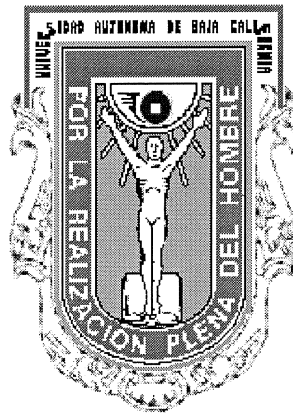


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE INGENIERIA



**DISEÑO DE UN CONTROLADOR ELECTRÓNICO
PARA LA FABRICACIÓN DE PUNTAS METÁLICAS
PARA UN MICROSCOPIO DE EFECTO TÚNEL.**

***TESIS PROFESIONAL QUE PARA OBTENER EL
TITULO DE ING. EN ELECTRONICA PRESENTA:***

ANTELMO REYES VALENZUELA

ENSENADA, BAJA CALIFORNIA JUNIO DE 2003.

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE BAJA CALIFORNIA

FACULTAD DE INGENIERIA

DISEÑO DE UN CONTROLADOR ELECTRONICO PARA LA FABRICACION DE PUNTAS
METALICAS PARA UN MICROSCOPIO DE EFECTO TUNEL

TESIS PROFESIONAL QUE PARA OBTENER EL TITULO DE ING. EN ELECTRÓNICA
PRESENTA:

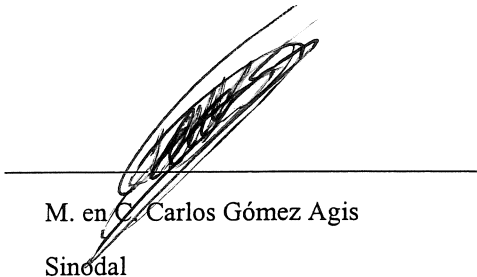
ANTELMO REYES VALENZUELA

APROBADO POR:

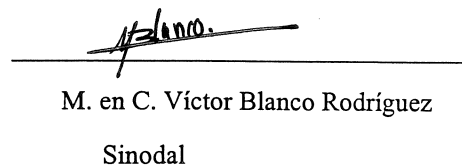


Dr. José Valenzuela Benavides

Director de tesis



M. en C. Carlos Gómez Agis
Sinodal



M. en C. Víctor Blanco Rodríguez
Sinodal

AGRADECIMIENTOS

A mi director de tesis, Dr. José Valenzuela B. por su dedicación, apoyo, sugerencias y por darme la oportunidad de desarrollar este trabajo de tesis.

A mis sinodales: M.C. Victor Blanco R. y al M.C. Carlos Gómez A. por la revisión minuciosa y las sugerencias aportadas.

Al Centro de Ciencias de la Materia Condensada de la UNAM, por permitirme utilizar sus instalaciones, material y equipo indispensable para la realización de éste trabajo y al apoyo económico brindado a través del proyecto PAPIIT-DGAPA No. 110801.

Reitero mis agradecimientos al personal del CCMC: a la L.C.C. Margot Sainz R., al Ing. Israel Gradilla M., al Sr. Francisco Ruiz M., al M.C. Víctor J.García G. por el apoyo brindado en el transcurso del presente trabajo.

A mis padres y hermanos que me han brindado su apoyo incondicionalmente a través de mi vida. A mi hermano Atanasio Reyes, por su apoyo económico durante mi formación académica profesional.

También quiero resaltar la colaboración de todas aquellas personas que en alguna etapa de este trabajo colaboraron con ideas y estímulos.

RESUMEN de la tesis de ANTELMO REYES VALENZUELA presentada como requisito parcial para la obtención de la Licenciatura en Ingeniería electrónica. Ensenada, Baja California, México. Febrero de 2003.

DISEÑO DE UN CONTROLADOR ELECTRÓNICO PARA LA FABRICACIÓN DE PUNTAS METÁLICAS PARA UN MICROSCOPIO DE EFECTO TÚNEL



Aprobado por:

José Valenzuela Benavides

En este trabajo se presentan dos métodos distintos para la fabricación de puntas metálicas para un microscopio de efecto túnel, además de información referente al microscopio de efecto túnel.

Los métodos involucrados son: el método “*alterno*” y el método de “*caída*”. Se explica el funcionamiento de cada uno de ellos y de los circuitos de control dando a conocer el material y equipo utilizado para este logro.

Se detalla la fabricación de puntas metálicas mediante la erosión electroquímica haciendo uso de hidróxido de sodio (NaOH) como la solución electroquímica, alambre de tungsteno y un posicionador para colocar la punta en la solución. Proporcionando información acerca de otros materiales adecuados para la fabricación de puntas mediante erosión electroquímica.

Por último se dan a conocer los resultados obtenidos haciendo uso del microscopio electrónico de barrido (SEM) y del microscopio electrónico de transmisión (TEM) para la caracterización de su radio de curvatura. Se muestran imágenes obtenidas por el microscopio de efecto túnel haciendo el uso de las puntas fabricadas mediante estos dos métodos.

CONTENIDO

I. INTRODUCCIÓN.....	1
I.1 Objetivos.....	4
I.2 Contenido.....	4
II. MICROSCOPIO DE EFECTO TÚNEL (STM).....	5
II.1 Introducción.....	5
II.2 Principio básico: Efecto túnel.....	6
II.3 Funcionamiento del instrumento.....	7
III. FABRICACIÓN DE PUNTAS.....	9
III.1 Introducción.....	9
III.2 Fabricación de puntas por erosión electroquímica.....	11
III.3 Electroerosión.....	12
III.4 Comportamiento típico de la corriente.....	14
IV. MÉTODO DE “CORRIENTE ALTERNA”.....	17
IV.1 Introducción.....	17
IV.2 Descripción del circuito de control.....	18
IV.3 Fabricación de las puntas.....	22
IV.3.1 Formación del menisco.....	22
IV.3.2 Longitud del cable dentro de la solución.....	24
IV.2.3 Selección del nivel de referencia.....	24

V. MÉTODO DE CAÍDA.....	28
V.1 Introducción.....	28
V.2 Descripción del circuito de control.....	30
V.3 Fabricación de puntas.....	34
V.3.1 Longitud del alambre sumergido en la solución.....	34
V.3.2 El menisco.....	35
VI. RESULTADOS.....	37
VI.1 Consideraciones generales en la fabricación y manejo de puntas...	37
VI.1.1 Velocidad de respuesta de los controladores.....	39
VI.2 Uso de ambos métodos para la fabricación de puntas.....	40
VI.3 Imágenes obtenidas con el STM usando las puntas fabricadas.....	43
VI.4 Análisis del radio de curvatura de las puntas.....	48
VII. CONCLUSIONES.....	49
VIII. BIBLIOGRAFIA.....	51
VIX. ANEXOS.....	53

LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
1.1. Microscopio de efecto túnel (STM).....	5
1.2. Efecto Túnel entre dos electrodos conductores. (a) Uno de ellos es la punta y el otro la superficie a analizar. (b) Comportamiento de la corriente de tunelamiento con la separación entre conductores.....	6
1.3. Trayectoria de la punta al desplazarse sobre una superficie.....	8
2.1 Forma de las puntas fabricadas por electroerosión. (a) cuando se aplica c.a. (b) cuando se aplica c.d... ..	10
2.2 Arreglo para la fabricación de puntas. Donde V es el voltaje aplicado, W es el alambre de tungsteno y una solución NaOH.....	12
2.3 Erosión del alambre de tungsteno mediante un proceso electroquímico.....	14
2.4 Grafica del comportamiento temporal de la corriente durante el proceso de electroerosión.....	15
2.5 Grafica que ilustra el comportamiento de la corriente al finalizar el proceso de fabricación de tres puntas.....	16
3.1 Formación de la punta utilizando el método alterno.....	18
3.2 Diagrama a bloques del circuito de control para el método de corriente alterna.....	19
3.3 Circuito de control para el método de corriente “alterna”.....	21
3.4 Iteración de la punta con la superficie de la solución electroquímica	22
3.5 Comportamiento del menisco ante el proceso alterno	23

3.6	Profundidad del alambre sumergida en la solución durante el proceso de corriente alterna. (a) longitud < 0.5 mm. (c) longitud > 1 mm	24
3.7	Puntas fabricadas usando el método alterno. (a) nivel de referencia 1.9V; (b) nivel de referencia 1.8V; (c) nivel de referencia 1.72V.....	25
3.8	Curva característica I(V) de un proceso de electropulido. Operar en la región II asegura un pulido uniforme de la superficie metálica.....	27
4.1	Comportamiento típico de la corriente electrolítica durante la electroerosión de la punta. A) desprendimiento de la parte inferior de la punta; B) la parte superior aún permanece sumergida en la solución; C) la punta queda totalmente fuera de la solución.....	29
4.2	Diagrama esquemático del circuito de control para el método de caída [Nakamura et al, 1999].....	30
4.3	Circuito de control para el método de “caída”.....	31
4.4	Diagrama de la señal diferencial al momento del cambio abrupto de la corriente (cuando se desprende la parte inferior de la punta).....	32
4.5	Efecto de la longitud inicial en la forma de la punta. (a) Longitud insuficiente; (b) punta formada; (c) Longitud excesiva; (d) formación con peso excesivo en la parte inferior.....	35
4.6	Momento en que queda formada la punta, el cuello se rompe y la parte inferior cae.....	36

5.1	Micrografías del microscopio electrónico de barrido (SEM) de una punta fabricada mediante el método de caída. (a) baja amplificación; (b) alta amplificación, el radio de curvatura del ápice de la punta menor de 200 nm.....	38
5.2	Puntas fabricadas en solución electroquímica. (a) punta cubierta con una capa de suciedad. (b) punta cubierta de hidróxido de sodio cristalizado. (c) punta quebrada, resultado del mal manejo.....	39
5.3	Punta fabricada por el método de c.d. (a) Cuerpo de la punta. (b) ápice de la punta, radio de curvatura menor de 90 nm	40
5.4	Forma que adquiere la punta al ser fabricada mediante un segundo proceso. (a) punta de cuerpo completo. (b) aspecto de la punta después del segundo proceso.....	41
5.5	Punta fabricada mediante dos procesos de caída.....	41
5.6	Posición a la que queda el alambre después del primer proceso, lista para aplicarle el segundo proceso.....	42
5.7	Comparación entre dos puntas fabricadas por (a) el método de “afilado grueso”, con radio de curvatura menor de 90 nm, y (b) por el método de “afilado fino” con radio de curvatura de 50nm.....	43
5.8	Imagen obtenida con el STM de la superficie de un disco compacto y utilizando una punta fabricada de manera controlada. (a) Imagen en dos dimensiones. (b) Imagen en tres dimensiones.....	44

5.9	Análisis de la superficie del disco compacto.....	45
5.10	(a) Trayectoria de una punta puntiaguda; (b) Trayectoria de una punta chata.....	46
5.11	Imagen obtenida del SEM de una superficie de un disco compacto (CD).....	47
5.12	Imagen del STM de pequeñas partículas de Ge depositadas sobre sustrato de Si.....	47
5.13	Punta reproducible de manera controlada mediante erosión electroquímica con radio de curvatura de aproximadamente 13 nm.....	48
6.1	Mecanismo propuesto para fabricar puntas con morfología controlada.....	50
7.1	Panel frontal del dispositivo electrónico para la fabricación de puntas metálicas....	55
7.2	Panel posterior del dispositivo electrónico.....	56
7.3	Distribución de las partes que componen el dispositivo de control.....	56
7.4	Diagrama del circuito de la fuente de voltaje directo.....	57
7.5	Esquemático del circuito impreso.....	58
7.6	Arreglo básico para fabricar puntas de manera controlada. A: montura mecánica; B: contenedor del electrolito; C: pinza metálica que sostiene al aro (contraelectrodo); D: controlador electrónico.....	60
7.7	Posición del alambre para el proceso del afilado fino.....	63

I. INTRODUCCIÓN.

Desde que Binnig y Rohrer inventaron el *microscopio de efecto túnel* (o por sus siglas en inglés STM Scanning Tunneling Microscope) en 1981 [Binnig y Rohrer, 1982], el instrumento ha evolucionado en su diseño y sus aplicaciones. Paralelamente han surgido varios problemas técnicos que, aunque importantes, no han impedido que la técnica avance en su aprovechamiento en los diferentes campos científicos.

El instrumento utiliza una punta metálica muy fina para detectar la topografía de la superficie que se quiera estudiar. Por esta razón, la fabricación y caracterización de las puntas metálicas de una manera controlable y reproducible siempre ha sido un problema sin resolver, siendo que la calidad de las imágenes que el STM proporciona está en función de la geometría de la punta.

El control del instrumento actualmente se hace a través de una computadora que monitorea los diferentes parámetros, generando una imagen bi o tri-dimensional de la superficie que se estudia.

Existen otras técnicas de análisis establecidas desde hace más de medio siglo para el estudio de los materiales: la microscopía electrónica de barrido SEM (*Scanning Electron Microscopy*) y la microscopía electrónica de transmisión TEM (*Transmission Electron Microscopy*). Estos equipos solo se adquieren comercialmente, además de ser voluminosos y de requerir un operador debidamente entrenado para su operación, tienen un alto costo. En contraste, el STM es relativamente pequeño y fácil de operar, y puede funcionar a temperatura y presión ambiental, en vacío, o sumergido en líquidos.

Como se mencionó anteriormente, la punta del STM es uno de los factores importantes que afectan la resolución y la calidad de las imágenes. Para la fabricación de puntas con

una calidad reproducible es necesario tomar en cuenta sus principales parámetros: radio de curvatura, conicidad, propiedades físicas y químicas del material, etc. Estos aspectos de las puntas intervienen de una manera o de otra según el método de fabricación, como el electroquímico, por corte, esmerilado, evaporación, entre otras.

Primeramente se tiene que definir que características se exigen que tenga una punta para usarse en un STM. El consenso dentro de la comunidad científica es que una punta tenga los siguientes requerimientos básicos: de longitud corta, simetría cónica, ápice afilado y de un metal relativamente inerte. La corta longitud es necesaria para que la frecuencia natural de vibración de la punta sea lo más alta posible para impedir distorsiones o artificios en las imágenes. Una punta delgada y larga tiene una frecuencia de resonancia baja que podría excitarse durante la operación del microscopio. La simetría cónica producirá una imagen sin distorsión. Una punta con el ápice afilado evitará artificios como detalles repetitivos en las imágenes debido al efecto de múltiples puntas. Y por último, el material con el que se fabrica la punta deberá ser relativamente inerte, sobre todo cuando el instrumento opera a temperatura y presión ambiental, para evitar imágenes “ruidosas” por el efecto de oxidación de la punta.

Con respecto a los métodos mecánicos, fabricar una punta cortando un alambre con una pinza o tijera tiene la desventaja de que el corte produce puntas astilladas (múltiples puntas) y sin ningún control de su geometría. Por otro lado, esmerilar un alambre difícilmente nos dará una punta lo suficientemente afilada como se requiere. En cambio, el método electroquímico es un método fácil y rápido para obtener puntas baratas y confiables para aplicaciones del STM.

En el método electroquímico el proceso de afilado se lleva a cabo cuando un metal (punta) se sumerge dentro de un electrolito apropiado y se le aplica una diferencia de potencial entre la punta y la solución a través de un electrodo también dentro de la solución. Cuando el potencial aplicado y la selección del reactivo son los adecuados, el metal sufre una electroerosión por la reacción química que se lleva a cabo en una zona cercana a la interfase aire-líquido. Básicamente son dos los métodos electroquímicos conocidos y reportados en la literatura para producir puntas metálicas, uno de ellos conocido como el método de “caída” (“drop-off”) o de “corriente directa” [Bryant et al, 1987], y el segundo método conocido como de “corriente alterna” [Melmed, 1991]. Aunque también existen muchas variaciones reportadas alrededor de estos dos métodos [Klein y Schwitzgebel, 1997; Anwei et al, 1997]. Estos métodos se conocían y aplicaban desde antes de la invención del STM para producir puntas para otro microscopio, conocido como microscopio de efecto de campo, en las primeras décadas del siglo XX [Muller y Bahadur, 1956; Muller y Song, 1969].

En el método de “caída”, que es un proceso relativamente lento, se produce una punta en un tiempo de 6 o 7 minutos teniendo un voltaje aplicado cercano a los 10V c.d. y con corrientes típicas de 5 a 10 mA. Utilizando el método “alterno” se obtienen puntas en un menor tiempo (menos de 1 minuto) utilizando un voltaje de aproximadamente 10V c.a. También existen otros métodos que son similares al método “alterno” o al método de “caída” tales como el método de “lamelar”, que consiste en manipular de cierta forma la punta y el voltaje aplicado dentro de una lámina delgada del electrolito contenido en un aro metálico [Klein and Schwitzgebel, 1997]. Es posible utilizar un segundo proceso de “afilado” con el propósito de hacer aún más pequeño el radio de curvatura del ápice

[Melmed, 1991]. Para estos últimos procesos se complica más la producción de puntas ya que se requiere equipo costoso de precisión para manipular la punta.

I.1 Objetivos

En este trabajo, nuestro principal objetivo es desarrollar e implementar un método práctico para producir puntas con las características necesarias y requeridas para la Microscopía de Efecto Túnel. Para cumplir con el objetivo y lograr puntas de una manera reproducible, se construirá un dispositivo para el control electrónico del proceso de electroerosión de puntas. Se efectuarán pruebas de análisis y optimización de los parámetros que intervienen en el proceso que afecten la calidad de las puntas y las precauciones que hay que tomar durante la fabricación y manejo de las mismas. Para el diseño final del controlador, se fabricarán y ensamblarán los circuitos electrónicos en tarjeta impresa dentro de un gabinete de instrumentación para su mejor presentación y manejo.

I.2 Contenido

A continuación se describe el contenido de las tareas realizadas. En el Capítulo II se presenta una descripción breve del principio de funcionamiento del microscopio de efecto túnel, seguido de una explicación del método electroquímico para la fabricación de puntas en el Capítulo III. En los capítulos IV y V, se presenta la descripción de los dos métodos conocidos para electroerosionar puntas: el de corriente “alterna” y el de corriente “directa”, respectivamente. Los resultados obtenidos en este trabajo se describen en el Capítulo VI, seguido de las conclusiones. Por último, y con la finalidad de proporcionar la mayor información posible al lector de este trabajo, se incluye un capítulo de anexos con detalles de la construcción del dispositivo de control electrónico.

II. MICROSCOPIO DE EFECTO TÚNEL (STM).

II.1 Introducción.

La Microscopía de Efecto Túnel (Scanning Tunneling Microscopy, STM) se convirtió en un poderoso instrumento de análisis de superficies desde que fue inventado en 1981 por Binnig y Rohrer en los laboratorios de la IBM en Suiza. Se utiliza en diferentes ramas de la ciencia, como la física, química, biología, entre otras. Por su fácil manejo y tamaño se puede decir que no requiere de personal altamente calificado para su operación (Figura 1.1).

El STM es una poderosa y singular herramienta para la determinación de las propiedades estructurales (topografía) y electrónicas de superficies.

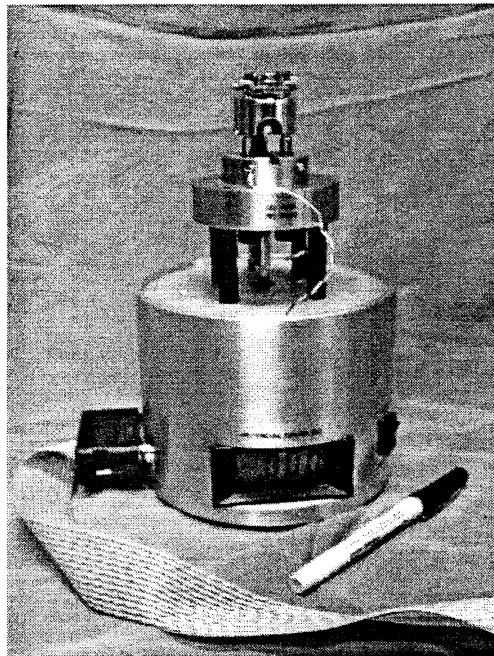


Figura 1.1. Microscopio de efecto túnel (STM).

II.2 Principio básico: el efecto túnel.

El STM opera utilizando el efecto túnel, que es un efecto explicado por la física cuántica, y que en pocas palabras se puede describir como sigue, considere dos conductores que se acercan uno al otro una distancia de fracciones de nanómetros y se aplica entre ellos una diferencia de potencial (voltaje), existe una probabilidad de que los electrones del cátodo “brinquen” hacia el otro conductor, constituyendo una corriente pequeña pero medible conocida como corriente de “túnel”. Si uno de los conductores se reemplaza por una punta afilada como se muestra en la figura 1.2, y el otro por la superficie conductora que se quiere estudiar, y además disponemos de un dispositivo mecánico para acercar y mover la punta sobre la superficie en direcciones X, Y y Z de manera controlada y retroalimentada, tendremos así el arreglo básico del microscopio de efecto túnel, donde la aguja se mueve sobre una superficie sin tocarla.

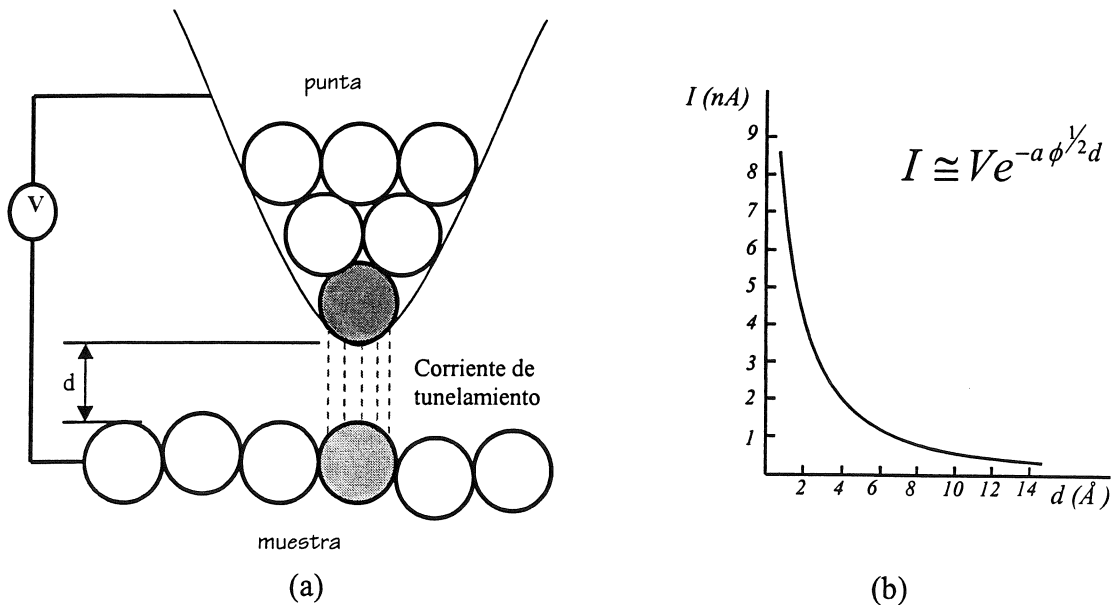


Figura. 1.2. Efecto Túnel entre dos electrodos conductores. (a) Uno de ellos es la punta y el otro la superficie a analizar. (b) Comportamiento de la corriente de tunelamiento con la separación entre conductores.

La corriente de túnel depende fuertemente de la separación entre los conductores, de la naturaleza de los conductores, y del potencial aplicado, a través de la siguiente expresión matemática simplificada:

$$I \cong V e^{-a \phi^{1/2} d}$$

Donde I es la corriente de tunelamiento, V es la diferencia de potencial, ϕ es la barrera efectiva de tunelamiento, d es la separación entre conductores y a es una constante. Como podemos darnos cuenta, la corriente de túnel depende exponencialmente de la separación de ambos metales tal como se muestra en la figura 1.2 (b).

Este factor actúa como si fuese una resistencia variable que depende de la separación, cuando se mantienen los otros parámetros fijos. Siendo la corriente de túnel muy sensible al espacio de separación d , es posible detectar una corriente sólo para separaciones del orden de angstroms ($1\text{\AA} = 10^{-10}\text{m}$).

II.4 Funcionamiento del instrumento

En un instrumento típico, el control del STM se hace a través de una computadora, la cual monitorea los diferentes parámetros de operación, generando finalmente una imagen bi o tri-dimensional de la superficie que se estudia.

En el STM, la corriente de tunelamiento se mantiene en un valor constante mientras la aguja o punta, con ayuda de un sistema de posicionamiento, se desplaza sobre la superficie en direcciones X, Y y Z. Para lograrlo, el mecanismo electrónico de retroalimentación acercará o alejará la punta de la superficie durante su desplazamiento. Las variaciones de voltaje del piezoelemento que sube y baja la punta durante el barrido

son almacenadas por la computadora para generar una imagen en diferentes tonos de grises que representa, en el mejor de los casos, la topografía de la superficie. El propósito del microscopio (STM) es proporcionar una imagen lo más parecida a la superficie real.

En la figura 1.3 podemos apreciar el papel importante que desempeña la punta al analizar una superficie. Ya que no existen superficies totalmente planas, las superficies son generalmente rugosas a nivel microscópico. La función del microscopio (STM) es reproducir la rugosidad de la superficie lo mejor posible.

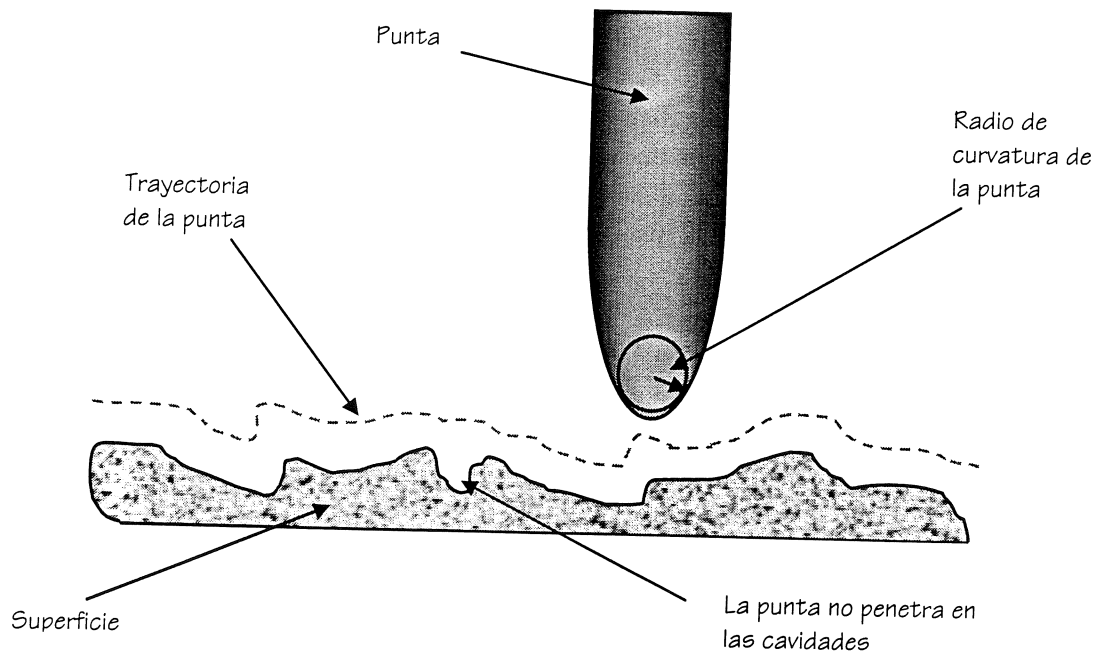


Figura. 1.3. Trayectoria de la punta al desplazarse sobre una superficie.

Una punta chata no podrá penetrar en las pequeñas cavidades de la superficie, lo ideal sería contar con una punta afilada que sí pueda penetrar y obtener una topografía lo más parecida a la superficie. Este es el propósito de este trabajo: producir puntas lo más puntiagudas posibles para proporcionar la mejor imagen, implicando que el ángulo del ápice debe ser lo menor posible.

III. FABRICACIÓN DE PUNTAS.

III.1 Introducción.

A continuación se describirán detalles generales del proceso de fabricación de puntas por el método electroquímico. Se dará una explicación de los metales utilizados, longitudes y diámetros de los alambres, las soluciones electroquímicas más usadas, arreglos experimentales, la reacción química que se lleva a cabo para el caso de las puntas de tungsteno, y el comportamiento de la corriente eléctrica durante el proceso de electroerosión. La idea es presentar una descripción del proceso de electroerosión para el caso en que no se tiene ningún tipo de control, permitiendo que el proceso termine en el momento que se electroerosiona aquella parte del alambre sumergido en la solución. Después se especificará en aquellos aspectos que pueden controlarse para la obtención de mejores puntas metálicas para STM, que es el objetivo de esta tesis.

En este trabajo se utilizó únicamente alambre de tungsteno para la fabricación de puntas, que es un metal comúnmente empleado en STM, barato, y fácil de electroerosionar. Para tungsteno, se pueden utilizar soluciones acuosas de hidróxido de potasio (KOH) o hidróxido de sodio (NaOH) con concentraciones que van desde 1N hasta 6N. Una concentración de 1N (“uno normal”), es la concentración que tiene una solución cuando se disuelve una mol del soluto (1 mol: peso molecular expresado en gramos) en un litro de agua.

El procedimiento de erosión electroquímica para hacer puntas de tungsteno usualmente incluye una disolución anódica del electrodo. Como se mencionó en la introducción, los métodos para fabricarlas pueden ser a través de corriente alterna o directa. La figura 2.1 muestra que cada procedimiento genera diferentes formas de puntas. La longitud del alambre sumergido va desde 1mm hasta 3mm, para diámetros desde menores de 1mm, aunque el más común es de 0.25mm, que es el más usado en instrumentos STM comerciales. Las puntas hechas en solución electroquímica con corriente alterna tienen una forma de cono alargado y con un ángulo de cono relativamente grande. Las puntas hechas en una solución electroquímica por corriente directa, por otro lado tienen una forma hiperboloide, son más puntiagudas que las fabricadas en solución electroquímica por c.a.

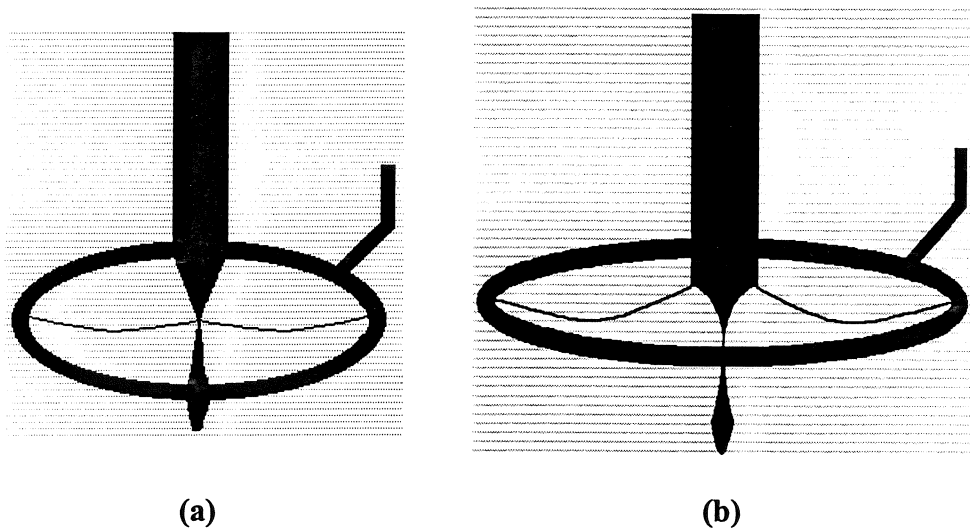


Figura. 2.1. Forma de las puntas fabricadas por electroerosión.
(a) cuando se aplica c.a.; (b) cuando se aplica c.d.

III.2 Fabricación de puntas por erosión electroquímica.

Este procedimiento desarrollado por Muller [1956] y descrito en detalle por Melmed [1991] es sencillo, fácil y rápido para fabricar puntas metálicas con sólo aplicar un voltaje directo o alterno, pudiéndose usar en alambres metálicos de tungsteno (W), oro (Au), hierro (Fe), platino (Pt), o una aleación de platino-iridio (Pt-Ir), seleccionando el electrolito adecuado.

Para el microscopio de efecto túnel se utilizan generalmente puntas de alambre de tungsteno (W) de 0.25 mm de diámetro. El instrumento no acepta alambre de calibre más grueso, y alambre mas delgado es difícil de manipular.

En la preparación de puntas de tungsteno usamos una solución electroquímica de hidróxido de sodio 6N (NaOH). Una pieza de alambre de tungsteno 1.25 cm. de longitud aproximadamente se sumerge entre 0.4 y 1 mm aproximadamente en la solución electrolítica. Como contra-electrodo se utiliza una barra de metal (o grafito) o un aro metálico que se coloca alrededor del alambre como se ilustra en la figura 2.2. Lo más común es utilizar un contenedor de vidrio para facilitar el manejo del alambre y poder ver con la ayuda de un microscopio óptico la profundidad a la cual está sumergido. Para mejor comodidad es recomendable utilizar un posicionador mecánico para la introducción del alambre dentro de la solución.

En la figura 2.2 podemos apreciar el diagrama esquemático básico de la erosión electroquímica que muestra el alambre de tungsteno dentro de la solución de NaOH.

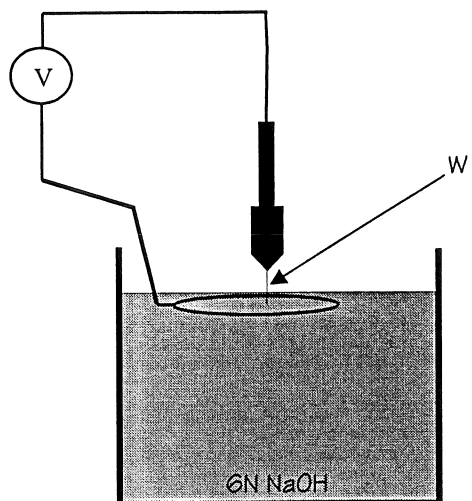


Figura. 2.2. Arreglo para la fabricación de puntas. Donde V es el voltaje aplicado, W es el alambre de tungsteno y una solución NaOH.

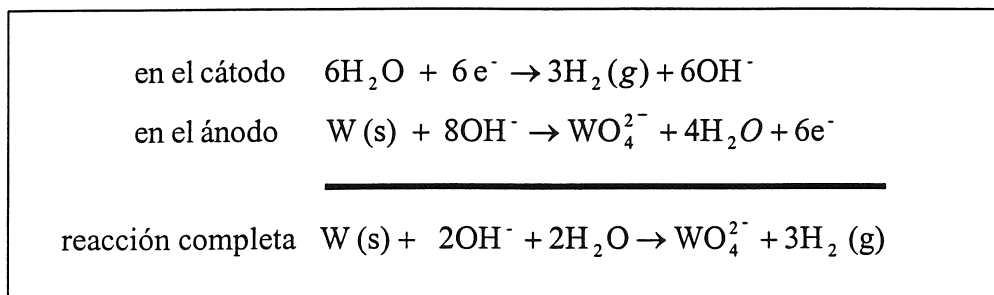
III.3 Electroerosión.

El peso atomico de los elementos utilizados en la solución de NaOH es expuesta en la siguiente tabla.

ELEMENTO	PESO ATÓMICO (g/mol)
Sodio (Na)	22.989
Oxigeno (O)	15.99
Hidrogeno (H)	1.007
TOTAL NaOH	40

De esta manera, para preparar una solución de concentración uno normal (1N), disolvemos 40g de NaOH en un litro de agua. Y para una solución de 6N NaOH disolvemos $6 \times 40\text{g} = 240\text{ g}$ de NaOH en un litro de agua, o 24g/100ml.

Al aplicar un potencial, ya sea corriente directa o alterna la solución empieza a actuar provocando una reacción electroquímica en el metal a la altura de la interfase aire/electrolito, la reacción electroquímica es:



La reacción electroquímica incluye la disolución del tungsteno en aniones de tungstanato soluble (WO_4^{2-}) en el ánodo, y la reducción del agua para formar burbujas de gas de hidrógeno y aniones de hidroxilo (OH^-) en el cátodo. Se requieren cuando menos 1.43V para llevar a cabo dicha reacción [Ibe, et al, 1990].

En la figura 2.3 se muestran los detalles del efecto que se lleva a cabo en la solución al aplicar un cierto voltaje (c.d o c.a). En esta figura podemos apreciar la formación de la punta al desprenderse el óxido de tungstanato (WO_4^{2-}) y disolverse en la solución dando lugar a la formación de la punta. Así, la reacción ocurre principalmente en la parte superior del líquido. La eliminación del material ocurre justo abajo del menisco, provocando que el diámetro del alambre empiece a disminuir a tal grado que se rompe y se desprenda la parte inferior del alambre (cuando la longitud original del alambre es la adecuada), dando lugar a la formación de la punta.

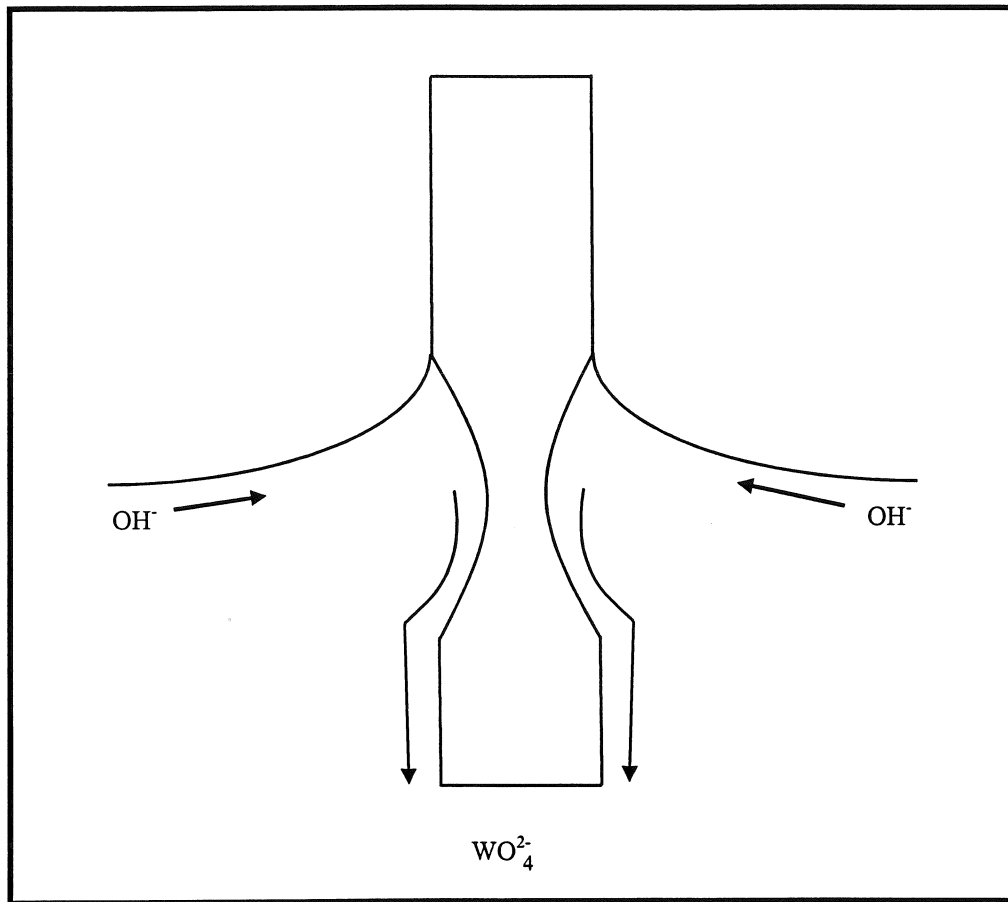


Figura. 2.3. Erosión del alambre de tungsteno mediante un proceso electroquímico.

III.4 Comportamiento típico de la corriente.

Si registramos o monitoreamos la corriente que fluye por el circuito durante el proceso de electroerosión de una punta metálica, tendría el comportamiento temporal que se muestra en la figura 2.4. Cuando la parte inferior del alambre se desprende y cae, (figura 2.3) la corriente electrolítica disminuye abruptamente, ya que ésta es proporcional al área del metal en contacto con la solución. Después de que esto sucede, la parte superior de la punta

puede permanecer aún en contacto con la solución, provocando que una corriente residual fluya a través de la punta, continuando así el proceso de erosión y destruyendo la punta recién formada. Por lo tanto, para obtener una punta muy fina la corriente residual debe de ser interrumpida en el momento apropiado.

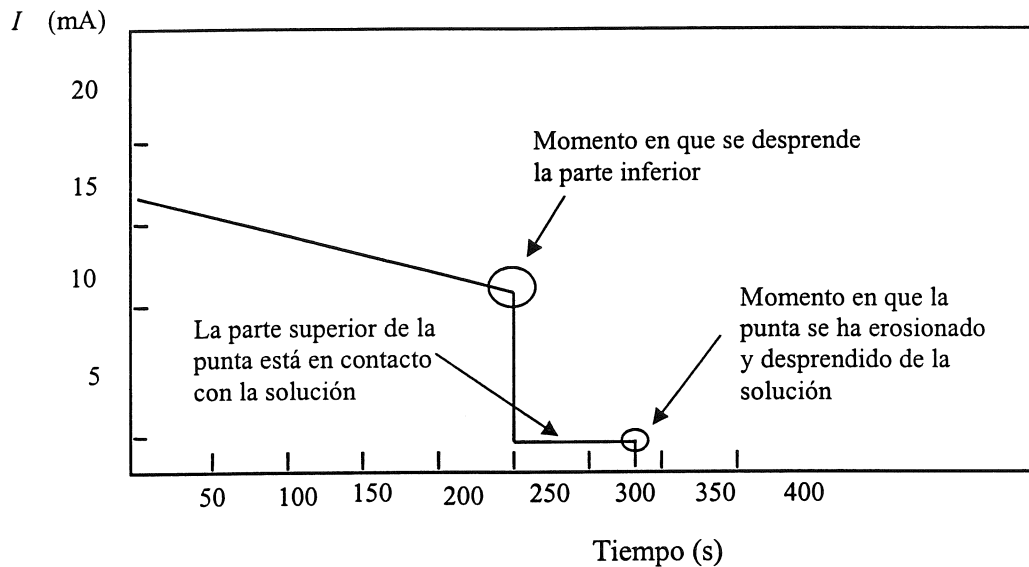


Figura. 2.4. Gráfica del comportamiento temporal de la corriente durante el proceso de electroerosión.

Un mecanismo de control sencillo para fabricar puntas, podría consistir en detener el proceso abriendo el circuito en el momento en que la corriente alcance un nivel de referencia predeterminado. Este mecanismo, aunque sencillo de implementarse electrónicamente, resulta impracticable, debido a que, aún manteniendo las condiciones y parámetros de fabricación constantes, tales como el voltaje aplicado, el diámetro del alambre, la concentración de la solución electroquímica, la profundidad del cable sumergida dentro de la solución, y demás, no se puede garantizar que la parte inferior del alambre se va a desprender siempre a un mismo valor de corriente. Por lo tanto, el nivel de

referencia que necesitaríamos para la corriente no se puede conocer *a priori*. En la figura 2.5 se ilustra cuál sería el comportamiento temporal de la corriente durante la elaboración de tres puntas, supuestamente bajo las mismas condiciones de fabricación. Se puede observar que la corriente en el momento del desprendimiento de la parte inferior de la punta es diferente en cada caso, por fracciones de miliamperes. Se concluye pues, que no es reproducible el momento en que sucede el rompimiento de la parte inferior de la punta.

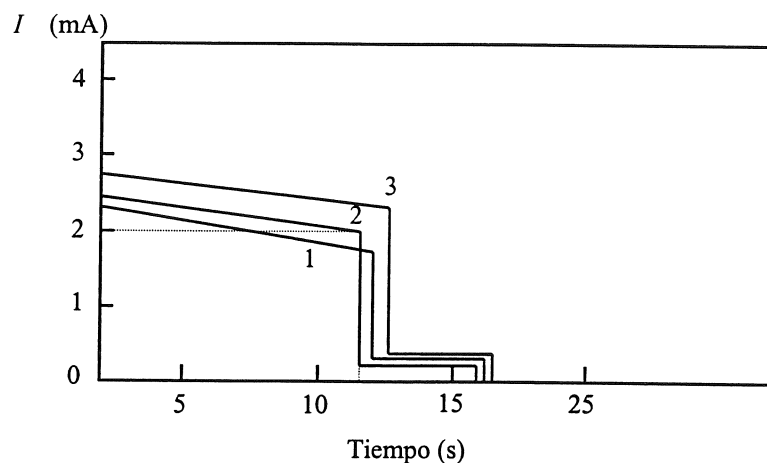


Figura 2.5. Gráfica que ilustra el comportamiento de la corriente al finalizar el proceso de fabricación de tres puntas.

Sin embargo, existen mecanismos para controlar estos procesos que ha sido ampliamente reportado en la literatura. A continuación se hablará sobre cuáles son las técnicas que se utilizaron en este trabajo para lograr fabricar puntas metálicas para STM de buena calidad y de manera reproducible.

IV. MÉTODO DE “CORRIENTE ALTERNA”

IV.1 Introducción.

Como se mencionó en el capítulo anterior, es imposible conocer *a priori* el nivel exacto de corriente que circula en el circuito de la punta en el momento en que parte de ella se desprende durante la electroerosión. Sin embargo es posible, realizando pruebas preliminares, pronosticar un cierto intervalo de corriente en que esto sucederá, logrando obtener puntas razonablemente buenas y reproducibles. Este método consiste en aplicar un voltaje alterno en los electrodos, y detener el proceso cuando la corriente electrolítica sea igual a un valor predeterminado. Esta idea fue reportada por primer vez por Ibe et al, [1990] proponiendo un circuito electrónico sencillo para corriente directa, y mejorada después por Cohen y Aurbach [1999] con un circuito electrónico mas sofisticado para corriente alterna, que muestrea continuamente la corriente electrolítica que pasa a través de una resistencia “sensora” y la compara con una referencia preseleccionada por el operador. Cuando estos valores se igualan, un circuito de detección activa un interruptor mecánico para así cortar el suministro de energía al circuito.

Este proceso implica que el operador tenga una noción de aproximadamente cuándo (para que valores de corriente) va a producirse la mejor punta a través de un proceso de “prueba y error”.

La figura 3.1 muestra la forma general que adquieren las puntas por este método de fabricación.

A continuación se explica en detalle el funcionamiento del circuito electrónico construido para este propósito.

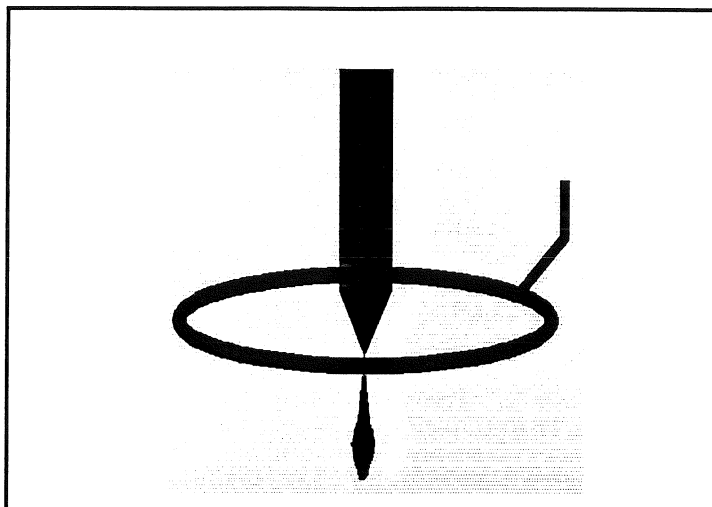


Figura. 3.1. Formación de la punta utilizando el método alterno.

IV.2 Descripción del circuito de control.

El circuito que se implementó en este trabajo es una variación del propuesto originalmente por Cohen y Aurbach [1999], con diferencias en varios puntos y representado esquemáticamente en la figura 3.2. La corriente electrolítica pasa por una resistencia de bajo valor en serie con la punta, la caída de potencial a través de ella es amplificada y convertida en c.d. por un convertidor de RMS, para después compararse con un voltaje de referencia. Cuando el voltaje a través de la resistencia es igual al de referencia, se activa un comparador que a su vez activa un interruptor (mecánico o electrónico) que abre el circuito que alimenta la celda electroquímica, cortando finalmente la corriente electrolítica. Como puede observarse, aquí la corriente de la punta se monitorea indirectamente ya que se convierte en un voltaje.

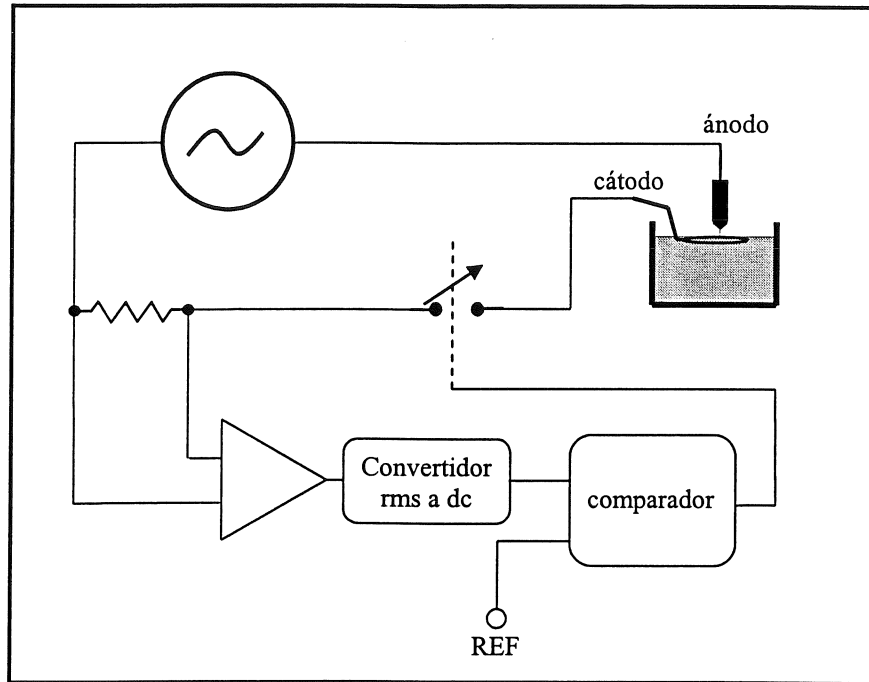


Figura. 3.2. Diagrama a bloques del circuito de control para el método de corriente alterna.

La figura 3.3 muestra el circuito electrónico en detalle, construido para producir puntas por corriente alterna. La corriente que circula por la punta genera un voltaje en la resistencia R_s , que es amplificado (aprox. 5 veces) por el amplificador de instrumentación U1, y cuya salida se acopla capacitivamente con el convertidor a RMS (U2). La señal de c.d. del convertidor se compara con el voltaje de referencia V_{REF} a través del comparador U3. Cuando $V_{REF} = V_{cd}$, el comparador desactiva Q1 para ponerlo en estado de no-conducción, y éste a su vez desactiva al reelevador S2, abriendo finalmente el lazo que alimenta de voltaje a la punta. La función del interruptor momentáneo S1 es iniciar el proceso de electroerosión.

Si $V_{cd} < V_{REF}$, el comparador U3 mantiene desactivado Q1 y el proceso no se sostiene por si sólo al oprimir S1. La condición para que el proceso se mantenga y se inicie la electroerosión de una punta es que $V_{cd} > V_{REF}$. En las terminales A (ánodo) y C (cátodo) se coloca el alambre, y un aro metálico respectivamente (figura 3.2). El interruptor momentáneo S3 tiene la función de aplicar pulsos de corta duración y de baja corriente para electropulir una punta manualmente, ya que conduce a tierra la corriente que circula por la punta a través de una resistencia.

Es oportuno aclarar que utilizar términos como ánodo y cátodo no es estrictamente correcto aquí, tratándose de corriente alterna, ya que un mismo electrodo se alterna entre ánodo y cátodo durante un ciclo completo del voltaje alterno. Sin embargo, como el proceso de electroerosión (conversión del metal tungsteno a tungstanato) sólo se produce cuando la punta es positiva, se decidió mantener esta nomenclatura aún en el método de corriente alterna.

A continuación se mencionan las mejoras que se hicieron en este trabajo al circuito original de Cohen y Aurbach. En el diseño original, el voltaje alterno muestreado es reducido en amplitud, convertido a voltaje directo, luego amplificado para realizar la comparación. En nuestro circuito, el voltaje muestreado es amplificado y convertido a voltaje directo, de esta manera los pequeños cambios registrados en el muestreador (R_s) son convertidos a voltaje directo al inicio, evitándonos el uso de un amplificador operacional adicional. Otra diferencia es el interruptor mecánico compuesto de un transistor y un reelevador. En su circuito, el reelevador es alimentado con una señal de c.a. de media onda, en nuestro diseño se utiliza un FET con el propósito de desactivar el reelevador, evitando así la necesidad de rectificar y filtrar la c.a. para alimentar el reelevador. La

presencia de S3 para electropulir manualmente la punta también es una innovación en nuestro circuito.

El voltaje de referencia V_{REF} se ajusta con el potenciómetro de $50k\Omega$ y se lee con un indicador numérico digital (DPM) que se incorporó en el circuito. Este indicador también permite leer el voltaje V_{cd} , que es proporcional a la corriente que circula por la punta. Cabe mencionar que estos dos voltajes, V_{REF} y V_{cd} , son valores relativos cuyos valores son arbitrarios.

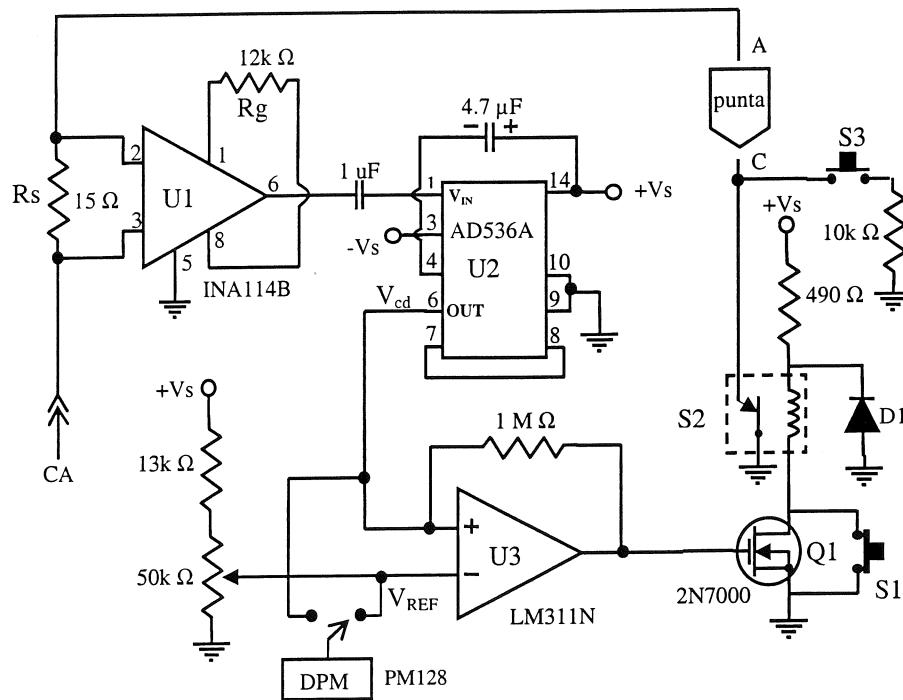


Figura. 3.3. Circuito de control para el método de corriente “alterna”.

IV.3 Fabricación de las puntas.

IV.3.1 Formación del menisco.

Al poner al contacto el alambre en la superficie del agua, ésta asciende por el cable hasta alcanzar cierta altura, como se muestra en la figura 3.4. El mecanismo responsable del menisco es la tensión superficial, debido a la interacción atractiva entre las moléculas de agua y el alambre.

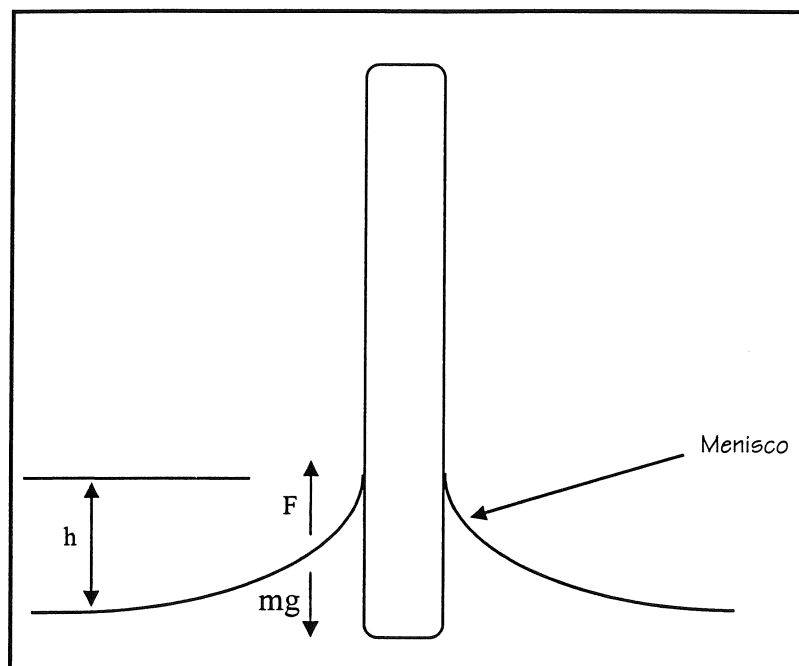


Figura. 3.4. Interacción de la punta con la superficie de la solución electroquímica.

En equilibrio el menisco tendrá cierta altura h , cuando el peso del menisco sea igual a la fuerza de capilaridad que la mantiene a ese nivel. Esta condición se puede escribir como:

$$F_c = mg$$

Donde,

F_c : fuerza de capilaridad

m : masa del menisco

g : gravedad

La figura 3.5 (a) muestra cómo, conforme avanza el proceso, el menisco se va deslizando hacia abajo alrededor de la punta. Esto sucede porque se alternan los electrodos entre ánodo y cátodo 60 veces por segundo y cada vez que la punta se hace negativa (cátodo) se generan burbujas de gas de hidrógeno.

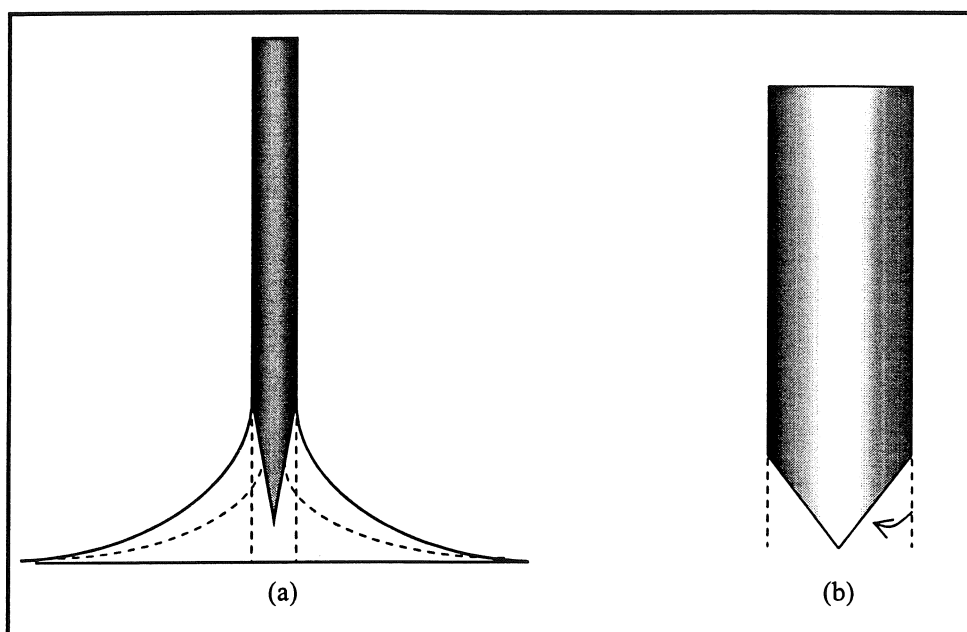


Figura. 3.5. Comportamiento del menisco ante el proceso alterno.

La generación violenta de burbujas a lo largo de la punta provocan que la reacción del tungsteno con los iones hidroxilo (OH^{-1}) de la solución para formar tungstanato (WO_4^{2-}) se lleve a cabo a todo lo largo del alambre sumergido cuando este es positivo, dándole a la punta su forma característica de cono alargado.

IV.3.2 Longitud del alambre dentro de la solución.

Las primeras pruebas del circuito construido se realizaron fijando el nivel de referencia en 4.5V para diferentes profundidades del alambre sumergido en la solución. Cuando la profundidad del alambre es insuficiente y menor de 0.5 mm (figura 3.6 (a)), el proceso iniciará con menos corriente de la requerida, por lo que el voltaje V_{cd} pronto se aproximará al voltaje de referencia V_{REF} deteniéndose el proceso antes de que la punta se forme, quedando incompleta como se aprecia en la figura 3.6(b). Por otro lado, si la profundidad del alambre en la solución es mayor de 1 mm (figura 3.6 (c)), el proceso iniciará con alta corriente y al empezar a disminuir, llegará el momento en que ambos voltajes sean iguales y se detenga el proceso (figura 3.6 (d)), no alcanzando a adelgazarse lo suficiente para que la parte inferior se desprenda. Por lo tanto, para que una punta sea aceptable por medio de este proceso es necesario sumergirla entre 0.5 y 1 mm.

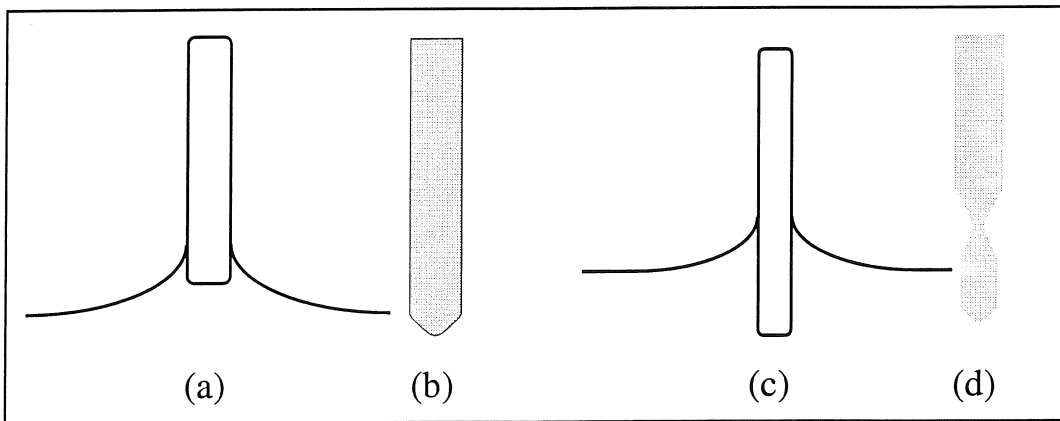


Figura. 3.6. Profundidad del alambre sumergido en la solución durante el proceso de corriente alterna. (a) longitud < 0.5 mm. (c) longitud > 1 mm.

IV.3.3 Selección del nivel de referencia.

Para las primeras puntas fabricadas se eligió un voltaje de referencia de 1.9V, y como se muestra en la figura 3.7 (a), a el voltaje de referencia seleccionado resultó alto acortando el tiempo de erosión y no logrando desprenderse la parte inferior de la punta.

Nuestro segundo paso fue disminuir el nivel de referencia a 1.8V para darle tiempo suficiente a la formación de la punta. Se puede apreciar en la figura 3.7 (b) que la zona central empieza a adelgazarse. Para $V_{REF} = 1.72V$ la erosión fue tal que se desprendió la parte inferior del alambre formándose la punta de la figura 3.7(c).



Figura. 3.7. Puntas fabricadas usando el método alterno. (a) nivel de referencia 1.9V; (b) nivel de referencia 1.8V; (c) nivel de referencia 1.72V.

Cada una de las puntas fabricadas se observaron en un microscopio óptico con amplificación desde 150x hasta 600x para determinar su forma, optimizando así su forma llegando al voltaje de referencia de 1.72V, como se muestra en la figura 3.7 (c). También se obtuvieron buenas puntas aún para voltajes de referencia tan bajos como 1.5V, todas ellas de mejor calidad que cualquier punta obtenida por un ataque electroquímico sin ningún tipo de control. Aunque es difícil determinar el nivel de referencia óptimo para cada punta, porque depende fuertemente de las condiciones de fabricación. Se encontró

que pueden ser fabricadas de una manera reproducible con tan solo controlar la longitud del alambre sumergido en la solución.

También se hicieron pruebas con diferentes voltajes de alimentación. Inicialmente fué de 10V c.a. con el cual se fabricaron las primeras puntas. Al elevar el voltaje de alimentación a 16V el proceso fue mucho más rápido, produciendo un burbujeo violento y difícil de controlar. Para voltajes bajos de 3V el resultado fue un burbujeo mucho menor, y menos violento, pero provocó que algunas burbujas crecieran demasiado que al cubrir la punta y después reventar provocaran la disminución abrupta en la corriente (ó voltaje detectado V_{cd}), activando el circuito e interrumpiendo el proceso. Este comportamiento es típico de un electropulido, y se puede apreciar en la gráfica que se muestra en la figura 3.8 [Lemke et al., 1990], donde se muestran tres regiones: la zona I, donde el voltaje es bajo y el tiempo de electropulido muy lento; la región II, donde la corriente se mantiene constante para un amplio intervalo de valores de voltaje aplicado, asegurando un electropulido uniforme en el alambre; y la región III, correspondiente a valores de voltaje más elevados donde hay variaciones abruptas de corriente, indicando una reacción electroquímica violenta que produce cavidades, hoyos e irregularidades en la punta. Por lo tanto, para la fabricación de puntas fue necesario elegir el voltaje en la zona II, para obtener una punta en un tiempo razonable.

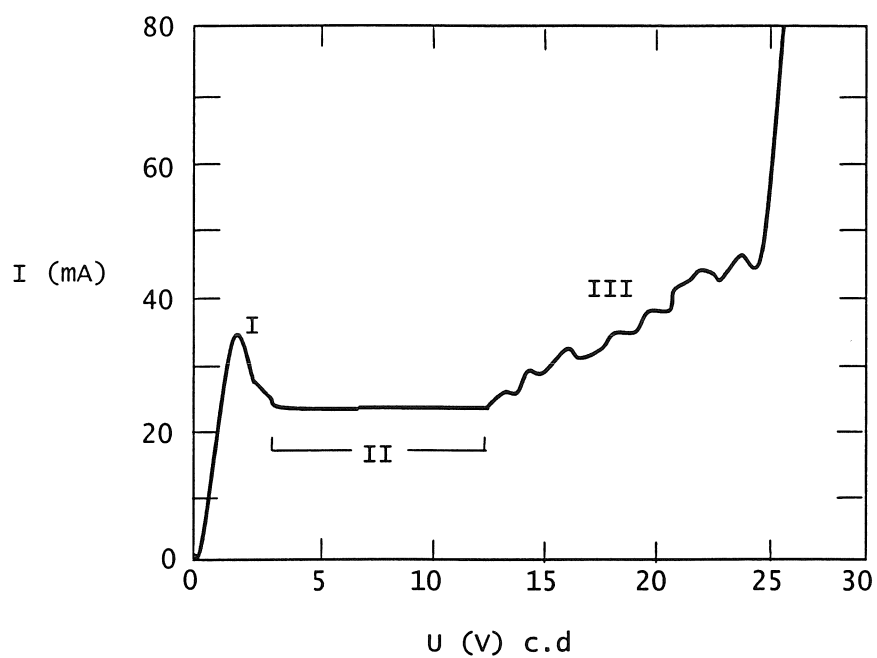


Figura 3.8. Curva característica $I(U)$ de un proceso de electropulido. Operar en la región II asegura un pulido uniforme de la superficie metálica [Lemke et al., 1990].

NOTA: para establecer el nivel de referencia antes mencionado la profundidad del alambre sumergido en la solución fue de 0.8mm para todas las pruebas.

V. MÉTODO DE CAÍDA

V.1 Introducción.

En este método de preparación de puntas desarrollado originalmente por Bryant et al [1987] se aplica un voltaje directo o c.d. a la punta, y el control se establece monitoreando el momento en que la parte inferior del alambre se desprende para finalmente caer dentro de la solución. La reducción o disminución abrupta de la corriente electrolítica debido al desprendimiento de una fracción de la punta se utiliza como indicador de que el proceso de afilado debe interrumpirse. De aquí toma su nombre este método.

Una modificación a esta técnica fue propuesta por Chen et al. [1989], en la cual se hace uso de la señal diferencial de la corriente de la solución como uno de los parámetros a monitorear, con la desventaja de que se necesitaba un voltaje de referencia predeterminado por el operador.

Ibe et al [1990] diseñaron un circuito en donde monitorean la corriente de la punta y lo comparan con un valor de referencia cercano al valor conocido previamente por prueba y error. En su circuito un comparador activa un interruptor electrónico para desviar la corriente a tierra y detener el proceso. El voltaje de referencia variaba según la longitud del alambre sumergida en la solución.

El dispositivo propuesto por Nakamura et al [1999] que fue el que se implementó en este trabajo, aprovecha el comportamiento de la corriente electrolítica descrito en la sección III.4 (figura 2.4), y que se presenta en la figura 4.1, en donde el cambio brusco que se produce en la corriente cuando la parte inferior de la punta se desprende en la solución se

aprovecha para activar un circuito electrónico que interrumpe el suministro de voltaje a la celda electroquímica.

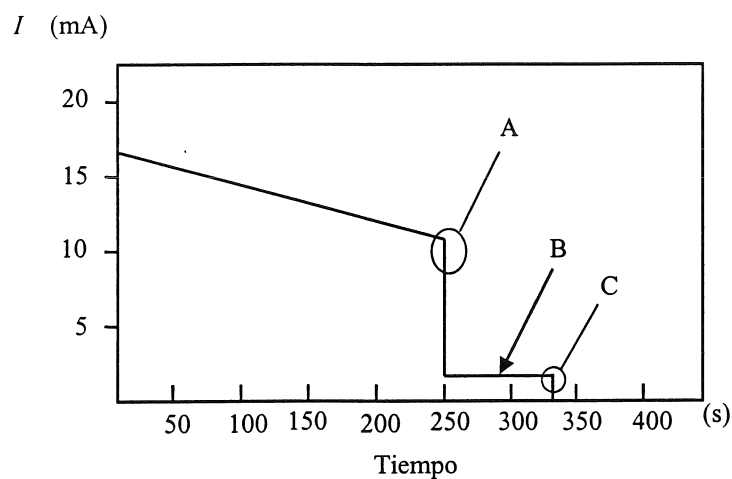


Figura 4.1. Comportamiento típico de la corriente electrolítica durante la electroerosión de la punta. A) desprendimiento de la parte inferior de la punta; B) la parte superior aún permanece sumergida en la solución; C) la punta queda totalmente fuera de la solución.

El circuito electrónico que en esta sección se detalla, detecta este cambio abrupto de corriente, genera un pulso eléctrico, y abre el circuito electrónicamente. Por lo tanto, para que el circuito de control cumpla con su función, la longitud del alambre que se sumerge en la solución debe ser lo suficientemente largo para que se logre el truncamiento y desprendimiento de la parte inferior del alambre.

Debido a que en la punta (ánodo) no se generan burbujas de hidrógeno y por lo tanto no se da la agitación violenta que electroerosiona el cuerpo del alambre sumergido, el proceso de electroerosión en el caso de c.d. está mucho más localizado en la interfase aire-líquido, produciéndose puntas más cortas que con el método de corriente alterna.

V.2 Descripción del circuito de control.

El sistema de control propuesto originalmente por Nakamura et al, [1999] consiste de un muestreador, un diferenciador, un “flip-flop” tipo D y dos interruptores electrónicos como se muestran en la figura 4.2. Durante la operación normal de electropulido, el interruptor S2 está abierto, y el interruptor S1 cerrado, permitiendo la aplicación del voltaje V al circuito de la celda a través de una resistencia de carga R_L y el muestreador. Éste último convierte la corriente electrolítica en voltaje, de tal modo que la caída de la parte inferior de la punta se reflejará como un escalón de voltaje, que a la salida del diferenciador se convertirá en un pulso de corta duración. Este pulso activará una báscula tipo “D” cuyas salidas abren el interruptor S1 cortando la alimentación al circuito, y cierran el interruptor S2, canalizando alguna corriente residual hacia tierra y fuera de la punta y la solución.

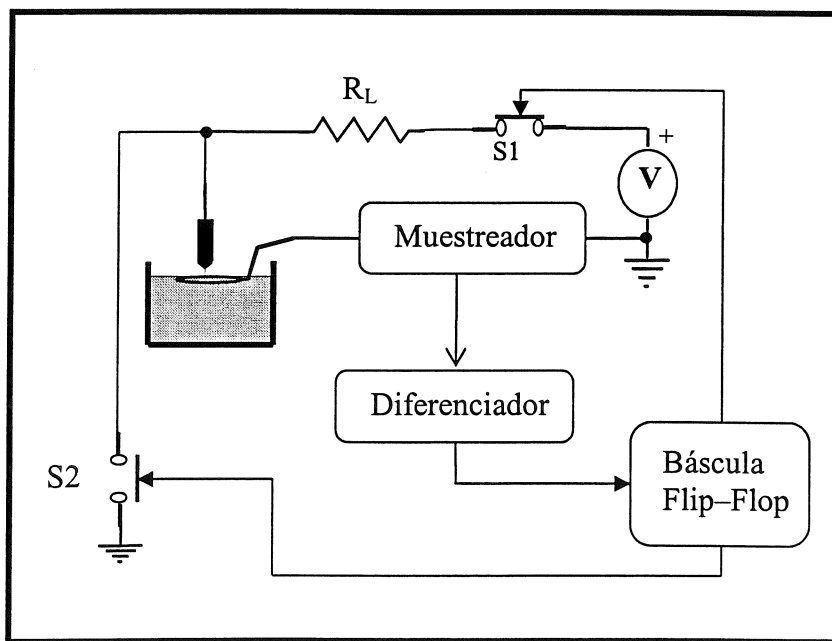


Figura 4.2. Diagrama esquemático del circuito de control para el método de caída [Nakamura et al, 1999].

En la Figura 4.3 se muestra el diagrama electrónico del circuito construido en este documento de tesis. Es similar al de Nakamura et al, a excepción de algunas modificaciones. En el circuito el muestreador lo forma un transistor MOS-FET Q4 (con un voltaje de corte V_{GS} de 2.5V y tiempo de corte t_{off} de 20 ns) que supervisa los cambios en el voltaje. Está acoplado a un diferenciador compuesto de un amplificador operacional de alta velocidad (“slew rate” = 200 V/ μ s) con una constante de tiempo de 2.5 μ s dada por los valores de R y C. El pulso generado por este diferenciador (figura 4.4) [Anwei et al.,1997] se conecta a la entrada de reloj (“clk”) del “flip-flop” de respuesta rápida, y la salida Q conectada a los interruptores electrónicos formados por transistores tipo MOS-FET Q1,Q2 y Q3 (V_{GS} = 3V, t_{off} = 10 ns).

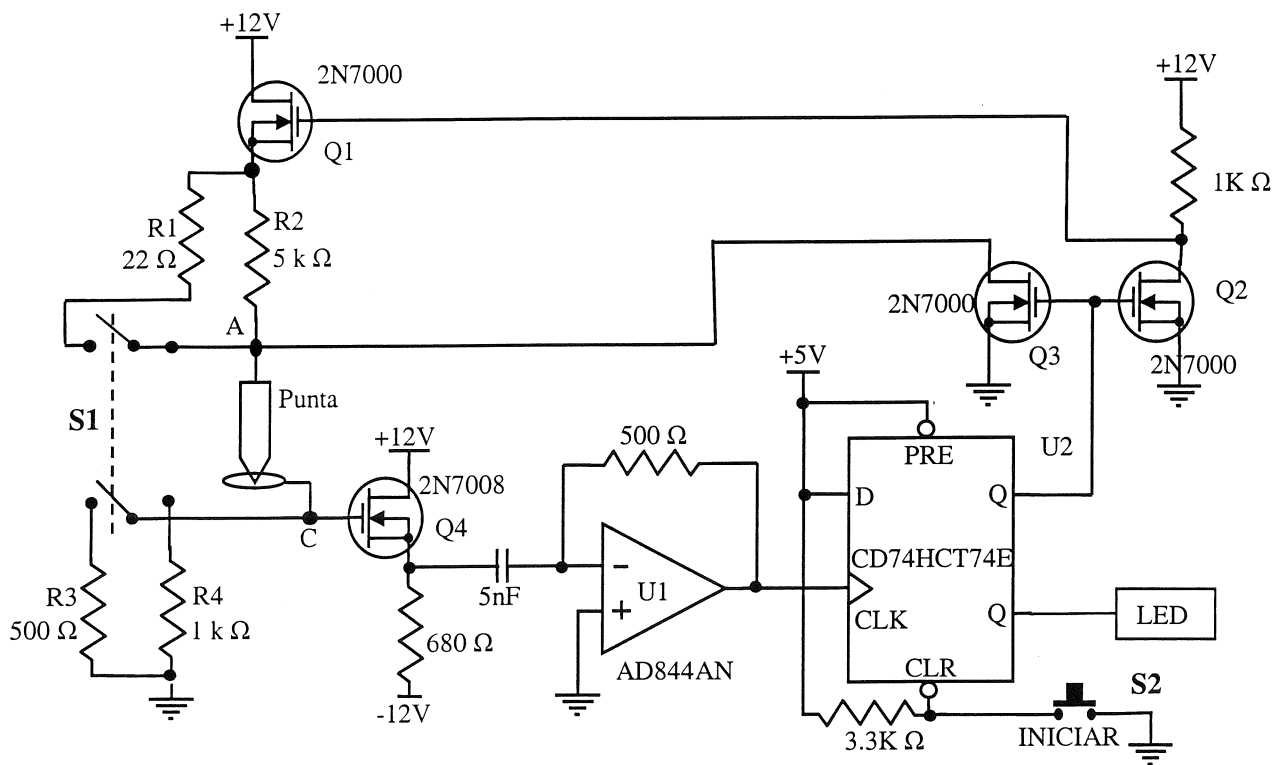


Figura 4.3. Circuito de control para el método de “caída”.

Cuando se detecte el pulso al final de la electroerosión, el transistor Q3 desviará la corriente residual de la solución hacia tierra, mientras que el interruptor formado por la combinación de Q1,Q2 cortarán el suministro de voltaje al circuito de la punta.

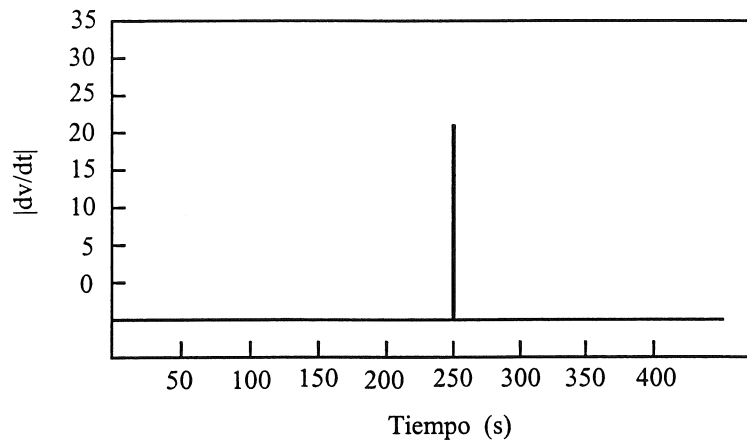


Figura. 4.4. Diagrama de la señal diferencial al momento del cambio abrupto de la corriente (cuando se desprende la parte inferior de la punta).

Sin importar que tanta corriente exista a través de la solución al momento en que la punta se esté formando (por lo general es muy pequeña al momento en que ambas partes se desprenden), la salida del diferenciador U1 debe ser un pulso de nivel apropiado para activar al “flip-flop” U2.

La entrada D se conectó directamente a 5V así como el PRESET. La entrada CLEAR se conectó a 5V mediante una resistencia, y a un interruptor momentáneo S2 (normalmente abierto) marcado “INICIAR” que conecta esta terminal a tierra para establecer las condiciones iniciales del proceso. Un diodo emisor de luz (LED) indica cuando el proceso de electroerosión está activado.

En nuestro circuito de la figura 4.3 se implementó una opción adicional para el operador con el interruptor S1, que le permite usar dos tipos de afilado o electropulido. En el *afilado grueso*, la punta se forma de manera tradicional, empezando con un alambre de diámetro normal (0.25mm), terminando cuando la parte inferior de la punta se desprende y cae, obteniéndose una punta lista para ser usada en el STM. Cuando S2 selecciona esta opción, se conectan al circuito de la punta R1 en paralelo con R2 ($R1//R2$), y R3 en serie.

La opción de *afilado fino* se utiliza en combinación con el método de corriente “alterna”. Primero se genera una punta por el método de corriente “alterna” en forma de de cono alargado, y como un segundo paso, cuando el cuello del alambre se ha adelgazado lo suficiente, se utiliza el *afilado fino* en la parte inferior de la punta, seleccionándolo con el interruptor S2, dejando que el método de “caída” o de corriente directa haga su trabajo y forme una segunda punta. En esta opción, el interruptor S2 conecta R2 en serie con R4.

Los valores de las resistencia limitadoras de corriente (R1,R2,R3, y R4) que proporcionan al operador las dos opciones de afilado se eligieron de acuerdo al comportamiento de la corriente de electroerosión de la punta y por la necesidad de que se genere el pulso adecuado aún cuando se manejan corrientes de electropulido bajas, como es el caso de la opción del *afilado fino*.

V.3 Fabricación de puntas.

V.3.1 Longitud del alambre sumergido en la solución.

La longitud inicial del alambre dentro de la solución es muy importante para que el circuito de control funcione correctamente. Los casos se ilustran en la figura 4.5. En los experimentos realizados con nuestro circuito se encontró que para longitudes de 0.4 mm o menos, (figura 4.5 (a)), no se alcanza a formar el cuello en la interfase aire/líquido entre la parte superior e inferior del alambre, lo que dará como resultado que no se genere el cambio abrupto en la corriente necesario para activar el circuito de control. En este caso, no habrá desprendimiento de la parte inferior del alambre y el proceso de erosión de la punta continuará, deteniéndose hasta que la punta pierda el contacto con la solución, resultando en puntas indeseables como se muestran en la figura 4.5 (b).

Por otro lado, para longitudes mayores de 1mm, (figura 4.5 (c)), el cuello o adelgazamiento del alambre se formará correctamente como se muestra en (d), y el circuito de control funcionará correctamente. Es importante mencionar que la longitud no se debe ser tan arbitrariamente larga como se quiera, porque el peso mismo de la parte inferior puede llegar a ser de tal magnitud que introduce una fuerza de jalón apreciable en el alambre, desprendiendo la parte inferior antes de que el proceso de electroerosión haga su trabajo. El resultado serán puntas astilladas, asimétricas, o dobladas en forma de gancho.

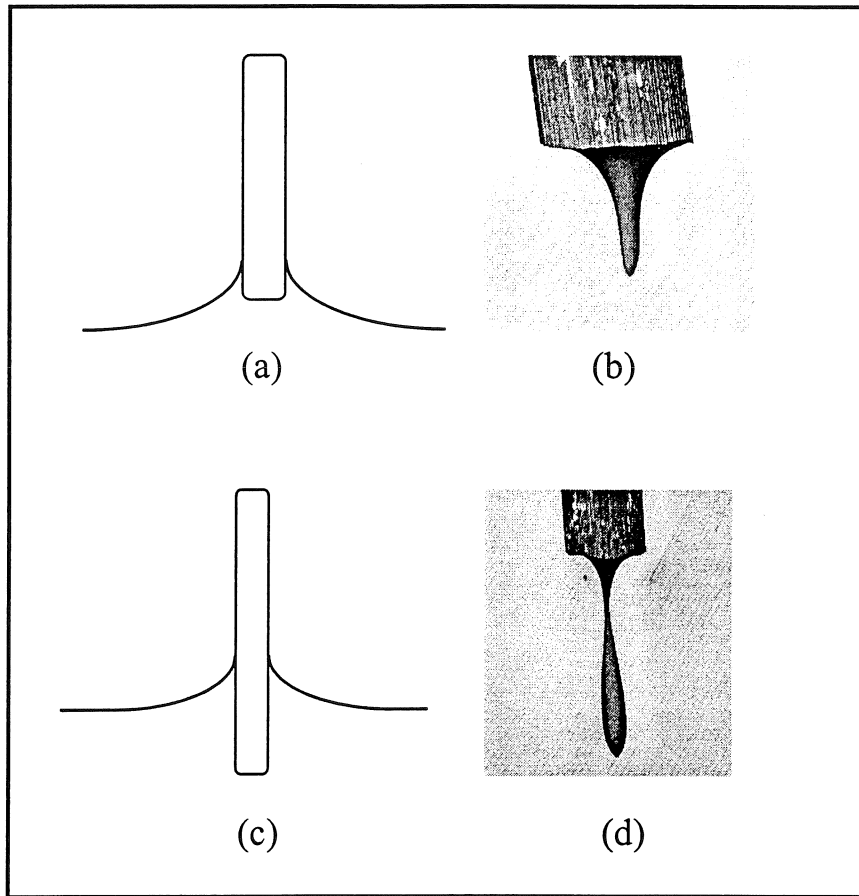


Figura 4.5. Efecto de la longitud inicial en la forma de la punta. (a) Longitud insuficiente; (b) punta formada; (c) Longitud excesiva; (d) formación con peso excesivo en la parte inferior.

V.3.2 El menisco.

La descripción que se dió en el capítulo anterior sobre la formación del menisco alrededor de la punta también es válida para el caso de corriente directa. Pero aquí, como la punta es siempre positiva (ánodo), no se generan burbujas de gas hidrógeno en este electrodo, lo que hace del proceso menos violento, mas localizado en la interfase aire-liquido y muy lento (figura 4.6), tardando de 6 a 8 minutos para producirse una punta.

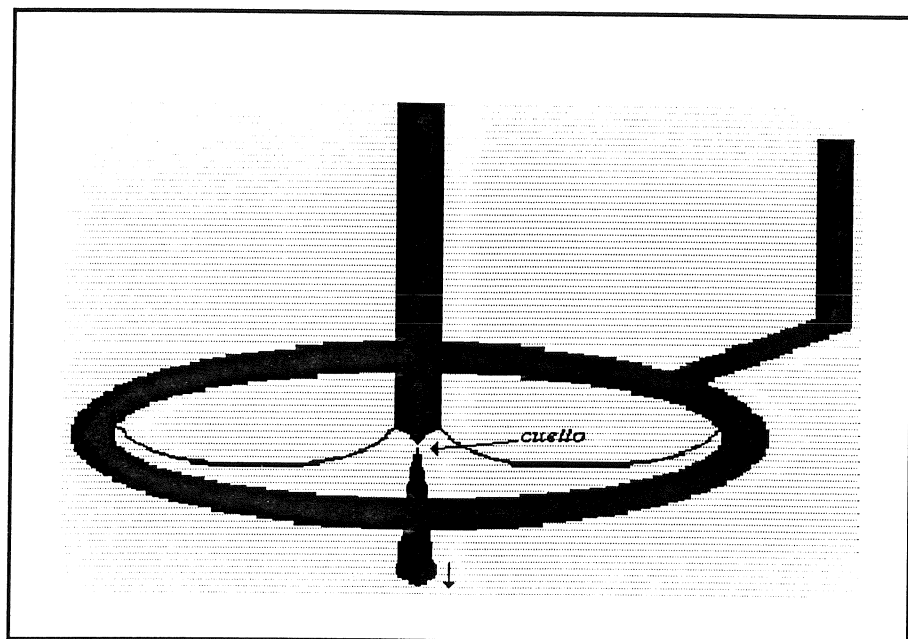


Figura 4.6. Momento en que queda formada la punta, el cuello se rompe y la parte inferior cae.

VI. RESULTADOS.

VI.1 Consideraciones generales en la fabricación y manejo de puntas.

Todos los resultados que se presentan en esta sección se obtuvieron utilizando los circuitos construidos y reportados en esta tesis.

Como se mencionó en el capítulo anterior, el método de corriente directa o de “caída” es más lento, y hay que tener cuidado en la longitud del alambre que se sumerge en la solución, que debe estar entre 0.4 y 0.7 mm aproximadamente. En algunas ocasiones los productos de la oxidación que se desprenden del alambre permanece en el menisco junto al alambre o alrededor de él, provocando que no se forme bien la punta y por lo tanto no se presente ese cambio brusco en la corriente para que se detenga el proceso. Cuando esto sucede se le puede dar un pequeño golpe al soporte de la punta para que se desprendan los productos. Se recomienda utilizar un microscopio óptico con amplificación de 100x para monitorear el proceso.

En la figura 5.1(a) se muestra una punta que obtuvimos por el método de “caída” que tienen la forma hiperboloide que las caracteriza. En la figura (b) se muestra la amplificación de la punta, donde se puede observar la formación de una pequeña esfera en el extremo. La fabricación de esta punta se llevó a cabo con una corriente inicial de 38mA, con una profundidad de 0.6 mm. Se ha especulado sobre la formación de esta esfera en la literatura, llegando a proponerse que se forma al liberarse la tensión que existe por el peso excesivo de la parte inferior del alambre al momento de desprenderse [Ibe et al., 1990]. Otra explicación que se ha dado es que se produce cuando una fracción muy pequeña de la punta se funde al quedar en contacto con la solución, debido a que la densidad de corriente puede ser alta. Esta explicación resulta muy improbable, ya que la temperatura de fusión del tungsteno es de 3400°C.

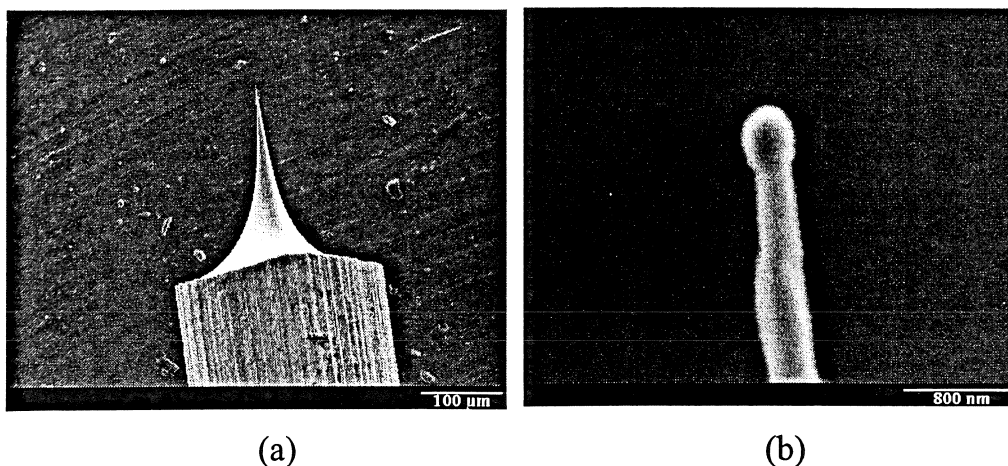


Figura 5.1. Micrografías del microscopio electrónico de barrido (SEM) de una punta fabricada mediante el método de caída. (a) baja amplificación; (b) alta amplificación, el radio de curvatura del ápice de la punta es menor de 200 nm.

Es importante que después de sacarlas de la solución electroquímica se manejen con cuidado y limpiarlas inmediatamente con agua desionizada. En la figura 5.2(a) podemos ver claramente una especie de capa que cubre la punta, esta punta no se lavó lo suficiente con agua desionizada después de sacarse de la solución. En la figura (b) la punta presenta cristalización de hidróxido de sodio (NaOH) residual debido a que no se lavó después del proceso. Algunas de ellas aparecen dobladas o quebradas (Figura 5.2 (c)) después de haber sufrido algún golpe durante su manejo. Todo esto provoca que el efecto de tunelamiento no se lleve a cabo en el microscopio de efecto túnel (STM), o en el mejor de los casos, provocaría que la señal sea muy ruidosa, impidiendo la adquisición de buenas imágenes.

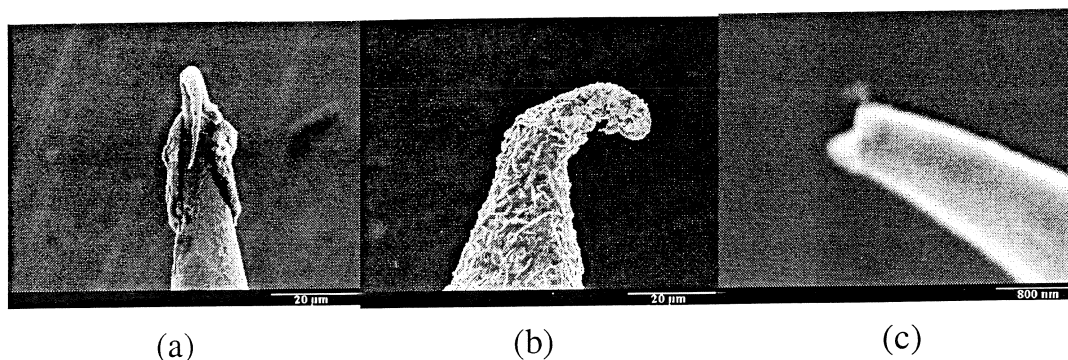


Figura 5.2. Puntas fabricadas en solución electroquímica. (a) punta cubierta con una capa de suciedad. (b) punta cubierta de hidróxido de sodio cristalizado. (c) punta quebrada, resultado del mal manejo.

VI.1.1 Velocidad de respuesta de los controladores.

Como se ha venido mencionando a lo largo de este trabajo, el propósito de fabricar puntas mediante algún método de control es poder detener el proceso en el momento adecuado para evitar que la punta continúe erosionándose más de lo que se desea. En este sentido el tiempo de respuesta del circuito es crítico.

En todas las etapas de construcción de los circuitos electrónicos se trató de utilizar componentes de respuesta rápida, tanto en los transistores MOS-FET con tiempos de respuesta de decenas de nanosegundos, como en la báscula tipo “D” (CD74HCT74). Sin embargo, la velocidad de respuesta de cualquier circuito electrónico está limitada por aquel elemento que tenga la velocidad de respuesta más lenta.

En el caso del método de corriente alterna y su diagrama electrónico de la figura 3.3, el elemento más lento muy probablemente sea el relevador mecánico S2. Si este fuera el caso, el problema de la lentitud de respuesta del circuito en general puede solucionarse simplemente fijando un nivel de referencia más alto para detener el proceso antes. En la figura 5.3 se muestra una punta formada al mejorar el tiempo de respuesta.

En el caso del método de “caída” ó corriente directa, analizando el circuito electrónico de la figura 4.3, nos damos cuenta que el tiempo de respuesta lo limita el diferenciador U3 y sus componentes pasivas asociadas, $R=500$ y $C=5nF$, que dan una constante de tiempo $RC = 250ns$, mayor que cualquiera de las demás componentes. Guiándonos por la forma de las puntas que se obtuvieron y su pequeño radio de curvatura, el tiempo de respuesta del circuito no parece sedimentar.

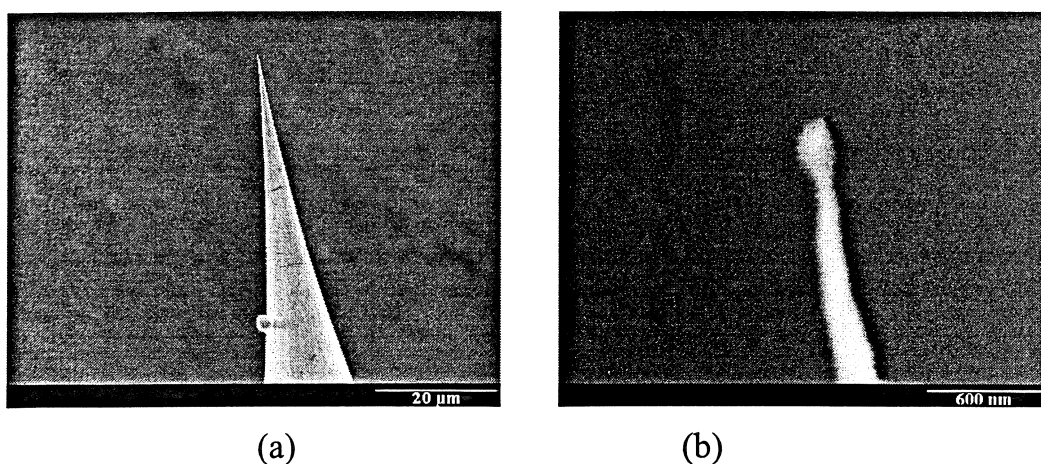


Figura 5.3. Punta fabricada por el método de c.d. (a) Cuerpo de la punta
(b) ápice de la punta, radio de curvatura menor de 90nm.

VI.2 Uso de ambos métodos para la fabricación de puntas.

Como procedimiento general, cada punta que se fabricó se sacó de la solución, se enjuagó, y se observó en un microscopio óptico con amplificación de 100x – 950x. Las puntas fabricadas mediante el método “alterno” fueron comparadas con las que se fabricaron sin ningún control, encontrándose una mejoría. Las puntas fabricadas mediante el método de “caída” fueron aún mejores.

Ya se mencionó en el capítulo anterior que es posible iniciar el proceso de afilado por el método “alterno” y utilizar el de corriente directa ó “de caída” como un

segundo proceso de fabricación, ya que éste último inicia con un diámetro del alambre mucho menor con la idea de lograr un radio de curvatura muy pequeño.

La figura 5.4 muestra los resultados de electroerosionar primeramente por el método de c.a., seguido del método de “caída”. En la figura (a) la punta tiene la forma cónica alargada que es típica del proceso de c.a. En la figura (b), la micrografía muestra el detalle de la punta de (a), obtenida por un segundo proceso de c.d. en el modo de *afilado fino*.

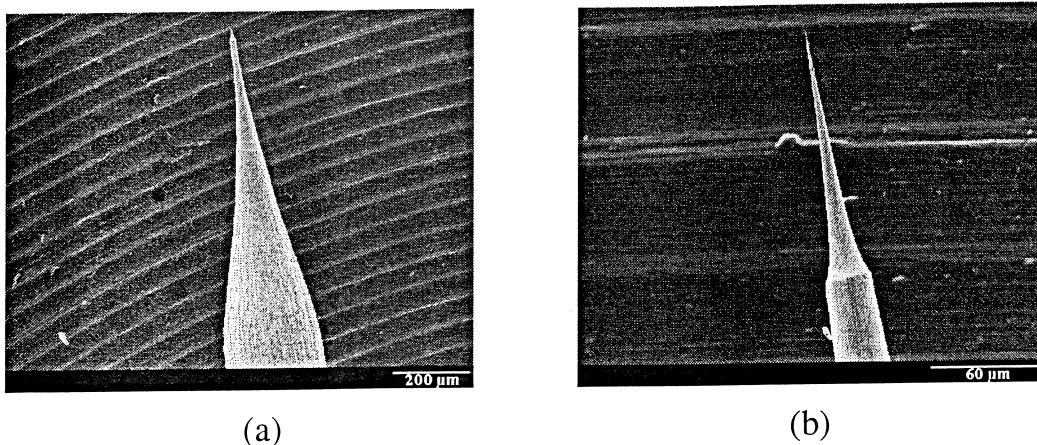


Figura 5.4. Forma que adquiere la punta al ser fabricada mediante un segundo proceso. (a) punta de cuerpo completo. (b) aspecto de la punta después del segundo proceso.

También puede utilizarse un proceso de dos pasos de electroerosión utilizando c.d. o el método de “caída”, el resultado se muestra en la micrografía de la figura 5.5.

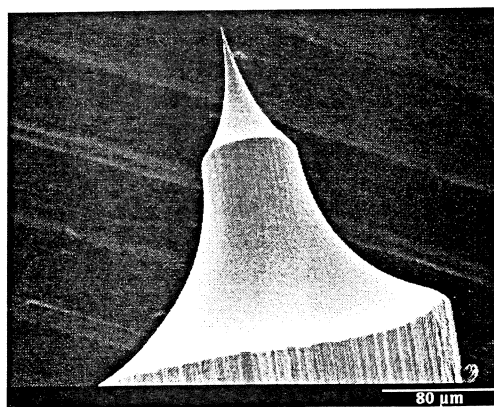


Figura 5.5. Punta fabricada mediante dos procesos de caída.

Existen diferencias entre ambos procedimientos de doble paso, si queremos usar procesos de caída en los dos pasos para la fabricación de una punta, tardaría entre 6 y 8 minutos en el primer paso, pero el segundo es mas rápido, ya que el alambre es muy delgado, demorando alrededor de 20 segundos. Por otro lado, si el primer paso se lleva a cabo mediante el método alternativo, por lo general este tarda alrededor de los 30 segundos.

Fabricar una punta mediante dos pasos es relativamente sencillo, ya que la punta queda posicionada a la profundidad adecuada para un segundo proceso de afilado o electropulido, tal como se muestra en la figura 5.6.

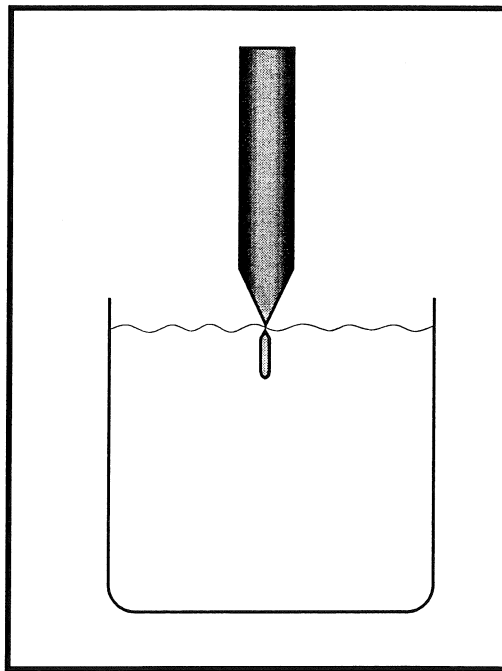


Figura 5.6. Posición en la que queda el alambre después del primer proceso, lista para aplicarle el segundo proceso.

En las micrografías de la figura 5.7 se muestran dos puntas fabricadas usando la opción de *afilado grueso* (a) y *afilado fino* (b). Como ya se explicó anteriormente, en este modo de operación del método de “caída” se cambian las resistencias del circuito en

serie con la punta, limitando la corriente que fluye durante la electroerosión, haciendo del proceso más suave y delicado que disminuye el radio de curvatura de la punta.

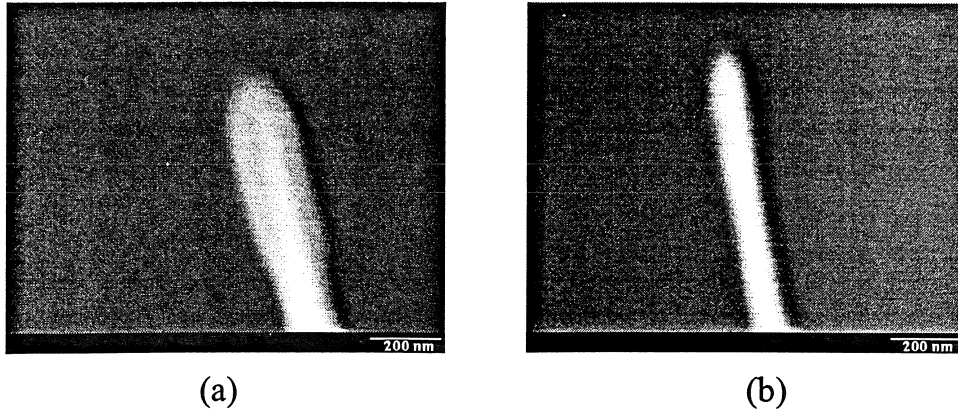
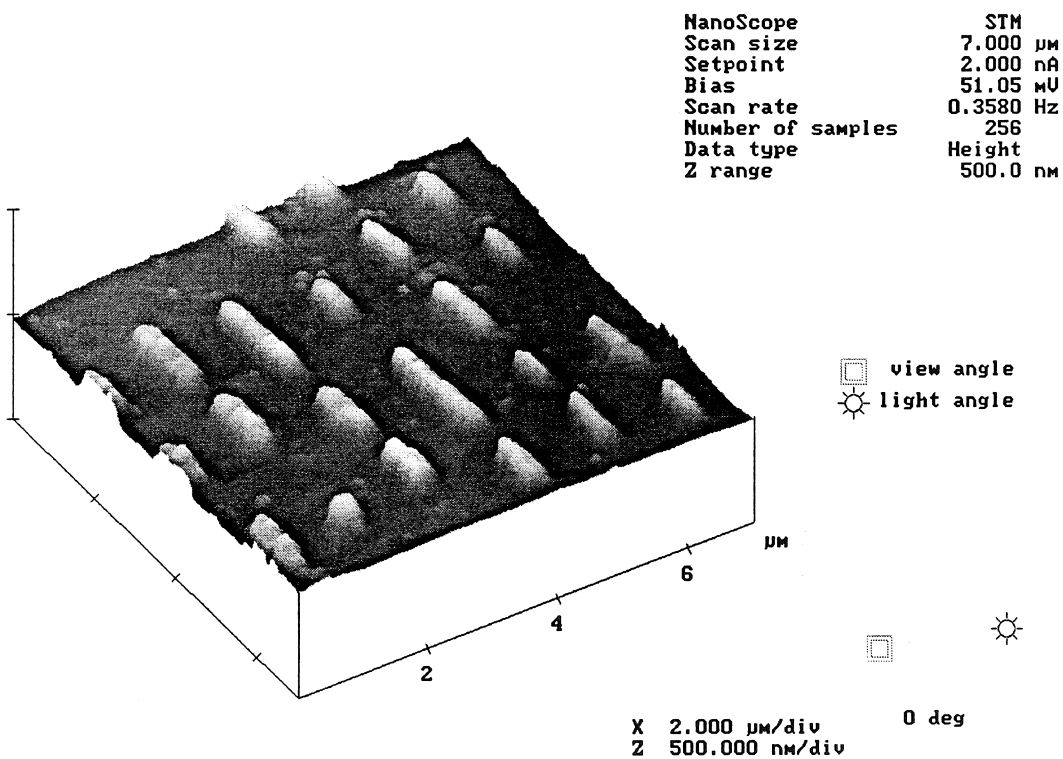
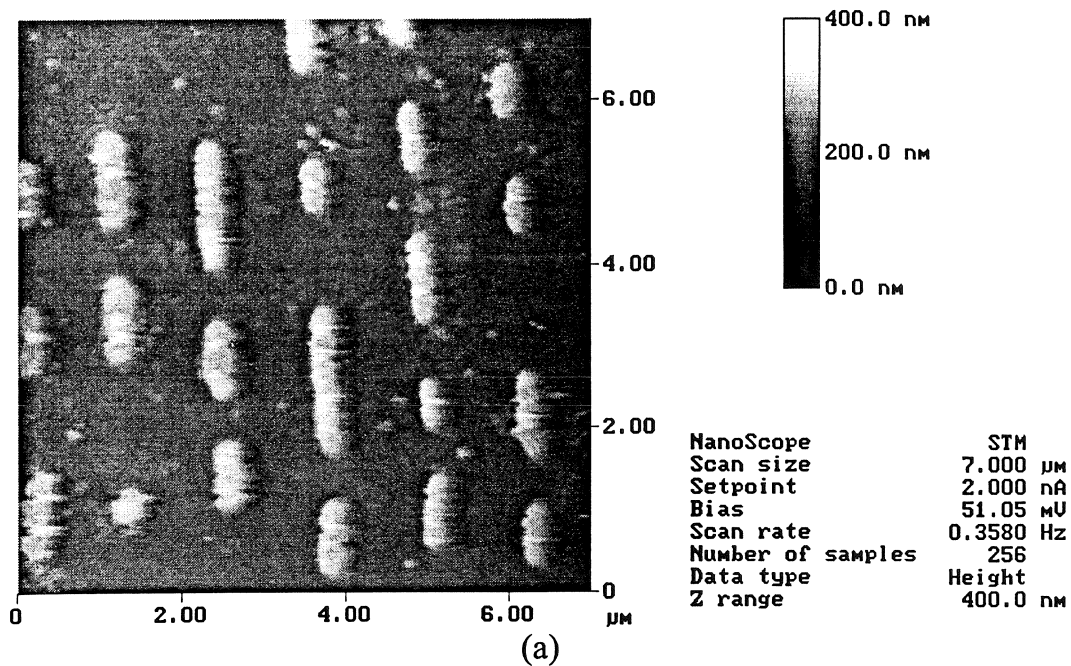


Figura 5.7. Comparación entre dos puntas fabricadas por (a) el método de “afilado grueso”, con radio de curvatura de 90nm; y (b) por el método de “afilado fino”, con radio de curvatura de 50nm.

VI.3 Imágenes obtenidas con el STM usando las puntas fabricadas.

La última prueba para las puntas fabricadas está en la calidad de las imágenes de STM que se obtengan haciendo uso de las puntas fabricadas de manera controlada. La figura 5.8 es la imagen de una superficie de un disco compacto (CD) adquirida con una de las puntas fabricadas de manera controlada. De esta imagen resaltan inmediatamente varias observaciones: 1) se distingue claramente la separación entre las varias “pistas” del disco, y 2) las protuberancias o “bits” se observan claramente bien definidas y delimitadas. Estas características sólo pueden ser atribuidas a una punta muy afilada, capaz de penetrar los espacios entre cada una de las protuberancias.



11132302.001

(b)

Figura 5.8. Imagen obtenida con el STM de la superficie de un disco compacto y utilizando una punta fabricada de manera controlada. Imagen en dos dimensiones. (b) Imagen en tres dimensiones.

Un corte transversal de la imagen en la figura 5.9 nos permite estimar una altura de 0.1nm para las alturas de los “bits” grabados y una separación entre “pistas” de 1.4 μm .

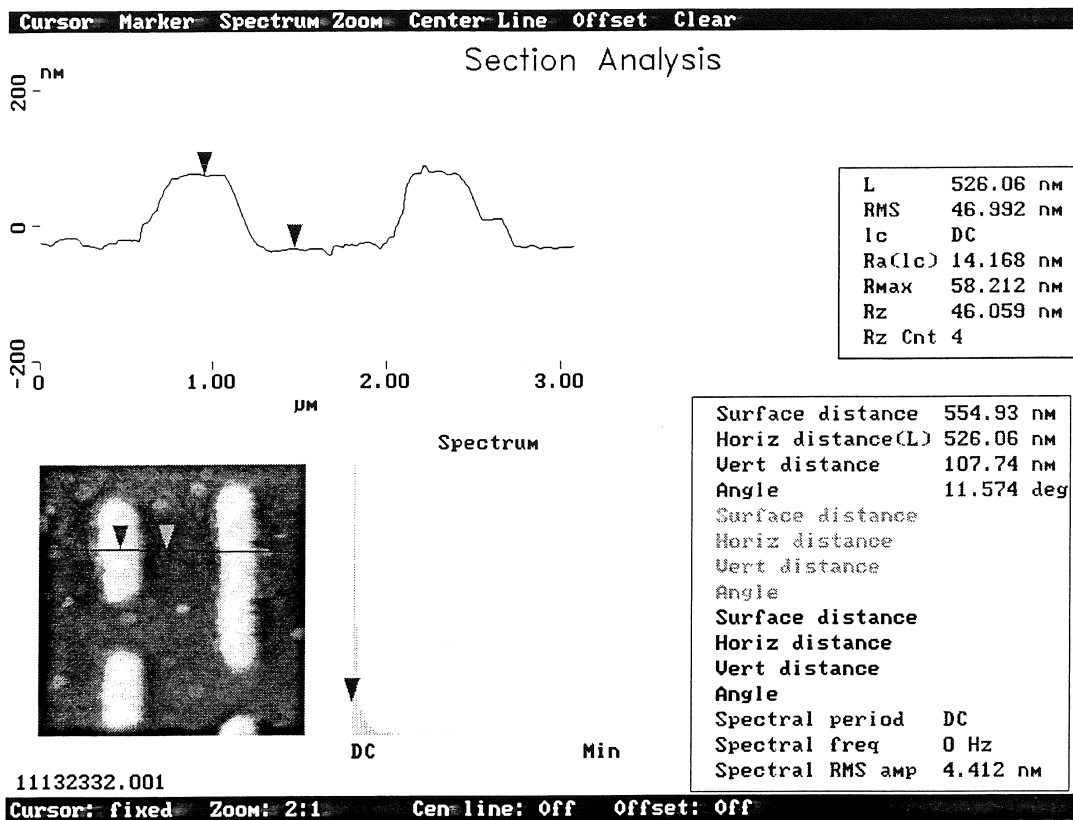


Figura 5.9. Análisis de la superficie del disco compacto.

El esquema de la figura 5.10 ilustra la importancia de la geometría de la punta cuando se analiza con el STM una estructura con un perfil cuadrado, como es el caso de un disco compacto. Nos damos cuenta, que la trayectoria que sigue la punta filosa sobre la superficie del disco compacto nos proporcionará una imagen muy parecida a la topografía real (figura (a)), mientras que en la figura (b) la trayectoria que seguiría una punta sin filo o chata no tendría parecido a la topografía real.

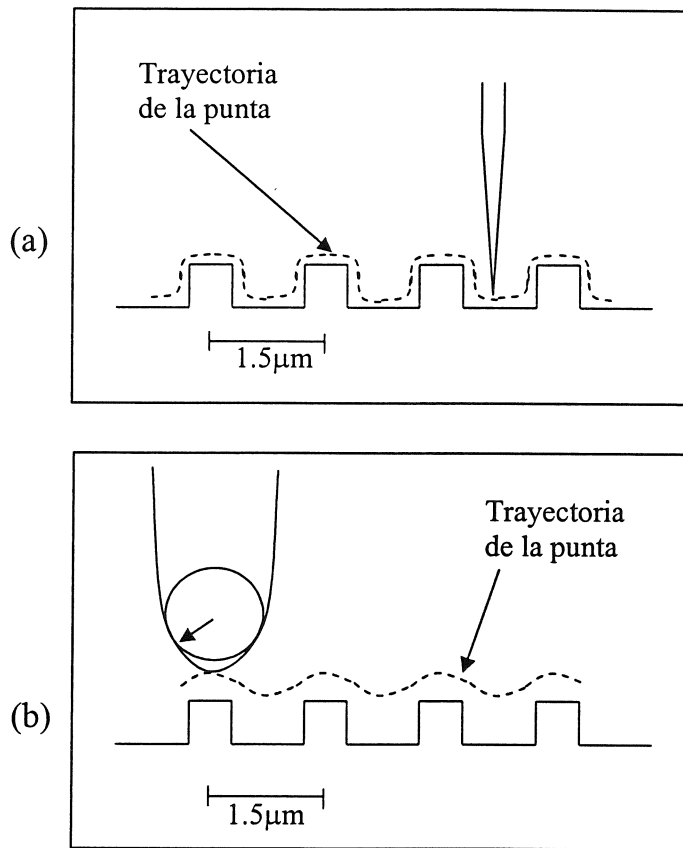


Figura 5.10. (a) Trayectoria de una punta puntiaguda;
(b) trayectoria de una punta chata.

Por lo tanto, podemos afirmar que las puntas fabricadas haciendo uso de estos dos métodos desarrollados cumplen con los requerimientos necesarios para ser utilizadas en el STM.

Como comparación, en la figura 5.11 se muestra una micrografía obtenida con el microscopio electrónico de barrido (SEM) de la misma superficie del disco compacto (CD). Se puede apreciar la gran similitud con la imagen de la figura 5.8 de STM.

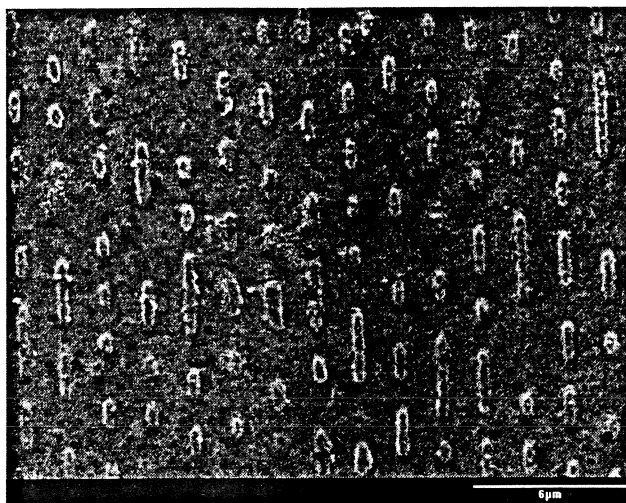


Figura 5.11. Imagen obtenida del SEM de una superficie de un disco compacto (CD).

Otro ejemplo de una imagen obtenida con nuestras puntas y el STM se puede ver en la figura 5.12 de una superficie de silicio a la cual se le depositaron pequeñas partículas de germanio por el método de ablación láser.

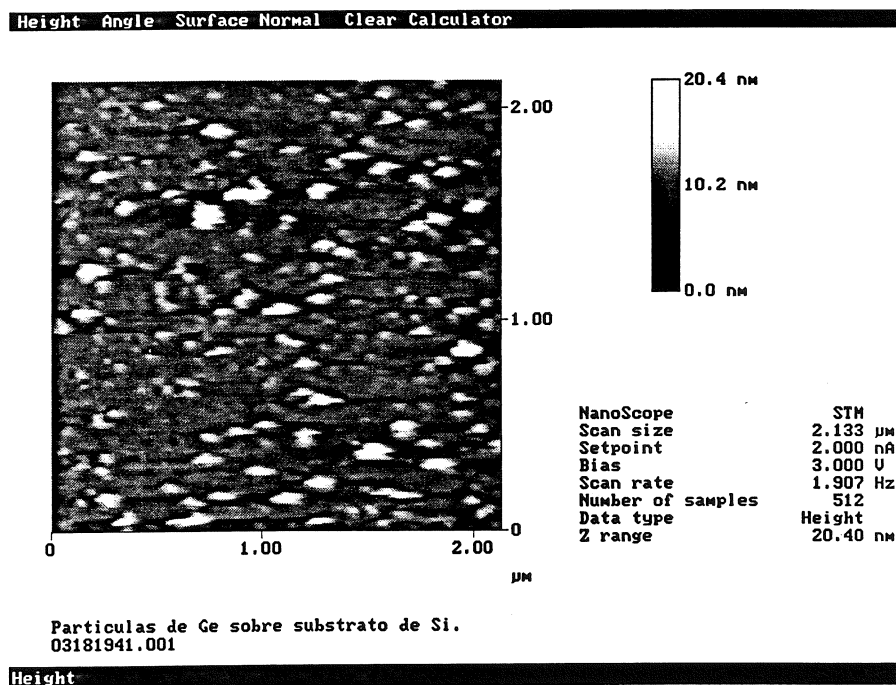


Figura 5.12. Imagen de STM de pequeñas partículas de Ge depositadas sobre un sustrato de Si.

VI.4 Análisis del radio de curvatura de las puntas.

Para tener una mejor estimación del radio de curvatura del ápice de las puntas que se fabricaron fué necesario analizarlas mediante el microscopio electrónico de transmisión ó TEM, debido a que tiene mucho mejor resolución que el SEM.

De la micrografía de la figura 5.13 se observa que esta punta en particular está recubierta por una capa gruesa de material amorfo de 4nm de espesor medido en el ápice de óxido de tungsteno que se formó durante el proceso de electroerosión.

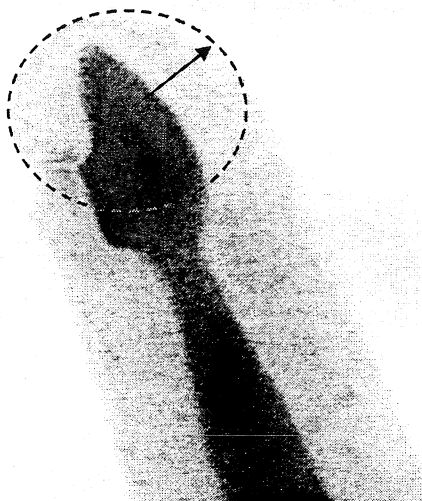


Figura 5.13. Punta reproducible de manera controlada mediante erosión electroquímica con radio de curvatura de aproximadamente 13 nm.

De esta manera se puede apreciar y comprobar que las puntas fabricadas de manera controlada haciendo uso de los métodos de “caída” y “alterno” son confiables para el uso en el microscopio de efecto túnel, ya que el radio de curvatura de las puntas fabricadas con estos métodos pueden llegar a tener radios de curvatura muy pequeños.

VII. CONCLUSIONES

En la realización de esta tesis se lograron obtener resultados favorables, requiriendo el uso del TEM para estimar el radio de curvatura de las puntas. En la imagen del TEM se puede apreciar que la punta examinada tiene un radio de curvatura de 13 nm, este análisis se hizo de los últimos resultados obtenidos. También se observó que la punta esta cubierta de una capa gruesa de material amorfo de 4 nm de espesor medido en el ápice que recubre la punta (figura 5.13), se cree que esta capa pudiera ser de oxido de tungsteno que tal vez no alcanzo a desprenderse al finalizar el proceso. Oliva *et al*, [1996] proponen que después del proceso de fabricación la punta debe ser enjuagada con agua destilada utilizando un limpiador ultrasónico para desprender dicha capa de material amorfo.

Es preciso mencionar que al aumentar la velocidad de respuesta del controlador (método de caída) se obtienen puntas mas afiladas. Por los motivos explicados en la sección VI.II nos enfocamos a disminuir la constante de tiempo RC logrando reducirla hasta 250 ns. Valores más pequeños que éste afectan la amplitud del pulso de salida del circuito derivador y no lograban activar el “flip-flop”.

En este trabajo encontramos que reduciendo la corriente en la etapa de *afilado fino* (aumentando los valores de las resistencias R2 y R4) pudimos reducir el radio de curvatura de las puntas, debido a que una menor velocidad de ataque electroquímico reduce el grosor de las capas de óxido y favorece el proceso de tunelamiento electrónico del STM.

Además de aumentar la velocidad de respuesta de los controladores y de disminuir la corriente al final del proceso (segundo afilado) para obtener puntas de mejor calidad, es probable que otras concentraciones y otros tipos de electrolitos afecten

la forma de las puntas. En un artículo publicado por Oliva et al, [1996] estos investigadores prefieren utilizar KOH en lugar de NaOH en concentraciones de 2N y 3N. Para puntas de Pt-Ir (que no se trabajaron en esta tesis), se recomiendan soluciones de cloruro de sodio (NaCl), cloruro de potasio KCl, cloruro de calcio CaCl_2 , y otras [Melmed, 1991]. Para puntas de Cu, aunque no se utilizan para STM, se puede usar una solución de 50% de ácido fosfórico (H_3PO_4); para puntas de Ni y Fe, 75% H_3PO_4 saturado con CrO_3 [Lemke, et al, 1990].

Finalmente, para algunas aplicaciones de microscopía que requieren puntas con una geometría en particular, nuestro controlador puede modificarse añadiendo un sistema para posicionar la punta en la solución, introduciendo y retirando el alambre de una manera controlada. En la figura 6.1 se muestra la forma en que se puede realizar esta proposición, al mismo tiempo en que el controlador muestrea la corriente de la solución controla al motor para que suba y baje el mecanismo que sostiene la punta y de esta manera la punta pueda adquirir la forma que el usuario desee.

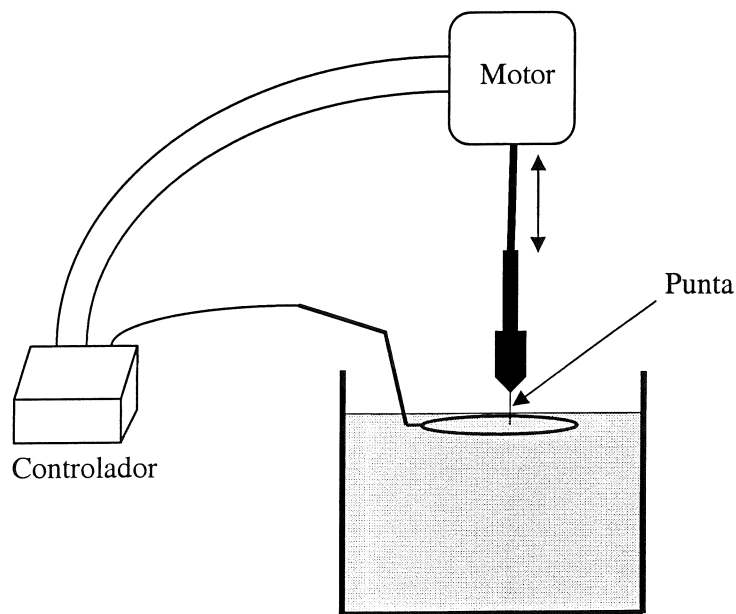


Figura 6.1. Mecanismo propuesto para fabricar puntas con morfología controlada.

VIII. BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Yair Cohen y Doron Aurbach. "The use of a special work station for in situ measurements of highly reactive electrochemical systems by atomic force and scanning tunneling microscopes". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 70 (12) 1999. 4668pp.
- 2.- Yoshiaki Nakamura, Yutaka Mera, y Koji Maeda. "A reproducible method to fabricate atomically sharp tips for scanning tunneling microscopy". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 70 (8) 1999. 3373pp.
- 3.- Liu Anwei, Hu Xiaotang, Liu Wenhui, y Ji Guijun. "An improved control technique for the electrochemical fabrication of scanning tunneling microscopy microtips". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 68 (10) 1997. 3811pp.
- 4.- Allan J. Melmed, "The art and science and other aspects of making sharp tips". *Journal of Vacuum Science and Technology B*, Vol. 9 (2) 1991. 601pp.
- 5.- J.P. Ibe, P.P. Bey, Jr., S.L. Brindow, R.A. Brizzolara, N.A. Burnham, D.P. Dilella, K.P. Lee, C.R.K. Marriam, and R.J. Colton. "On the electrochemical etching of tips for scanning tunneling microscopy". *Journal of Vacuum Science and Technology A*, Vol. 8 (4) 1990. 3570pp.
- 6.- A.I. Oliva, A. Romero, J.L. Peña, E. Anguiano y M. Aguilar. "Electrochemical preparation of tungsten tips for scanning tunneling microscopy". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 67 (5) 1996. 1917pp
- 7.- M. Klein and G. Schwitzgebel. "An improved lamella drop-off technique for sharp tip preparation in scanning tunneling microscopy". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 68 (8) 1997. 3099pp
- 8.- P.J. Bryant, H.S. Kim, Y.C. Zhenh, and R. Yang." Technique for shaping scanning tunneling microscope tips". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 58 (6) 1987. 1115pp
- 9.- E.W. Müller, Z. Physick 131, 136pp (1951)

- 10.- Binnig, G. y Rohrer, H. *Helv. Phys. Acta.* **55**, 726 (1982).
- 11.- E.W. Muller y K. Bahadur, *Phys. Rev.* **102**, 624, (1956).
- 12.- E.W. Muller y T.T. Song, *Field Ion Microscopy Principles and Applications*.
(Elsevier, New York, 1969).
- 13.- H. Lemke, T. Goddenhenrich, H.P. Bochem, U. Hartmann, y C. Heiden. "Improved microtips for scanning probe microscopy". *Review of Scientific Instruments*. Vol. 61 (10), 1990.

IX. ANEXOS.

El propósito de esta sección es proporcionar al usuario la información técnica necesaria sobre el manejo del instrumento que le permita entender el proceso de fabricación de puntas por el proceso de electropulido, utilizando corriente alterna, directa, o una combinación de ambos.

Contenido	página
1. Descripción técnica.	54
1.1. Panel frontal y posterior del instrumento.	54
1.2. Localización de componentes dentro del gabinete.	56
1.3. Diagrama electrónico de las fuentes de alimentación.	57
1.4. Localización de componentes en el circuito impreso.	58
1.5. Lista de partes.	59
2. Cómo fabricar puntas.	60
2.1. Arreglo básico y conexiones.	60
2.2. Electropulido por corriente directa.	61
2.3. Electropulido por corriente alterna.	62

1. DESCRIPCIÓN TÉCNICA

1.1. Panel frontal y panel posterior

(0) SELECTOR DE MÉTODO: selecciona el método electroquímico (CD ó CA). Colocado en la posición media los electrodos se encuentran flotando o en circuito abierto.

Los siguientes botones, interruptores e indicadores se aplican para la sección de control del método de corriente directa:

(1) INICADOR NUMÉRICO: nos indica el voltaje durante el proceso del método de caída.

(2) BOTÓN DE “INICIAR”: sirve para iniciar el proceso de electropulido por “caída” en la modalidad de “FINO” ó “GRUESO”.

(3) LUZ INDICADORA: cuando se enciende indica la activación de electroerosión de la punta durante para el proceso de “caída” o C.D. (fino o grueso).

(4) SELECTOR “GRUESO”/”FINO”: selecciona el tipo de afilado deseado

Los siguientes botones, interruptores e indicadores se aplican para la sección de control del método de corriente alterna:

(5) INDICADOR NUMÉRICO: indica el voltaje de referencia ó el voltaje alterno durante el proceso.

(6) BOTÓN “MANUAL”: sirve para aplicar voltajes momentáneos a corrientes muy bajas para electropulir la punta manualmente.

(7) SELECTOR DEL VOLTAJE DE REFERENCIA: selecciona el nivel de voltaje de referencia “REF” al cual se detendrá el proceso de pulido.

(8) SELECTOR DEL INDICADOR NUMÉRICO: selecciona el voltaje de referencia (“REF”) o de operación (“V”) que se muestra en la pantalla del indicador (5).

(9) BOTÓN DE “INICIAR”: inicia el proceso de electropulido.

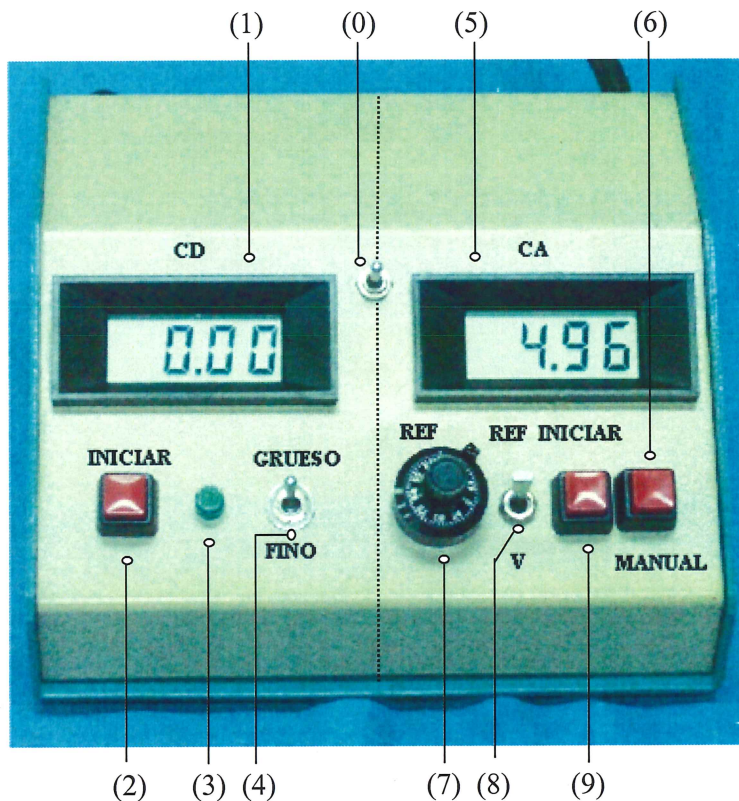


Figura 7.1. Panel frontal del dispositivo electrónico para la fabricación de puntas metálicas.

A continuación se describen los componentes del panel posterior que se muestran en la figura 7.2.

- (1) **CONECTOR DEL “ÁNODO”:** conector hembra tipo banana para conectar el electrodo del alambre de tungsteno.
- (2) **CONECTOR DEL “CÁTODO”:** conector hembra tipo banana para conectar el contraelectrodo (aro metálico).
- (3) **PORTAFUSIBLE:** para fusible miniatura de 1.25A/250V.
- (4) **INTERRUPTOR DE ENCENDIDO:** Interruptor general de encendido.

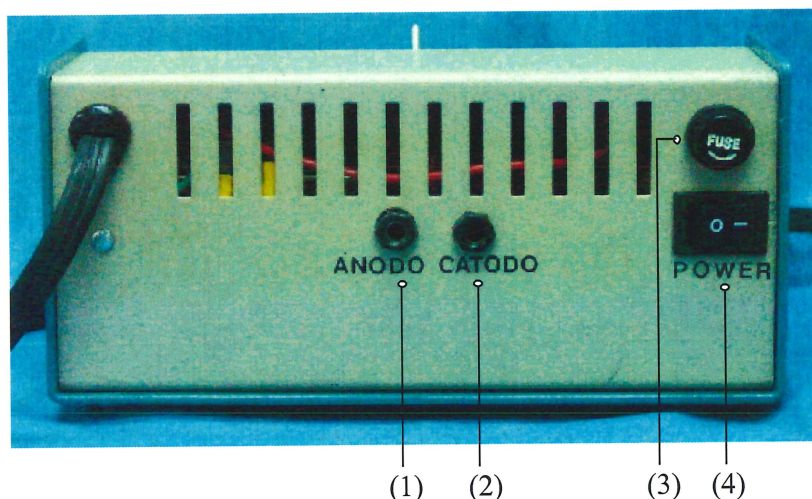


Figura 7.2. Panel posterior del dispositivo electrónico.

En la figura 7.3 se muestra un esquema de la distribución de los transformadores y tarjetas de componentes electrónicos dentro del gabinete del instrumento.

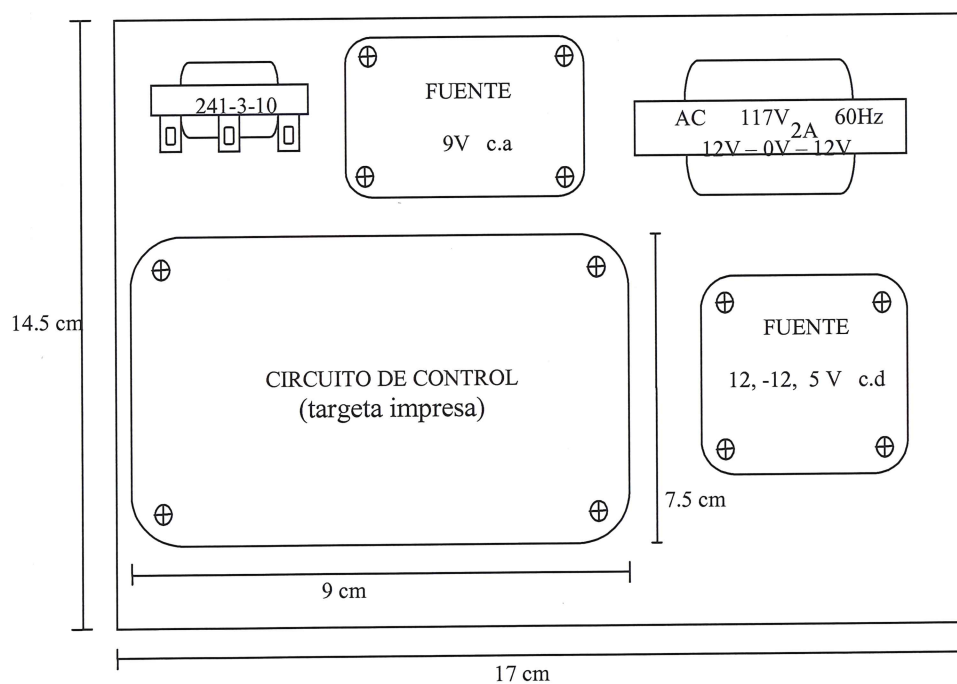


Figura 7.3. Distribución de las partes que componen el dispositivo de control.

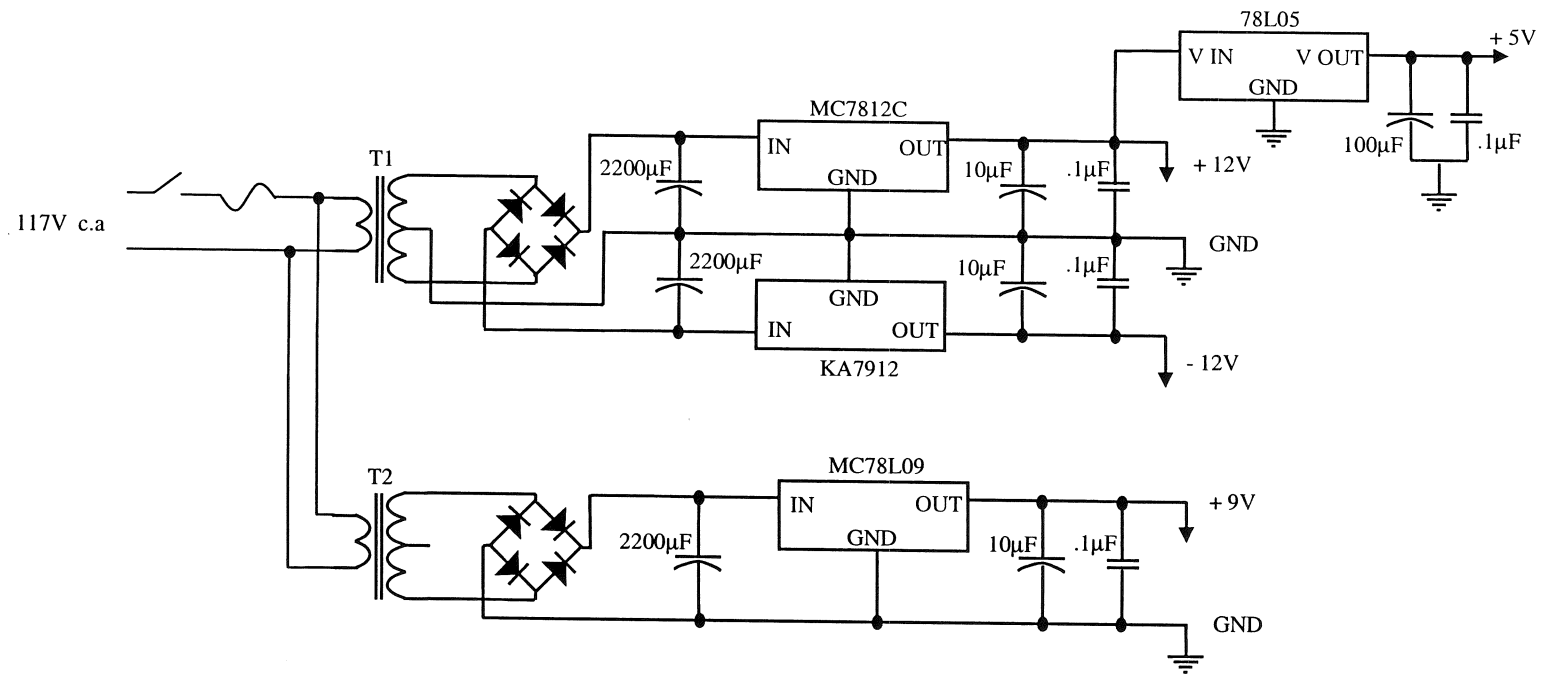
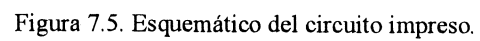


Figura 7.4. Diagrama del circuito de la fuente de voltaje directo.



1.5 LISTA DE PARTES

- | | |
|--------------------------------|--|
| 4 MOSFET 2N7000 | 4 Conectores lineales de 4 |
| 1 MOSFET 2N7008 | 2 Conectores lineales de 2 |
| 2 Display LCD DPM PM-128 | 20 Tornillos niquelados |
| 1 Op-Amp AD844AN | 16 Tuercas niqueladas |
| 1 Comparador LM311N | 1 Tarjeta p/circuito impreso 3"x 4" |
| 1 Amp- Instr. INA114AP | 1 Tarjeta perfotrada 3"x 3" |
| 1 Relevador 5VDC REED RELAY | |
| 1 Diodo 1N40045 | |
| 1 Flip-Flop tipo D CD74HCT74E | |
| 1 Convertidor rms-dc AD536AJQ | 2 Bases p/integrado de 14 patas |
| 1 Transformador 117-12V-2.5a | Bases para resistencias, capacitores y |
| 1 Tranformador 117- 12V-1A | MOSFETS |
| 1 Fusible 250V/ 1.25A | 3 Bases p/integrado de 8 patas |
| 1 Puente de diodos WOO5F | 3 Interruptores momentaneos |
| 1 Puente de diodos FBP 10 | normalmente abierto |
| 1 Regulador de voltaje KA7912 | 2 Interruptores ON/OFF |
| 1 Regulador de voltaje MC7812C | 1 Interruptor ON/OFF/ON |
| 1 Regulador de voltaje 78L05 | 1 Interruptor ON/OFF |
| 1 Regulador de voltaje 78L09 | |
| 3 Capacitores 2200 μ F | 1 Vaso de vidrio PIREX 100 ml |
| 1 Capacitor 100 μ F | 2 Manipuladores mecánicos |
| 3 Capacitores 10 μ F | 1 Aro de cobre |
| 1 Capacitor 4.7 μ F | |
| 1 Capacitor 1 μ F | |
| 10 Capacitores .1 μ F | |
| 1 Capacitor 5nF | |
| 1 Resistencia 15 Ω /2W | |
| 1 Resistencia 22 Ω | |
| 2 Resistencias 500 Ω | |
| 2 Resistencia 1k | |
| 1 Resistencia 5k | |
| 1 Resistencia 680 | |
| 1 Resistencia 13k | |
| 1 Resistencia 12k | |
| 1 Resistencia 1M | |
| 1 Potenciómetro 50k | |
| 1 LED | |
| 2 Conectores banana hembra | |
| 2 Conectores banana macho | |
| 1 Conector lineal de 6 | |

2. COMO FABRICAR PUNTAS.

2.1 Arreglo básico y conexiones

En la figura 7.6 se muestra el arreglo básico para llevar a cabo el electropulido de puntas, que incluye: una montura mecánica para el soporte del alambre que permite subir y bajar la punta de manera controlada, un vaso de precipitado de 100ml que contiene el electrolito, un pinza metálica que sostiene el aro metálico (contraelectrodo), y el controlador electrónico.

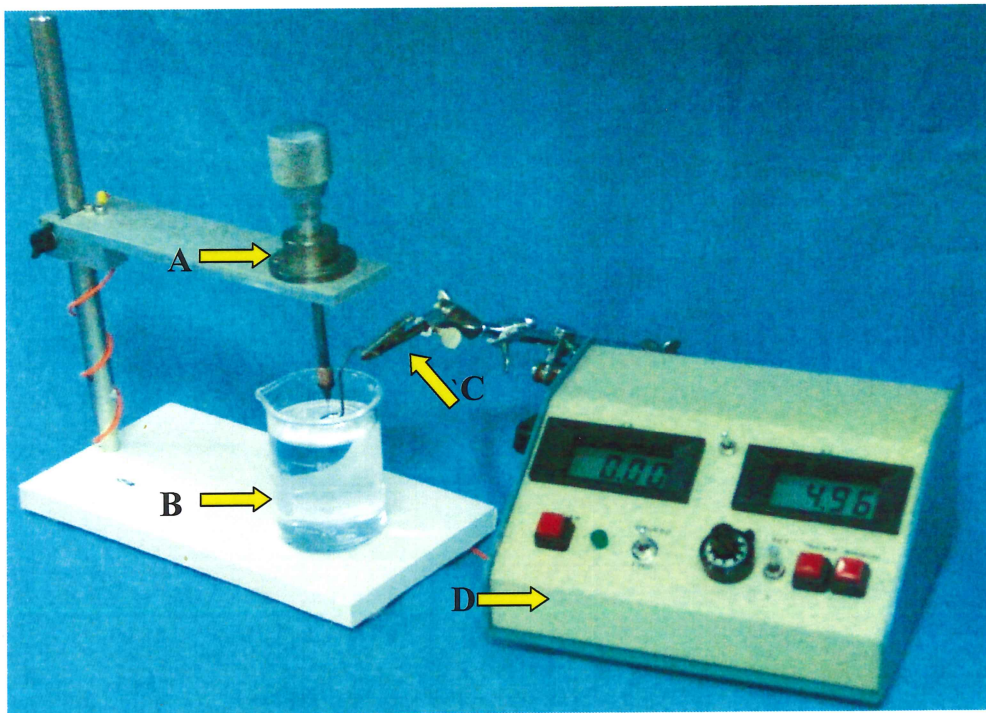


Figura 7.6. Arreglo básico para fabricar puntas de manera controlada. A: montura mecánica para posicionar el alambre; B: contenedor del electrolito; C: pinza metálica que sostiene al aro (contraelectrodo); D: controlador electrónico.

Antes de empezar con el electropulido, siga los siguientes pasos preparativos:

- Asegúrese de que el interruptor (0) esté en la posición central, esto evitará un cortocircuito en caso de que el alambre (punta) entre en contacto con el contraelectrodo.
- Conecte el equipo al tomacorriente y encienda el interruptor general.
- Conecte el cable del contraelectrodo circular (aro) al conector del cátodo. Para el contraelectrodo, se recomienda utilizar un aro de 1cm de diámetro externo fabricado con alambre de 1.5mm de diámetro. Se prefiere usar alambre de oro o de platino para evitar la oxidación, aunque también puede utilizarse de cobre, latón o acero inoxidable. El aro debe estar al mismo nivel de la solución electroquímica y centrado en el vaso.
- Conecte el cable de la punta al conector del ánodo.
- La longitud del alambre dentro de la solución debe de ser la adecuada según el método a utilizar, y estar centrado en el contraelectrodo (aro). Se recomienda utilizar un microscopio óptico con amplificación de 100x o de más amplificación.

A continuación seleccione el método de fabricación con el interruptor (0): posición hacia la izquierda para el método de corriente directa (c.d.), o hacia la derecha para el método de corriente alterna.

2.2 Electropulido por corriente directa.

- Con un alambre nuevo y dentro de la solución, seleccione afilado “GRUESO” e inicie el proceso oprimiendo el botón “INICIAR” (2). La luz verde indica que la electroerosión está en proceso, y se apagará al final del

proceso cuando la parte inferior de la punta se desprenda. Para alambre de tungsteno de 0.255mm de diámetro el tiempo de fabricación es 6-8min.

- En caso de preferir un segundo proceso de afilado, el proceso deberá interrumpirse manualmente por el operador colocando el interruptor (0) en la posición central antes de que la parte inferior de la punta se desprenda. Se requiere observar la punta a través del microscopio óptico.
- Seleccione otra vez el método de “CD” con el interruptor 0, y el afilado “FINO” con el interruptor 4. Verifique que el menisco descienda y dé inicio nuevamente al proceso oprimiendo “INICIAR”. El proceso se detendrá automáticamente al desprenderse totalmente la parte inferior y se indicará al apagarse la luz verde. Retire la punta del soporte y enjuáguela inmediatamente con un chorro suave de agua destilada o desionizada. La punta está lista para ser utilizada por el STM.

NOTA: Bajo ciertas condiciones puede llegar a desprenderse la parte inferior de la punta y no activarse el circuito de control. En estos casos habrá que repetir los pasos anteriores con un nuevo alambre o utilizar el mismo una vez que se haya recortado la punta.

2.3 Electropulido por corriente alterna.

- Verifique que el interruptor (0) se encuentre en la posición media.
- Con alambre nuevo y dentro de la solución, seleccione “REF” con el interruptor (8), y con ayuda del indicador numérico (5), seleccione el voltaje de referencia con la perilla (7). Si desea verificar el desarrollo del proceso, coloque el interruptor (8) en posición “V” y observe el voltaje de la punta en el indicador numérico (5). Inicie el proceso oprimiendo el botón “INICIAR”

- (9). El voltaje empezará a descender hasta llegar a ser igual al voltaje de referencia, cuando esto suceda se detendrá el proceso automáticamente.
- Si desea utilizar el proceso de electropulido manualmente, oprima el botón “MANUAL” en forma pulsada. Esto aplicará un voltaje pequeño a la punta durante el tiempo que dure oprimido el botón. El electropulido manual sólo es útil para tramos muy delgados de alambre, por ejemplo, para desprender la parte inferior de alguna punta aún no terminada. Para alambres con un “cuello” grueso el proceso “MANUAL” es muy lento y casi no tendrá ningún efecto, ya que se aplica un voltaje menor que el usual.
 - Si desea un segundo proceso de afilado “FINO” (método de caída) después de haber afilado por c.a., debe de existir una parte inferior que pueda desprenderse y de longitud adecuada, posicionada a una profundidad tal como se ilustra en la figura 7.7. Para dar inicio al proceso de afilado fino seleccione el método de “CD” con el interruptor (0), y afilado “FINO” con el interruptor (4). Oprima “INICIAR” (2). El proceso se detendrá automáticamente indicándose por la luz verde.

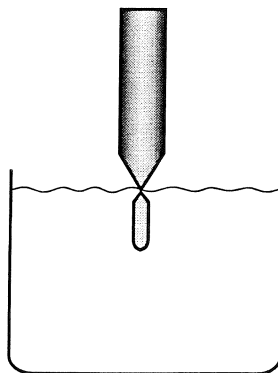


Figura 7.7. Posición del alambre para el proceso de afilado fino.