



# OPTIMIZACIÓN DE UN PROCEDIMIENTO PARA AFILAR PUNTAS DE Pt-Ir

J.M. Sobrado, C. Polop, C. Rogero, J.L. Sacedón, J.A. Martín-Gago

Instituto Ciencia de Materiales de Madrid-CSIC. Cantoblanco, 28049 Madrid. Spain

Los nuevos diseños mecánicos y electrónicos han convertido al microscopio de efecto túnel en una herramienta reproducible y fiable. Sin embargo, la punta continua siendo el parámetro más incontrolable y oscuro de esta técnica. El uso del Pt-Ir para la fabricación de puntas surgió como una alternativa a la inestabilidad y estado de oxidación de las puntas de tungsteno. Así pues, este material es uno de los principales candidatos para ser utilizado en estudios de espectroscopia túnel. El Pt-Ir se utiliza frecuentemente como punta cortándolo mecánicamente a unos 45°. Este método de preparación tan simple presenta el inconveniente de que la mayoría de las puntas tienen curvaturas elevadas que imposibilitan muchas veces la realización de imágenes topográficas.

En este trabajo presentamos una receta optimizada para afilar puntas de Pt-Ir mediante ataque electroquímico. En principio las puntas han de ser tan afiladas cuanto lo permitan los límites de rigidez y estabilidad, pero se desconocen los criterios que hacen que puntas de entre estas sean "buenas", entendiendo por buenas aquellas que permiten obtener resolución atómica. Así pues, presentamos en este trabajo una relación empírica entre una serie de parámetros controlables y la geometría microscópica de la punta, de tal forma que podamos obtener puntas con la geometría deseada.

### DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

**Montaje mecánico: vista lateral**

Anillo Anodo, Puntapuntas, Anillamiento Térmico, Hilos de Pt-Ir: cátodo, Termopar, Placa Calefactora, Solución, Ventilador, Fuente de Temperatura.

**Montaje eléctrico**

Como generador:  
a) Fuente voltaje constante  
b) Fuente de corriente, con V. constante.  
Programada con corte rápido para una caída de corriente y máxima corriente

La solución consiste en una mezcla de sales: 5 gr. de NaCl y 20 gr. de NaNO<sub>3</sub> (4:1 en peso). Estas sales funden a unos 450°C

Ánodo (anillo) y cátodo (hilo Pt-Ir) se limpian antes del ataque con ultra-sonidos

Receta importada de: Lawrence Berkeley National laboratory. USA

### FACTORES EMPÍRICOS DE LOS QUE DEPENDE LA FORMA DE LA PUNTA

**Electroquímicos:**

**Temperatura de la solución:** A 450°C se funden las sales. Temperaturas elevadas (550°C) funden el pirex y generan burbujas. Por tanto la temperatura de trabajo debe de ser la más baja posible.

**Envejecimiento de la solución:** Esta concentración envejece muy lentamente. Se obtienen puntas de alta calidad después de más de 40 ataques.

**Formación de burbujas:** Las burbujas se depositan en la zona atacada y originan formas irregulares. Tienen un doble origen: Ebullición de la solución y resultado de la electrólisis. Para evitar las primeras se debe controlar la temperatura de la solución. Para los segundos, trabajar cerca del voltaje umbral

**Geométricos-mecánicos**

**Longitud de la parte sumergida del cátodo (hilo de Pt-Ir):** Más longitud sumergida, puntas tipo lanza.

**Diámetro y naturaleza del ánodo (anillo).** Normalmente lo usamos de Ni, el de acero ensucia la solución y es menos manejable. Estudiamos diámetros de 1 a 7 mm. Más diámetro, puntas más irregulares y formas tipo-lanza.

**Sección del ánodo:** Con menor sección se obtienen puntas más cortas.

**Centraje del ánodo y estabilidad del mismo:** Al igual que en las puntas de W, este es uno de los factores más importantes para la simetría de las puntas

*Voltajes elevados, ánodo descentrado y formación de burbujas, son algunos de los parámetros Responsables de formas de punta irregulares*

*Diámetros largos del anillo, y longitudes sumergidas grandes favorecen la formación de puntas tipo-lanza*

**Eléctricos**

**Tiempo de corte:** No hemos estudiado este parámetro.

**Voltaje:** El voltaje que a de ser algo superior al voltaje umbral de la solución. Un voltaje pequeño garantiza la uniformidad de la geometría final

### ENCUESTA PARA PILOTOS DE STM

Por favor, completa la siguiente encuesta, según tu experiencia y para materiales distintos al grafito

**La calidad de una imagen STM:**  
No depende de la forma global de la punta:  
Trabajo inútil, la punta está tan viva que su geometría general es irrelevante  
Depende pero no sabemos como:  
Más esfuerzo en esta línea para conseguir puntas más estables relacionar geometría-calidad y saber antes de introducir la punta si va a funcionar o no.  
Depende, y son mejores las puntas:  
Largas - cortas  
forma tetón, □, forma lanza ▷, esta que dibujo

**Utilizo para estudios morfológicos puntas de:**  
W Pt-Ir cortado Pt-Ir afilada electroquímicamente Pt-Ir comercial Otras:

**Puntas para imágenes de resolución atómica de:**  
W Pt-Ir cortado Pt-Ir afilada electroquímicamente Pt-Ir comercial Otras

**Para estudios espectroscópicos utilizo:**  
W Pt-Ir cortado Pt-Ir afilada electroquímicamente Pt-Ir comercial Otras

**Y veo una clara diferencia entre unas y otras:** SI NO

**Trato la punta in-situ antes de operar:**  
NO, nunca  
Primero no, si se resiste SI  
SI, por norma

**Como la trato?:**  
Calentamiento a °  
Bombardeo iónico a KV y con incidencia  
Field-emission a:  
Otras:

**Indica tu situación:** Plantilla Post-doc Estudiante

¿Existe una correlación entre la forma y la calidad de la imagen?

*Punta comercial afilada de Pt-Ir: Nunca hemos conseguido imágenes de resolución atómica con ellas.*

### RECETA FINAL

Ánodo de níquel de sección 0.5 mm con diámetro interno del anillo de 1 mm  
La longitud de inmersión en la cuba del Pt-Ir fue aproximadamente de 2 mm.  
Realizada con un voltaje constante de 1.7 Voltios, a una temperatura de unos 500°C.

Ánodo de níquel de sección 0.5 mm con diámetro interno del anillo de 1 mm  
La longitud de inmersión en la cuba del Pt-Ir fue aproximadamente de 3 mm.  
Realizada con un voltaje constante de 1.7 Voltios, a una temperatura de unos 500°C.

Ánodo de níquel de sección 0.8 mm y con diámetro interno del anillo de 5 mm, aunque con diámetros parecidos el cambio no fue significativo, la longitud de inmersión por debajo del ánodo fue de 3 mm.  
Electrónica de corte rápido, con los siguientes ajustes. Nivel de corte 0.4mA y ajuste de corriente 6 mA.  
La punta se formó en aproximadamente doce minutos.

### CARACTERIZACIÓN (I-V) e (I-t)

**Curvas I-V para distintas soluciones**

**Proceso de Electrólisis seca**

El principio de la electrólisis seca se funda en la descomposición de una sal fundida bajo la acción de una corriente continua

La electrólisis de una sal metálica no tiene lugar sino cuando la tensión en los bornes es superior a un valor característico para cada metal o cada sal. Este es el llamado Voltaje Umbral

Serie de puntas realizadas para distintas longitudes de inmersión. Fuente de Voltaje constante 1.7 V. Temperatura unos 500°C

A más longitud sumergida más corriente, proceso más rápido y puntas tipo lanza  
Longitudes cortas sumergidas, puntas más romas.