



DESIGN E IMPLEMENTAÇÃO DE UM PORTA AMOSTRAS PARA REALIZAÇÃO DE LUMINESCÊNCIA EM Si(111) 7X7 UTILIZANDO STM

Palavras-Chave: LUMINESCÊNCIA, STM, SILÍCIO

Autores:

Zeno de Castro Brandão - IFGW

Prof. Dr. Luiz Fernando Zagonel (orientador) - IFGW

1 Introdução

Este trabalho descreve o design e a montagem de um porta amostras especial para realização de Fotoluminescência (PL, do inglês) *in-situ* e STM-LE na superfície reconstruída do Si(111)7X7 dentro de um LT-STM da RHK, modelo *UHV PanScan Flow Cryo STM*.

A Microscopia de Varredura por Tunelamento (STM) é uma técnica de análise da superfície de materiais capaz de atingir resoluções atômicas. Seu funcionamento se baseia, como indica o nome, no tunelamento através do vácuo de portadores de carga pouco energéticos de uma ponta muito fina para a superfície da amostra. Esse tunelamento resulta em uma corrente que pode ser relacionada com a altura individual dos átomos, permitindo um mapeamento topográfico de uma amostra. Também é possível o estudo da densidade local de estados (LDOS) através de Espectroscopia de Varredura por Tunelamento (STS) [1].

Além dessas técnicas, também é possível realizar fotoluminescência (PL) *in-situ* ao excitar a amostra com um laser. Ou ainda, realizar Luminescência Induzida por STM (STM-LE), que consiste em excitar uma amostra usando a própria ponta através da corrente de tunelamento e então captar a luz emitida. Em conjunto, estas complementam as possibilidades de caracterização optoeletrônicas do equipamento com alta resolução [2]. Estas técnicas em particular necessitam de alterações específicas ou um design dedicado para a realização em um equipamento de STM dado a necessidade de uma coleção efetiva da luz emitida pela amostra. A recente implementação de um sistema de captação de luz no LT-STM em questão permite a aplicação destas duas técnicas à amostras ao utilizar um espelho parabólico para a coleção

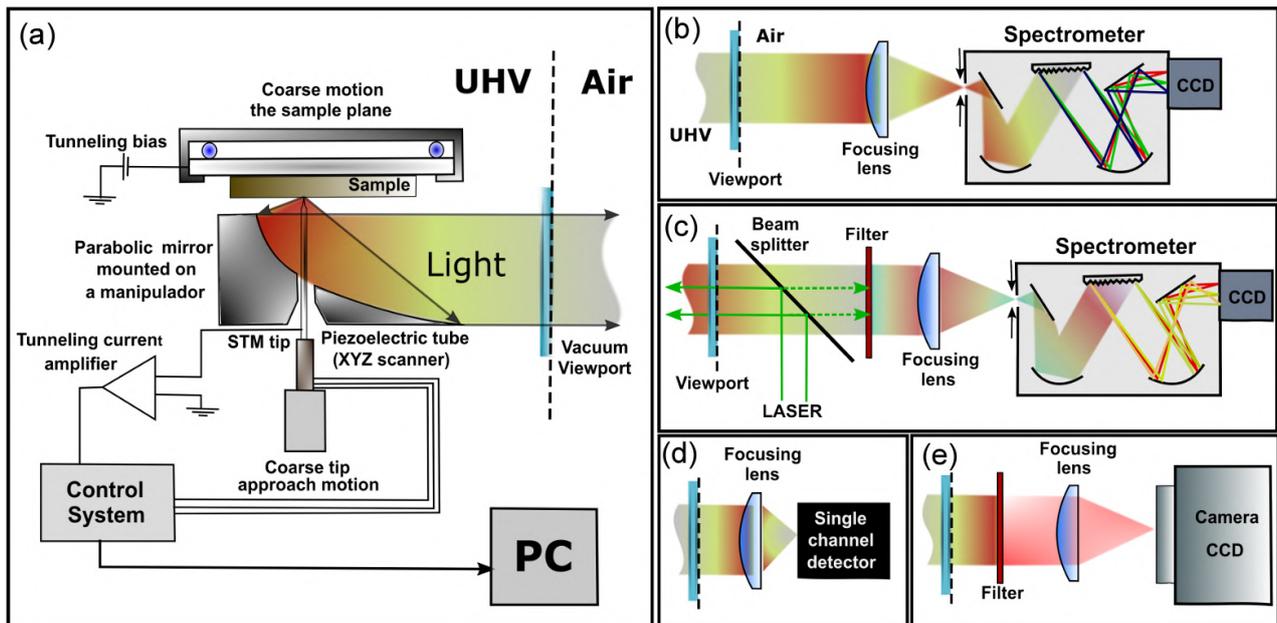


Figura 1: Sistema de coleção de luz e possibilidades de aplicação. Retirado de [3]

da luz emitida [3], que é então transmitida para um espectrômetro e uma câmera CCD, para a realização de diferentes análises, como visível na figura 1.

O imageamento da estrutura atômica da reconstrução 7×7 da superfície do Si(111) de acordo com o modelo DAS (Dimer-Adatom-Stacking Fault model) [4] é um teste sólido, dado a extensa literatura correspondente, para testar a capacidade de uma amostra ou equipamento na aplicação das técnicas possíveis em um LT-STM, como realizado em [3]. A passagem de corrente controlada em uma amostra pura e adequada de silício em condições de UHV é suficiente para a reconstrução, seu preparo é mais simples em contraste com outras amostras com preparo mais complexo que se planeja estudar com essas técnicas.

Apesar da realização, pelo grupo de pesquisa local, da reconstrução e imageamento da superfície 7×7 do silício, as técnicas de PL e STMLE não puderam ser aplicadas dado um aspecto central do sistema de coleção de luz. O porta amostras padrão utilizado mantém a amostra muito baixa para a coleção de luz efetiva pelo espelho, sendo este o principal diferencial do porta amostras apresentado neste relatório e como é descrito mais profundamente nas seções adiante.

2 Métodos

Um porta amostras é um componente central de um STM capaz de sustentar as condições de UHV, altas temperaturas de *annealing* e reconstrução, e também baixas temperaturas (80 K com LN_2 ou 4K com LHe) que são aplicadas à diferentes amostras. É essencial para o manuseio de uma amostra limpa, permitindo estabilidade e suporte mecânico assim como passagem de corrente.

Para realização de PL e STM-LE sobre uma amostra de silício, é necessário que a

amostra de silício esteja no plano mais elevado do porta amostras, de forma que não haja obstrução na captação da luz emitida pela amostra. Como é visível na figura 1a), a amostra deve ficar muito próxima da superfície do espelho. A seguir, é descrita a implementação de um porta amostras que possui essa capacidade.

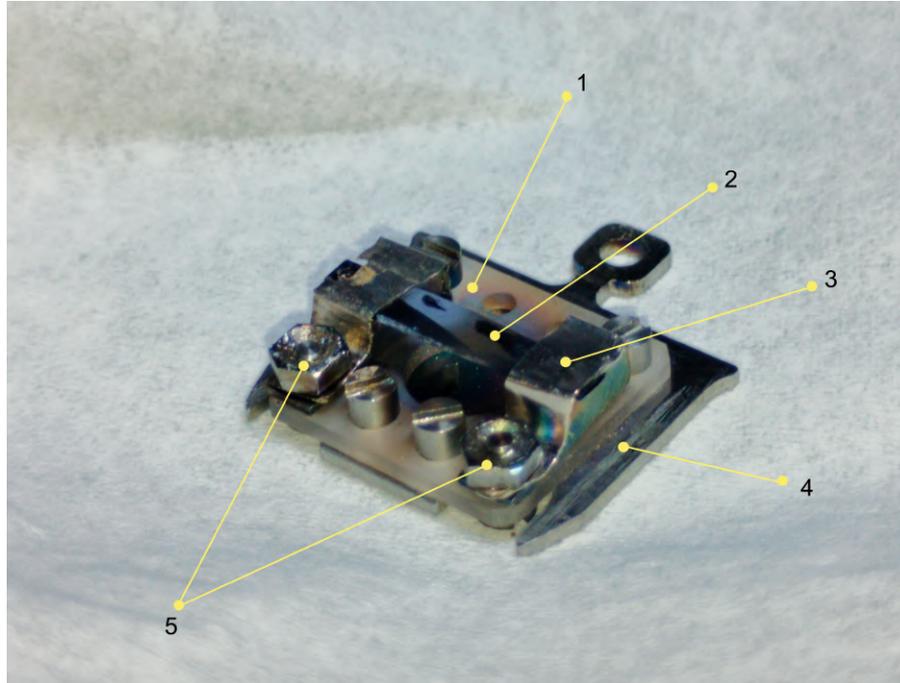


Figura 2: Porta amostras para realização de luminescência com os componentes e materiais indicados. 1. isolante em PEEK; 2. amostra de silício; 3. fitas de níquel para fixação; 4. suporte de aço inox; 5. parafusos e porcas de molibdênio.

Inicialmente foi realizado o desenho do porta amostras no software AutoDesk Inventor considerando as principais necessidades de suportar uma amostra pura de silício e tornar o funcionamento do porta amostras compatível com as técnicas desejadas como o outro porta amostras não foi capaz. Ainda sim, o porta amostras modificado é em grande similar ao porta amostras padrão. Foram projetados dois degraus como suportes laterais para a amostra que seriam fixados por parafusos na parte mais baixa, de modo que a amostra ficasse no plano mais alto do conjunto. Apesar da preocupação de que a tensão mecânica aplicada pelos parafusos nas laterais causasse uma envergadura na parte mais fina dos degraus não se constatou deformações.

Neste projeto, a amostra deve ficar apoiada sobre dois suportes laterais prendendo suas extremidades com fitas de níquel garantindo passagem de corrente e estabilidade mecânica. A amostra de silício foi fixada através de fitas para evitar a clivagem sob pressão mecânica excessiva. É necessário que a base de aço inox não esteja em contato elétrico com a parte superior onde a amostra fica, de forma que a base esteja aterrada quando dentro do LT-STM. O contato elétrico entre os dois suportes é feito através de parafusos de molibdênio que ficam por sua vez em contato com molas presentes no *slot* interno do STM, onde é possível a passagem de corrente pela amostra para a reconstrução. O isolamento entre a base e os suportes foi feito com polyetheretherketone (PEEK), um ótimo isolante térmico e elétrico para uso em UHV.

O porta amostras foi usinado e montado com os componentes indicados. Os materiais utilizados foram considerados de forma a suportar as correntes de até 4.6 A e também que a parte central da amostra de silício atinge temperaturas de 1200 °C durante a reconstrução, além das baixíssimas pressões no regime de ultra alto vácuo (UHV) da câmara do STM.

A amostra utilizada no novo porta amostras foi clivada de um *wafers* de silício dopado com átomos de boro (P-type) com a orientação <111> desejada e 300 μm de espessura. A resistência nominal era de 0.1-0.5 $\Omega\cdot\text{cm}$. As dimensões finais da amostra foram a de uma fita de 2 mm \times 13 mm. Foram necessários ajustes no tamanho das porcas e fitas que mantinham o suporte da amostra fixo para que essa encaixasse dentro dos *slots* do STM.

Após se observar que não havia passagem de corrente no *slot* interno, se constatou que o contato da amostra com as fitas de níquel não era suficientes para a passagem da corrente, sendo a resistência total muito alta. Provavelmente uma consequência do acúmulo da camada de SO_2 (óxido de silício) formada sobre a superfície da amostra em contato com o ar. A resistência entre parafusos, medida diretamente, foi constatada como da ordem de aproximadamente 10k Ω . Para melhora do contato, ranhuras foram feitas com uma ponta de diamante sobre a superfície da amostra que faz contato com as fitas de níquel e cola prata, uma suspensão de partículas de prata que melhora a condutividade entre superfícies, foi aplicada sobre o contato. Em pressão e temperaturas ambiente, e em contato com o ar foi aplicada uma baixa tensão sobre os parafusos, sendo possível observar um início de passagem de corrente e também uma redução progressiva na resistência da amostra abaixo de 1k Ω . Neste teste a tensão deve ser baixa, para que não haja oxidação completa da amostra.

Havendo passagem de corrente na amostra dentro do equipamento, é necessário a limpeza da superfície da amostra antes da reconstrução. Tanto a limpeza quanto a reconstrução devem ser realizadas em pressões sempre abaixo de 1×10^{-7} Torr, ou seja, no regime de UHV no qual o equipamento opera.

Estes procedimentos removem completamente a camada de óxido que se forma sobre a amostra em contato com o ar, sendo esta a principal responsável pela dificuldade de passagem de corrente observada.

3 Conclusão e Perspectivas

Neste relatório está apresentado o procedimento e a motivação para o desenvolvimento de um porta amostras capaz de realizar PL *in-situ* e STM-LE dentro do sistema do respectivo sistema de coleção de luz. As mudanças quanto ao porta amostras padrão são pontuais, e atendem as necessidades de um design que permita a realização das técnicas desejadas com uma elevação da amostra para mais perto do espelho coletor de luz. Caso necessário, os componentes do porta amostras serão alterados para sustentar melhor as condições de alta temperatura da reconstrução.

Espera-se uma aplicação efetiva das técnicas de luminescência sobre a amostra utilizando este porta amostras, que deve primeiro ser capaz de realizar o imageamento da superfície

7x7 do Si(111) reconstruída utilizando a técnica de STM.

Referências

- [1] Wiesendanger R. 1994 *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Methods and Applications*. Cambridge University Press. (doi:[10.1017/CBO9780511524356](https://doi.org/10.1017/CBO9780511524356)).
- [2] Lebedev DV, Shkoldin VA, Mozharov AM, Permyakov DV, Dvoretckaia LN, Bogdanov AA, Samusev AK, Golubok AO, Mukhin IS. 2021 Scanning tunneling microscopy-induced light emission and $i(v)$ study of optical near-field properties of single plasmonic nanoantennas. *The Journal of Physical Chemistry Letters* **12**, 1, 501–507. (doi:[10.1021/acs.jpcclett.0c03039](https://doi.org/10.1021/acs.jpcclett.0c03039)).
- [3] Peña Román RJ, Auad Y, Grasso L, Padilha LA, Alvarez F, Barcelos ID, Kociak M, Zagonel LF. 2022 Design and implementation of a device based on an off-axis parabolic mirror to perform luminescence experiments in a scanning tunneling microscope. *Review of Scientific Instruments* **93**, 4, 043704. (doi:[10.1063/5.0078423](https://doi.org/10.1063/5.0078423)).
- [4] Takayanagi K, Tanishiro Y, Takahashi S, Takahashi M. 1985 Structure analysis of si(111)-7 × 7 reconstructed surface by transmission electron diffraction. *Surface Science* **164**, 2, 367–392. (doi:[https://doi.org/10.1016/0039-6028\(85\)90753-8](https://doi.org/10.1016/0039-6028(85)90753-8)).