

1ª Aula

MICROSCOPIA DE FORÇA ATÔMICA E TUNELAMENTO PGF5205

Não foi possível adotar um único livro para este curso, pelo caráter genérico abrangente que se decidiu dar. Assim, serão fornecidos textos base para este curso e um conjunto de livros ficará a disposição para consulta no Laboratório de Filmes Finos.

A idéia deste curso é introduzir os conceitos básicos de um tipo recente de microscopia denominado “*Scanning Probe Microscopy*” (SPM).

Um “*Scanning Probe Microscope*” é uma família de microscópios onde uma sonda varre a superfície da amostra, registrando ponto a ponto algum tipo de interação entre a sonda e a amostra.

Conforme o tipo de interação, a microscopia toma um nome específico, por exemplo, quando a interação consiste em uma passagem da corrente de tunelamento, chamamos de Microscópio de Tunelamento.

Nas aulas práticas será utilizado um *Scanning Probe Microscope*, da *Digital Instruments* (hoje pertencente à *Bruker*), denominado *NanoScope IIIA*, com acessórios para a realização de Microscopia de Força Atômica, Tunelamento, Força Magnética, Força Elétrica (Auxílio FAPESP – Multiusuários – proc. n° 95/5651-0), além de outros modos. Na Figura 1 o *NanoScope IIIA* é apresentado com acessório para o modo de Microscopia de Força Atômica.



Figura 1

Gerd Binnig e Heinrich Rohrer receberam o Prêmio Nobel em 1986 por inventar o Microscópio de Tunelamento, que foi a primeira modalidade do SPM a ser desenvolvida.

Os dois modos básicos do SPM são:

- Microscopia de Tunelamento (STM – *Scanning Tunneling Microscopy*) e
- Microscopia de Força Atômica (AFM – *Atomic Force Microscopy*).

Atualmente existe uma infinidade de modos de operação para um SPM, sendo alguns deles:

Magnetic Force Microscopy (MFM),
Electric Force Microscopy (EFM),
Scanning Thermal Microscopy (SThM),
Scanning Capacitance Microscopy (SCM),
Conductive Atomic Force Microscopy (CAFM).

Note que todas estas modalidades de microscopia podem ser realizadas em pressão ambiente.

A seguir serão descritos os princípios de funcionamento dos modos: STM, AFM de contato e AFM de contato intermitente.

Descrição do modo STM

Neste caso a sonda consiste em uma ponta condutora (tungstênio ou platina-irídio) muito fina, por onde passa uma corrente de tunelamento, mediante a aplicação de uma pequena diferença de potencial entre amostra e ponta, como mostra a Figura 2.

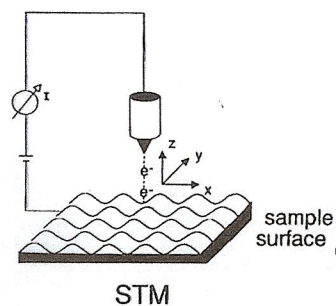


Figura 2

Através da Mecânica Quântica sabemos que a corrente de tunelamento que irá fluir entre ponta e amostra é dada por:

$$I \sim V e^{-cd}$$

onde I é a corrente de tunelamento, V é a diferença de potencial aplicada, c é uma constante e d é a distância entre ponta e amostra. Tipicamente os valores de corrente são em nA, os de potencial aplicado são em centenas de mV e as distâncias envolvidas são de fração de nm.

Quando a ponta varre a superfície da amostra, passa por pontos de diferentes alturas, gerando variação na corrente de tunelamento. Através de um *feedback* com um computador, a corrente de tunelamento é mantida constante durante a varredura, movendo-se verticalmente a amostra, a cada ponto. A correção na posição vertical da amostra, juntamente com a posição (x,y) da varredura, é armazenada em computador formando a imagem topográfica da superfície da amostra.

Note que esta técnica fica restrita a amostras condutoras e semicondutoras.

Na Figura 3 são dadas duas versões de uma imagem de superfície de grafite, em resolução atômica, obtida por STM no microscópio do Laboratório de Filme Finos. A imagem da direita é a originalmente obtida no microscópio e a da esquerda é processada.

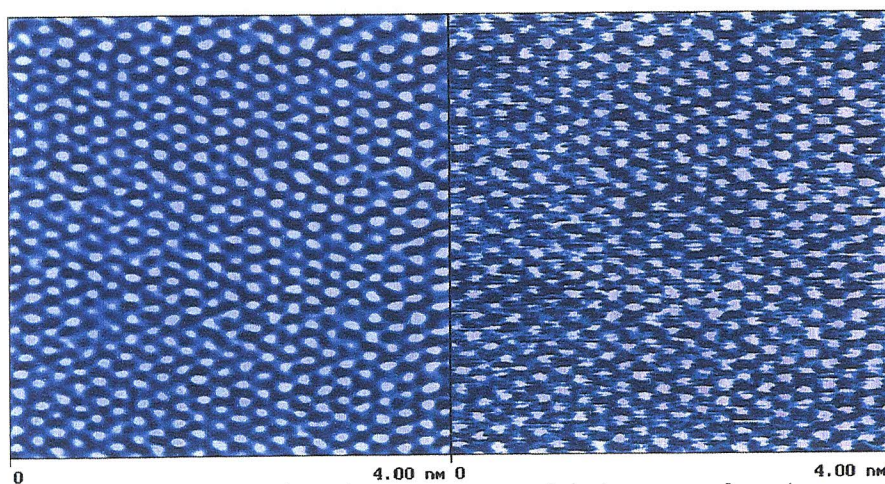


Figura 3

Descrição dos modos AFM

Na verdade, o modo AFM se subdivide em 3 modos:

- AFM de contato
- AFM de contato intermitente (*Tapping Mode*)
- AFM de não-contato

Descreveremos a seguir os modos mais utilizados, que consistem dos dois primeiros.

Descrição do modo AFM de contato

Nesse modo de operação, a sonda consiste em uma ponta presa a um cantilever, que se mantém em contato com a superfície da amostra durante toda a varredura, como indica a Figura 4.

Quando a ponta varre a superfície da amostra, passa por pontos de diferentes alturas, gerando variações na deflexão do cantilever. Estas deflexões são medidas através de um feixe de laser refletido na ponta do cantilever, chegando até um fotodiodo. Através de um *feedback* com um computador, a deflexão do cantilever é mantida constante durante a varredura, movendo a amostra verticalmente, a cada ponto. A correção da posição vertical da amostra, juntamente com a posição (x,y) correspondente, é armazenada em computador formando, ao final da varredura, a imagem topográfica da superfície da amostra.

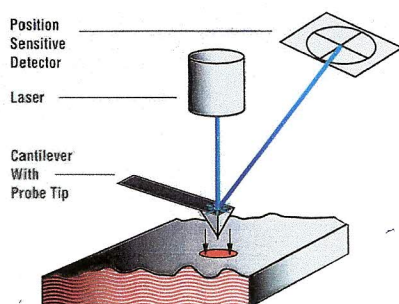


Figura 4

Note que, mantendo a deflexão do cantilever constante, a força entre ponta e amostra também se mantém constante e dada por:

$$F = - kx \quad (\text{Lei de Hooke})$$

onde F é o módulo da força entre ponta e amostra, k é a constante elástica do cantilever e x é a deflexão do cantilever. Sendo k entre 0,01 e 1,0 N/m, resultando em uma força entre nN e μ N. Essa força pode parecer pequena, mas considerando a área de contato entre ponta e amostra, a pressão exercida é da ordem de 100 kgf/cm².

Na Figura 5 é fornecida uma imagem de superfície de diamante CVD (policristalino), obtida por AFM de contato, no microscópio do IFUSP. A imagem da direita é apresentada com um recurso de software, onde se cria uma iluminação lateral, ressaltando o relevo num efeito tridimensional. Na imagem da esquerda é apresentada a mesma imagem, mas em tons de amarelo, variando de tons escuros até o quase branco, sendo que este último corresponde à altura máxima.

Na Figura 6 é apresentada uma imagem, em resolução atômica, de mica.

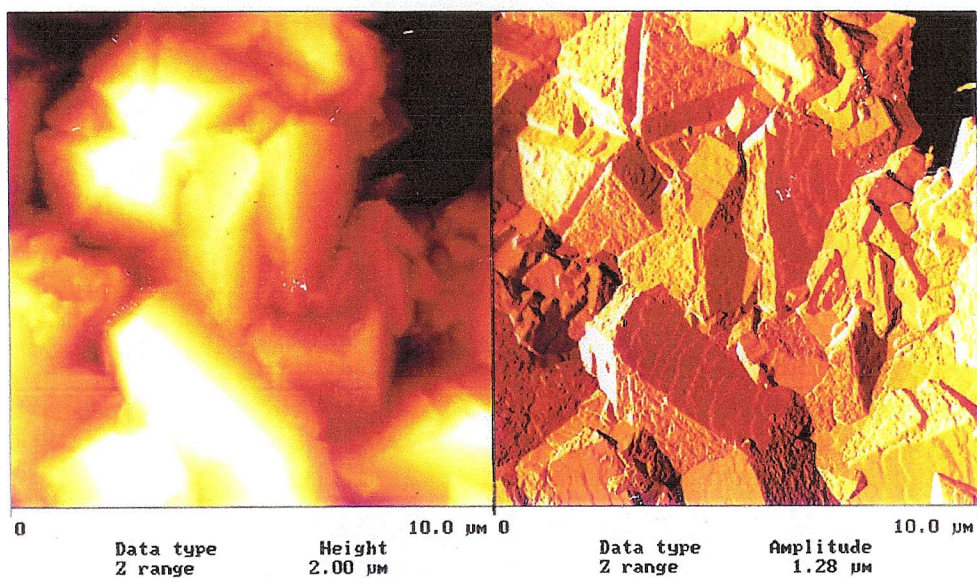


Figura 5

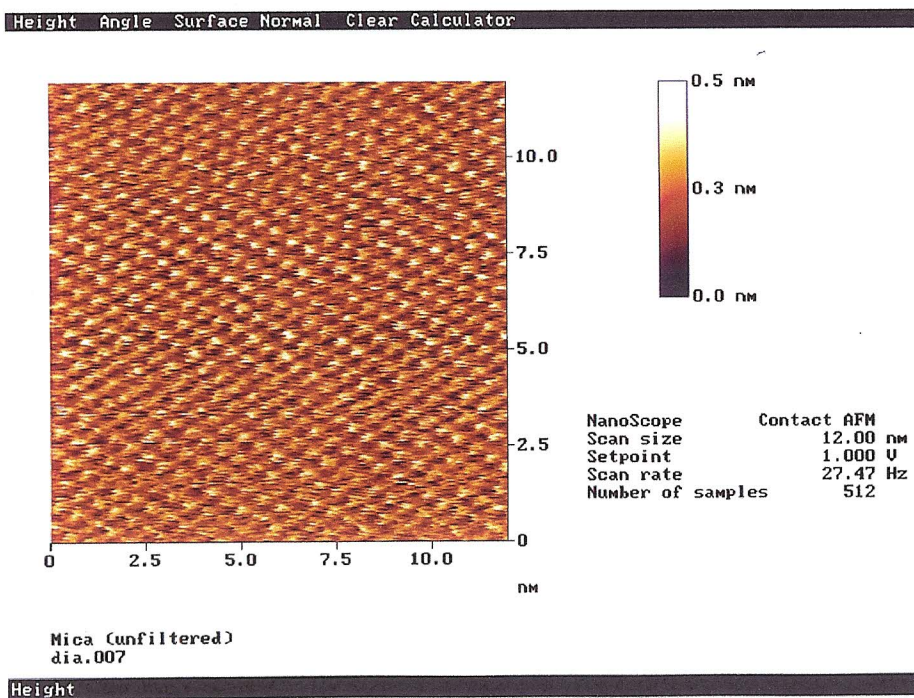


Figura 6

Descrição do AFM de contato intermitente (*Tapping Mode*)

No *Tapping Mode* a sonda consiste em uma ponta presa a um cantilever oscilante que, durante a varredura, toca a superfície da amostra no ponto de máxima amplitude de oscilação, como ilustra a Figura 7.

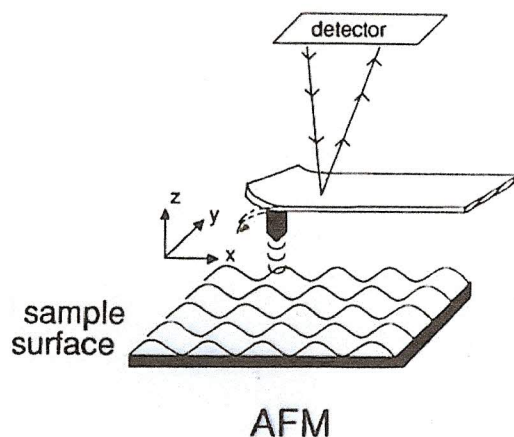


Figura 7

O cantilever oscila em sua frequência de ressonância, ou próximo dela, com uma amplitude típica entre 20 nm e 100 nm.

Durante a varredura, a ponta oscilante passa por diferentes alturas da amostra, gerando variação na amplitude de oscilação da ponta. A amplitude de oscilação da ponta é definida, na verdade, pelo seu RMS (*root mean square*), que é obtido através do sinal gerado no fotodiodo pelo feixe de laser refletido no cantilever. Através de um *feedback* com um computador, o RMS da amplitude de oscilação da ponta é mantido constante durante a varredura, movendo a amostra verticalmente, a cada ponto. Assim, a correção da posição vertical da amostra, juntamente com a posição (x,y) correspondente, é armazenada em computador formando, ao final da varredura, a imagem topográfica da superfície da amostra.

Note que neste caso, o contato entre ponta e amostra é bastante delicado, sendo um modo de operação indicado para amostras frágeis.

Na Figura 8 é apresentada uma imagem de cristais de um sal obtida por contato intermitente.

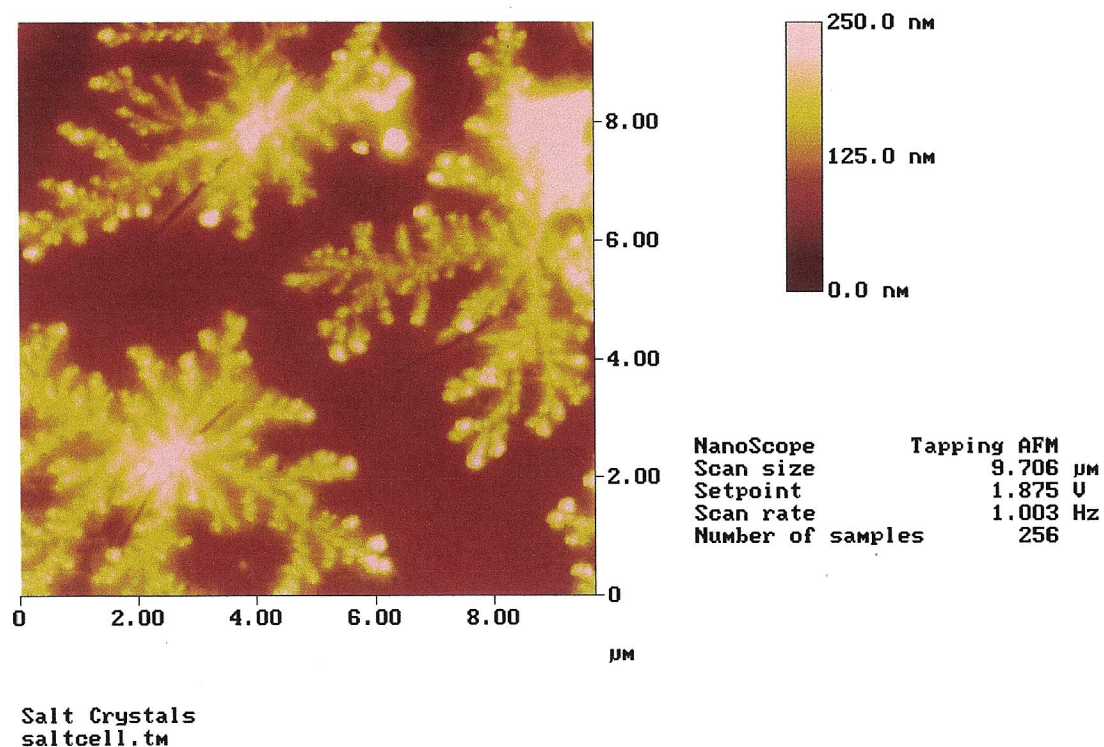


Figura 8

Na próxima aula veremos em detalhes o estágio de varredura (*scanner*) de nosso SPM que é a parte do microscópio que realiza a varredura no plano x,y e as correções na posição da amostra em z. Essa varredura pode variar entre $(180 \times 180) \mu\text{m}^2$ (máximo) e até escalas atômicas (algumas unidades de nm).