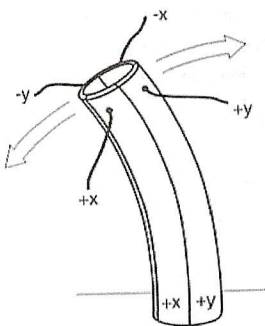


Figura 16

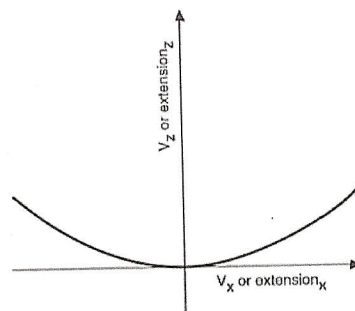


Figura 17

Um exemplo mostrando exageradamente este efeito em um degrau é apresentado na Figura 18.

Uma forma de se verificar o efeito é utilizando uma amostra plana ou de curvatura conhecida, como é o caso apresentado na Figura 19. Nesta figura temos uma superfície plana de diamante. Neste exemplo o efeito está presente e um recurso do *software* disponível no *NanoScope IIIA* é utilizado. Na Figura 19 a imagem é apresentada antes e depois do processamento que elimina o efeito de *Cross Coupling*. Caso a amostra contenha curvatura real, sua imagem assim processada será plana.

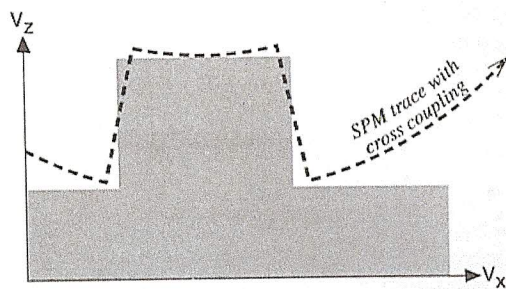


Figura 18

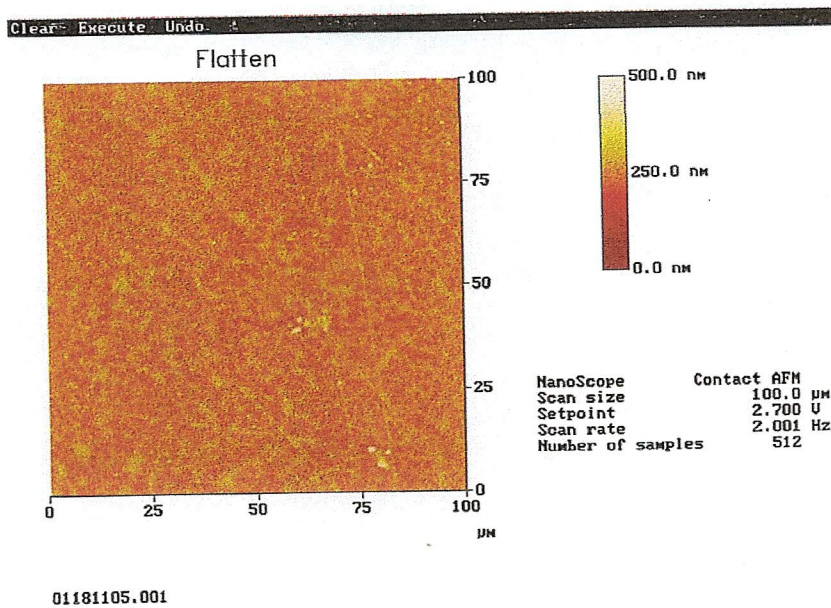
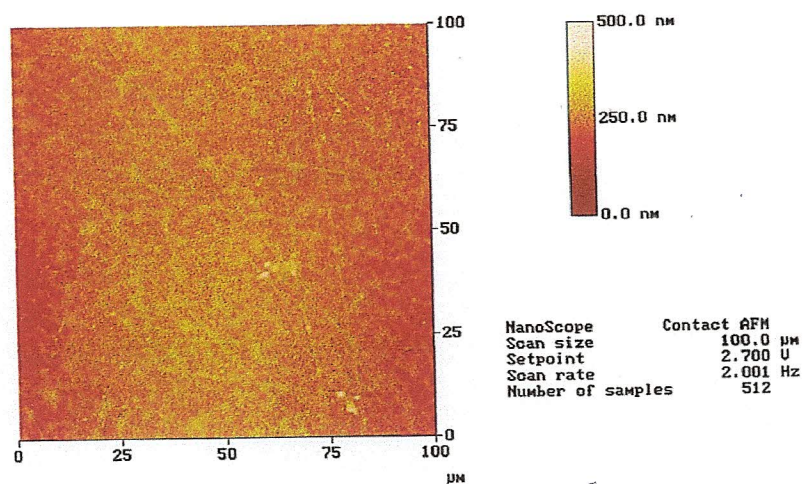


Figura 19

A Figura 20 apresenta esquematicamente um exemplo onde os efeitos de histerese, *creep* e *cross coupling* estão presentes, num perfil na forma de degrau. A Figura 21 mostra uma imagem mais realista: a histerese se mostra presente nas diferentes inclinações das paredes do degrau; o *creep* provoca uma pequena elevação no início do patamar e uma pequena depressão após a descida do degrau; e o *cross coupling* soma uma pequena curvatura no perfil como um todo.

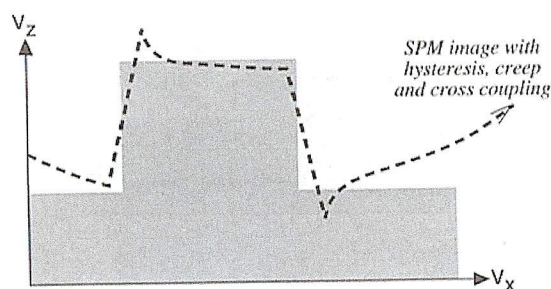


Figura 20

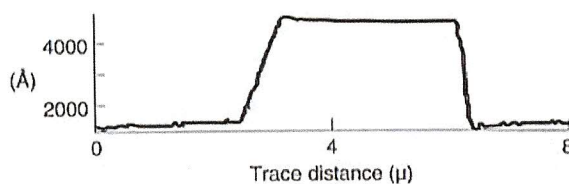


Figura 21

O comportamento não linear de um *scanner* piezelétrico é usualmente corrigido através de *software*, que apesar de ser o mais conveniente pela facilidade e baixo custo, não é o mais preciso. Alguns sistemas no mercado utilizam *hardware* para solucionar estes problemas, obtendo resultados de melhor qualidade.

Correções utilizando *Software*

Neste caso o *software* desenvolvido deve comparar os dados de medida (voltagens aplicadas) com dimensões de uma amostra padrão (bem conhecida). Estas informações são armazenadas e utilizadas durante a obtenção das imagens (ver Figura 22).

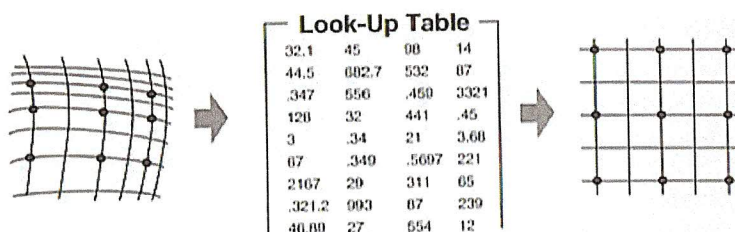


Figura 22

Softwares mais sofisticados possuem algoritmos que incluem equações de modelamento das respostas não lineares dos *scanners*. De qualquer forma, um procedimento de calibração também é necessário para determinar os parâmetros para esse algoritmo.

Correções utilizando *software* apresentam problemas como serem dependentes da velocidade de varredura (devido ao *creep*), ou sentido de varredura (devido à histerese), ou ainda depender do tempo, devido ao envelhecimento (*aging*). Assim, as correções utilizando *software* acabam sendo precisas apenas quando as condições de obtenção de imagens forem às mesmas utilizadas na calibração.

Em condições normais de uso, as medidas realizadas com correções utilizando *software* estarão com erros até 5%, que é o nosso caso.

Correções utilizando *Hardware*

Correções utilizando *hardware* são feitas através de sensores independentes que medem o real deslocamento em cada direção, como mostra a Figura 23. Por exemplo, o sinal lido pelo sensor que mede o deslocamento na direção x é comparado ao correspondente valor desejado pelo usuário e, através de um sistema com *feedback*, ele aplica maior ou menor voltagem, até se obter o real deslocamento desejado. Ou, no caso do movimento na direção z num STM, o *feedback* é realizado mantendo-se a condição de corrente de tunelamento constante, e o sensor externo realiza a medida do deslocamento real em z, ignorando o valor da voltagem aplicada à cerâmica piezelétrica.

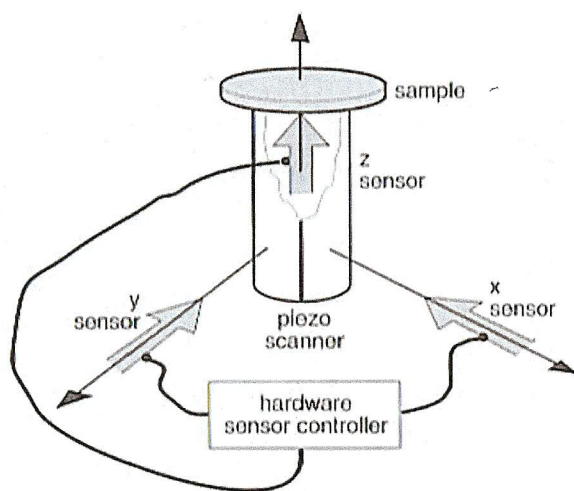


Figura 23

Um exemplo de vantagem num sistema com correção utilizando *hardware* está na Figura 24, onde temos a inexistência de *creep*. Um zoom é realizado fora do centro do *scanner*, sem que se tenha de esperar minutos para a estabilização da varredura na região desejada.

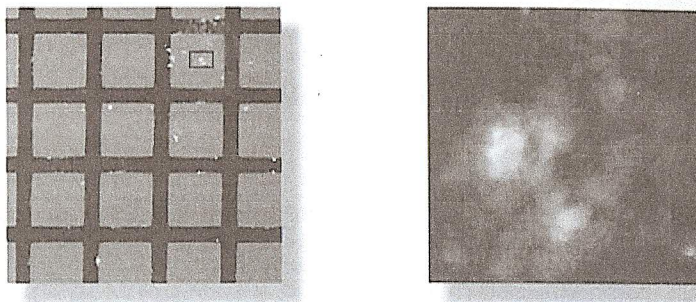


Figura 24

Correções utilizando *hardware* compensam não linearidade intrínseca, histerese, *creep*, *aging* e *cross coupling*, reduzindo os erros de medidas para cerca de 1%.

Exemplos de correção utilizando *hardware* seriam:

- Técnica óptica, onde um feixe de luz é refletido num ponto estratégico do *scanner* fornecendo a distância absoluta entre um sensor de luz e o *scanner*, através de variação de fase (entre luz emitida e detectada) ou deflexão do feixe.
- Técnica capacitiva, onde se mede a capacitância entre um eletrodo fixado no *scanner* e outro eletrodo imóvel, obtendo-se assim o deslocamento absoluto na direção desejada.