

**Instituto Politécnico Nacional.**

**Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias  
Extractivas.**

**Tesis**

**Que para obtener el grado de Ingeniero Químico Industrial.**

**Caracterización de materiales por medio de  
microscopía de fuerza atómica**

**Presenta:**

**Miguel Ángel Urbano Ramírez**

**Asesores:**

**Carmen Magdalena Reza San Germán  
Juan Vicente Méndez Méndez**

Ciudad de México, Noviembre 2018

T-083-18

Ciudad de México, a 26 de septiembre de 2018.

Al C. Pasante:  
**MIGUEL ÁNGEL URBANO RAMÍREZ**

Boleta:  
**94100956**

Carrera:  
**IQI**

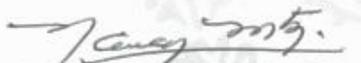
Generación:  
**1996-2000**

Mediante el presente se hace de su conocimiento que la Subdirección Académica a través de este Departamento autoriza que la C. **Dra. Carmen Magdalena Reza San German** y el **Ing. Juan Vicente Méndez Méndez**, sea asesora en el tema que propone usted desarrollar como prueba escrita en la opción **Tesis Individual**, con el título y contenido siguiente:

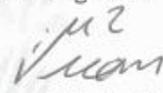
**"Caracterización de materiales por medio de microscopía de fuerza atómica"**

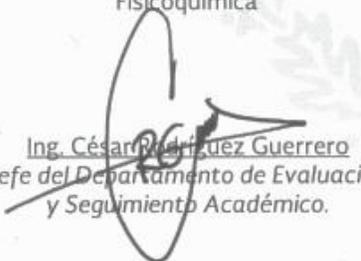
Resumen.  
Introducción.  
I.- Antecedentes.  
II.- Técnicas de caracterización por AFM.  
III.- Modos adicionales de operación AFM y STM.  
IV.- Ejemplos de aplicaciones del AFM y análisis de resultados.  
Conclusiones.  
Referencias.

Se concede un plazo máximo de un año, a partir de esta fecha, para presentarlo a revisión por el Jurado asignado.

  
Drá. Nancy Petra Martínez Cruz  
Presidenta de la Academia de  
Fisicoquímica

  
Dra. Carmen Magdalena Reza San German  
Directora Interna  
Ced. Prof. 10508841

  
Ing. Juan Vicente Méndez Méndez  
Director Externo  
Ced. Prof. 3986033

  
Ing. César Rodríguez Guerrero  
Jefe del Departamento de Evaluación  
y Seguimiento Académico.

  
M. en C. Ysaura García Maldonado  
Subdirectora Académica



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL  
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E  
INDUSTRIAS EXTRACTIVAS



## CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad México del día **09** del mes de **noviembre** del año **2018**, el/la que suscribe: **Miguel Ángel Urbano Ramírez** estudiante del Programa de: **Ingeniería Química Industrial** con número de Boleta: **94100956**, manifiesta que es autor/a intelectual del presente trabajo escrito, por la opción: **Tesis Individual** bajo la dirección del profesor/a **Dra. Carmen Magdalena Reza San German**, ceden los derechos del trabajo intitulado **Caracterización de materiales por medio de microscopía de fuerza atómica**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección de correo electrónico **miguel.urbano.ramirez@gmail.com**. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Atentamente

Miguel Angel Urbano Ramirez

Nombre y Firma del/la estudiante

Juan

Juan Vicente Méndez Méndez

Nombre y Firma del profesor/a

Carmen M. Reza San German

**T-083-18**

Ciudad de México, a 09 noviembre de 2018.

Al C. Pasante:

**MIGUEL ÁNGEL URBANO RAMÍREZ  
PRESENTE**

Boleta:

**94100956**

Carrera:

**IQI**

Generación:

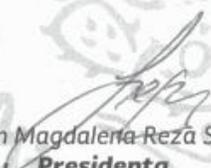
**1996-2000**

Los suscritos tenemos el agrado de informar a usted, que habiendo procedido a revisar el borrador de la modalidad de titulación correspondiente denominado:

**"Caracterización de materiales por medio de microscopía de fuerza atómica"**

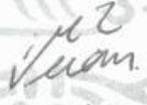
encontramos que el citado Trabajo escrito de **Tesis Individual**, reúne los requisitos para autorizar el Examen Profesional y **PROCEDER A SU IMPRESIÓN** según el caso, debiendo tomar en consideración las indicaciones y correcciones que al respecto se le hicieron.

Atentamente  
**JURADO**

  
Dra. Carmen Magdalena Reza San German  
**Presidenta**

  
Dra. María Elena Manríquez Ramírez  
**Secretaria**

  
M. en C. Miriam Estrada Flores  
**1er. Vocal**

  
Ing. Juan Vicente Méndez Méndez  
**2° Vocal**

  
Físico. Vicente Garibay Febles  
**3er. Vocal**

---

# Agradecimientos

A mis asesores, la Dra. Carmen Reza y el Dr. Juan Vicente Méndez por su paciencia y su sabia guía en la elaboración del presente trabajo.

A mi esposa Consuelo Ávila que me ayuda a ser mejor todos los días, así como a mis hijos Gabriel, Emilio y Sebastián para que siempre se esfuercen y obtengan sus logros basados en el trabajo arduo y enaltecedor.

A la ESIQIE por ser la mejor escuela que pude tener para formarme como profesionista y de la cual recibí una gran instrucción académica, y donde tuve grandes amistades y excelentes profesores que también te complementan en la parte humana.

Al Centro de Nanociencias y Micro y Nanotecnologías del Instituto Politécnico Nacional por ser un excelente lugar que permite a la comunidad politécnica en su quehacer científico y en mi caso particular me ha permitido aprender y confirmar conocimientos aplicados a mi actividad profesional de todos los días.

Al Dr. Vicente Garibay Febles por su gran amistad de tantos años y su honradez. Con sus aportaciones tan valiosas he aprendido muchísimo para no cometer los mismos errores.

A mis padres y hermano Alejandro por darme la oportunidad de vivir esta experiencia.

A todos mis sinodales por sus invaluable observaciones.

---

---

# Tabla de contenido.

Agradecimientos.....	v
Lista de figuras.....	viii
Lista de tablas.....	xi
Simbología.....	xii
Resumen.....	1
Introducción.....	2
Justificación.....	4
Objetivo general.....	4
Objetivos Específicos.....	4
Capítulo 1.....	5
1.1 Historia del Microscopio de Fuerza Atómica.....	5
1.2 Fuerzas presentes en la interacción punta-muestra.....	9
1.2.1 Fuerza de adhesión ( $F_d$ ).....	9
1.2.2 Fuerza van der Waals ( $F_{vdw}$ ).....	9
1.2.3 Fuerza electrostática ( $F_{el}$ ).....	9
1.2.4 Fuerza química ( $F_{Chem}$ ).....	10
1.2.5 Fuerza magnética ( $F_{mag}$ ).....	10
1.2.6 Fuerza de arrastre ( $F_d$ ).....	10
1.2.7 Curva de fuerza.....	12
1.2.8 Diagrama de funcionamiento del MFA.....	13
1.3 Partes del Microscopio de Fuerza Atómica.....	14
1.3.1 Controlador.....	15
1.3.2 Microscopio Óptico de Video.....	15
1.3.3 MultiMode 8.....	16
1.3.3.1 Cabeza óptica.....	17
1.3.3.2 Fotosensor.....	19
1.3.3.3 Porta vigas.....	20
1.3.3.4 Viga en Voladizo.....	22
1.3.3.4.1 Tipos de viga y puntas.....	24
1.3.3.5 Escáner.....	28
1.3.3.6 Base del MultiMode.....	29
Capítulo 2.....	31
2.1 STM.....	31
2.2 Modo contacto.....	35

---

2.3	Modo Tapping .....	37
2.3.1	Principales parámetros de operación en el modo Tapping.....	39
2.3.2	Valor eficaz o RMS .....	43
2.4	PeakForce Tapping.....	44
2.5	Curvas de fuerza.....	46
2.6	ScanAsyst .....	49
Capítulo 3.....		50
3.1	STS (Espectroscopía STM).....	50
3.2	Microscopía de Fuerza Lateral (Lateral Force Microscopy) .....	51
3.3	Fase (Phase).....	55
3.4	Interleave .....	56
3.5	Microscopía de Fuerza Magnética (MFM).....	57
3.6	PeakForce QNM .....	58
3.7	AFM Conductivo (C-AFM) y Tunelamiento AFM (TUNA).....	60
3.8	Microscopía de Potencial de Superficie (SPoM) .....	61
Capítulo 4.....		63
4.1	Canales capturados .....	64
4.1.1	Canales en el modo Contacto .....	65
4.1.2	Canales en el modo Tapping.....	65
4.1.3	Canales en el modo de Microscopía de Fuerza Lateral (LFM) .....	66
4.2	Flatten (Aplanamiento).....	67
4.3	2D Image (imagen en 2D) .....	68
4.4	3D Image (Imagen en 3D).....	69
4.5	Depth (Profundidad).....	71
4.6	Section (Sección) .....	72
4.7	Crop and Split (Cortar y Dividir) .....	74
4.8	Step (Escalón).....	75
4.9	Width (Ancho) .....	78
4.10	Roughness (Rugosidad).....	79
4.11	Ejemplo de aplicación de Nanoman.....	80
Conclusiones.....		83
Bibliografía.....		84

---

## Lista de figuras.

Figura 1-1 Fotografías de Roehrer (izquierda) y Binning (derecha), ganadores del premio Nobel de Física en 1986. Tomada de <a href="http://www.nobelprize.org">www.nobelprize.org</a> .....	5
Figura 1-2 Fotografía de Ernst Ruska, también ganador del premio Nobel de Física en 1986. Tomada de <a href="http://www.nobelprize.org">www.nobelprize.org</a> .....	6
Figura 1-3 Foto de rejilla de calibración. Tomado y adaptado de Yung. ....	7
Figura 1-4 Esquema básico de Quate, Gerber y Binning para su AFM.....	8
Figura 1-5 Desviación de las líneas de flujo alrededor de la viga en voladizo, imagen cortesía del Dr Juan V Méndez. ....	11
Figura 1-6 la fuerza interatómica & curva distancia.....	12
Figura 1-7 Diagrama de funcionamiento del AFM. (Imagen propiedad de Buker).....	14
Figura 1-8 MultiMode 8, (tomado de (Bruker,2011)).....	14
Figura 1-9 Controlador NanoScope V con adaptador de 37 pines .....	15
Figura 1-10 Microscopio óptico .....	16
Figura 1-11 Representación del campo de visión que se observa en el microscopio óptico, al alinear el láser sobre la viga. ....	16
Figura 1-12 Componentes básicos de un AFM modelo MultiMode. ....	17
Figura 1-13 Diagrama de la cabeza óptica de un SPM MultiMode, tomado de (Bruker,2011) .....	17
Figura 1-14 Puntos de apoyo de la cabeza óptica sobre el escáner. ....	18
Figura 1-15 Colocando cabeza óptica sobre el escáner usando los resortes de retención	18
Figura 1-16 Fotodiodo de dos segmentos.....	19
Figura 1-17 Fotodiodo de cuatro segmentos.....	20
Figura 1-18 Porta Vigas en vista superior e inferior. ....	20
Figura 1-19 Varios tipos de Porta Vigas. ....	21
Figura 1-20 Viga colocada en el Porta Vigas. ....	21
Figura 1-21 Insertando Porta Viga en la Cabeza Óptica. A) Vista Frontal. B) Vista Posterior .....	22
Figura 1-22 Punta montada en el extremo de la viga en voladizo.....	23
Figura 1-23 Vigas de Nitruro de Silicio (forma en V). Cortesía CNMN-IPN.....	23
Figura 1-24 Vigas de Silicio (forma rectangular). Cortesía CNMN-IPN .....	23
Figura 1-25 a) punta de viga modelo DNP-10 (punta A), b) punta de viga modelo RTESP, fabricada por Bruker, Camarillo, California USA, imágenes cortesía de CNMN-IPN. ....	24

---

Figura 1-26 Viga en forma de “V” (A) y rectangular (B). Las propiedades mecánicas, tales como la fuerza constante y la frecuencia de resonancia, dependen de los valores de ancho (W), longitud (L) y espesor (T). Tomado de (Braga, et al.,2004).	25
Figura 1-27 Punta modelo TESP_HAR, para operación en Tapping de muestras muy profundas. Tomado de <a href="http://www.brukerafmprobes.com">http://www.brukerafmprobes.com</a>	25
Figura 1-28 Punta estándar para Tapping (RTEP-300). Tomado de <a href="http://www.brukerafmprobes.com">http://www.brukerafmprobes.com</a>	26
Figura 1-29 Punta afilada estándar de Nitruro de Silicio (SNL-10). Tomado de <a href="http://www.brukerafmprobes.com">http://www.brukerafmprobes.com</a>	27
Figura 1-30 Punta de ScanAsyst para operación en Aire. (SCANASYST-AIR). Tomado de <a href="http://www.brukerafmprobes.com">http://www.brukerafmprobes.com</a>	27
Figura 1-31 Punta MESP para MFM. Tomado de <a href="http://www.brukerafmprobes.com">http://www.brukerafmprobes.com</a>	28
Figura 1-32 Movimiento XY del escáner	28
Figura 1-33 Base MultiMode. Cortesía de IPN CNMN	29
Figura 1-34 Selector de modo de operación en la base MultiMode. Cortesía de IPN-CNMN	30
Figura 1-35 Pantalla LCD en base MultiMode. Cortesía de IPN-CNMN	30
Figura 2-1 Esquema de punta y la muestra la interacción de los STM.	32
Figura 2-2 Dependencia del radio de curvatura con respecto al tiempo de corte. Fotografías con SEM de puntas con diferentes tiempos. (a) 600 ns, con un radio de curvatura promedio de 32nm. (b) 140 ms, con un radio de curvatura promedio de 58 nm. (c) 640 nm, con un radio de curvatura promedio de 100 nm (imagen tomada de Ibe et al., 1990)	33
Figura 2-3 Modo STM de altura constante	34
Figura 2-4 Modo STM de corriente constante	34
Figura 2-5 En modo contacto, la punta sigue directamente la topografía de la superficie mientras es barrida.	36
Figura 2-6 Diagrama esquemático de un AFM en el modo contacto.	37
Figura 2-7 Diagrama esquemático del modo Tapping (imagen tomada de Bruker)	38
Figura 2-8 Amplitud de la oscilación del cantiléver antes y durante el barrido. Tomado de (Prater, et al.,1995)	40
Figura 2-9 Rango sugerido para Drive Frequency.	41
Figura 2-10 Frecuencia de resonancia nominal. Tomado de <a href="http://www.brukerafmprobes.com">www.brukerafmprobes.com</a>	41
Figura 2-11 Panel de control Auto Tune.	42
Figura 2-12 Diagrama que muestra la relación entre los valores RMS, valor pico y valor pico-pico.	43
Figura 2-13 Curvas de fuerza tomas con PFT. El cantiléver describe un movimiento senoidal y las curvas se grafican vs tiempo y distancia. Tomado de (Kaemmer,2011)	45

---

Figura 2-14 Diagrama esquemático de un solo ciclo para Peak Force Tapping. Tomado de (Trtik, et al.,2012) .....	46
Figura 2-15 Curva de fuerza obtenida de la indentación de un material rígido .....	47
Figura 2-16 Indentación de un material relativamente suave en fluido líquido. (Imagen modificada de Bruker) .....	48
Figura 2-17 a) Latido de corazón y b) curva de fuerza. ....	48
Figura 3-1 (a) Flexión vertical y (b) torsión lateral de una viga rectangular. Tomado de (Schwarz, et al.,1996) .....	51
Figura 3-2 Fotodetector para LFM. Tomado de (Howland, et al.,1996).....	52
Figura 3-3 Deflexión lateral de la viga por cambios de fricción en la superficie (arriba) y por cambios de pendiente (abajo. Tomado de (Howland, et al.,1996) .....	53
Figura 3-4 Datos LFM reales. Tomado de (Bruker,2011) .....	54
Figura 3-5 Artifacts en datos LFM. Tomado de (Bruker,2011) .....	54
Figura 3-6 Señal de Fase. (Tomada de Bruker) .....	55
Figura 3-7 Interleave. Tomado de Bruker.....	56
Figura 3-8 Principio de operación MFM LiftMode.....	57
Figura 3-9 Muestra de una mezcla de Poliestireno y Polietileno de Baja Densidad. Tomado y adaptado de PeakForce QNM User Guide, Bruker. ....	59
Figura 3-10 Diagrama de funcionamiento para CAFM y TUNA.....	60
Figura 3-11 Diagrama de KPFM. Tomado y adaptado de Bruker .....	61
Figura 4-1 Pantalla principal donde se muestran las diferentes herramientas disponibles a), imágenes capturadas en los diferentes canales b). ....	65
Figura 4-2 Herramienta <i>Flatten</i> .....	67
Figura 4-3 Imagen antes de aplicar aplanado. ....	67
Figura 4-4 Imagen des pues de aplicar el aplanado grado 1. ....	67
Figura 4-5 Herramienta <i>Imagen en 2D</i> .....	68
Figura 4-6 Medición de cara del hexágono formado por un ojo de libélula, imagen cortesía de IPN CNMN,.....	69
Figura 4-7 Herramienta <i>Imagen en 3D</i> .....	69
Figura 4-8 Imagen 3D obtenida del escaneo de un ojo de libélula, “esta imagen corresponde a solo una seccion del ojo”, cortesía IPN CNMN.....	70
Figura 4-9 Herramienta <i>Profundidad</i> .....	71
Figura 4-10 Se observan una imagen 3D de canales construidos por nanolitografía.....	71
Figura 4-11 ventana desplegada después de activar la herramienta de profundidad, automáticamente esta función determina la profundidad de la muestra, en a) podemos	

---

observar la distribución de las alturas de las geometrías dominantes h1 y h2 y en b) se tienen los datos numéricos. ....	72
Figura 4-12 Herramienta <i>sección</i> .....	73
Figura 4-13 En la figura a) se puede observar la aplicación de la herramienta <i>section</i> , sobre la imagen topográfica ( <i>height</i> ) se traza una línea, en la figura b) se observa el perfil trazado por la línea sobre esta se pueden realizar mediciones con la ayuda de los ejes. Muestra cortesía de IPN CNMN .....	73
Figura 4-14 Herramienta <i>Cortar y Dividir</i> .....	74
Figura 4-15 Ejemplo de uso de la herramienta <i>Cortar y Dividir</i> .....	75
Figura 4-16 Herramienta <i>Escalón</i> .....	75
Figura 4-17 Patrón 3D fabricado por medio de nanolitografía sobre silicio. ....	75
Figura 4-18 Pantalla desplegada al activar comando <i>Escalón (Step)</i> con una imagen 2D para seleccionar área y determinar el escalón, a la derecha se ve la sección transversal del escalón seleccionado. ....	77
Figura 4-19 sección transversal de escalón. ....	77
Figura 4-20 Herramienta <i>Ancho</i> .....	78
Figura 4-21 Canales fabricados por medio de nanolitografía. ....	78
Figura 4-22 Pantalla de resultados de la función <i>with</i> , en esta se despliega la distribución de alturas de un área seleccionada de geometrías regulares. ....	79
Figura 4-23 Herramienta <i>Rugosidad</i> .....	79
Figura 4-24 Líneas de trazo, usando la herramienta de trayectoria “ <i>path</i> ” por líneas. ....	81
Figura 4-25 Impresión sobre superficie por medio de AFM-nanolitografía, utilizando la técnica de rayado ( <i>scratch</i> ) .....	82

## Lista de tablas

. Tabla 3-1 Puntas recomendadas para PeakForce QNM. Tomado de PeakForce QNM User Guide, Bruker .....	60
--	----

---

# Simbología

AFM	Abreviatura del término en inglés Atomic Force Microscopy
CAFM	Abreviatura del término AFM Conductivo (en inglés Conductive AFM)
KPFM	Abreviatura del termino en inglés Kelvin Probe Force Microscopy
MFA	Microscopio de Fuerza Atómica, del termino en inglés AFM (Atomic Force Microscope)
MFM	Abreviatura del término Microscopía de Fuerza Magnética (en inglés Magnetic Force Microscopy)
nm	Abreviatura de nanómetros, expresada en términos métricos equivale a $1 \times 10^{-9}$ metros
Si	Silicio
SPoM	Abreviatura del término en inglés Surface Potential Microscopy, es otra de denominación de la técnica KPFM
SPPM	Abreviatura del término en inglés Surface Potential Microscopy, es otra de denominación de la técnica KPFM
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Nitruro de Silicio
Cr	Cromo
Al	Aluminio
Au	Oro
pN	Unidad de fuerza, denominada pico Newton, expresada en términos métricos equivale a $1 \times 10^{-12}$ N
QNM	Abreviatura del término en inglés Quantitative NanoMechanics
STM	Abreviatura del término en inglés Scanning Tunneling Microscopy (Microscopía de Tunelamiento)
TUNA	Abreviatura del término en inglés Tunneling AFM

---

# Resumen

Este trabajo presenta material en español acerca de la técnica de caracterización de Microscopía de Fuerza Atómica en español con la suficiente profundidad para las personas interesadas y para aquellas que requieran tener un conocimiento previo. También es el punto de arranque para el desarrollo de un libro especializado en esta técnica en idioma español complementado por material proveniente de especialistas en la materia.

En el capítulo 1 de este trabajo se presenta con suficiente nivel de detalle cada uno de los diferentes componentes del microscopio de fuerza.

En el capítulo 2 se continua con la descripción de las principales técnicas que entregan como resultado la reconstrucción de la forma de la superficie de la muestra, es decir, la topografía, que es el tipo de información que suele solicitarse en esta herramienta.

En el capítulo 3 se describen algunas técnicas que entregan información adicional a la topografía, el Microscopio de Fuerza Atómica al ser una herramienta en la cual la superficie es sensada, también se puede obtener información adicional de la misma tal como la información magnética, información de tipo eléctrica en la cual se miden determinadas propiedades eléctricas, propiedades térmicas, etc.

En el capítulo 4 se concluye con la presentación de varias herramientas incluidas en este tipo de equipos y que se utilizan para extraer información de la misma, así como el procesamiento de las mismas para su interpretación

---

# Introducción

El Microscopio de Fuerza Atómica (MFA) o (AFM) por sus siglas en inglés es descendiente del microscopio de efecto túnel y es especialmente útil en la obtención de imágenes topográficas de materiales conductores y no conductores con resolución nanométrica. El MFA es utilizado en la industria en sectores como lo son: electrónica, telecomunicaciones, biológicas, químicas, petroleras, aeroespaciales y energéticas. Por ejemplo en la industria electrónica son utilizados para el control de la rugosidad superficial de las obleas usadas en sus procesos de fabricación de micro dispositivos y sensores, etc. En la academia este equipo es muy utilizado para obtención de imágenes de materiales como son: cerámicos, rocas, materiales compuestos, vidrios, membranas sintéticas y biológicas, metales, polímeros y semiconductores, etc.

Además de la obtención de imágenes topográficas a escala nanométrica, este equipo también es utilizado para realizar caracterizaciones mecánicas, eléctricas, nanolitografía, etc. Este microscopio, a diferencia de los ópticos no usa lentes, es un instrumento usado para escanear línea por línea hasta cubrir un área de interés (desde algunos nanómetros hasta cientos de micras) con una punta muy afilada montada sobre una viga en voladizo la cual también se conoce con el nombre de viga cantiléver. La viga al igual que la punta generalmente está hecha de Nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), en diámetro de la punta es de alrededor de 2-8 nm, pero existen una gran variedad de vigas y diámetros de puntas en el mercado diseñadas para las diferentes aplicaciones y rangos de resolución que van desde rugosidades micrométricas hasta la observación de átomos individuales. Suministrando información que es procesada en el software de análisis para la obtención de la información deseada.

La sencillez del sistema permite que puedan ser estudiados una gran cantidad de materiales, debido a que las muestras no requieren en muchos casos una preparación especial en comparación con otras técnicas de microscopía. Además, este permite realizar estudios en aire como también fluido líquido como lo es el medio de cultivo necesario para la conservación de las características fisiológicas de microorganismos como células,

---

bacterias y ADN, etc. además de ser un instrumento que permite aplicar fuerzas del orden de los (pN) permitiendo con esto la caracterización mecánica, en los siguientes párrafos se describe de manera breve cada uno de los capítulos de esta tesis.

En el capítulo 1 de este trabajo se presenta de forma detallada la descripción de los diferentes componentes del microscopio de fuerza así como de algunas de las fuerzas involucradas o presentes a estas escalas de medición.

En el capítulo 2 se presenta la descripción de las principales técnicas con las cuales se puede obtener la imagen de la superficie de la muestra, es decir, la topografía. Aquí están descritos los modos tradicionales como STM, Contacto y Tapping, así como los más recientes PeakForce Tapping™ y ScanAsyst™ que están basados en el concepto de Curva de Fuerza.

En el capítulo 3 se describen algunas técnicas que entregan información adicional a la topografía, por lo que se presentan técnicas como Espectroscopía de Barrido de Tunelamiento (de la abreviatura en inglés STS – Scanning Tunelling Spectroscopy), Microscopía de Fuerza Lateral (de la abreviatura en inglés LFM – Lateral Force Microscopy), Fase, Microscopía de Fuerza Magnética (de la abreviatura en inglés MFM – Magnetic Force Microscopy), Microscopía de Potencial de Superficie (de la abreviatura en inglés SPoM – Scanning Potential Microscopy), AFM Conductivo (de la abreviatura en inglés CAFM – Conductive AFM), Tunelamiento AFM (del inglés Tunneling AFM) y PF-QNM (del inglés PeakForce Quantitative NanoMechanical).

En el capítulo 4 se detallan algunas de las herramientas utilizadas para obtener información cualitativa y/o cuantitativa y que se encuentran incorporadas en el software de análisis del equipo. En esencia el software NanoScope versión 1.4 permite realizar dos operaciones: analizar los datos de la imagen y modificar la información obtenida con el microscopio de fuerza atómica mediante la aplicación de filtros que acentúan o atenúan determinado aspecto de la información contenida en las imágenes.

---

# Justificación

El AFM es una herramienta muy utilizada en la caracterización de materiales como lo son metales, polímeros y materiales biológicos, etc. Este instrumento es capaz de obtener imágenes topográficas con resolución del orden de los nm, además de este tipo de imágenes es posible obtener otro tipo de información, como por ejemplo, imágenes de dominios magnéticos, caracterización eléctrica y mecánica, etc. Esto ha convertido a este microscopio en una herramienta muy útil en la investigación, el IPN cuenta con varios de estos equipos los cuales son usados de manera frecuente por lo que es necesario contar con información bibliográfica que contribuya al entendimiento de esta técnica a usuarios y personas en general.

## Objetivo general

Analizar detalladamente la técnica de Microscopia de Fuerza Atómica (por sus siglas en inglés AFM), componentes, modos de operación y herramientas de análisis de imágenes.

## Objetivos Específicos

- Explicar el principio de operación de MFA.
- Describir los diferentes modos de operación.
- Conocer e identificar las partes que lo componen.
- Interpretación de las principales imágenes obtenidas en el AFM.

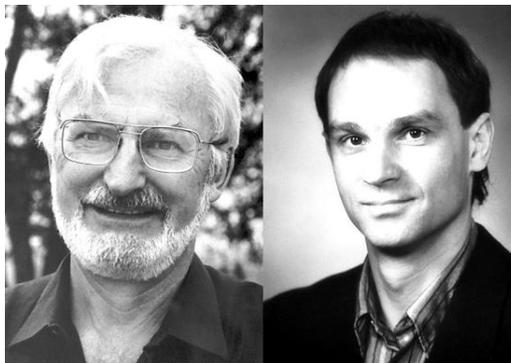
# Capítulo 1.

## Antecedentes

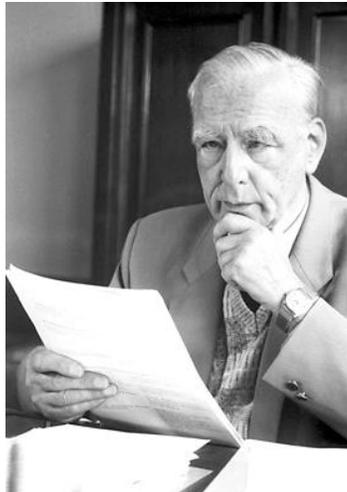
### 1.1 Historia del Microscopio de Fuerza Atómica

En un discurso de 1959 titulado "There's Plenty of Room at the Bottom", Richard Feynman invitó a los científicos a un nuevo campo de investigación: a ver los átomos individuales de manera clara, y a organizar los átomos de la manera que queremos. Feynman previó que, al lograr esos objetivos, uno podría sintetizar cualquier sustancia química que el químico escriba, resolver muchos problemas centrales y fundamentales en biología a nivel molecular, y aumentar dramáticamente la densidad del almacenamiento de información. (Chen, 2007)

Todo comienza con la invención del STM por Gerd Binnig y Heinrich Rohrer de IBM Zurich (ver Figura 1-1) que les valió la mitad del premio Nobel de Física en 1986. Cada uno de estos dos personajes tuvo  $\frac{1}{4}$  del premio, mientras que Ernst Ruska (ver Figura 1-2) que descubrió que podía usar bobinas electromagnéticas y desarrolló en 1933 el primer microscopio electrónico, obtuvo la otra mitad del premio Nobel de Física en el mismo año de 1986.



**Figura 1-1** Fotografías de Roehrer (izquierda) y Binning (derecha), ganadores del premio Nobel de Física en 1986. Tomada de [www.nobelprize.org](http://www.nobelprize.org)

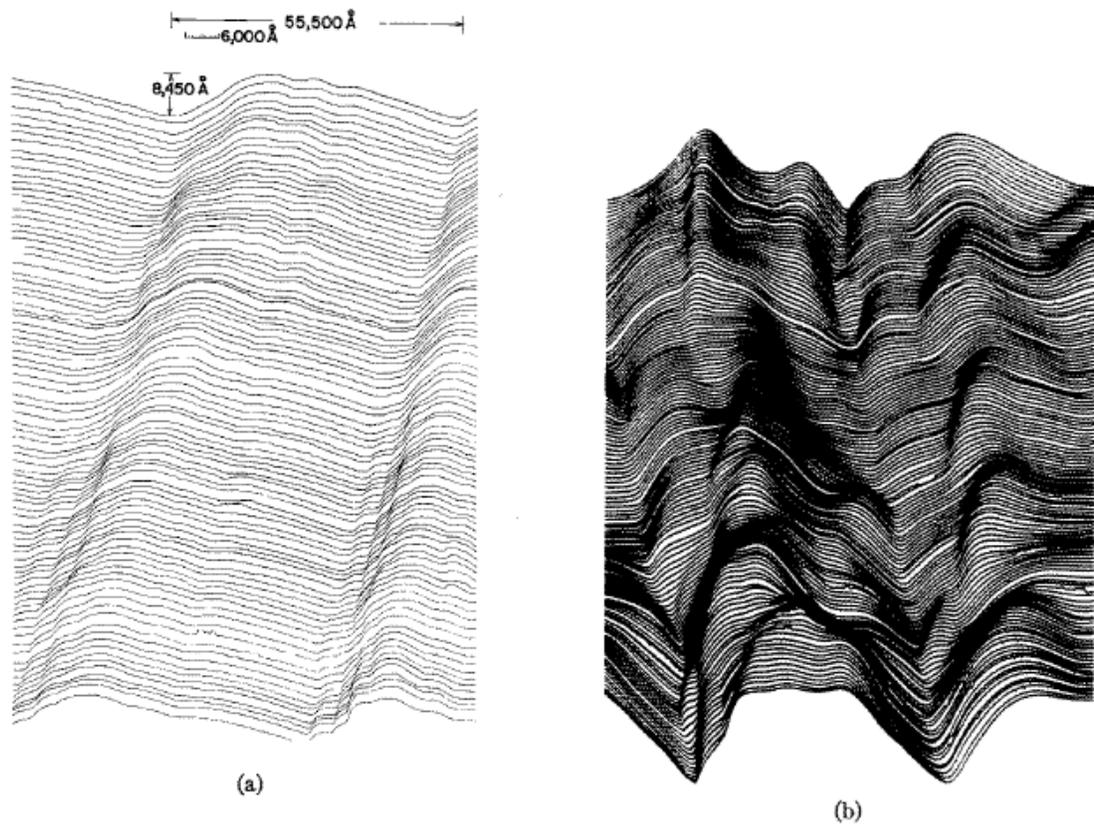


**Figura 1-2 Fotografía de Ernst Ruska, también ganador del premio Nobel de Física en 1986.  
Tomada de [www.nobelprize.org](http://www.nobelprize.org)**

El microscopio STM (de sus siglas en inglés Scanning Tunnelling Microscope), obtiene su señal de las variaciones de corriente de tunelamiento. El STM, como se describirá más adelante y con mayor detalle en el capítulo 0, permite la representación en 3D de superficies tanto conductoras como las semiconductoras. (Binnig, et al., 1987)

Para el caso de las muestras semiconductoras, uno de los primeros logros del STM fue observar la estructura del Si (111) 7x7 en tres dimensiones. Esta estructura fue determinada por primera ocasión usando la técnica LEED (low-energy electron diffraction) en 1959, surgieron varios modelos que intentaron ajustar al patrón de difracción, pero en 1983 Binnig et al. tomaron una imagen con STM con lo que obtienen nueva información experimental del arreglo atómico y el modelo es ajustado en 1985.

Para el caso del STM, podemos encontrar una referencia anterior en un equipo denominado Topografiner desarrollado por Russell Young, John Ward, y Fredric Scire y que publicaron en artículo en 1972 y que consistía en un aparato para la medición de superficies, como la rejilla de calibración mostrada en la Figura 1-3.



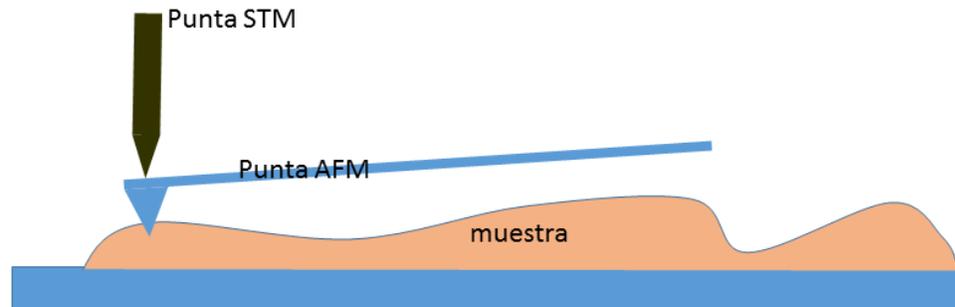
**Figura 1-3 Foto de rejilla de calibración. Tomado y adaptado de Yung.**

El topografímetro podría considerarse como un antecesor directo de lo que sería el STM años después.

Si bien el STM tiene muchas capacidades y abrió un abanico de nuevas posibilidades en el campo de la ciencia, también hay que mencionar que se enfrentó a enormes limitaciones, la más grande es su incapacidad de estudiar materiales aislantes.

Para el año de 1986, Binnig, Quate y Gerber presentan el Microscopio de Fuerza Atómica (de sus siglas en inglés AFM Atomic Force Microscope) con el que resuelven el problema y principal limitación que tiene el STM de solo operar con muestras conductoras - (Binnig, et al., 1987). Con el AFM (ver Figura 1-4) ahora ya se podría estudiar el otro segmento de materiales como muestras biológicas, materiales aislantes, etc., es decir, todo lo que STM

no podía observar. La idea principal fue usar un STM que midiera la flexión de un voladizo extremadamente pequeño y cuyas fuerzas serían extremadamente pequeñas. (Binnig, et al., 1986)



**Figura 1-4 Esquema básico de Quate, Gerber y Binnig para su AFM**

Esto lleva a un nuevo mercado de oportunidades de investigación y comerciales, es en 1987 cuando el Dr. Virgil Elings de la Universidad de California en Santa Barbara funda la empresa Digital Instruments que sería la primera empresa que produce el primer AFM de manera comercial, y afirma en 1990 haber vendido 300 sistemas STM para operar en aire.

Es en aquellos años en los que también surgen otras compañías como TopoMetrix, Park Scientific Instruments, WA Technology, así como otras que incorporaron sus equipos con STM tal como lo hicieron Jeol, Seiko, Omicron Vacuumphysik GmbH, entre otros. Con el paso de los años algunas de estas compañías venden sus empresas, efectúan alianzas con otras, cierran o simplemente se ven absorbidas y compradas por empresas más grandes.

Otro fenómeno curioso que se da al paso de los años aparte de los desarrollos tecnológicos y que se efectuara en los tribunales fueron las recurrentes batallas legales por violación de patentes, un ejemplo muy claro de ello fue la patente del popular modo TappingMode<sup>®</sup> que fue apartado por la compañía Digital Instruments en 1992 y fue motivo de diversos conflictos legales con otros fabricantes, que tuvieron que lidiar con la patente y el nombre comercial, de ahí que algunos tuvieron que cambiar la denominación y/o la implementación técnica para evitar los conflictos legales y comerciales.

## 1.2 Fuerzas presentes en la interacción punta-muestra

La interacción teórica de la punta de la viga en voladizo y la superficie de la muestra es prácticamente átomo con átomo. En esta interacción pueden estar presentes varias fuerzas, como son la fuerza de adhesión, la fuerza magnética, la electrostática, la de van der Waals, etc. (Sadewasser, et al., 2004)

### 1.2.1 Fuerza de adhesión ( $F_d$ )

Todos los materiales están cubiertos por una capa de agua, el AFM es muy sensible a este fenómeno, las puntas que son poco rígidas se quedan adheridas, por lo tanto las puntas usadas para aire son más rígidas, esto con la finalidad de evitar la fuerza de adhesión, otra forma de reducir esta fuerza es realizando las pruebas en fluido líquido, en este caso tanto la muestra como la punta deben estar sumergidas en el fluido líquido y la fuerza de adhesión disminuye en gran medida.

### 1.2.2 Fuerza van der Waals ( $F_{vdW}$ )

Esta fuerza está relacionada con la interacción de los átomos de la muestra y la punta de la viga, y se define como (Sadewasser, Carl et al. 2004):

$$F_{vdW} = -\frac{HR_T}{6D^2} \quad (1.1)$$

Donde  $H$  es la constante de Hamaker,  $R_T$  el radio de la punta y  $D$  es la distancia entre la superficie-punta.

### 1.2.3 Fuerza electrostática ( $F_{el}$ )

Esta es generada por la interacción de las cargas entre la punta y la superficie de la muestra, estas cargas pueden ser de atracción o repulsión (Lin, 2005). Estas fuerzas crean cargas eléctricas las cuales disminuyen exponencialmente en relación al incremento de la distancia

entre la punta y la muestra (Butt, 1991). La siguiente fórmula representa la fuerza electrostática generada en la interacción punta y muestra.

$$F_{el} = \frac{2\pi\lambda_D R}{\epsilon_0 \epsilon_w} \cdot \left[ (\sigma_T^2 + \sigma_S^2) \cdot \epsilon_w^{-2d/\lambda_D} + 2\sigma_T \sigma_S \cdot e^{-D/\lambda_D} \right] \quad (1.2)$$

Donde  $\sigma_T$  y  $\sigma_S$  son la densidad de carga superficial de la punta y de la superficie de la muestra,  $\epsilon_0$  y  $\epsilon_w$  representa la permeabilidad eléctrica del vacío y la constante dieléctrica del agua,  $D$  es la distancia entre la superficie-punta,  $\lambda_D$  es la longitud de Debye.

#### 1.2.4 Fuerza química ( $F_{Chem}$ )

La fuerza química es la encargada de mantener unidos los átomos intermolecularmente e intramolecularmente, este tipo de fuerza puede estar presente entre las punta de la viga y la superficie de la muestra ya que las uniones químicas entre los átomos de la punta y la superficie de la muestra generan esta fuerza. (Vezenov, et al., 2003), (Noy, et al., 2003)

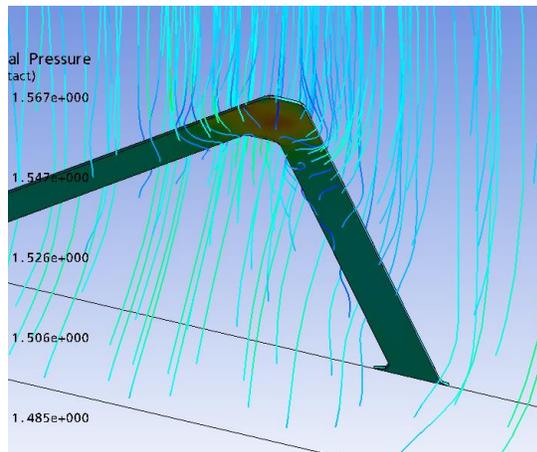
#### 1.2.5 Fuerza magnética ( $F_{mag}$ )

Esta se relaciona con las propiedades de los imanes, es la propiedad de atraer o rechazar materiales magnéticos como lo son el hierro, en la mayoría de los casos esta fuerza es muy pequeña debido a que se utilizan vigas en voladizo con puntas que no son sensibles al magnetismo (Sadewasser, et al., 2004), sin embargo en los casos donde es de interés el estudio de propiedades magnéticas de las muestras se utilizan vigas con puntas recubiertas de materiales magnéticos para lograr medir la interacción magnética.

#### 1.2.6 Fuerza de arrastre ( $F_d$ )

Esta es generada debido a la interacción del cantiléver con el fluido del medio (en otras palabras esta fuerza se genera por la fricción del cantiléver cuando está en movimiento en un medio viscoso, por ejemplo agua). La  $F_d$  depende de la viscosidad del fluido, la velocidad relativa entre la viga y el fluido, la geometría del cantiléver y la distancia entre el cantiléver

y la superficie de la muestra. En la Figura 1-5 se puede observar el cambio de dirección de las líneas de flujo cerca del cantiléver, lo cual genera resistencia al desplazamiento generándose una fuerza de arrastre.



**Figura 1-5 Desviación de las líneas de flujo alrededor de la viga en voladizo, imagen cortesía del Dr Juan V Méndez.**

Las fuerzas de arrastre se generan cuando el cantiléver se mueve en dirección de la muestra o se aleja de esta, como es el caso de las pruebas de indentación o en la medición de fuerzas de adhesión.

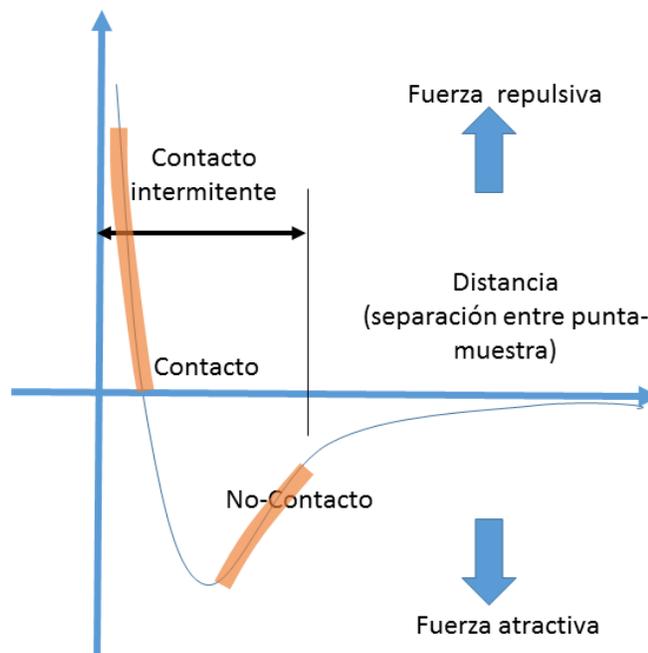
En el caso teórico donde el cantiléver es sensible a la mayoría de las fuerzas presentes en la superficie de la muestra podemos decir que la fuerza total experimentada por la punta en una prueba de indentación está dada por la expresión:

$$F_{Tot} = F_S + F_{el} + F_d + F_{vdW} + F_{mag} + F_{Chem} + \dots \quad (1.3)$$

Donde  $F_{Tot}$  es fuerza total,  $F_S$  la fuerza relacionada a la rigidez de la muestra,  $F_d$  la fuerza de arrastre,  $F_{vdW}$  la fuerza de van der Waals,  $F_{el}$  la fuerza electrostática,  $F_{mag}$  la fuerza magnética y  $F_{Chem}$  la fuerza química, es posible que algunas otras fuerzas además de las discutidas aquí estén presentes, como la fuerza de adhesión por condensación de agua en el caso de pruebas en aire con puntas poco rígidas.

### 1.2.7 Curva de fuerza

Es importante entender las fuerzas que se generan en la interacción entre la punta y la superficie de la muestra en función de la distancia que existe entre estas, por lo que podemos usar el modelo de potencial Leonard-Jones para describir esas interacciones, debido a que este representa un modelo genérico de interacción punta-muestra cómo se puede ver en la Figura 1-6 donde se puede observar la gráfica en ejes fuerza vs distancia punta-muestra, la distancia mayor está del lado derecho, conforme se acerca la punta (desplazamiento hacia las izquierdas), la punta experimenta una fuerza de atracción, que al continuar el desplazamiento hacia la superficie esta fuerza cambia a repulsión, este fenómeno se da a distancias muy pequeñas del orden de los nanómetros.



**Figura 1-6 la fuerza interatómica & curva distancia**

Con la ayuda de este modelo podemos identificar qué régimen de interacción interatómica se da en los distintos modos de operación que serán discutidos en el 0, el modo no contacto se da a cuando el cantiléver se mantiene a una distancia de decenas o cientos de angstroms de la superficie de la muestra, y la fuerza interatómica entre la viga en voladizo y la muestra es de atracción (en gran parte resultado de la fuerza de largo alcance van der Waals). En el

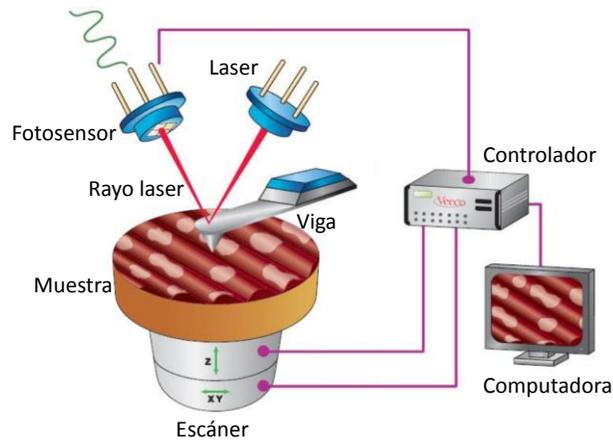
modo intermitente, la viga en voladizo se lleva a una distancia en el orden de unos pocos angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre la palanca y la muestra es de repulsión. En el modo contacto no existe separación entre la punta del cantiléver y la muestra.

### **1.2.8 Diagrama de funcionamiento del MFA**

En la Figura 1-7, se puede observar el sistema completo del funcionamiento del MFA, este está compuesto por una parte óptica integrada por una fuente laser y un foto sensor, el láser incide sobre la viga y es reflejado hacia el fotosensor, este sistema permite mantener una interacción constante entre la punta de la viga y la superficie muestra. La interacción la podemos estudiar en términos de fuerza, es decir se puede interactuar con la superficie de la muestra con mucha fuerza lo que ocasionaría que se dañe la muestra y no tendríamos una buena imagen en el escaneo, también se tiene el caso donde la fuerza es muy pequeña y tampoco se logran buenos resultados, por tal motivo esta parte del sistema es muy importante pues permite mantener controlada la interacción para obtener buena calidad de las imágenes obtenidas.

En la Figura 1-7 se observa también el escáner, este desplaza la muestra en los ejes X, Y y Z, es esta generalmente está construido por un material piezoeléctrico el cual tiene la propiedad de deformarse de acuerdo a la magnitud de un voltaje eléctrico aplicado, sobre este se fija el porta muestras de forma magnética o con cinta doble cara.

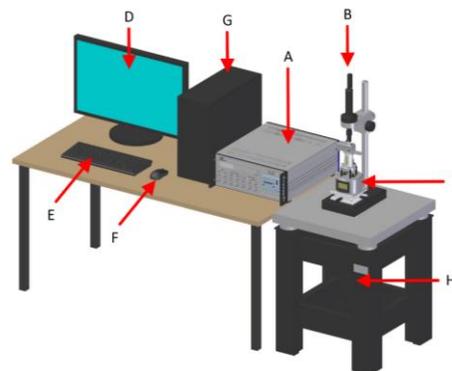
Otros componentes importantes son: viga en voladizo, en el extremo libre de esta se localiza una punta muy afila, buena parte de la resolución de las imágenes dependen de este componente ya que este interactúa directamente con la superficie de la muestra. El controlador es el encargado de procesar la señal del fotosensor y reenviar la señal necesaria al escáner para bajar o subir la muestra y mantener la interacción punta muestra constante. Finalmente tenemos la computadora que es mediante la cual el usuario interactúa con el microscopio especificando tamaño área escaneada, velocidad, ganancias, etc.



**Figura 1-7 Diagrama de funcionamiento del AFM. (Imagen propiedad de Bruker).**

### 1.3 Partes del Microscopio de Fuerza Atómica

El microscopio utilizado en este trabajo es el MultiMode 8™ (fabricado por la compañía Bruker, Santa Barbara California USA). Este equipo (Figura 1-8) está formado por **A)** Controlador NanoScope V, **B)** Microscopio Óptico de Video, **C)** Microscopio SPM modelo MultiMode 8, **D)** Monitor, **E)** Teclado, **F)** Ratón, **G)** Computadora y **H)** Sistema de Aislamiento Antivibratorio. Este equipo está configurado para trabajar con muestras de muy diversas áreas de ciencias de materiales y área biológica.



**Figura 1-8 MultiMode 8, (tomado de (Bruker, 2011))**

Cada una de las partes del AFM será descrita a continuación:

### 1.3.1 Controlador

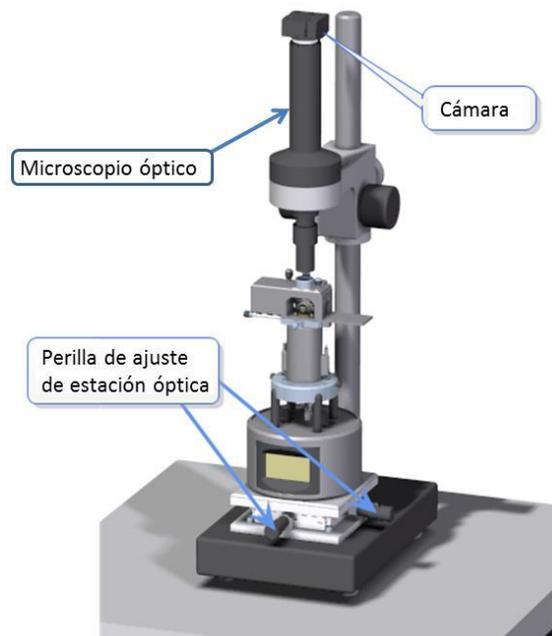
El controlador en este caso es el NanoScope V (fabricado por Bruker, Santa Barbara, California, Estados Unidos) **Figura 1-8(A)**, este recibe las señales analógicas que provienen del microscopio, y las convierte en señales digitales, las procesa en los diferentes módulos de control y unas señales las envía de regreso al escáner para mantener los parámetros óptimos de escaneo y otras las envía a la computadora para visualizar los resultados obtenidos en tiempo real. El controlador (Figura 1-9) tiene el papel de intermediario entre el microscopio y la computadora.



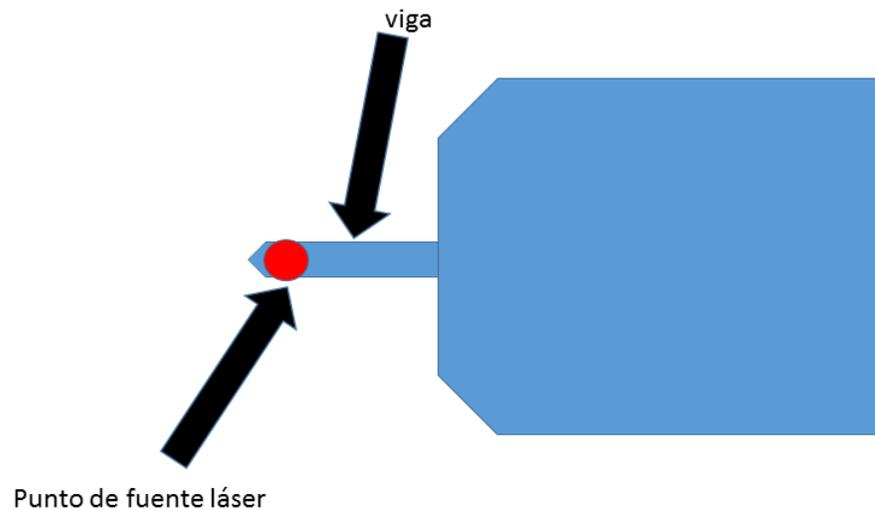
**Figura 1-9 Controlador NanoScope V con adaptador de 37 pines**

### 1.3.2 Microscopio Óptico de Video

El microscopio óptico (Figura 1-10) es un accesorio que permite observar la superficie de las muestras analizadas y localizar de forma burda el área donde la punta realizará el barrido. Este accesorio es también es muy útil en la alineación del láser, que consiste en colocar el haz de luz proveniente de la fuente laser sobre el extremo libre de la viga en voladizo como se observa en la Figura 1-11.



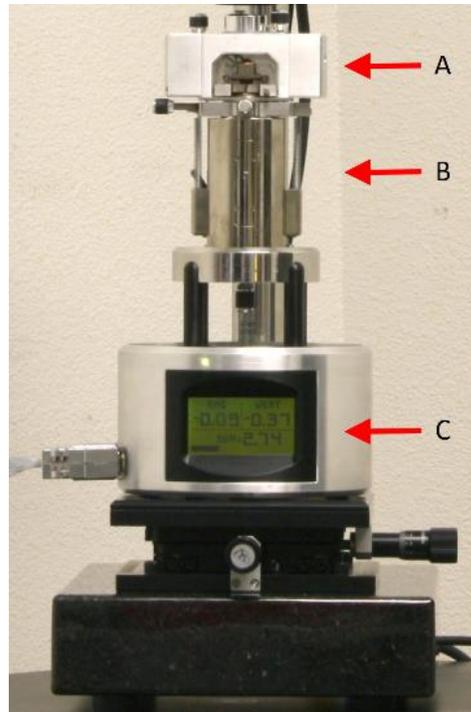
**Figura 1-10 Microscopio óptico**



**Figura 1-11 Representación del campo de visión que se observa en el microscopio óptico, al alinear el láser sobre la viga.**

### 1.3.3 MultiMode 8

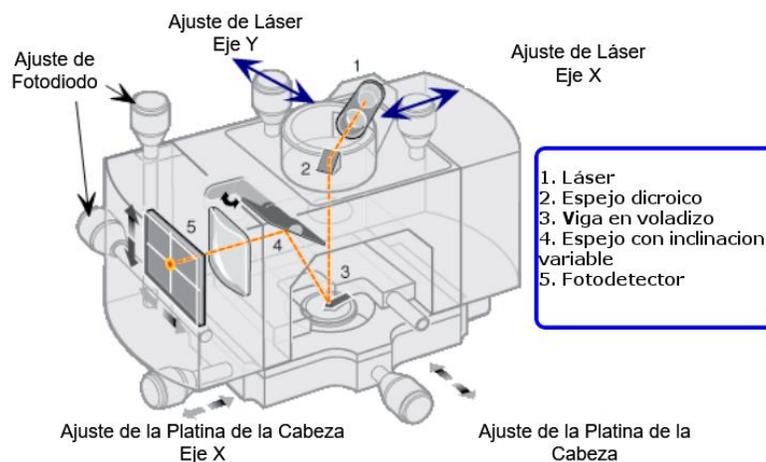
El microscopio MultiMode 8 es el encargado de escanear la muestra en los ejes X, Y, Z para generar una imagen en 3D de la superficie así como la obtención de información adicional presente en la misma superficie. En la Figura 1-12 se observan tres componentes principales: A) Cabeza óptica, B) Escáner y C) Base de MultiMode.



**Figura 1-12 Componentes básicos de un AFM modelo MultiMode.**

### 1.3.3.1 Cabeza óptica

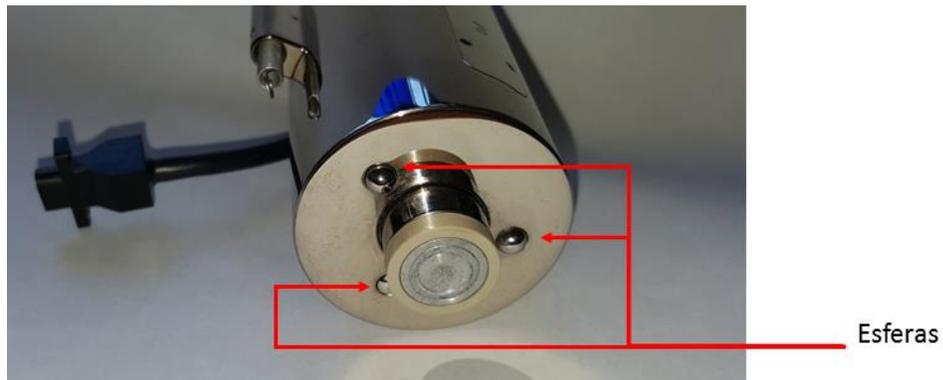
La cabeza óptica es el conjunto integrado por el fotodetector, la fuente laser, un espejo dicroico, la viga en voladizo, espejo de inclinación variable, fotodetector, platina de desplazamiento ejes X y Y, y perillas de ajustes tanto del láser, el foto sensor y cabeza óptica Figura 1-13.



**Figura 1-13 Diagrama de la cabeza óptica de un SPM MultiMode, tomado de (Bruker, 2011)**

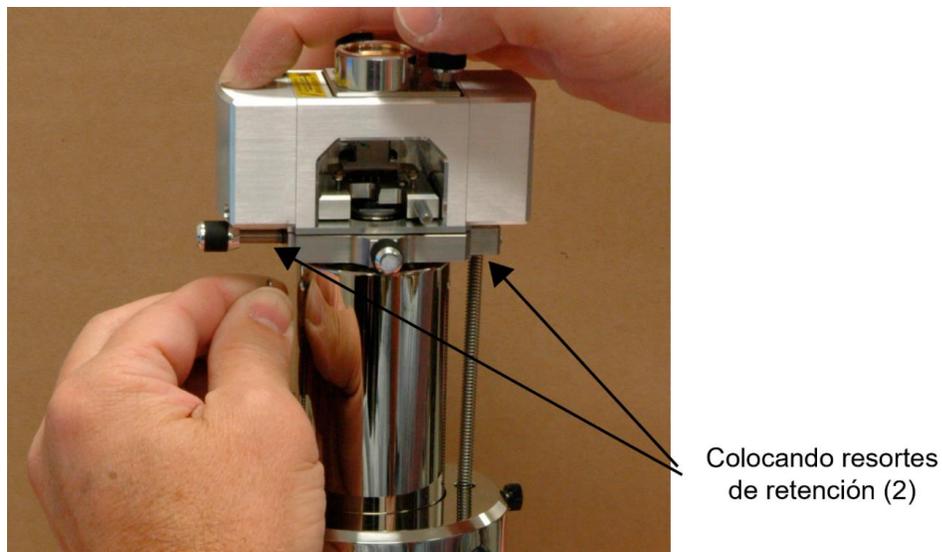
En la Figura 1-13 se puede apreciar la trayectoria del láser que inicia en 1) laser, después llega a 2) espejo dicroico, este es desviado a 3) viga en voladizo, se refleja nuevamente en un espejo de inclinación variable 4) y finalmente incide en 5) fotodetector.

En la Figura 1-15 se muestra como la cabeza óptica se acopla sobre el escáner por medio de tres esferas que sirven para alinear estos componentes, la cabeza óptica se acopla al escáner a través de tres puntos de contacto (ver Figura 1-14), sobre los cuales descansan y están asegurados con resortes de retención).



**Figura 1-14 Puntos de apoyo de la cabeza óptica sobre el escáner.**

La cabeza se asegura usando los dos resortes de retención, como se puede ver en la Figura 1-15



**Figura 1-15 Colocando cabeza óptica sobre el escáner usando los resortes de retención**

### 1.3.3.2 Fotosensor

Un foto sensor (fotodiodo) es un diodo semiconductor que funciona como sensor. Un fotodiodo segmentado se utiliza comúnmente para detectar los cambios en la intensidad de la luz entre los segmentos producidos por los movimientos verticales y laterales de la viga en voladizo. El detector fotodiodo detecta las variaciones en la posición del láser debidas a los desplazamientos de la viga. Existen dos tipos de foto sensores, de dos y de cuatro segmentos:

**Fotodiodo de dos segmentos:** En un fotodiodo de dos segmentos como su nombre lo indica (véase la Figura 1-16), la luz que incide en el sensor cambia de posición vertical entre los segmentos 1 y 2 debido al desplazamiento de la viga. Este fotodiodo se utiliza comúnmente para detectar el desplazamiento vertical (deflexión) de la viga.

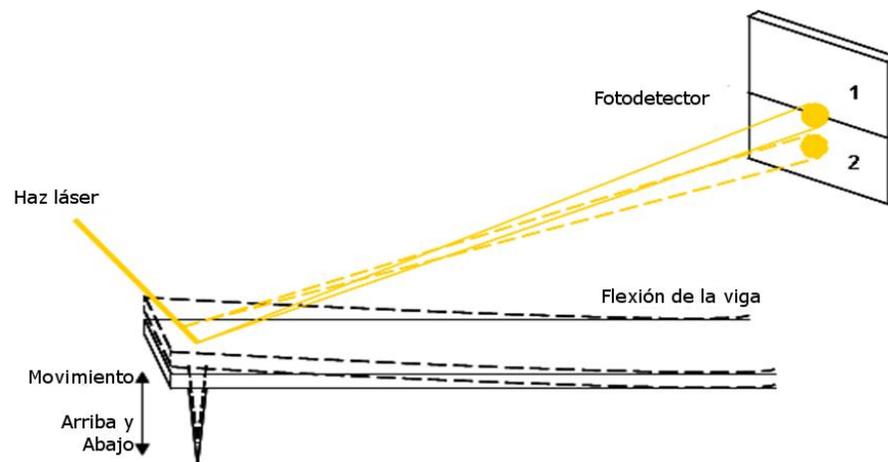


Figura 1-16 Fotodiodo de dos segmentos

**Fotodiodo de cuatro segmentos.** El fotodiodo de cuatro segmentos (Figura 1-17) realiza la misma tarea que el fotodiodo de dos segmentos, los segmentos 1 y 2 funcionan como uno y el 3 y 4 como otro, pero tiene la capacidad de detectar el desplazamiento lateral (torsión); normalmente este fotodiodo se utiliza en el modo de fricción o llamado comúnmente Microscopía de Fuerza Lateral (sección 3.2), este arreglo puede ser usado tanto para la detección de desplazamientos verticales y de torsión de la viga.

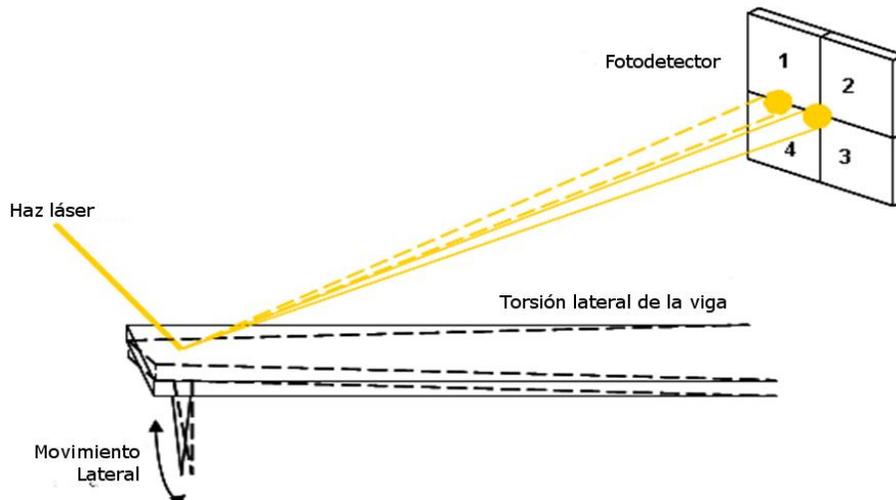


Figura 1-17 Fotodiodo de cuatro segmentos.

### 1.3.3.3 Porta vigas

El porta vigas es un dispositivo donde se colocan las vigas (ver Figura 1-18), estos porta vigas son fabricados de diferente materiales y configuraciones dependiendo de su uso (ver Figura 1-19). Una vez que hemos colocado la viga (ver Figura 1-20) en el porta vigas adecuado a la aplicación deseada, entonces colocamos el porta vigas dentro de la cabeza óptica (Figura 1-21)

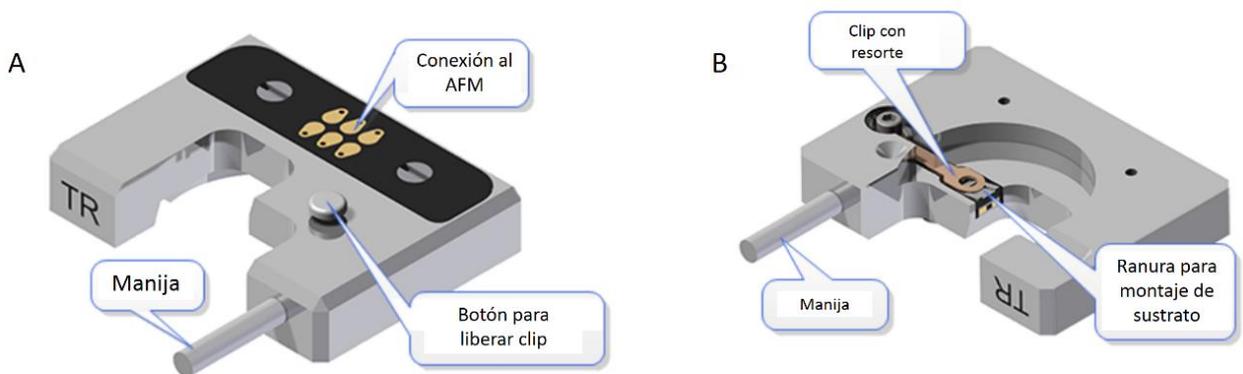
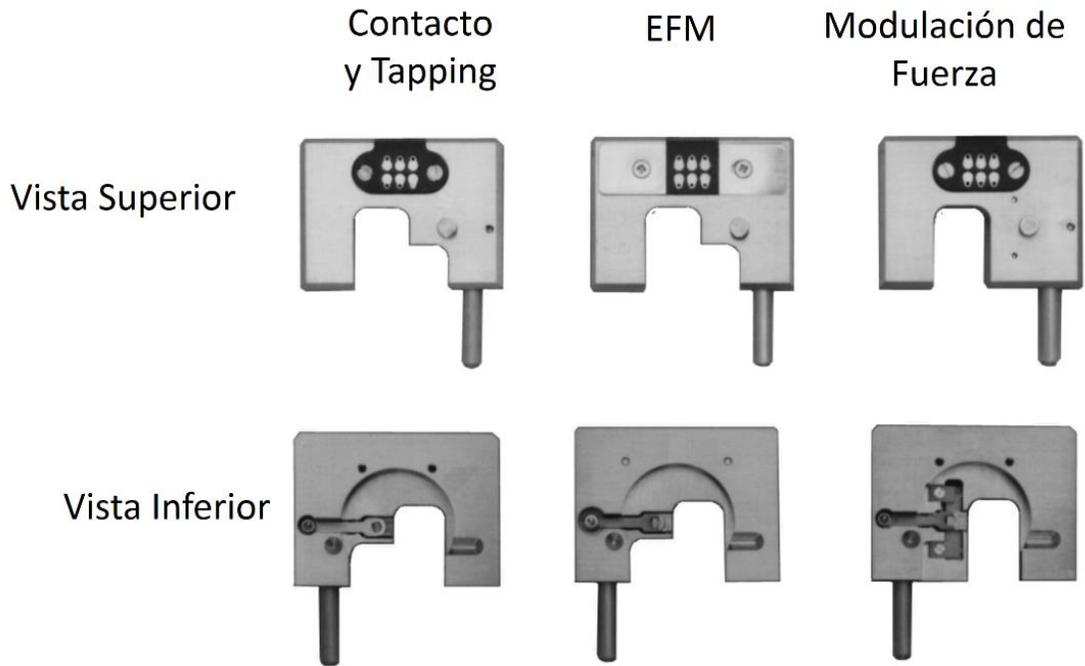
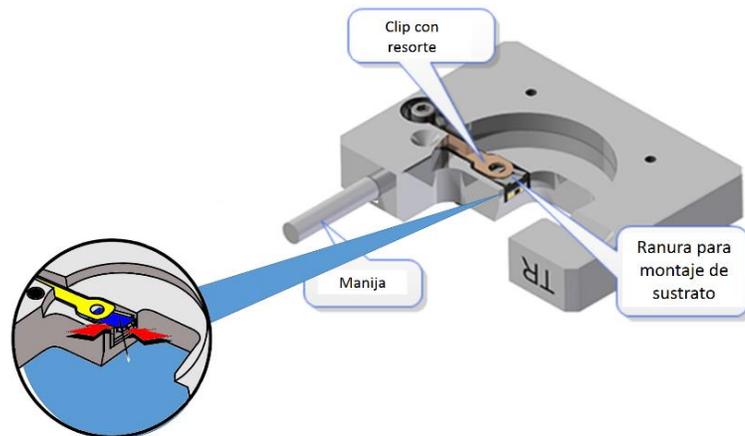


Figura 1-18 Porta Vigas en vista superior e inferior.

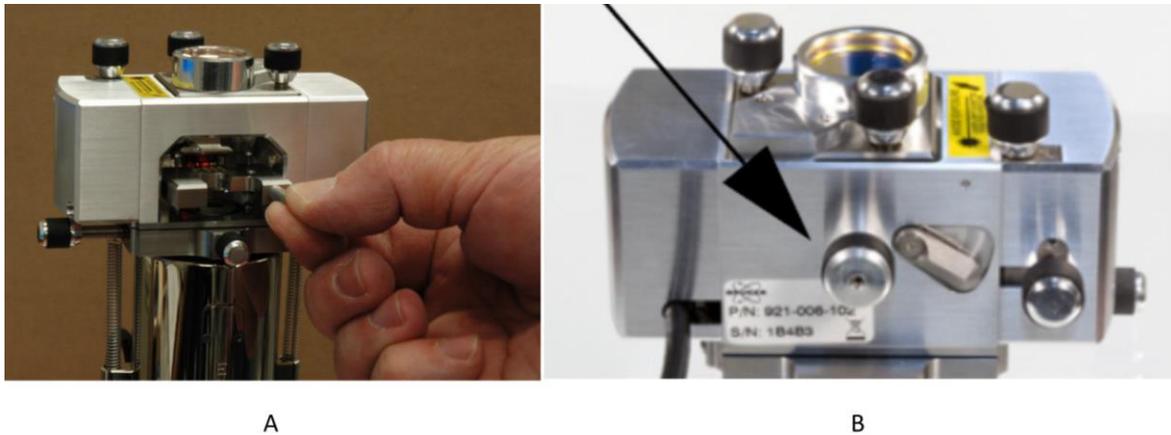


**Figura 1-19** Varios tipos de Porta Vigas.



**Figura 1-20** Viga colocada en el Porta Vigas.

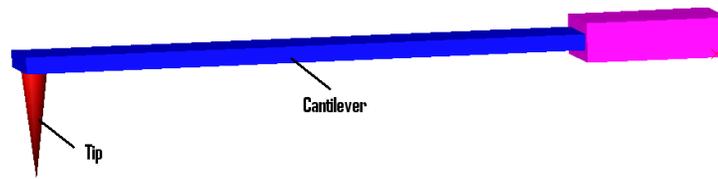
En la Figura 1-21 (A) se ve cómo se desliza el porta vigas dentro de la cavidad de la cabeza óptica. Una vez hecho lo anterior, se procede a asegurar la posición del porta vigas apretando la perilla que está señalada por la flecha en la Figura 1-21 (B) y que se encuentra en la parte posterior de la cabeza óptica.



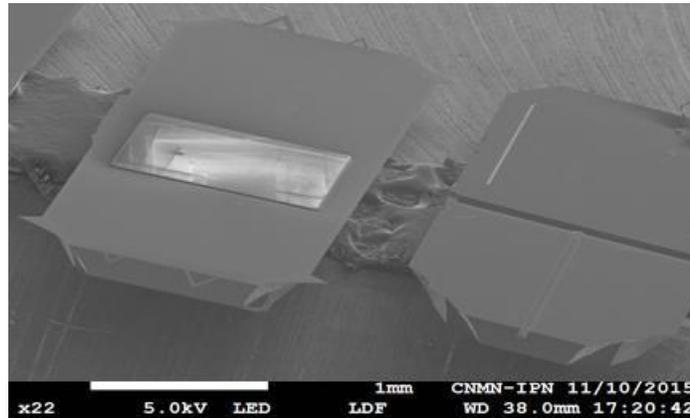
**Figura 1-21 Insertando Porta Viga en la Cabeza Óptica. A) Vista Frontal. B) Vista Posterior**

#### 1.3.3.4 Viga en Voladizo

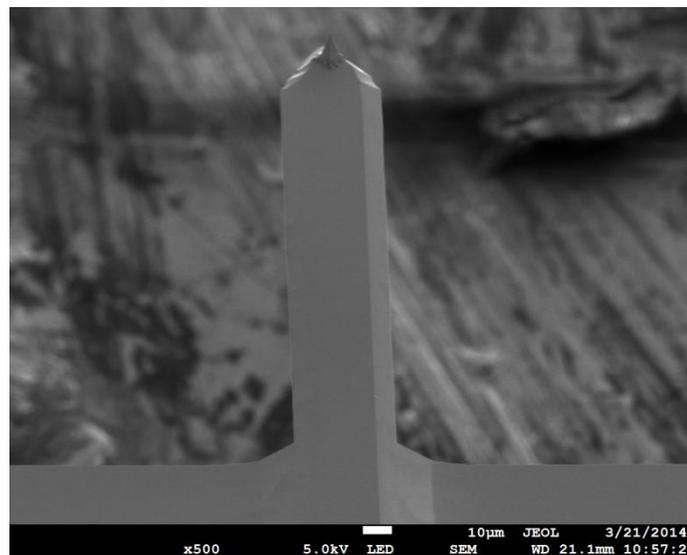
Las vigas en voladizo (como se puede ver en la Figura 1-22, Figura 1-23 y Figura 1-24), son fabricadas generalmente de Nitruro de Silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) o Silicio (Si) y una capa reflejante normalmente oro o antimonio unida por un adhesivo, en el extremo libre se localiza una punta muy afilada con un radio de aproximadamente 8 nm aunque esta dimensión depende de la aplicación, las puntas se fabrican en un “chip” para su manipulación (Figura 1-23). La punta es el corazón del AFM, es muy importante para el éxito de la técnica, ya que debe reflejar con precisión las características de la superficie de las muestras bajo observación, la resolución de una imagen depende en buena parte del radio de la punta. La imagen se construye mediante el escaneo de la muestra con la punta, por lo tanto, la selección de la punta desempeña un papel importante en la obtención de una topografía exacta de la superficie. Una ventaja de las vigas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  es que tienen constantes de elasticidad muy bajas (mucho menor a 1 N/m y algunas llegan inclusive a 0.001 N/m), es decir, son vigas extremadamente flexibles. Las puntas de Si (ver Figura 1-24) normalmente tienen menor estrés residual que las de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  por lo que no tienden a sufrir de deflexión (Eaton, et al., 2010).



**Figura 1-22 Punta montada en el extremo de la viga en voladizo.**



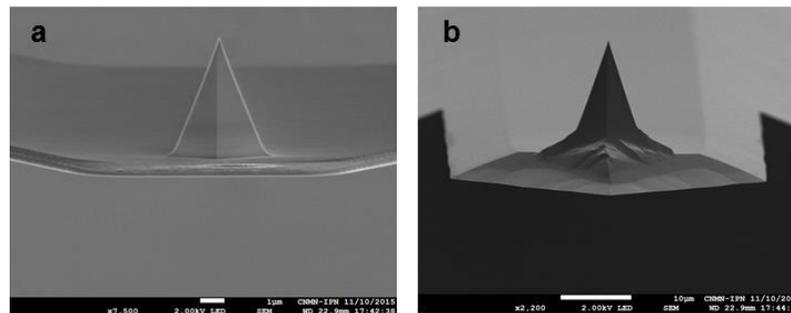
**Figura 1-23 Vigas de Nitruro de Silicio (forma en V). Cortesía CNMN-IPN**



**Figura 1-24 Vigas de Silicio (forma rectangular). Cortesía CNMN-IPN**

Las puntas y las vigas comerciales disponibles se fabrican utilizando diferentes técnicas y materiales, incluyendo micromachining, litografía, foto-enmascaramiento, grabado y deposición de vapor, etc. Además, la punta también puede poseer diferentes formas, por ejemplo una parábola, pirámide, pirámide truncada, pirámide inclinada, y en forma de

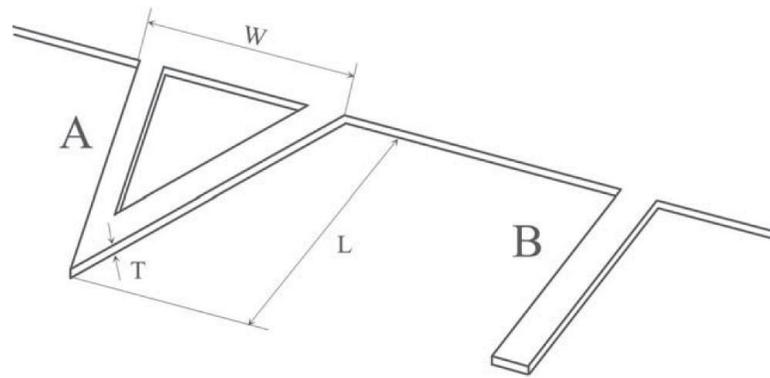
cilindro. Al igual que en la obtención de imágenes en el caso de la caracterización mecánica la forma de la punta juega un papel muy importante, ya que esta puede ser piramidal, cónica o esférica de acuerdo al modelo que se ajustará a la curva de fuerza obtenida en las pruebas de la 3.6 con PeakForce QNM (Quantitative Nanomechanical Mapping), en la Figura 1-25 se pueden observar dos modelos de punta, a) DNP-10 la cual comúnmente utilizadas para caracterización mecánica y el modelos RTESP utilizada para la obtención de imágenes topográficas.



**Figura 1-25 a) punta de viga modelo DNP-10 (punta A), b) punta de viga modelo RTESP, fabricada por Bruker, Camarillo, California USA, imágenes cortesía de CNMN-IPN.**

#### 1.3.3.4.1 Tipos de viga y puntas

Con respecto a la geometría, hay esencialmente dos tipos de forma de viga (Braga, et al., 2004), uno de ellos es el que tiene forma de “V” y el otro es solo un brazo rectangular (Figura 1-26) de varias dimensiones, algunas son largas, otras cortas, unas anchas o delgadas, esto obedece a la necesidad de contar con diferentes valores de constante de resorte ( $K$ ), por ejemplo en caso de escaneo en aire generalmente se usan vigas rígidas como lo es el caso del Modelo RTESP, usadas para el modo Tapping<sup>MR</sup>, esto debido a que en todo material en aire se condensa una capa de agua y si la viga es poco rígida la fuerza de cohesión de la viga hará muy complicada la obtención de una imagen, pero con el uso de una viga rígida se desprejará la fuerza ejercida por la capa de fluido, mejorando de esta manera la obtención de imágenes topográficas en aire, además de la forma de la viga en mercado es posible encontrar diferentes geometrías de las puntas (también llamadas sondas) dependiendo de la aplicación, en los párrafos siguientes se explicara algunas de las aplicaciones de algunas vigas y puntas.



**Figura 1-26** Viga en forma de "V" (A) y rectangular (B). Las propiedades mecánicas, tales como la fuerza constante y la frecuencia de resonancia, dependen de los valores de ancho (W), longitud (L) y espesor (T). Tomado de (Braga, et al., 2004).

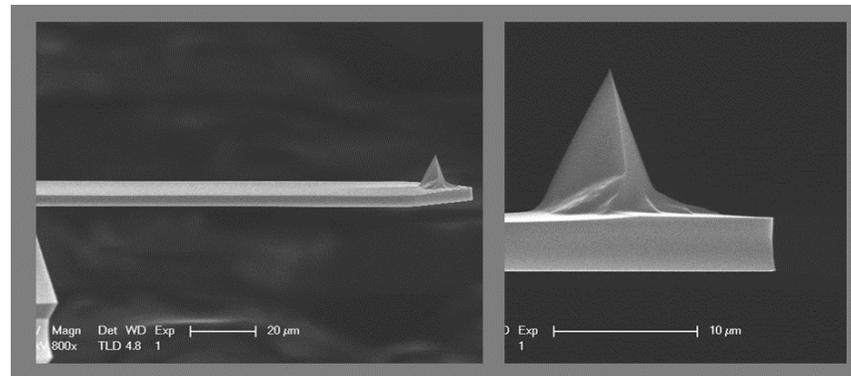
En el caso de requerir la topografía de superficies que presentan grandes orificios o fosos, se puede optar por usar puntas con una relación de aspecto alta, es decir, que sean muy altas comparado con las dimensiones de la base, como se puede apreciar en la Figura 1-27. Con respecto a las dos últimas micras del ápice de la punta, esta se ve muy alta y delgada, lo que permite ver determinadas estructuras que con una punta RTESP-300 no podría ser posible debido a la relación de aspecto de la propia muestra, la altura nominal de la parte más delgada de la punta es  $2\mu\text{m}$ .



**Figura 1-27** Punta modelo TESP\_HAR, para operación en Tapping de muestras muy profundas. Tomado de <http://www.brukerafmprobes.com>

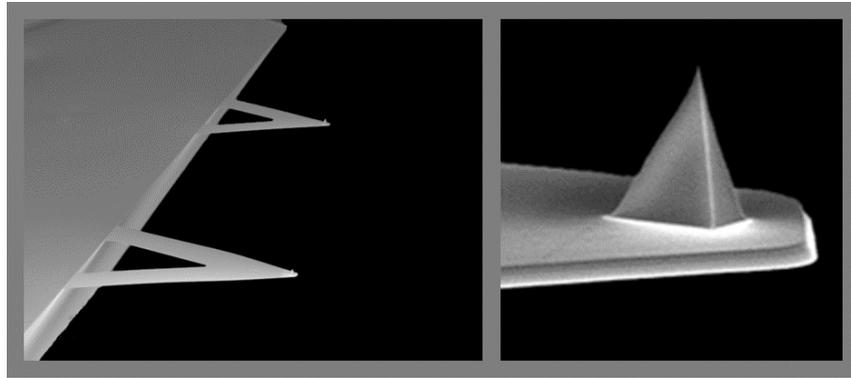
No existe una regla general para el uso de una determinada punta, pero los fabricantes recomiendan las puntas que fabrican para los usos más comunes. A continuación se mencionan unos ejemplos

**Puntas Modelo RTESP-300.** Estas puntas tienen vigas de forma rectangular, han sido las puntas más recomendadas para el modo de operación Tapping. Tienen una frecuencia de resonancia de 300 KHz y una constante de resorte de 40 N/m. Con respecto al radio de curvatura, este oscila entre 8 y 12 nm siendo el primero el valor nominal y el segundo el valor máximo que podrá tener. Estas puntas son de propósito general para obtener topografía y fase (ver Figura 1-28).



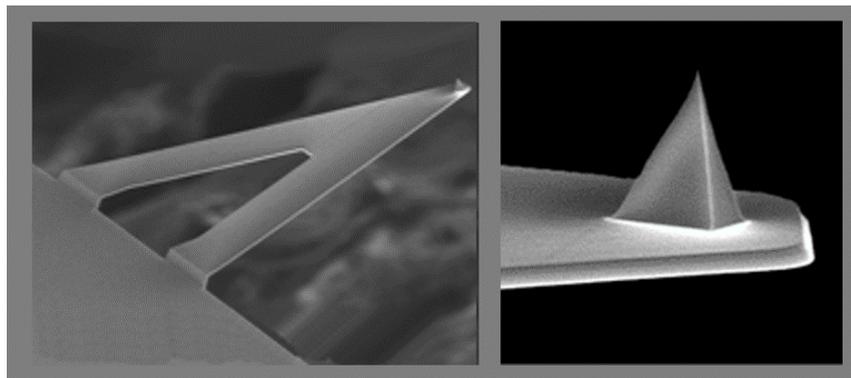
**Figura 1-28** Punta estándar para Tapping (RTESP-300). Tomado de <http://www.brukerafmprobes.com>

**Puntas Modelo SNL-10.** Estas puntas tienen forma de V, cada chip incluye 4 vigas, habiendo 2 vigas de un lado y 2 vigas del otro lado y como tienen diferente geometría tienen 4 opciones diferentes para realizar barridos en modo contacto. Estas vigas tienen constantes de resorte en el rango de 0.06 a 0.35 N/m, lo que las coloca como puntas muy suaves de propósito general para topografía (ver Figura 1-29). También se utiliza para operación en fluidos en modo Tapping y caracterización mecánica.



**Figura 1-29** Punta afilada estándar de Nitruro de Silicio (SNL-10). Tomado de <http://www.brukerafmprobes.com>

**Puntas modelo SCANASYST-AIR.** Estas puntas se recomiendan para topografía en el modo ScanAsyst para barridos en aire (ver Figura 1-30). Visualmente se le puede confundir con la SNL-10 pero SCANASYST-AIR solo tiene una viga en V, mientras que la SNL-10 tiene 4 vigas en total de donde elegir. Tiene frecuencia de resonancia de 70 KHz aproximadamente y una constante de resorte de 0.4 N/m. Para que una punta pueda funcionar con ScanAsyst debe ser relativamente rígida, por lo que se afirma que con una constante de resorte ( $K \geq 0.4$  N/m) es posible usar el modo ScanAsyst con puntas de  $k$  similares.



**Figura 1-30** Punta de ScanAsyst para operación en Aire. (SCANASYST-AIR). Tomado de <http://www.brukerafmprobes.com>

**Puntas modelo MESP-V2.** Estas son las puntas rectangulares usadas para realizar Microscopía de Fuerza Magnética y están fabricadas con un recubrimiento Cobalto-Cromo, este recubrimiento las hace sensibles a los dominios magnéticos (ver Figura 1-31).

Típicamente tienen frecuencia de resonancia de unos 75 KHz y constante de resorte ( $k$ ) con valor nominal de 3 N/m.

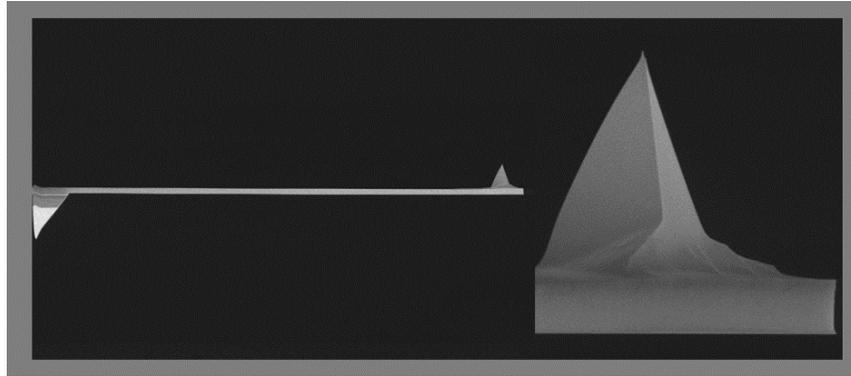


Figura 1-31 Punta MESP para MFM. Tomado de <http://www.brukerafmprobes.com>

### 1.3.3.5 Escáner

El escáner es el elemento (B) de la Figura 1-12 (ver página 17). La función del escáner la podemos dividir en dos: 1) Recorrer la superficie de la muestra realizando líneas contiguas para cubrir un área determinada. 2) Seguir los cambios de altura a lo largo de toda la superficie explorada por el escáner. Todo lo anterior tiene como objetivo la reconstrucción en 3 dimensiones de la superficie de la muestra estudiada (ver Figura 1-32).

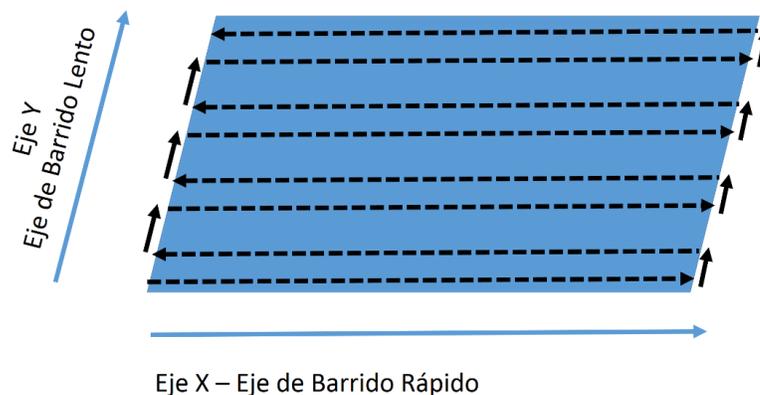


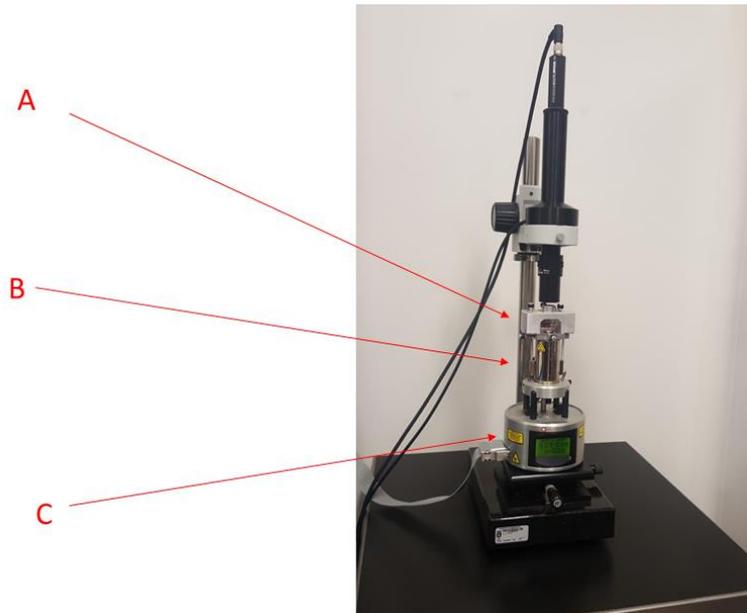
Figura 1-32 Movimiento XY del escáner

Para realizar las funciones antes descritas, el escáner debe ser capaz de desplazarse en los ejes X, Y, Z con una gran precisión, esto lo logra por medio de piezoeléctricos, los cuales son básicamente transductores o cristales PZT (Titanato Zirconato de Plomo, siglas en

inglés). Un piezoeléctrico es básicamente un transductor que convierte la energía eléctrica en el cambio de las dimensiones del propio transductor, cambio que se puede controlar con un alto nivel de precisión al aplicar voltajes muy grandes que originarán cambios grandes en sus dimensiones, y si por el contrario se le aplican voltajes muy pequeños, entonces desarrollará cambios muy pequeños que inclusive pueden ser de dimensiones nanométricas.

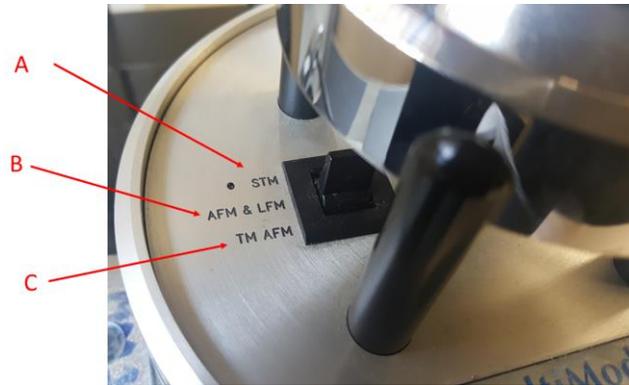
### 1.3.3.6 Base del MultiMode

La base MultiMode (Figura 1-33) constituye el soporte de todo el AFM, sobre la base MultiMode (C) se coloca el escáner (B) y sobre el escáner se coloca la cabeza óptica (A) en donde está la punta AFM que monitorea los cambios en la superficie de la muestra.



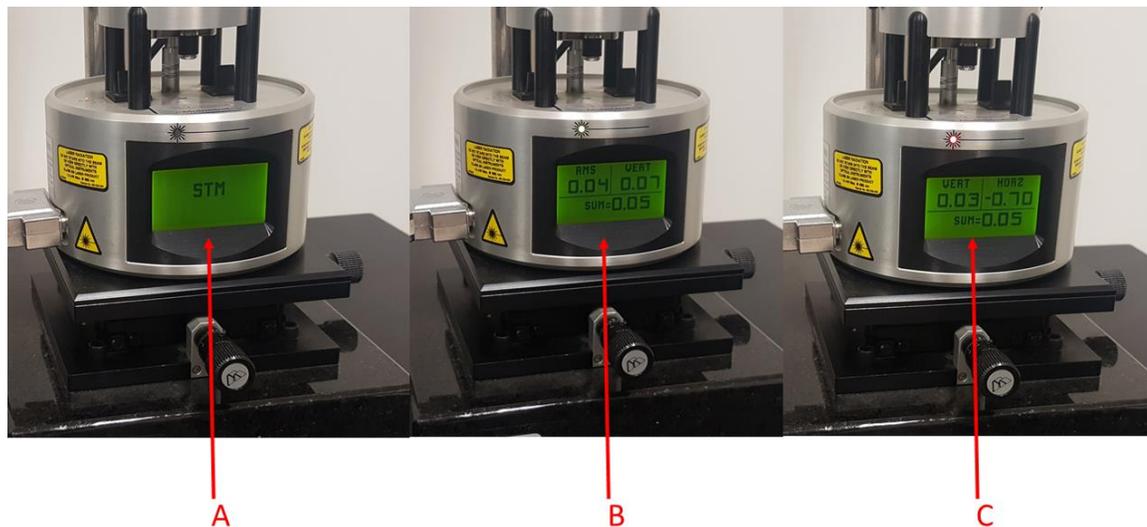
**Figura 1-33 Base MultiMode. Cortesía de IPN CNMN**

Haciendo un acercamiento a la base MultiMode, se puede observar del lado izquierdo un selector con varias posiciones para indicar cuál es el modo de operación en uso (ver Figura 1-34). En la posición (A) esta la posición para el modo STM, en (B) está la posición para el modo Tapping y finalmente en la posición (C) podemos indicar el modo Contacto.



**Figura 1-34 Selector de modo de operación en la base MultiMode. Cortesía de IPN-CNMN**

Dependiendo de la posición en la que se encuentre el selector, la pantalla LCD frontal en la base del MultiMode puede mostrar información específica al modo seleccionado, como se observa en la Figura 1-35; en (A) para el modo STM, (B) para el modo Tapping y (C) para el modo Contacto.



**Figura 1-35 Pantalla LCD en base MultiMode. Cortesía de IPN-CNMN**

Para STM (A) solo se indica el modo de operación, en el modo Tapping (B) se indica la señal de SUMA que recibe el fotodetector, el valor vertical de deflexión del láser y el valor RMS (root mean square) de la oscilación de la viga y en el modo Contacto (C) se muestra el valor de deflexión horizontal, deflexión vertical y la señal de SUMA de fotodetector.

## Capítulo 2.

# Técnicas de Caracterización por AFM

## 2.1 STM

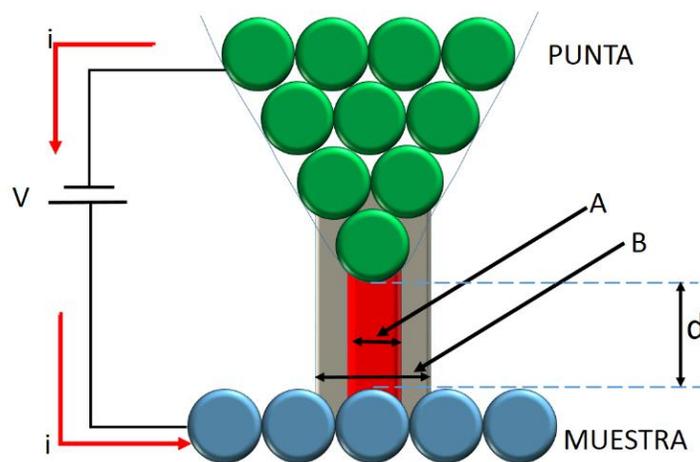
El microscopio de efecto túnel (STM) es considerado el padre de todos microscopios de sonda de barrido (del inglés Scanning Probe Microscope SPM). Inventado en 1981 en IBM Zurich, el cual fue el primer instrumento creado para generar imágenes topográficas de las superficies con resolución atómica. Los inventores, Gerd Binnig y Heinrich Rohrer, fueron galardonados con el Premio Nobel de Física cinco años después de esta invención.

La microscopía de efecto túnel (STM por sus siglas en Inglés) mide la topografía de una superficie usando una corriente de tunelamiento que depende de la separación entre la punta de la sonda y la superficie de la muestra. STM se realiza típicamente en las superficies de muestras conductoras y semiconductoras. Las aplicaciones incluyen imágenes de resolución atómica, electroquímica STM, espectroscopia de efecto túnel (por sus siglas en Inglés STS – Scanning Tunneling Spectroscopy). De la espectroscopía de efecto túnel se hablará en la sección 3.1.

La sonda utilizada en un STM es una punta afilada conductora (normalmente hecha de platino-iridio o tungsteno, aunque se puede hacer de cualquier otro material conductor o metal). Se aplica un voltaje de polarización entre la punta y la muestra. Cuando la punta se pone suficientemente cerca de la muestra (generalmente menos de  $d=10 \text{ \AA}$  ver Figura 2-1), los electrones comienzan a "saltar" a través del espacio entre la punta y la muestra, o viceversa (lo que se conoce como corriente de efecto túnel en Física Cuántica), dependiendo de la polaridad aplicada, gracias a este fenómeno físico se tiene un control muy preciso de la distancia punta-muestra lo cual hace que la resolución de las imágenes

sea del orden atómico. Teniendo en cuenta que para que exista el fenómeno de tunelamiento, tanto la muestra y la punta debe ser conductores o semiconductores.

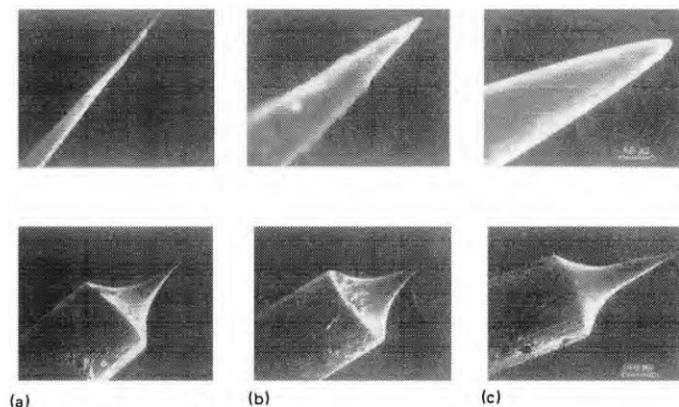
En la Figura 2-1 se observa la representación esquemática de la punta de tunelamiento y la superficie de la muestra, estas están conformadas por átomos debido a que en esta técnica de microscopía la interacción se lleva a cabo átomo con átomo, por eso es muy importante un buen afilado de la punta ya sea por métodos mecánicos como por métodos electroquímicos (Chen, 1993),



**Figura 2-1** Esquema de punta y la muestra la interacción de los STM.

En la Figura 2-2 donde se muestran diferentes puntas y diámetros de filo, ya que de no contar con un filo idóneo el área de interacción es mucho mayor Figura 2-1(cota B) lo cual hace que la interacción no sea la deseada. En el caso ideal de que la punta terminara en un solo átomo, la interacción sería la mostrada en la cota A de la Figura 2-1.

La importancia del tratamiento de la punta en STM fue reconocida por Binnig y Rohrer desde el comienzo de la experimentación con STM, por lo que hasta nuestros días podemos encontrar una gran cantidad de métodos para afilar las puntas en la medida de lo posible.



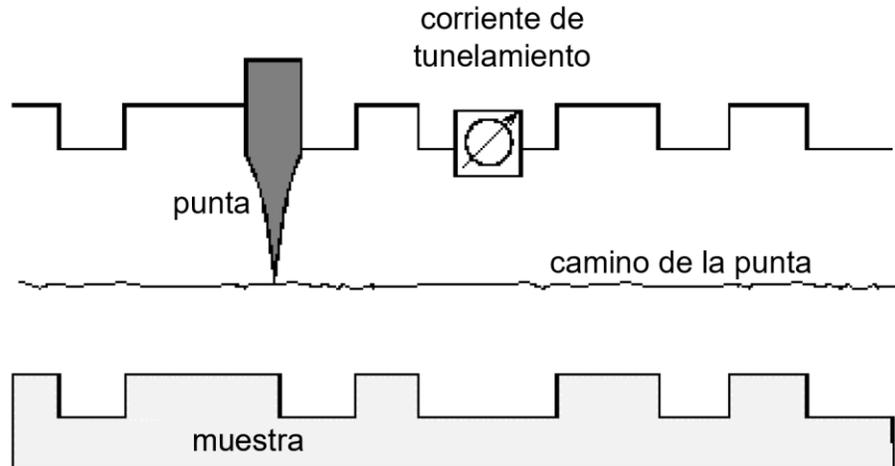
**Figura 2-2 Dependencia del radio de curvatura con respecto al tiempo de corte. Fotografías con SEM de puntas con diferentes tiempos. (a) 600 ns, con un radio de curvatura promedio de 32nm. (b) 140 ms, con un radio de curvatura promedio de 58 nm. (c) 640 nm, con un radio de curvatura promedio de 100 nm (imagen tomada de Ibe et al., 1990)**

Como se habló con anterioridad, si la separación entre la punta y la muestra cambia solo un 10% (en el orden de  $1\text{\AA}$ ), entonces la corriente de tunelamiento cambia en un orden de magnitud. Esto le da al STM su notable sensibilidad. STM puede visualizar la superficie de una muestra en el orden de sub-angstrom vertical y resolución atómica.

Ahora bien, la distribución o aportación de corriente entre la última capa de la punta y la primera capa de la superficie de la muestra se puede apreciar en la Figura 2-1, justamente entre el átomo del ápice de la punta de tunelamiento y el átomo de la primera capa de la superficie.

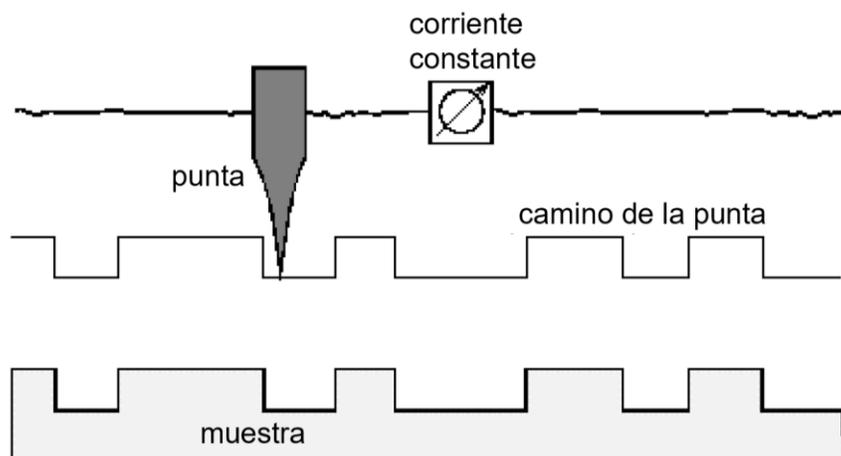
El STM puede ser diseñado para escanear una muestra en cualquiera de dos modos: modo de altura constante (Figura 2-3) o en el modo de corriente constante (Figura 2-4), haciendo hincapié en que son dos formas diferentes de operación del microscopio STM.

En el modo de altura constante, la punta se desplaza en un plano horizontal por encima de la muestra y la corriente de tunelamiento varía en función de la topografía y las propiedades electrónicas locales de la superficie. La corriente medida en cada posición de la muestra constituye el conjunto de datos y generan la imagen topográfica.



**Figura 2-3 Modo STM de altura constante**

En el modo de corriente constante (Figura 2-4), STM usa la retroalimentación para mantener la corriente de efecto túnel constante mediante el ajuste de la altura del escáner en cada punto de medición. Por ejemplo, cuando el sistema detecta un aumento del corriente túnel, ajusta el voltaje aplicado al escáner piezoeléctrico para aumentar la distancia entre la punta y la muestra.



**Figura 2-4 Modo STM de corriente constante**

Cada modo tiene ventajas y desventajas. El modo de altura constante es más rápido porque el sistema no tiene que mover el escáner hacia arriba y hacia abajo, pero proporciona información útil sólo para superficies relativamente lisas, el modo de corriente constante puede medir superficies irregulares con alta precisión, pero la medición toma más tiempo.

En el modo de corriente constante túnel mapea la topografía de la muestra, más exactamente, la corriente túnel corresponde a la densidad electrónica de los estados en la superficie. STM realmente detecta el número de llenado o estados electrónicos sin cubrir cercanos de la superficie de Fermi (POROD, et al., 2011), dentro de un rango de energía determinada por la tensión de polarización. En lugar de medir la topografía física, se mide una superficie de probabilidad de efecto túnel constante.

Una desventaja del STM es la sensibilidad ya que la estructura del material examinado puede causar problemas si el interés es el mapeo topográfico. Por ejemplo, si un área de la muestra se ha oxidado, la corriente túnel caerá precipitadamente cuando la punta se encuentre en esa área. En el modo de corriente constante, el STM dará instrucciones a la punta de acercarse para mantener la corriente de retroalimentación constante. El resultado puede ser que la punta haga un agujero en la superficie y se dañe la punta.

Como ventaja, la sensibilidad a la estructura electrónica puede ser una gran ventaja en algunos casos. Otras técnicas para la obtención de información sobre las propiedades electrónicas de una muestra son detectar y promediar los datos procedentes de un área relativamente grande, de unas pocas micras a unos pocos milímetros a través de STM y se pueden utilizar como herramientas de análisis de superficie que prueban las propiedades electrónicas de la superficie de la muestra con resolución atómica, utilizando STM de herramientas de espectroscopia.

## **2.2 Modo contacto**

Este modo también denominado modo de fuerza constante, es el modo AFM más directo, en el cual la punta está en contacto con la muestra y la flexión se mantiene constante durante el barrido a través del ciclo de retroalimentación. El contraste de la imagen depende de la fuerza aplicada, que también depende de la constante de elasticidad de la viga que se esté utilizando. Generalmente se usan vigas suaves para muestras suaves. Este modo se puede usar también en fluidos, lo que permite una reducción considerable de las fuerzas capilares entre la punta y la muestra (Braga, et al., 2004) lo cual generalmente mejora la

calidad de las imágenes obtenidas. En la Figura 2-5 se puede observar como la punta se desliza todo el tiempo manteniendo un contacto permanente sobre la muestra.



**Figura 2-5 En modo contacto, la punta sigue directamente la topografía de la superficie mientras es barrida.**

El modo de contacto es la base para todas las técnicas de AFM en la que la punta está en constante contacto físico con la superficie de la muestra. Mientras la punta hace el barrido a lo largo de la superficie, la topografía de la muestra induce una desviación o flexión vertical del cantiléver. Un circuito de retroalimentación mantiene esta flexión en un valor preestablecido de fuerza de carga y utiliza la respuesta de retroalimentación para generar una imagen topográfica.

El modo Contacto es adecuado para la ciencia de materiales, aplicaciones biológicas y la investigación básica.

En la Figura 2-6 se muestra el diagrama esquemático del AFM en modo contacto, en este modo la señal de retroalimentación es la deflexión de la viga, las condiciones extremo de retroalimentación son: si la viga se flexiona más de lo establecido el controlador envía la señal al escáner para bajar y en el caso que la flexión de la viga sea menor el escáner enviara una señal para elevar la muestra y mantener el contacto deseado.

Para la formación de imágenes en el modo contacto AFM, es necesario disponer de una viga en voladizo que sea lo suficientemente suave para ser desviada por fuerzas muy pequeñas (es decir, constante de resorte pequeña) y tiene una frecuencia de resonancia suficientemente alto como para no ser susceptibles a inestabilidades de vibración. Esto se

logra haciendo que la viga en voladizo sea corta, para proporcionar una alta frecuencia resonante, y delgado, para proporcionar una constante de resorte pequeña.

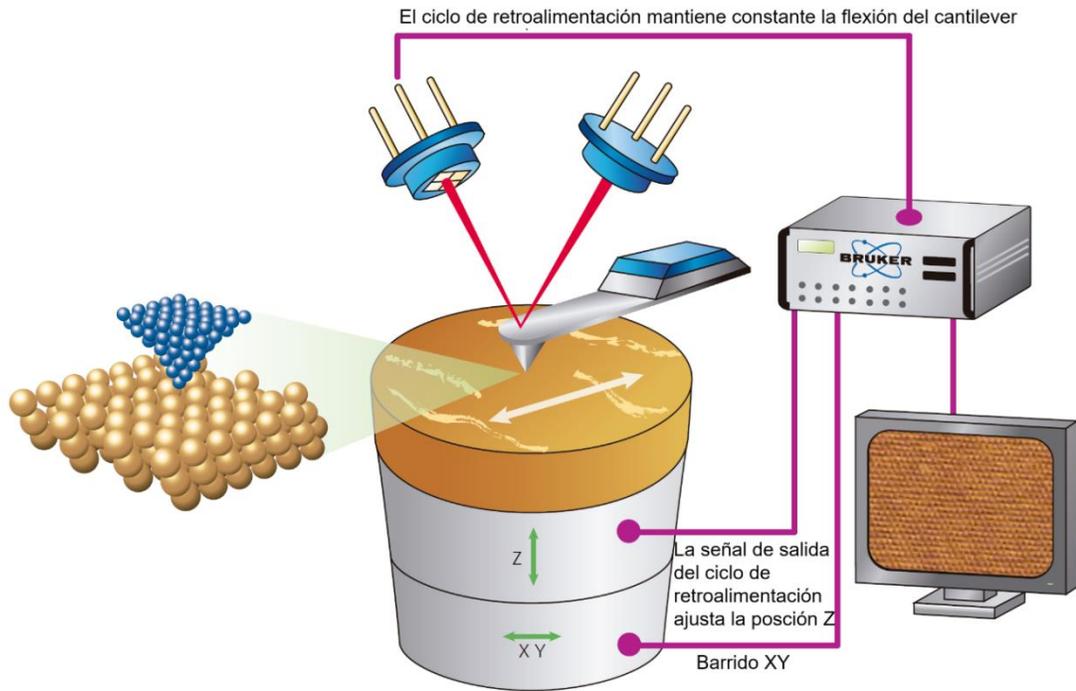


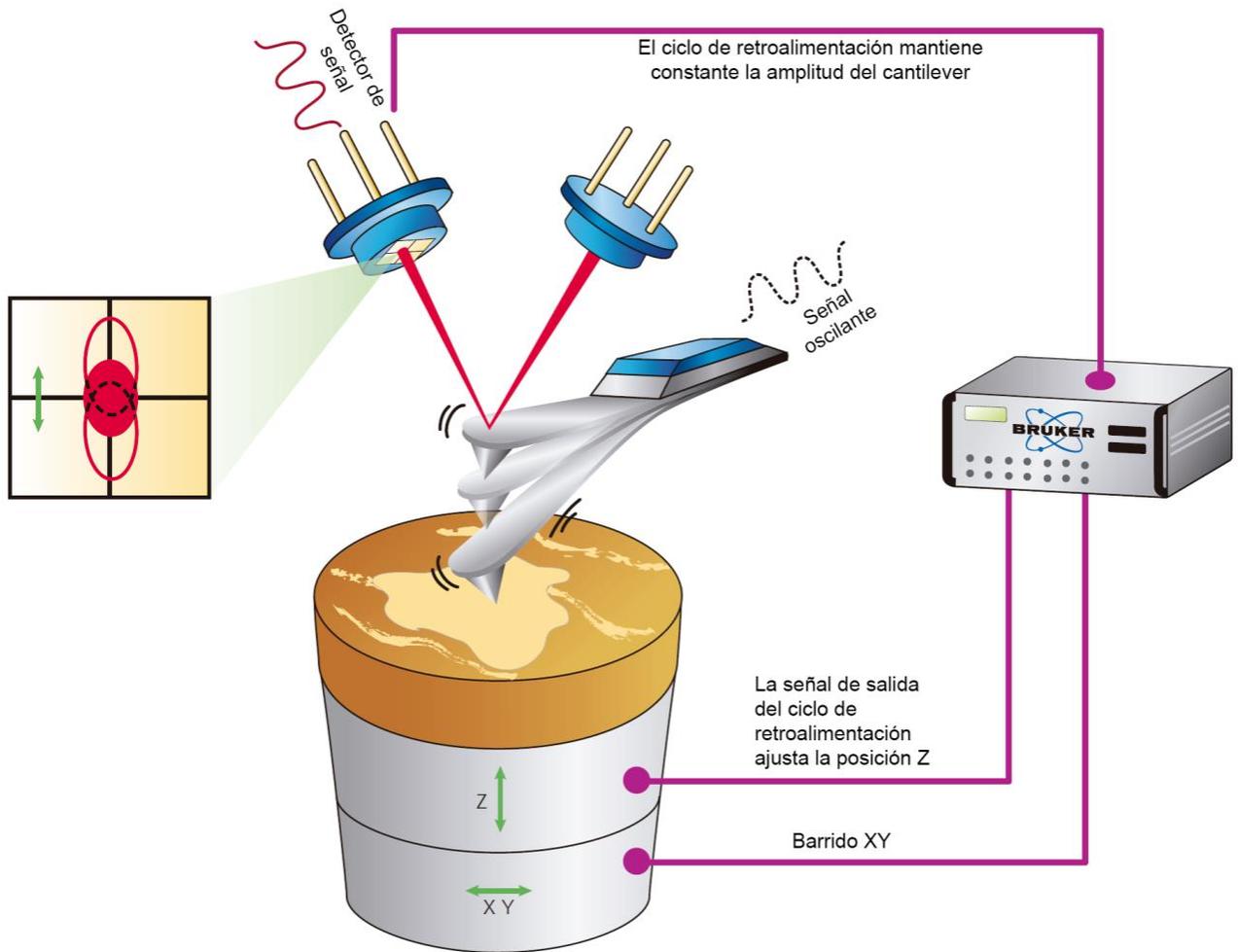
Figura 2-6 Diagrama esquemático de un AFM en el modo contacto

### 2.3 Modo Tapping

El desarrollo del modo Tapping™ (modo intermitente en español) permitió a los investigadores visualizar muestras frágiles como para resistir las fuerzas laterales del modo contacto y utilizar velocidades de barrido mucho más altas que aquellas de las que podrían obtenerse en el modo de contacto.

Tapping Mode AFM es una técnica patentada por Digital Instruments (ahora Bruker) en 1992 que mapea la topografía tocando ligeramente la superficie de la muestra con una punta oscilante. La amplitud de oscilación de la viga en voladizo cambia de acuerdo a la magnitud de la fuerza con la que interactúa la punta con la superficie de la muestra, y la imagen de topografía se obtiene mediante el control de estos cambios cerrando el ciclo de realimentación z para minimizarlos.

En la Figura 2-7 se puede observar el diagrama esquemático del AFM modo intermitente, en este arreglo la variación de la amplitud de oscilación de la viga es la señal de retroalimentación, esta variación también indica la fuerza con la que la punta toca la superficie de la muestra.



**Figura 2-7 Diagrama esquemático del modo Tapping (imagen tomada de Bruker)**

Este modo popular AFM es la base de muchos modos avanzados, como la microscopía de fuerza eléctrica (EFM) y microscopía de fuerza magnética (MFM).

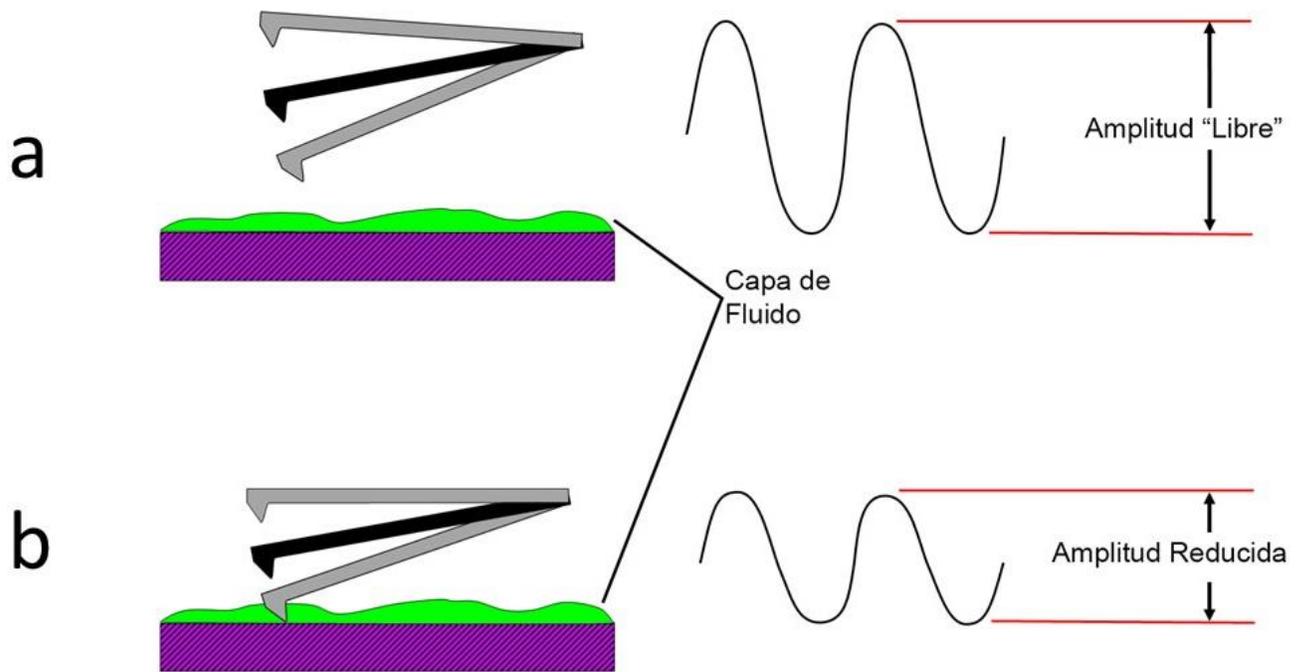
El modo Tapping es un modo de operación en el cual se tiene como objetivo minimizar las fuerzas laterales entre la punta y la muestra. Se caracteriza por que la viga en voladizo oscila a una frecuencia cercana a su frecuencia de resonancia (~300kHz) (Zhong, et al., 1993).

La idea esencial es que la punta golpea la superficie en cada oscilación. La amplitud de la oscilación, y por lo tanto, la energía asociada con la oscilación, debe ser suficiente para superar las fuerzas de adhesión (para que la punta no se quede atascada en la muestra), y con el control de la amplitud incrementamos o disminuimos la fuerza aplicada sobre la muestra, siendo esta la señal de retroalimentación. Esto da como resultado oscilaciones cuyas amplitudes son típicamente de 20 a 100 nm (Zhong, et al., 1993).

### **2.3.1 Principales parámetros de operación en el modo Tapping**

A lo largo de los años se ha visto que surgen dudas en los usuarios de los Microscopios de Fuerza Atómica cuando están operando el modo Tapping, es por ello que se describirá con mayor detalle la función de los principales parámetros de esta técnica.

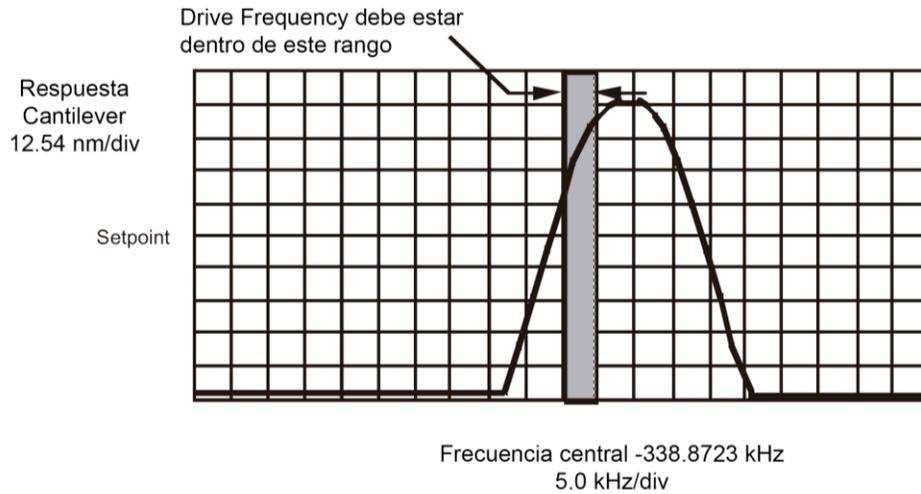
En la Figura 2-8a observamos una viga que está oscilando cerca de la frecuencia de resonancia y dicha frecuencia la llamaremos “Drive Frequency”, con una amplitud denominada “Drive Amplitude”, todo esto antes de cualquier interacción punta-muestra (la viga está muy lejos de la muestra de tal forma que no hay ninguna influencia entre ellos) y que también se puede llamar “amplitud libre en aire”. Esta amplitud se mide con un fotodetector y se determina el valor RMS (valor cuadrático medio, del inglés root-mean-square). Una vez que se inicia el proceso de acercamiento a la muestra, el valor RMS de la amplitud empezará a reducirse conforme la distancia punta-muestra sea más pequeña como se observa en la Figura 2-8b (mientras la viga y la muestra se empiezan a acercar) hasta que la amplitud alcance un valor que debe mantenerse “Amplitud Setpoint” y comenzará a realizar el barrido en los ejes X, Y, lo cual causará que el valor RMS de la amplitud de la oscilación cambie en todos y cada uno de los puntos de la superficie, por lo que el objetivo del ciclo de retroalimentación es mantener constante el valor RMS de la amplitud de oscilación de la viga a costa de modificar la posición vertical del piezoeléctrico y por lo tanto el piezoeléctrico se extenderá o contraerá (subirá o bajará) para mantener el valor original RMS de la oscilación de la viga. (Sulchek, et al., 2000)



**Figura 2-8 Amplitud de la oscilación del cantiléver antes y durante el barrido. Tomado de (Prater, et al., 1995)**

La cantidad de interacción punta-muestra o fuerza se aumenta con el incremento del valor de la amplitud de la oscilación “drive amplitud” y/o disminuyendo “amplitud setpoint”, aunque las relaciones entre las fuerzas que se ven involucradas son bastante complejas (Magonov, et al., 1997)

Para iniciar el escaneo en el modo Tapping es necesario sintonizar la viga (tune), es decir encontrar la frecuencia de resonancia de la viga, en la Figura 2-9 se puede observar el pico que nos indica la frecuencia de resonancia de una viga que normalmente son del tipo rectangular como el modelo RTESPA-300 o similar. La sintonización o búsqueda de la frecuencia de resonancia se puede hacer de manera manual o automática en el software del AFM.



**Figura 2-9 Rango sugerido para Drive Frequency.**

En la Figura 2-10. Se muestran las especificaciones de las viga a sintonizar, en el recuadro rojo podemos observar el valor nominal reportado por el fabricante para este modelo de viga, y el proceso de sintonización se simplifica si dicha búsqueda se realiza en un rango de frecuencia que puede ser sugerido por los valores Mínimo y Máximo que también se encuentran en las mismas especificaciones.

Shape	Resonant Freq. kHz			Spring Const. N/m			Length $\mu\text{m}$			Width $\mu\text{m}$		
	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.	Nom.	Min.	Max.
Rectangular	300	200	400	40	20	80	125	115	135	40	38	42

**Tip Specification**

This probe uses a rotated tip to provide a more symmetric representation of features over 200nm.

Geometry:	Rotated (Symmetric)
Tip Height (h):	10 - 15 $\mu\text{m}$
Front Angle (FA):	15 $\pm$ 2°
Back Angle (BA):	25 $\pm$ 2°
Side Angle (SA):	17.5 $\pm$ 2°
Tip Radius (Nom):	8 nm
Tip Radius (Max):	12 nm

**Figura 2-10 Frecuencia de resonancia nominal. Tomado de www.brukerafmprobes.com**

De acuerdo con el fabricante del AFM la viga no se hace oscilar exactamente a la frecuencia de resonancia, en lugar de esto la viga se hará oscilar a una frecuencia ligeramente desviada a la izquierda hasta un 10 % que ahora llamaremos “Drive Frequency”, ver figura Figura 2-9 la franja gris. La frecuencia de oscilación en la operación “Drive Frequency” es aquella en la cual la amplitud de la frecuencia de resonancia disminuye en ese determinado

porcentaje, aunque se deberá experimentar para encontrar el valor que permita obtener la mejor información de topografía.

Para el ejemplo de la , Drive Frecuency tiene una amplitud 5% (especificado en el parámetro *Peak offset*) menor que la frecuencia de resonancia, la búsqueda se realizó desde 2 kHz hasta 500 kHz, para que Drive Frecuency tenga una amplitud de 500 mV, es decir, la punta oscilará a 119.717 kHz y en el fotodetector se medirá una amplitud de 500mV.

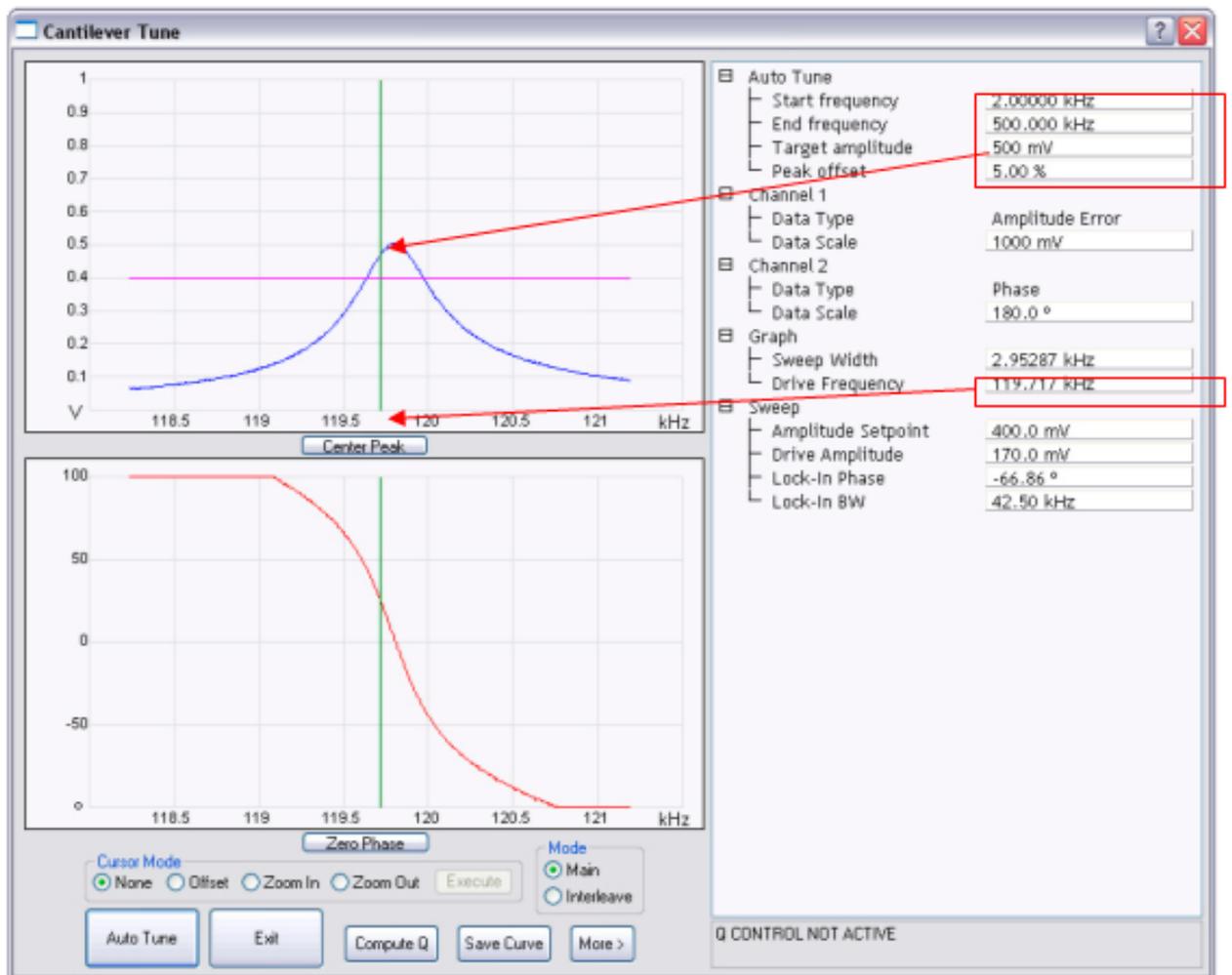


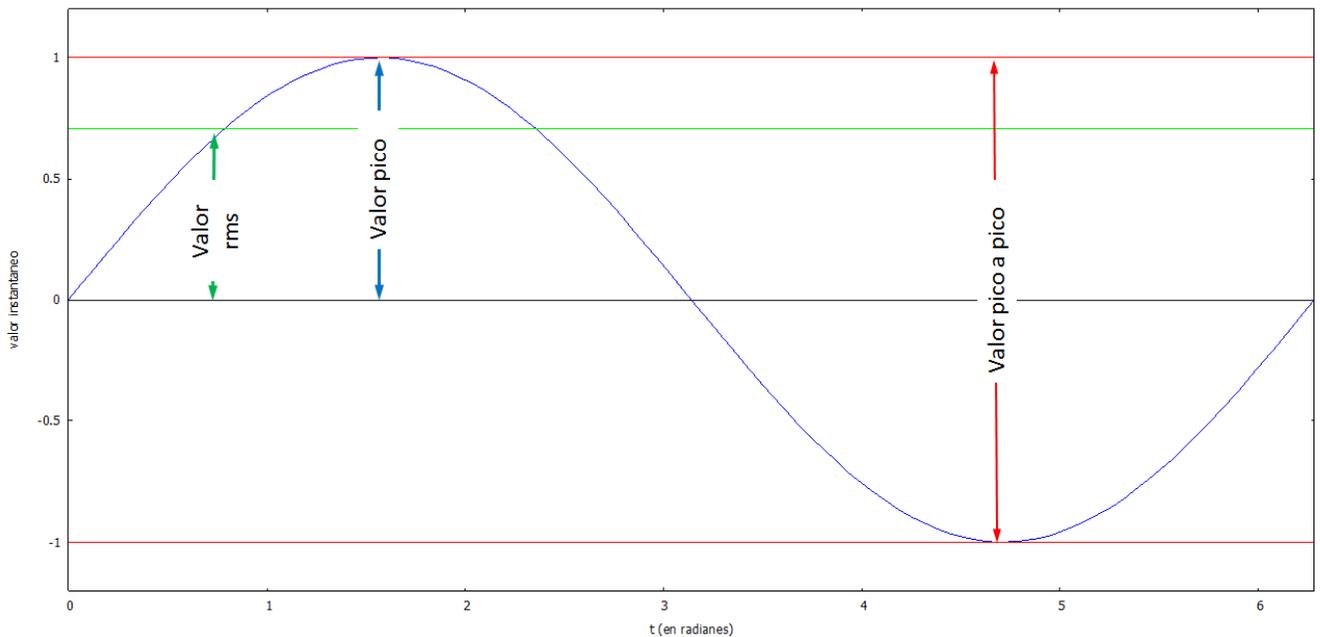
Figura 2-11 Panel de control Auto Tune

### 2.3.2 Valor eficaz o RMS

Por último, se define el concepto de valor RMS. En la Figura 2-12, se observa una señal de corriente alterna como el que se observa en el movimiento del cantiléver y que tiene diferentes valores instantáneos a lo largo de un ciclo. En la teoría de la electrotecnia se sabe que el valor RMS de una señal alterna es igual al de una señal continua, y que al pasar por una resistencia durante el mismo intervalo de tiempo, ambas desprenden la misma energía. También hay que indicar que los instrumentos de medición eléctricos (amperímetros, voltímetros) indican los valores RMS (Kuznetsov, 1967)

$$V_{RMS} = \frac{V_{pico}}{\sqrt{2}} = 0.707V_{pico}$$

Por lo que el valor RMS es 0.707 veces el Valor pico.



**Figura 2-12 Diagrama que muestra la relación entre los valores RMS, valor pico y valor pico-pico.**

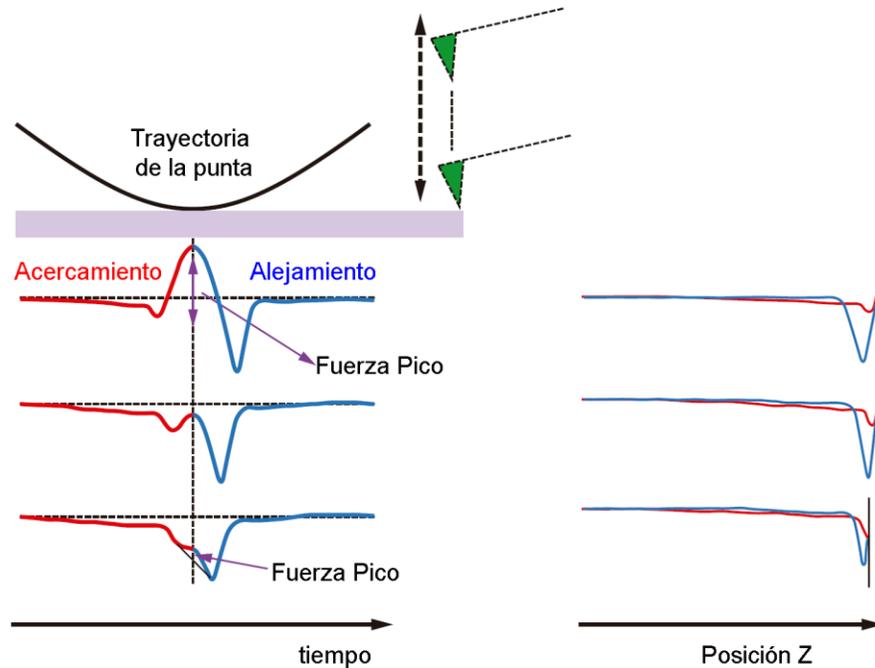
Para concluir este apartado, se menciona que una descripción más detallada del modo Tapping se puede encontrar en (Zhong, et al., 1993) y en (Prater, et al., 1995).

## 2.4 PeakForce Tapping

PeakForce Tapping es un modo AFM mejorado que usa la fuerza como variable de retroalimentación para reducir las fuerzas de interacción punta-muestra al mismo tiempo que mantiene las velocidades de barrido de los modos AFM actuales (Su, et al., 2016).

PeakForce Tapping puede funcionar con una amplia variedad de puntas AFM estándar. En este modo de operación, el escáner se acerca y aleja de la muestra a una frecuencia típica de 2 kHz (muy por debajo de la frecuencia de resonancia de la viga) con amplitudes típicas pico a pico en el aire de 300 nm. Esto hace que la punta entre en contacto con la muestra de manera periódica durante un corto período de tiempo [ $< 100 \mu\text{s}$ ] y una fuerza oscilante periódicamente se ejerce sobre la superficie de la muestra. Gracias a la alta velocidad de los modernos controladores AFM, las curvas fuerza-distancia (ver sección 2.5) se pueden capturar cada vez que la punta toca la muestra (Trtik, et al., 2012)

En el modo PeakForce Tapping, la viga se mueve constantemente en la dirección normal a la superficie de la muestra (ver Figura 2-13) por lo que la punta se acerca y aleja de la muestra, por lo que en cada ciclo de oscilación se obtiene una curva de fuerza-desplazamiento aunque también en la Figura 2-13 se puede ver la curva en función del tiempo. La fuerza es cero (línea base de fuerza), que corresponde a la deflexión del cantiléver en suspensión libre, cuando la punta no está en contacto con la superficie de la muestra. El valor del umbral de la fuerza pico (la diferencia entre la fuerza máxima y la línea base de fuerza) se mantiene constante por el ciclo de realimentación de modo que en cada punto (cada píxel de la imagen) la fuerza ejercida sobre la muestra sea la misma. (Walczyk, et al., 2013)



**Figura 2-13** Curvas de fuerza tomadas con PFT. El cantiláver describe un movimiento senoidal y las curvas se grafican vs tiempo y distancia. Tomado de (Kaemmer, 2011)

Las fuerzas de interacción medidas a diferentes distancias entre la punta y la muestra constituyen la forma de la curva fuerza-distancia. En la fase de aproximación (toda la línea continua y de color azul de la Figura 2-14), cuando la punta está muy lejos de la muestra, la fuerza es cero (línea de fuerza inicial). Cerca de la muestra la punta puede experimentar fuerzas de atracción de van der Waals, entrar en contacto con la superficie y posteriormente flexionarse debido a las fuertes fuerzas de repulsión hasta que se alcanza el umbral de fuerza pico (generalmente de repulsión) y que se define como la fuerza máxima o fuerza pico que se aplicará a la superficie de la muestra. Después de eso, la viga se retrae (línea gruesa continua de color verde y la línea punteada roja de la Figura 2-14) y de inmediato regresa a la línea base de fuerza (cero). Durante la retracción, la viga se puede pegar a la muestra y flexionarse debido a las fuerzas de adhesión (la fuerza cae por debajo de la línea de fuerza cero) hasta que, finalmente, se separa y vuelve a la posición de flexión base o cero, a continuación, la punta se mueve a la siguiente posición en la muestra y se repite todo el procedimiento. El diferente comportamiento de la viga durante la aproximación y la retracción da como resultado la histéresis en la curva fuerza-desplazamiento. (Walczyk, et al., 2013). Todo este proceso se observa en la Figura 2-14

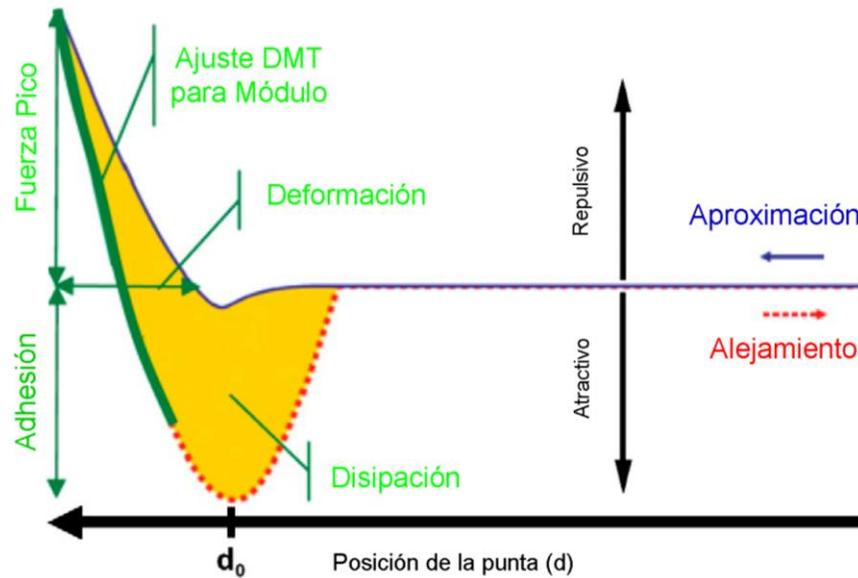


Figura 2-14 Diagrama esquemático de un solo ciclo para Peak Force Tapping. Tomado de (Trtik, et al., 2012)

## 2.5 Curvas de fuerza

En la Figura 2-15 se puede observar una curva de fuerza obtenida por el AFM. Para entender esta imagen se parte del punto **A**, en este punto la viga se encuentra localizada por encima de la superficie de la muestra (no hay interacción entre la viga y la superficie), después empieza a acercarse a la muestra (línea azul punteada) hasta hacer contacto en punto **B**, este punto es fácil de localizar en el caso de pruebas el aire con materiales relativamente rígidos, se ve como un pequeño salto y después contactar la superficie la viga sigue bajando indentando la muestra con la punta (la viga se está flexionando en este punto) hasta el punto **C** que es el punto de máximo desplazamiento de la viga y corresponde al punto de máxima fuerza aplicada, seguido la viga inicia el desplazamiento de retracción, hasta el punto **D** en este punto la punta de la viga se despegar de la superficie de la muestra, la muestra muestra la fuerza de adhesión, después de que se despegar la punta la viga sigue su movimiento de retracción (línea roja continua) hasta llegar al punto de partida **A**. En la Figura 2-15 los ejes corresponden a la fuerza vs Z (desplazamiento de la viga).

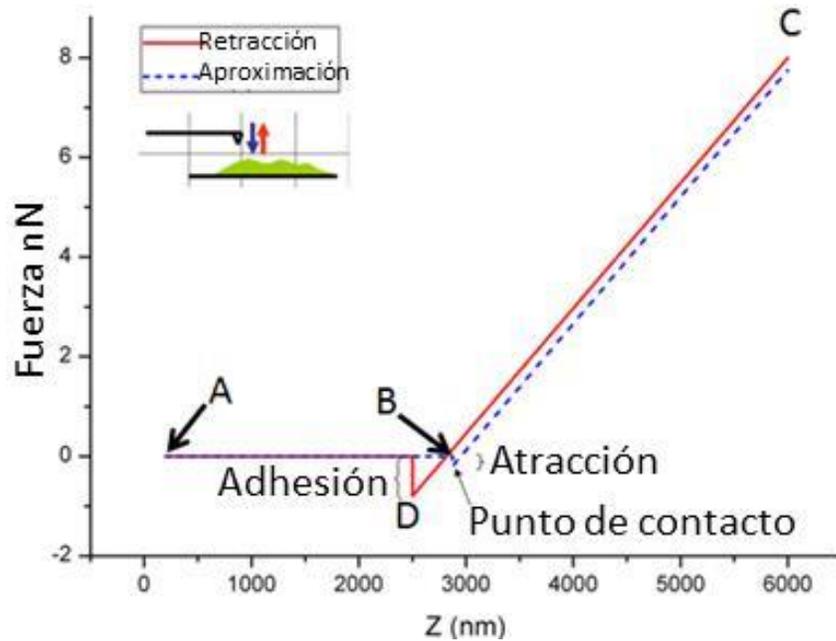


Figura 2-15 Curva de fuerza obtenida de la indentación de un material rígido

Para el caso de materiales suaves y en fluidos, como la caracterización mecánica de células o bacterias y que se realizan en un fluido líquido para conservar las condiciones fisiológicas, la curva de fuerza es similar a la de la Figura 2-16, se lee como en el caso anterior, punto **A** de inicio de desplazamiento de la viga (trayectoria de aproximación), **B** punto de contacto en el caso de fluido líquido este punto no se localiza con facilidad, **C** máxima fuerza aplicada. La trayectoria **B-C** se conoce como indentación en esta parte el material está siendo penetrado por la punta montada en la viga, y **C-B'** es la parte donde la punta después de penetrar hasta un punto máximo que corresponde a la fuerza máxima se retrae, el trayecto de retracción iniciado en **C**, hasta el punto de separación con la muestra punto **D**, hasta llegar a **A** el punto de inicio. Del análisis de esta curva de fuerza se pueden obtener parámetros como lo es el módulo de Young de los materiales ensayados.

En Figura 2-16 también se puede apreciar una área marcada con color amarillo, para comprender de forma más simple la dividiremos por medio de una línea imaginaria que pasa por **B-B'** paralela al eje horizontal, la parte de arriba se trata de la energía disipada al indentar, y la parte de abajo es el trabajo de adhesión, la distancia vertical de D-B es la fuerza de adhesión máxima.

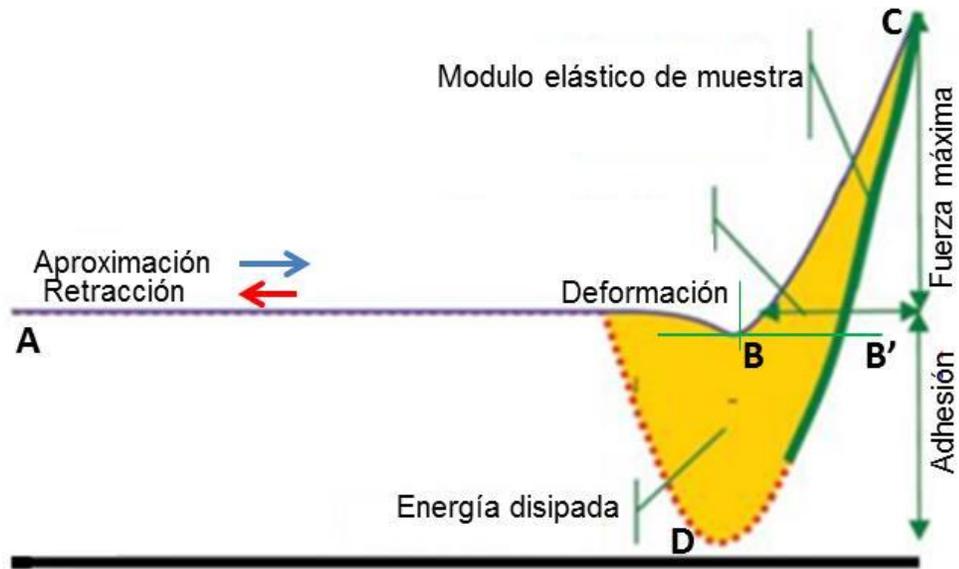


Figura 2-16 Indentación de un material relativamente suave en fluido líquido. (Imagen modificada de Bruker)

En la Figura 2-17b se observa una curva de fuerza similar a la anteriormente discutida, la única diferencia es que en esta se acota la deflexión de la viga, y a la fuerza máxima se le nombra PeakForce, la Figura 2-17a es conocida como latido de corazón la única diferencia son los ejes, en este caso se grafica fuerza vs tiempo a diferencia de la curva de fuerza donde se grafica fuerza vs Z (desplazamiento de la viga), es como desdoblar la curva de fuerza, los MFA pueden obtener las curvas de fuerza en estos ejes simultáneamente.

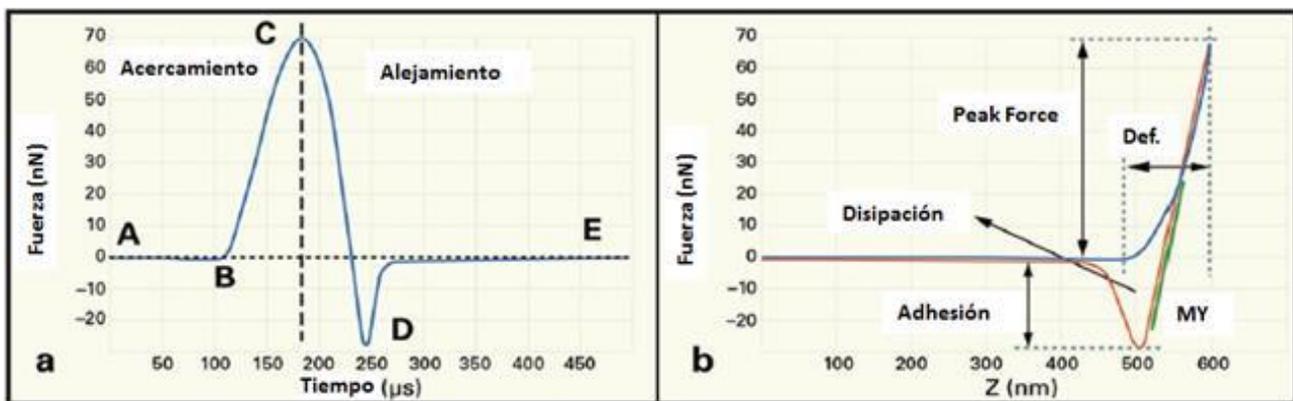


Figura 2-17 a) Latido de corazón y b) curva de fuerza.

Para obtener resultados cuantitativos es necesario realizar la calibración de las vigas usadas en la caracterización de materiales, el parámetro que se obtiene de la calibración es la constante de deflexión  $k$ , ya sea por medio de métodos analíticos (0) u otros métodos.

## **2.6 ScanAsyst**

ScanAsyst™ es el primer modo de visualización del mundo con tecnología de optimización que permite automatizar la obtención de imágenes para la microscopía de fuerza atómica (AFM). Esta innovación libera a los investigadores de la tarea de ajustar los parámetros de exploración, como setpoints, ganancias de realimentación, y velocidad de barrido. Algoritmos inteligentes supervisan continuamente la calidad de imagen para realizar los ajustes apropiados de los parámetros. Esto hace que obtener buenas imágenes sea tan fácil como simplemente seleccionar un área de escaneo y el tamaño de escaneo para casi cualquier muestra en aire o fluido (Bruker, 2011).

ScanAsyst utiliza PeakForce Tapping (mecanismo previamente descrito en la sección 2.4) ya que separa la respuesta en la viga de la dinámica de resonancia, para ajustar automáticamente todos los parámetros críticos de la visualización. (Kaemmer, 2011)

## Capítulo 3.

# Modos adicionales de operación AFM y STM

### 3.1 STS (Espectroscopía STM)

La espectroscopía de tunelamiento (del término en inglés STS - Scanning Tunneling Spectroscopy) es un conjunto de técnicas basadas en STM que permiten determinar curvas características, dependiendo del instrumento utilizado, podemos dividir en dos categorías de curvas (Bruker, 2011):

1. STS  $i(v)$ . La corriente de tunelamiento como una función del voltaje aplicado. La altura de la punta se mantiene constante mientras se captura la gráfica I-V corriente-voltaje.

Las gráficas que se pueden obtener son: I-V,  $\frac{di}{dv}$ ,  $\frac{d \ln(i)}{dv}$ ,  $\frac{d \ln(i)}{d \ln(v)}$

2. STS  $i(s)$ . La corriente de tunelamiento como una función de la altura de la punta. El voltaje aplicado se mantiene constante mientras se captura la gráfica I-S, o bien  $\ln(I)$  vs S.

Algunas de las aplicaciones de STS, reportadas por algunos autores son: investigación de la estructura electrónica de moléculas de Mn12 como magnetos de una sola molécula (Burgert, et al., 2007), estudio de estructuras atómicas (Goler, et al., 2013), mapeo de regiones funcionalizadas de nanotubos de carbono (Nemes-Incze, et al., 2011), por mencionar algunas.

### 3.2 Microscopía de Fuerza Lateral (Lateral Force Microscopy)

La Microscopía de fuerza lateral (LFM) mide las desviaciones laterales (torsión) de la viga que surge de fuerzas sobre la viga que está sobre la muestra. Los estudios de LFM son útiles para observar las variaciones en fricción de la superficie que pueden surgir de la falta de homogeneidad en la superficie de un material, y también para la obtención de imágenes que tengan bordes más resaltados de cualquier superficie (Howland, et al., 1996).

En la Figura 3-1 (b) se observa como la punta gira de manera lateral, por lo que esto resulta en un desplazamiento lateral (horizontal) del haz láser en el fotodetector de cuatro segmentos, mientras que en la Figura 3-1 (a) se observa la flexión de la viga en dirección vertical mientras se va siguiendo la forma de la superficie de la muestra en el modo Contacto. Esta configuración permite determinar de manera simultánea la topografía en un canal mientras que en otro canal se pueden monitorear las señales correspondientes a los desplazamientos laterales de la superficie.

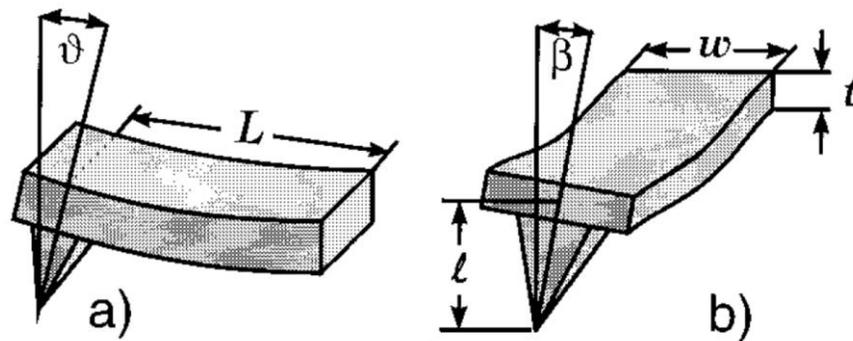
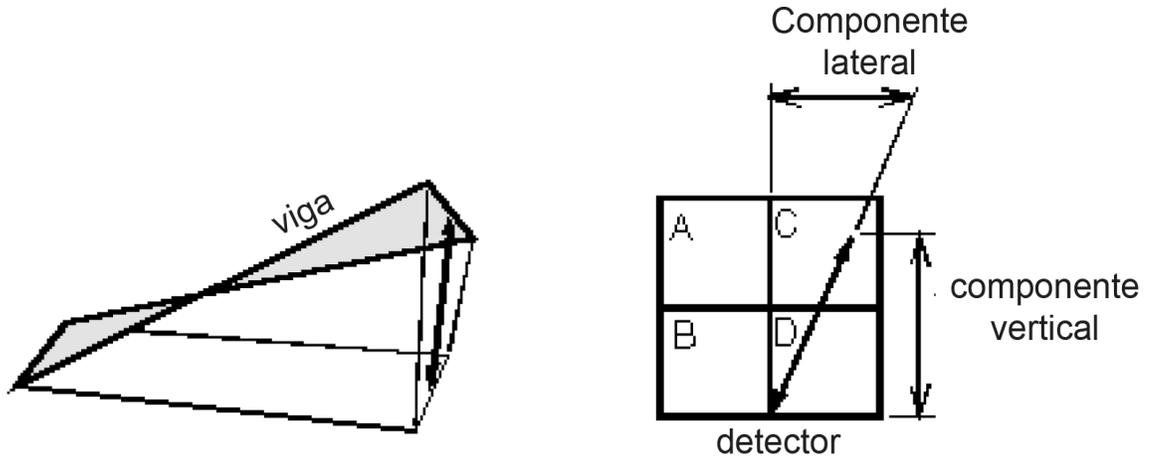


Figura 3-1 (a) Flexión vertical y (b) torsión lateral de una viga rectangular. Tomado de (Schwarz, et al., 1996)

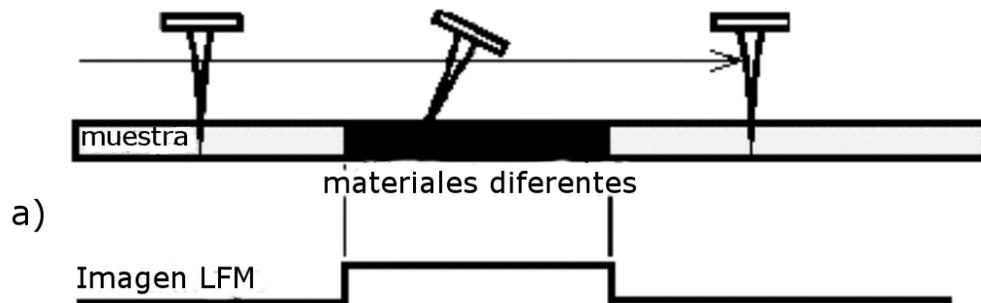
La Figura 3-2 muestra una representación más clara de cómo el giro se traslada en el fotodetector de cuatro cuadrantes.



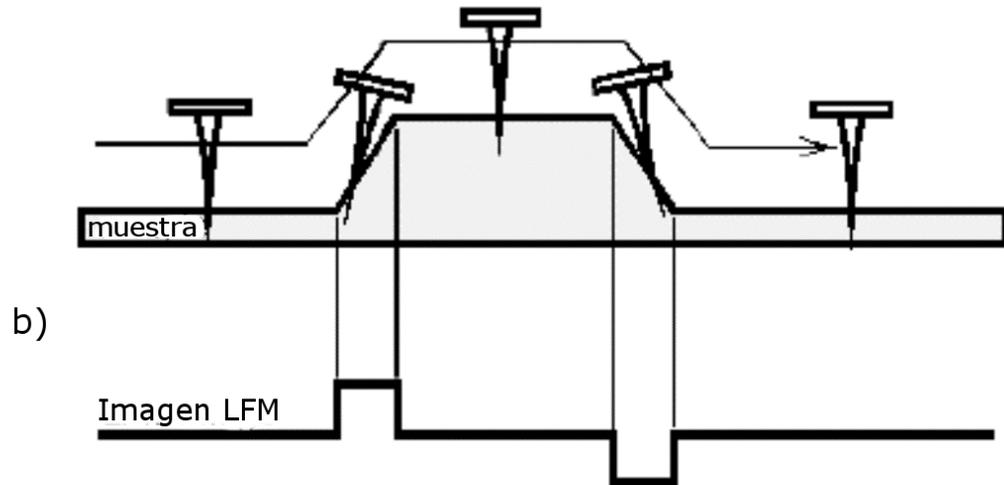
**Figura 3-2 Fotodetector para LFM. Tomado de (Howland, et al., 1996)**

Como se aprecia en la Figura 3-4, la señal de LFM generalmente proviene de dos fuentes (Howland, et al., 1996):

- Cambios en la fricción de la superficie de la muestra (información LFM real). Ver Figura 3-4a.
- Cambios en la pendiente de la superficie de la muestra (artefacto). Ver Figura 3-4b.



**Figura 3-3a Deflexión lateral de la viga por cambios de fricción en la superficie (arriba) y por cambios de pendiente (abajo). Tomado de (Howland, et al., 1996)**



**Figura 3-4b Deflexión lateral de la viga por cambios de fricción en la superficie (arriba) y por cambios de pendiente (abajo. Tomado de (Howland, et al., 1996)**

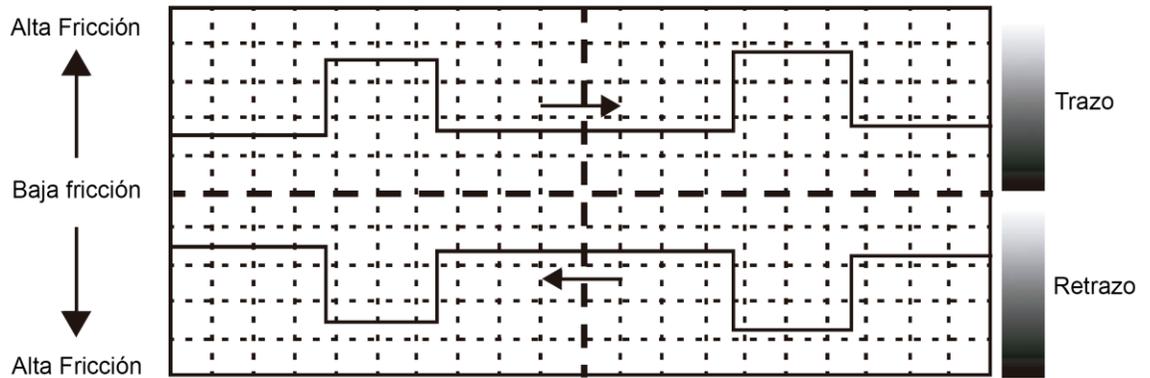
Para distinguir la información LFM real de artefactos originados por cambios de altura se consideran los siguientes hechos:

- La información LFM real se mostrará como un espejo en las señales de trazo y retrazo (Figura 3-5).
- Los artefactos se identifican pues tienen la misma forma independientemente de si fueron tomados en el trazo o en el retrazo (Figura 3-6).

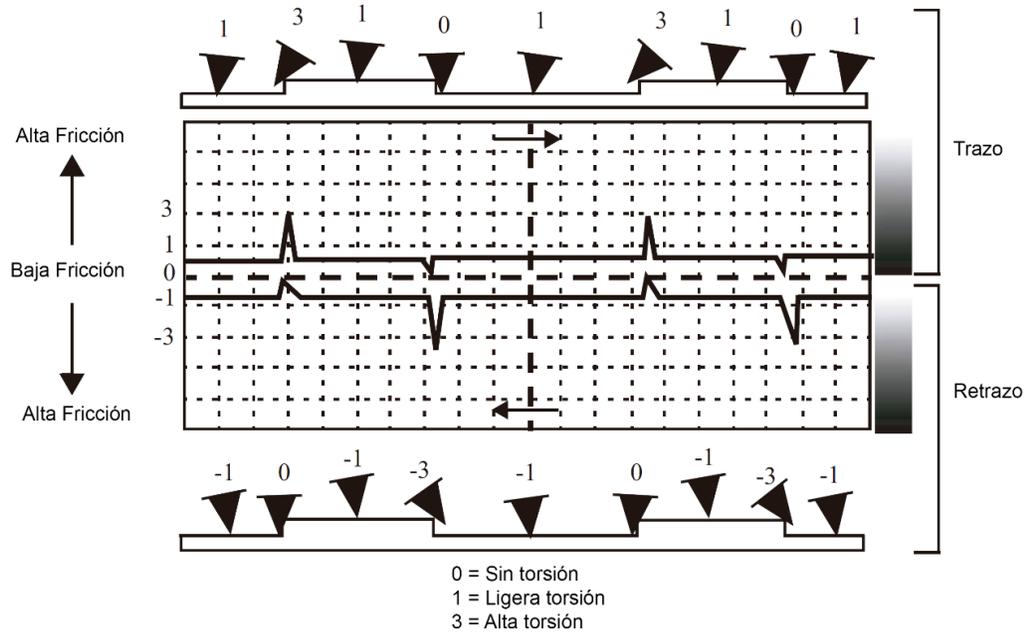
Al restar el canal de trazo y de retrazo, uno del otro se observan dos situaciones:

- Con información real, la señal resultante será sensible a la fricción de la muestra, es decir, se verá amplificada.
- En caso de ser información por cambios de pendiente (artefactos), como los dos canales de trazo y retrazo son iguales, la resta será una nueva señal con muy poco contraste

A esto hay que considerar que las señales de los canales de trazo y retrazo no empalman perfectamente (en los escáneres con lazo abierto, pero en los escáneres de lazo cerrado, estos si empalman).



**Figura 3-5 Datos LFM reales. Tomado de (Bruker, 2011)**



**Figura 3-6 Artefactos en datos LFM. Tomado de (Bruker, 2011)**

En el caso de esta señal, cabe aclarar cuál es la convención en la escala de colores. LFM generalmente se monitorea en la dirección de trazo con un ángulo de barrido de 90 grados.

- Con trazo, color claro significa más fricción, colores oscuros significa menos fricción (Figura 3-5).
- Con la señal de retrazo, la convención se invierte (Figura 3-5).

### 3.3 Fase (Phase)

En la operación del modo Tapping Mode (ver Figura 3-7) se observa que se tiene un oscilador (A) que estimula y hace vibrar la viga AFM a su frecuencia natural de resonancia o muy cerca de ella. Cuando la viga oscilante se acerca a la muestra en el punto B, el fotodetector registra la señal (B'). En otro punto de la muestra (C), la viga oscilante interactúa con la muestra y el fotodetector registra la señal (C').

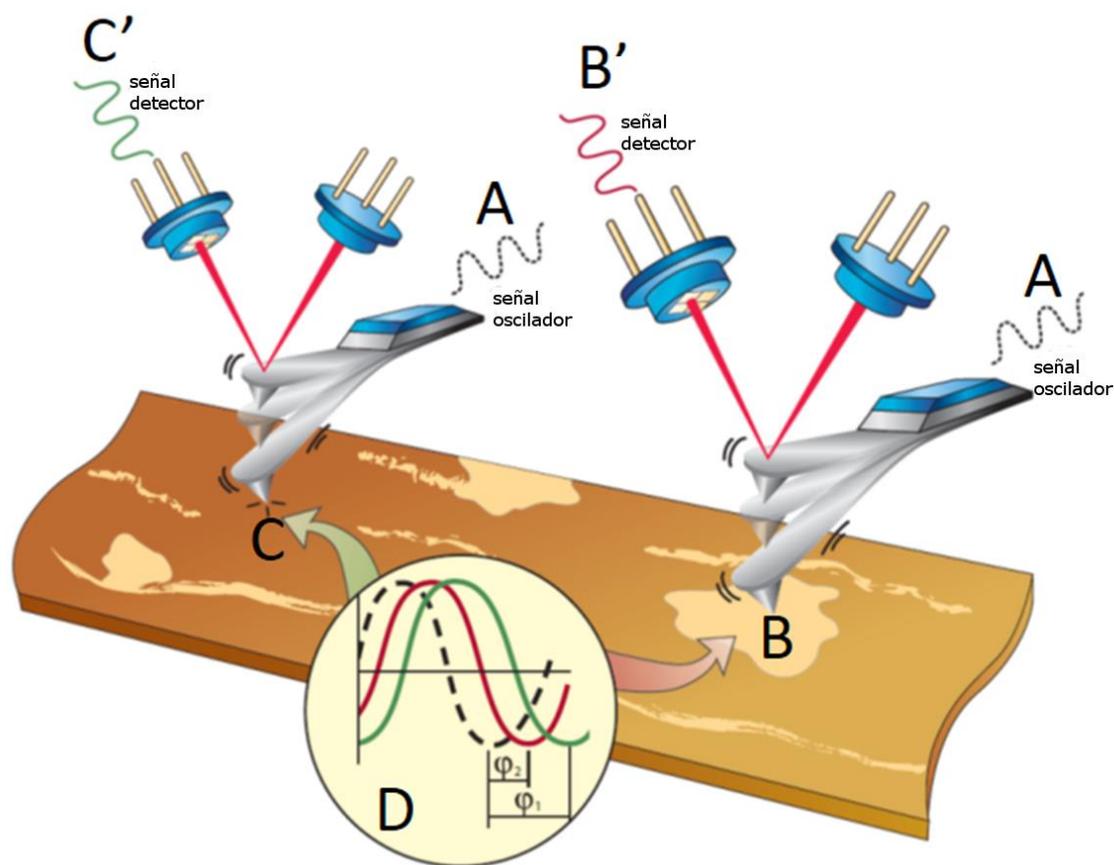


Figura 3-7 Señal de Fase. (Tomada de Bruker)

En el punto D de la Figura 3-7, se observan 3 señales senoidales (línea discontinua, color rojo y color verde). La señal senoidal discontinua es la señal que estimula a la viga, mientras que las señales senoidales roja y verde se han desplazado debido a las interacciones viscoelásticas entre la punta y muestra en los puntos (B) y (C). Este deslizamiento es lo que se conoce como señal de fase. La imagen de fase consiste en el monitoreo de esas

interacciones punta-muestra a lo largo del área de exploración del AFM, esta imagen se obtiene simultáneamente con la imagen de topografía en modo Tapping.

### 3.4 Interleave

Interleave es una característica avanzada del controlador NanoScope que permite la captura simultánea de dos tipos de información. Como se observa en la Figura 3-8, normalmente la primera es información topográfica y la segunda información es del tipo no-topográfico, por lo que se usan típicamente para aplicaciones como Microscopía de Fuerza Magnética (MFM, del término en inglés Magnetic Force Microscopy – sección 3.5) y Microscopía de Campo Eléctrico (EFM, del término en inglés Electric Force Microscopy).

Como se aprecia en la Figura 3-8, el primer trazo es el que corresponde a la información topográfica el cual se almacena, para ser reproducido en el Trazo Lift a una cierta altura de la superficie de la muestra.

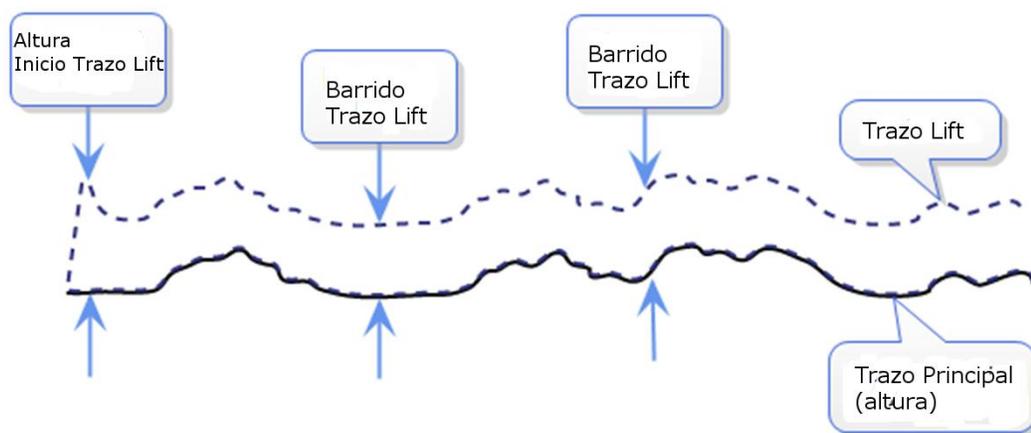


Figura 3-8 Interleave. Tomado de Bruker

Se pueden encontrar dos formas de operar Interleave.

- a) **Lift Mode.** Durante el barrido Interleave, los parámetros de retroalimentación (Drive Amplitud, Setpoint y las Ganancias) están apagados, por lo que la punta se aleja una distancia indicada por el usuario para realizar una medición de campo-lejano y

registrar mediciones de desplazamientos o cambios en deflexión o resonancia causados por campos magnéticos o eléctricos sobre la punta.

- b) **Interleave Mode.** En este modo, los parámetros de retroalimentación del barrido Interleave siguen prendidos (opuesto a Lift Mode en donde están apagados) mientras se captura información de topografía, fase u otro canal de información.

### 3.5 Microscopía de Fuerza Magnética (MFM)

La Microscopía de Fuerza Magnética (del término en inglés Magnetic Force Microscopy) es una técnica que permite identificar dominios magnéticos al registrar las interacciones de tipo magnéticos entre la muestra con propiedades magnéticas y la punta del AFM que tiene un recubrimiento que la hace sensible a esos dominios de tipo magnético.

MFM utiliza la técnica interleave (ver sección 3.43.3) en cualquiera de sus dos modalidades (interleave mode y lift mode).

En la se observa el principio de operación de MFM usando LiftMode y se resume a los siguientes puntos:

- En el paso 1 y 2 se obtiene información topográfica con Tapping Mode (con sus respectivos parámetros de retroalimentación activos (Drive Amplitud, Setpoint y Ganancias)
- En el paso 3 la punta se separa una distancia especificada por el usuario.
- En el paso 4 y 5 la punta reproduce el perfil de topografía obtenido en el paso 1 y 2 mientras que va respondiendo a las influencias magnéticas que se observan en los lugares marcados con signos marcados en rojo en la . En Lift Mode los parámetros de retroalimentación (Drive Amplitud, Setpoint y las Ganancias) están desactivados.

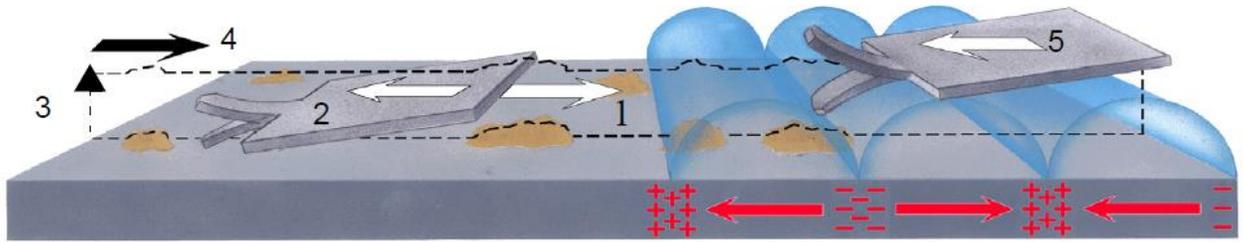


Figura 3-9 Principio de operación MFM LiftMode

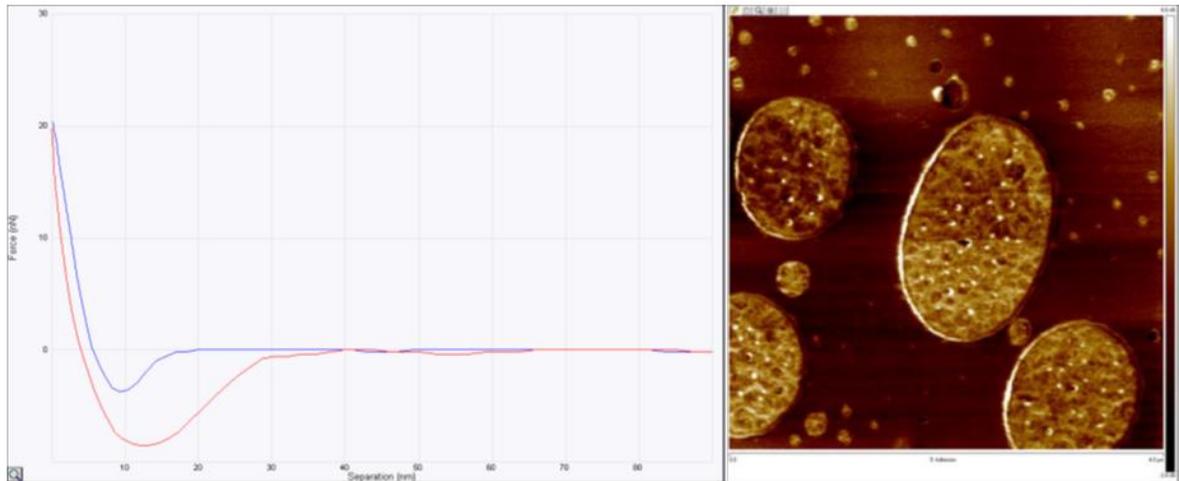
En MFM se puede operar de tres maneras diferentes para la detección de dominios magnéticos

- Detección de Fase. Se mide la fase de la oscilación del cantiléver respecto a la señal del piezo que hace oscilar la punta.
- Detección de Amplitud. Se miden los cambios de amplitud de la oscilación del cantiléver.
- Modulación de Frecuencia. Se van siguiendo los cambios en la frecuencia de resonancia.

### 3.6 PeakForce QNM

La técnica tiene por objeto realizar un mapeo a lo largo de todos y cada uno de los puntos del área de barrido y entregar la información mecánica de esa área explorada, haciendo uso de la tecnología del modo de operación PeakForce Tapping™ (ver sección 2.4). Un ejemplo de la información que se puede obtener.

En la Figura 3-10a se observa una curva de fuerza de uno de los puntos de la muestra y que tiene información mecánica de ese punto en particular. En la Figura 3-10b se aprecia un mapeo de la adhesión que presenta la superficie en el área de exploración, con valores en términos de fuerza (cuantitativo).



a) Curva de fuerza

b) Mapeo de Adhesión

**Figura 3-10 Muestra de una mezcla de Poliestireno y Polietileno de Baja Densidad. Tomado y adaptado de PeakForce QNM User Guide, Bruker.**

Las señales o mapeos que se pueden obtener con esta técnica son los siguientes:

- DMT Modulus. Módulo de Young, usando el modelo DMT (Derjaguin, Muller, Toporov).
- Adhesión.
- PeakForce. Fuerza Pico (Peak Force) aplicada durante el barrido más la señal de error.
- Dissipation. Disipación de Energía.
- Deformation. Deformación máxima de la muestra.

Es importante mencionar que no existe una punta universal que pueda medir el amplio rango de muestras que existen, por lo que se deberá elegir la punta en función de la muestra. La punta tendrá que causar la suficiente deformación en la muestra y mantener la sensibilidad de fuerza. El fabricante del equipo recomienda la selección de la punta en función de la muestra como se muestra en la . Tabla 3-1

Módulo de la Muestra (E)	Punta	Constante nominal de resorte (k)
1 MPa < E < 20 MPa	ScanAsyst-Air	0.5 N/m
5 MPa < E < 500 MPa	TAP150A	5 N/m
200 MPa < E < 2000 MPa	TAP300A	40 N/m
1 GPa < E < 20 GPa	TAP525A	200 N/m
10 GPa < E < 100 GPa	DNISP-HS	350 N/m

. Tabla 3-1 Puntas recomendadas para PeakForce QNM. Tomado de PeakForce QNM User Guide, Bruker

### 3.7 AFM Conductivo (C-AFM) y Tunelamiento AFM (TUNA)

Las técnicas de AFM-Conductivo (C-AFM) y Tunelamiento AFM (TUNA) son técnicas de caracterización eléctrica cuyo objeto es realizar mediciones de conductividad al medir la corriente que fluye entre la punta y la muestra. Dicha corriente es medida por un Módulo capaz de medir corrientes muy pequeñas. Estas técnicas se denominan técnicas de contacto pues mientras la punta realiza el seguimiento de la superficie por el Modo Contacto, al mismo tiempo realiza la medición de la corriente (ver Figura 3-11)

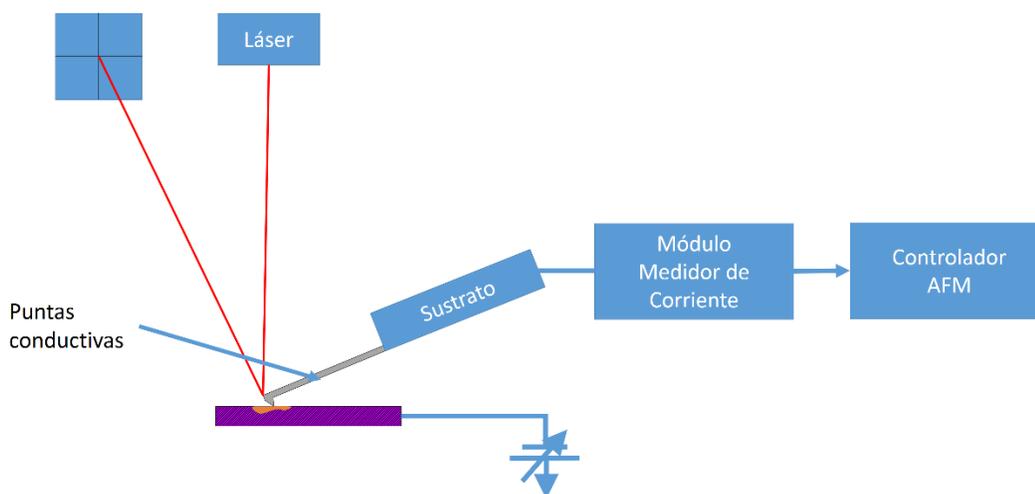


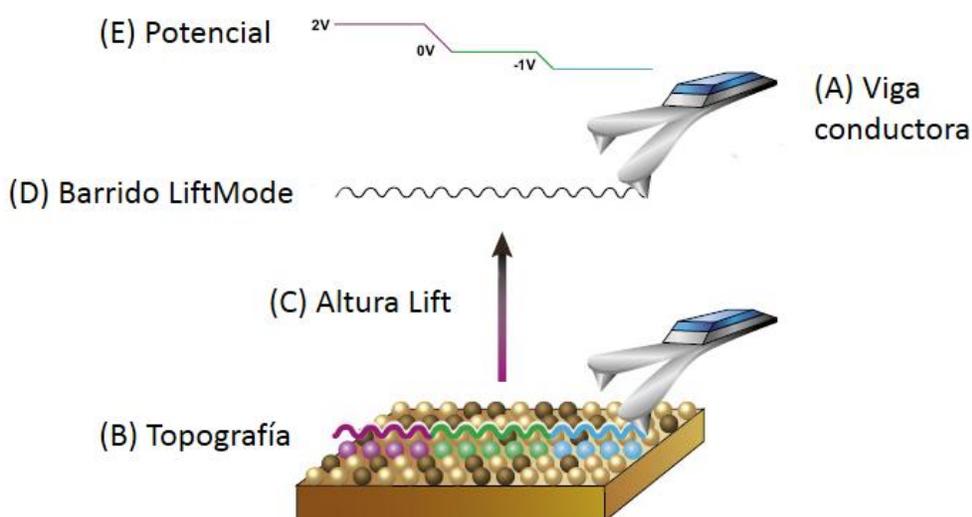
Figura 3-11 Diagrama de funcionamiento para CAFM y TUNA.

La principal diferencia entre estas dos técnicas radica principalmente en el rango de medición de corriente de cada una. CAFM mide en el rango de 1pA hasta 1µA. TUNA tiene su rango desde 80 fA hasta 1µA, aunque esto depende principalmente del fabricante y el nombre de la técnica también es diferente de fabricante a fabricante.

Las puntas que se utilizan en estas dos técnicas son vigas con recubrimientos conductivos, las más populares son aquellas que tienen recubrimiento de Platino-Iridio, aunque algunos otros materiales conductores pueden ser útiles.

### 3.8 Microscopía de Potencial de Superficie (SPoM)

Esta técnica está basada en la técnica macroscópica del método Kelvin, por lo que también se le llama KPFM (de sus siglas en inglés, Kelvin Probe Force Microscopy). SPoM es capaz de obtener la información topográfica y el Potencial de Superficie al mismo tiempo. La topografía se obtiene usando el modo Tapping pero con una punta conductora, como se muestra en la Figura 3-12.



**Figura 3-12 Diagrama de KPFM. Tomado y adaptado de Bruker**

Existen dos formas de realizar la técnica. La primera es con Amplitud Modulada y se denomina AM-KPFM. La segunda es con Frecuencia Modulada y se denomina FK-KPFM.

Para el caso de AM-KPFM, se establece que es una técnica de dos pasos en la cual una punta conductora (A) realiza un barrido sobre la superficie de la muestra (B) utilizando el modo Tapping y la información de la topografía es almacenada en el primer paso, después la punta se separa de la superficie de la muestra una distancia (C) llamada altura Lift. Para

obtener el Potencial de Superficie, el piezoeléctrico replicará el movimiento almacenado en el primer paso (D) y después en cada punto de se aplican dos voltajes a la punta, uno es una señal de corriente alterna  $V_{AC}\text{sen}(\omega t)$  y la otra es de corriente directa. La primera hará oscilar la punta mientras que el valor de la señal de corriente directa dependerá del potencial de superficie en cada punto de la muestra, para tal efecto se habilita un ciclo de retroalimentación adicional que ajustará el valor de corriente directa hasta anular la oscilación de la señal alterna que será igual al potencial de superficie en ese punto (E). Para obtener el voltaje de corriente directa que iguala el potencial de superficie se puede realizar mediante la detección de amplitud de oscilación o la fase de la misma.

Para el caso de FM-KPFM, esta es una técnica de un solo paso, es decir, mientras se realiza el barrido de topografía con el modo Tapping simultáneamente se realiza la medición de Potencial de Superficie.

## Capítulo 4.

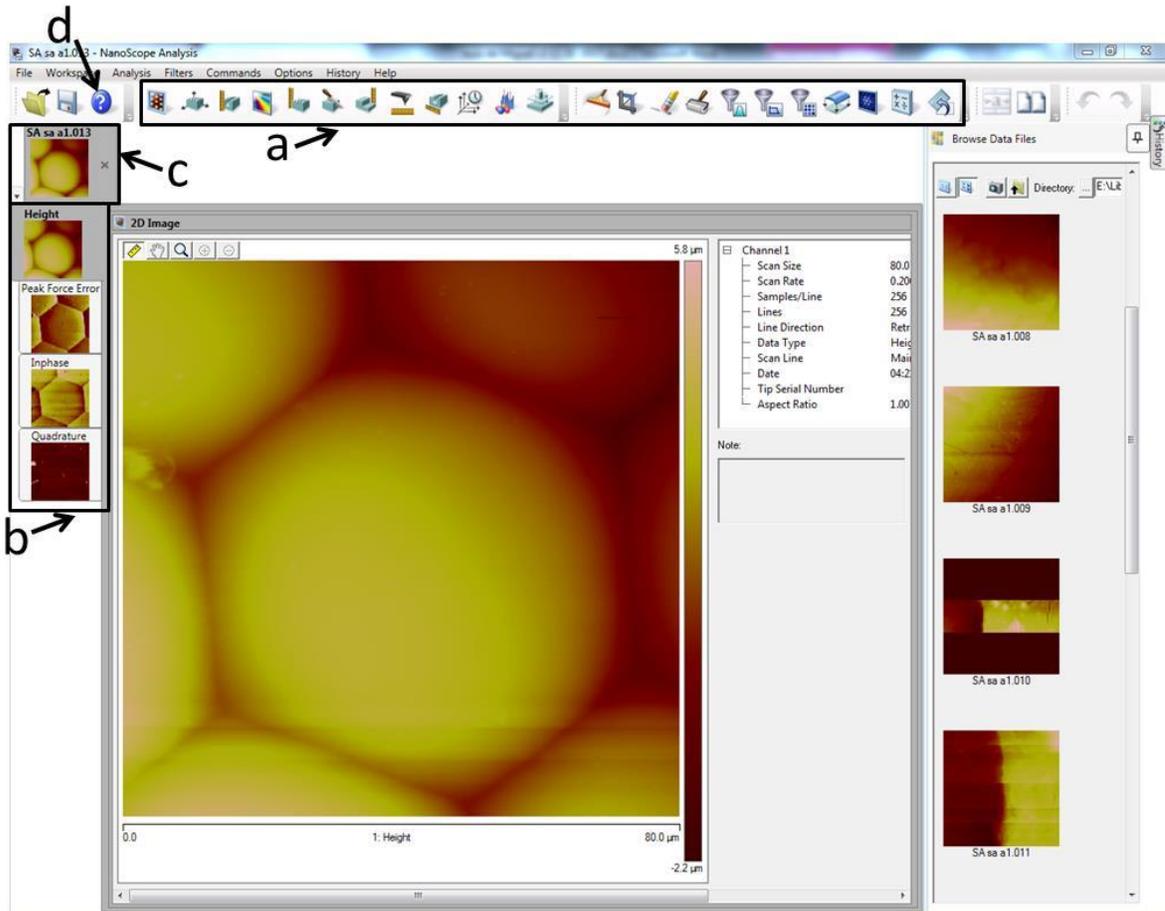
# Ejemplos de aplicaciones del AFM y análisis de resultados

En este capítulo se muestran algunas de las herramientas disponibles en el programa NanoScope Analysis versión 1.5 aplicadas a imágenes obtenidas en el CNMN del Instituto Politécnico Nacional. La pantalla del programa es mostrada en la , en la parte superior se encuentran las diferentes herramientas disponibles resaltadas por un rectángulo y una flecha a), en esta figura se muestra una imagen de una muestra obtenida por medio del microscopio de fuerza atómica.

En la también se puede observar señalado con la letra c, el archivo que se encuentra abierto, con la letra b se pueden observar los canales que fueron capturados, en este caso de la imagen abierta los canales son: Imagen de altura (height), imagen de error, imagen de fase y en este caso la imagen de quadrature.

Aunque este programa es muy amigable, con solo oprimir F1 o en algunos casos el icono con el signo de interrogación (ver d) se abre automáticamente una ventana del exportador de internet en la cual se despliega la información pertinente a la herramienta que se abrió previamente.

En la sección a) se muestra el menú de herramientas, las cuales serán explicadas a continuación.



**Figura 4-1** Pantalla principal donde se muestran las diferentes herramientas disponibles a), imágenes capturadas en los diferentes canales b).

## 4.1 Canales capturados

Los canales que se pueden capturar dependen del modo de operación, es el tipo de información recogida del microscopio. Por ejemplo si se trabaja en contacto se captura el canal de altura y el de error, en el caso de trabajar en modo ScanAsyst algunos de los canales que se pueden capturar son: altura, error, fase y quadrature, estos son los mostrados en sección b.

#### 4.1.1 Canales en el modo Contacto

- **Altura** (Height). Corresponde a los cambios en la altura realizados por el piezo para mantener constante la deflexión de la viga. La posición del piezo (eje Z) durante el barrido refleja la altura de la muestra.
- **Error de Deflexión** (Deflection Error). Es el diferencial entre la señal de deflexión vertical y el valor Deflection Setpoint (Deflexión que debe mantener el sistema y representa de manera directa la fuerza ejercida sobre la superficie de la muestra).

Cuando se almacena la señal de Error de Deflexión con ganancias altas, equivale directamente a la derivada de la altura. Esta comúnmente se le llama como *señal de error*. Esta señal es muy útil en la observación de detalles finos de topografía que son muy difíciles de apreciar en el canal *Altura*. No tiene ningún tipo de información cuantitativa acerca de la altura.

#### 4.1.2 Canales en el modo Tapping

- **Altura** (Height). Corresponde a los cambios en la altura realizados por el piezo para mantener constante la amplitud de la oscilación de la viga. La posición del piezo (eje Z) durante el barrido refleja la altura de la muestra.
- **Error de Amplitud** (Amplitude Error). Es el diferencial entre la amplitud de oscilación de la viga y el valor Amplitude Setpoint (Amplitud de oscilación que debe mantener el sistema).

Cuando se almacena la señal de Error de Amplitud con ganancias altas, equivale directamente a la derivada de la altura. Esta señal es muy útil en la detección de bordes que son muy difíciles de apreciar en el canal *Altura*. No tiene ningún tipo de información cuantitativa acerca de la altura.

- **Fase (Phase).** Es la señal que mide el deslizamiento de la señal senoidal en el fotodetector con respecto a la misma señal senoidal que estimula la viga del AFM. Dicho deslizamiento se debe a las interacciones viscoelásticas entre punta y muestra (sección 3.3). Esta señal permite identificar diferentes materiales proporcionando un mapeo de variaciones de rigidez. (Magonov, et al., 1997)

#### 4.1.3 Canales en el modo de Microscopía de Fuerza Lateral (LFM)

En la Microscopía de Fuerza Lateral (LFM) el principal canal es el de Fricción y que se describe en esta sección líneas abajo.

- **Altura (Height).** Corresponde a los cambios en la altura realizados por el piezo para mantener constante la deflexión de la viga. La posición del piezo (eje Z) durante el barrido refleja la altura de la muestra.
- **Error de Deflexión (Deflection Error).** Es el diferencial entre la señal de deflexión vertical y el valor Deflection Setpoint (Deflexión que debe mantener el sistema y representa de manera directa la fuerza ejercida sobre la superficie de la muestra).

Cuando se almacena la señal de Error de Deflexión con ganancias altas, equivale directamente a la derivada de la altura. Esta comúnmente se le llama como *señal de error*. Esta señal es muy útil en la observación de detalles finos de topografía que son muy difíciles de apreciar en el canal *Altura*. No tiene ningún tipo de información cuantitativa acerca de la altura.

- **Fricción (Friction),** muestra el grado de giro o torsión lateral (horizontal), con respecto al valor de la posición horizontal del fotodetector, medida en volts. Este canal mide las desviaciones laterales (torsión) de la viga que surge de fuerzas sobre la viga que está sobre la muestra. Los estudios de LFM (ver sección 3.2) son útiles para observar las variaciones en fricción de la superficie que pueden surgir de la falta de homogeneidad en la superficie de un material, y también para la obtención de

imágenes que tengan bordes más resaltados de cualquier superficie (Howland, et al., 1996)

## 4.2 Flatten (Aplanamiento)

La herramienta Flatten, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-2



Figura 4-2 Herramienta *Flatten*

Esta herramienta sirve para características no deseadas así como efectos de las imágenes, por ejemplo efecto de hundimiento, efecto de cañón, etc, existen diferentes grados de aplanamiento desde 0 hasta el 3, la selección de este depende del efecto observable en la imagen obtenida, esta función es muy importante (también se puede usar plane fit). En el caso de determinación de rugosidad es necesario utilizar esta función antes de usar la herramienta para determinar esta. Como se puede observar en , primero aplanamos la superficie de la muestra al eliminar el efecto de curvatura de la superficie y se obtiene la imagen corregida en la .

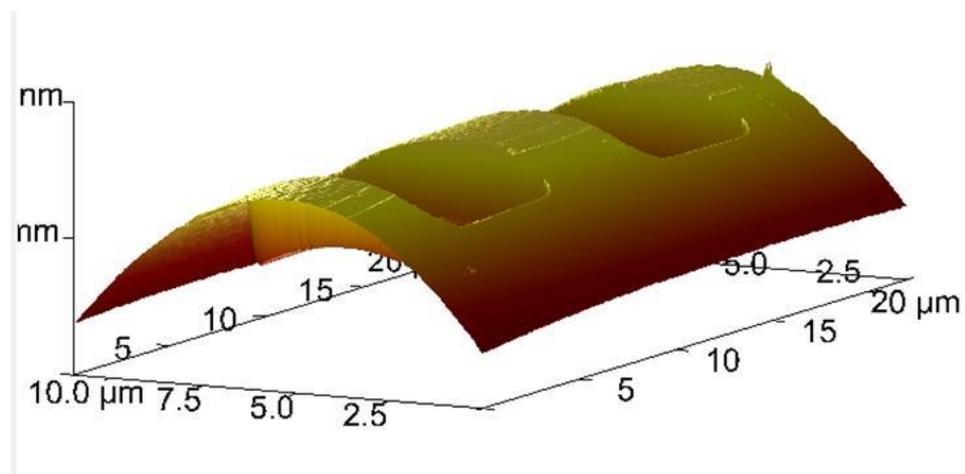
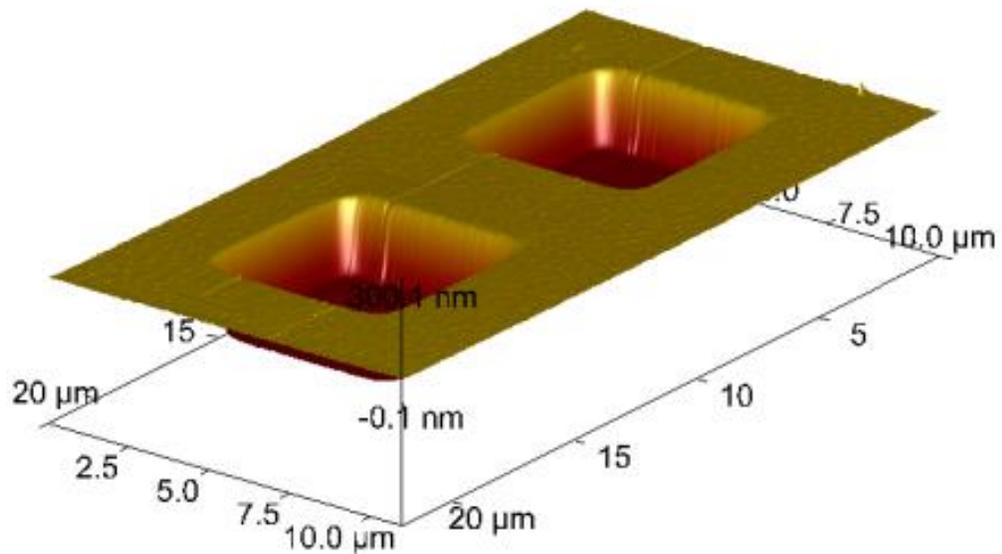


Figura 4-3 Imagen antes de aplicar aplanado.



**Figura 4-4 Imagen después de aplicar el aplanado grado 1.**

### 4.3 2D Image (imagen en 2D)

La herramienta *Imagen en 2D*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-5

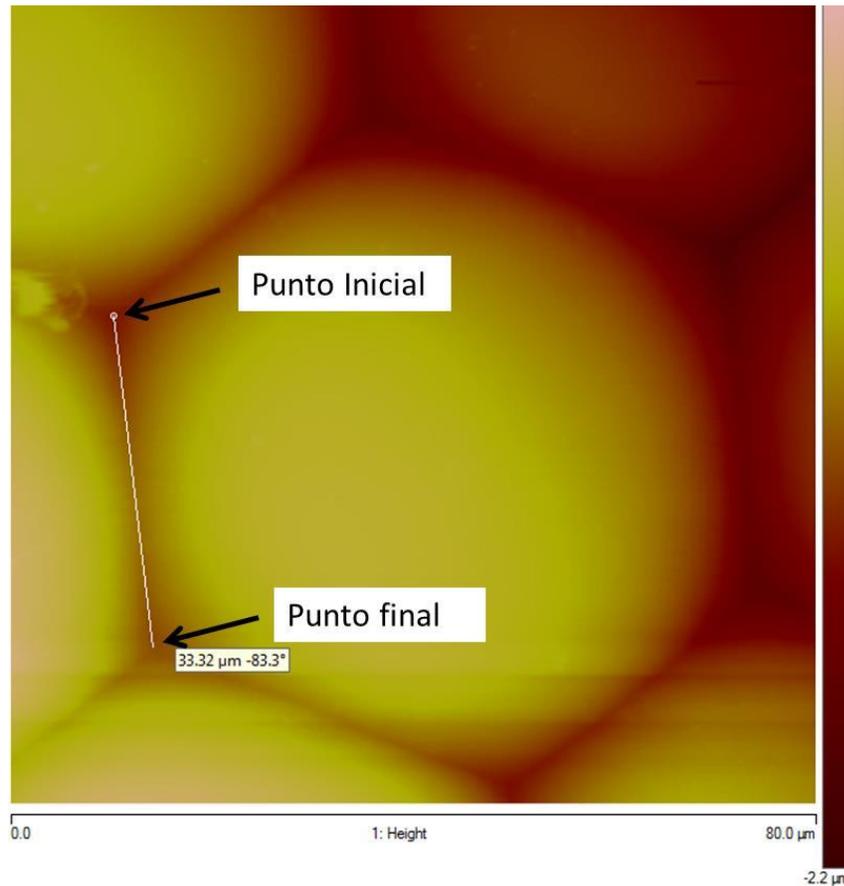


**Figura 4-5 Herramienta *Imagen en 2D***

La herramienta 2D Imagen se utiliza para desplegar la imagen en dos dimensiones, esta herramienta es útil en todos los canales. Con la imagen desplegada en 2D, se puede medir directamente sobre la imagen algunas características geométricas en término de distancias lineales en cualquier dirección.

En la Figura 4-6 se muestra una imagen 2D, sobre la cual se realiza la medición de uno de los lados de un hexágono parte del el ojo de una libélula, una vez desplegada la imagen de

cualquiera de los canales es posible posicionar cursor sobre la imagen presionando el botón izquierdo sobre el punto inicial, con el botón oprimido jalamos la línea hasta el punto final de la medición, sobre la imagen se despliega la información de la longitud de la línea y el ángulo de inclinación respecto a un plano vertical.



**Figura 4-6** Medición de cara del hexágono formado por un ojo de libélula, imagen cortesía de IPN CNMN,

#### 4.4 3D Image (Imagen en 3D)

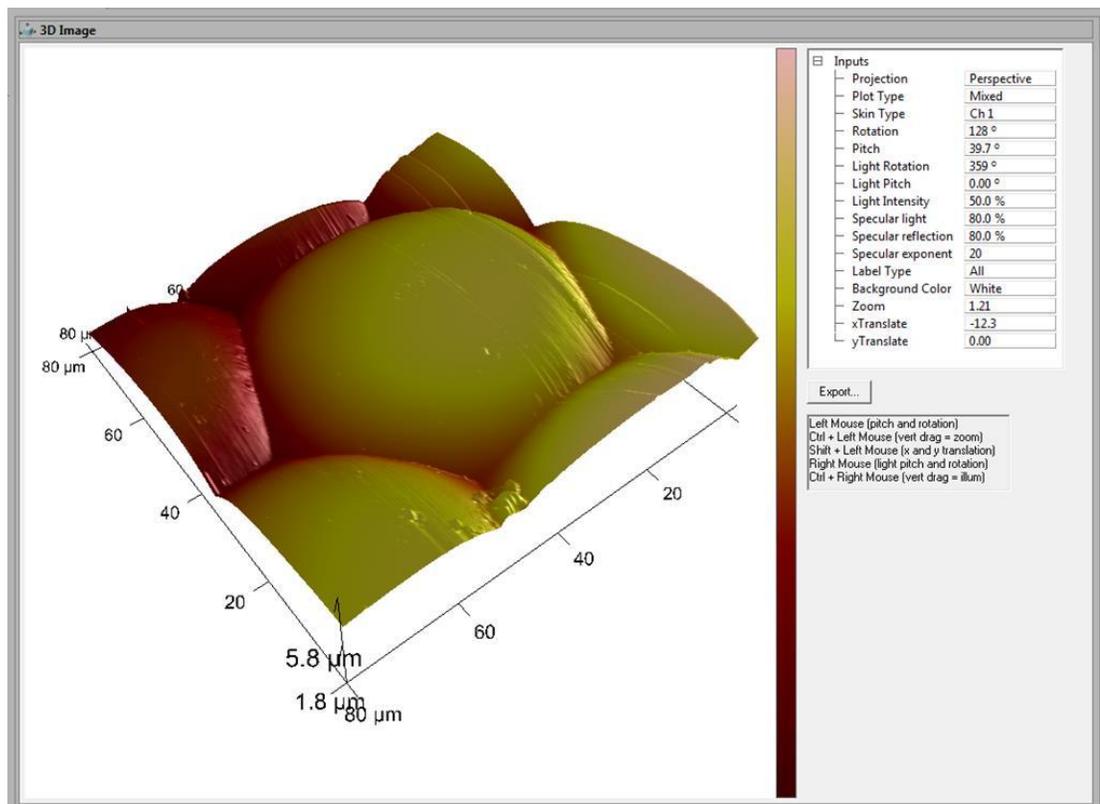
La herramienta *Imagen en 3D*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-7



**Figura 4-7** Herramienta *Imagen en 3D*

Cuando se usa esta herramienta la imagen se despliega 3 dimensiones, dicho de otra forma la imagen desplegada en la computadora se muestra en perspectiva donde se puede percibir en ejes X, Y y Z el volumen de la imagen es decir la imagen topográfica, debido a esto el canal que normalmente se despliega con esta herramienta para mostrar en 3D la imagen obtenida es el canal Height, debido a este canal esta imagen está formada por información en unidades de longitud, y en el resto de los canales obtenidos por el Microscopio de Fuerza Atómica uno de los ejes está en voltaje por lo tanto no es común que se maneje en 3D, es más común en 2D.

Algunos de los parámetros que pueden ser especificados en la imagen (como se puede observar en el panel de parámetros del lado derecho de la Figura 4-8) son: rotación en los ejes X, Y y Z, acercamientos, manipular la iluminación, cambiar el tipo de proyección de la imagen topográfica, etc.



**Figura 4-8 Imagen 3D obtenida del escaneo de un ojo de libélula, "esta imagen corresponde a solo una sección del ojo", cortesía IPN CNMN.**

## 4.5 Depth (Profundidad)

La herramienta *Profundidad*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-9



Figura 4-9 Herramienta *Profundidad*

Esta herramienta sirve para determinar la profundidad de manera automática entre geometrías dominantes, por ejemplo en la Figura 4-10 se pueden observar los canales fabricados por nanolitografía donde las geometrías dominantes son h1 y h2.

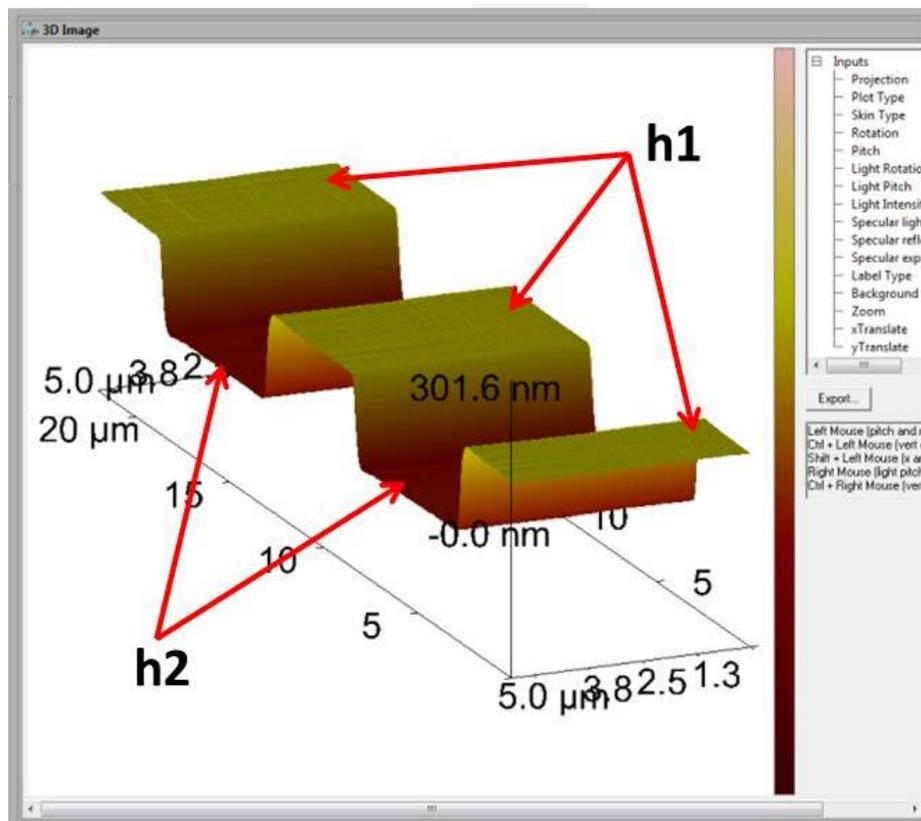
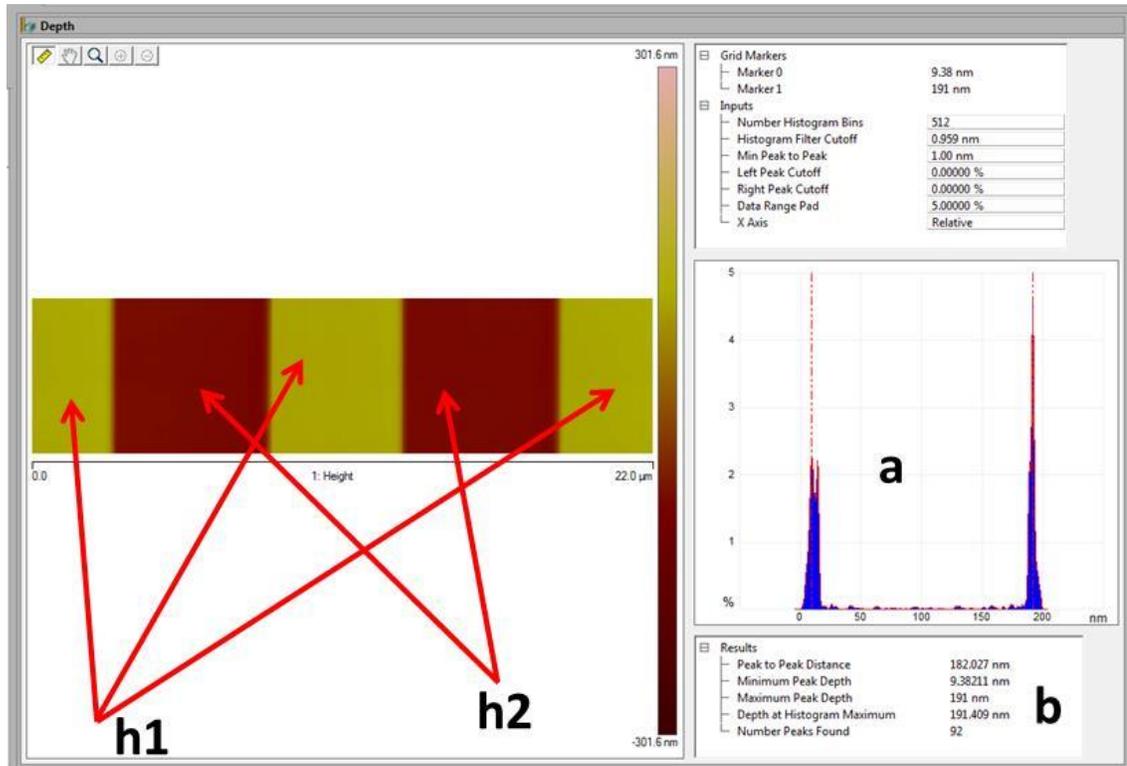


Figura 4-10 Se observan una imagen 3D de canales construidos por nanolitografía  
Y los componentes geométricos dominantes h1 y h2.

En la Figura 4-11 se puede apreciar las ventanas desplegadas al activar la herramienta, en la gráfica mostrada en a) se puede apreciar la distribución de alturas correspondientes a h1 y h2, en la ventana b) se puede observar numéricamente las posiciones de las distribuciones h1 y h2 y la distancia entre los picos de estas distribuciones lo que nos da automáticamente la profundidad en este caso de 182.027 nm.



**Figura 4-11** ventana desplegada después de activar la herramienta de profundidad, automáticamente esta función determina la profundidad de la muestra, en a) podemos observar la distribución de las alturas de las geometrías dominantes h1 y h2 y en b) se tienen los datos numéricos.

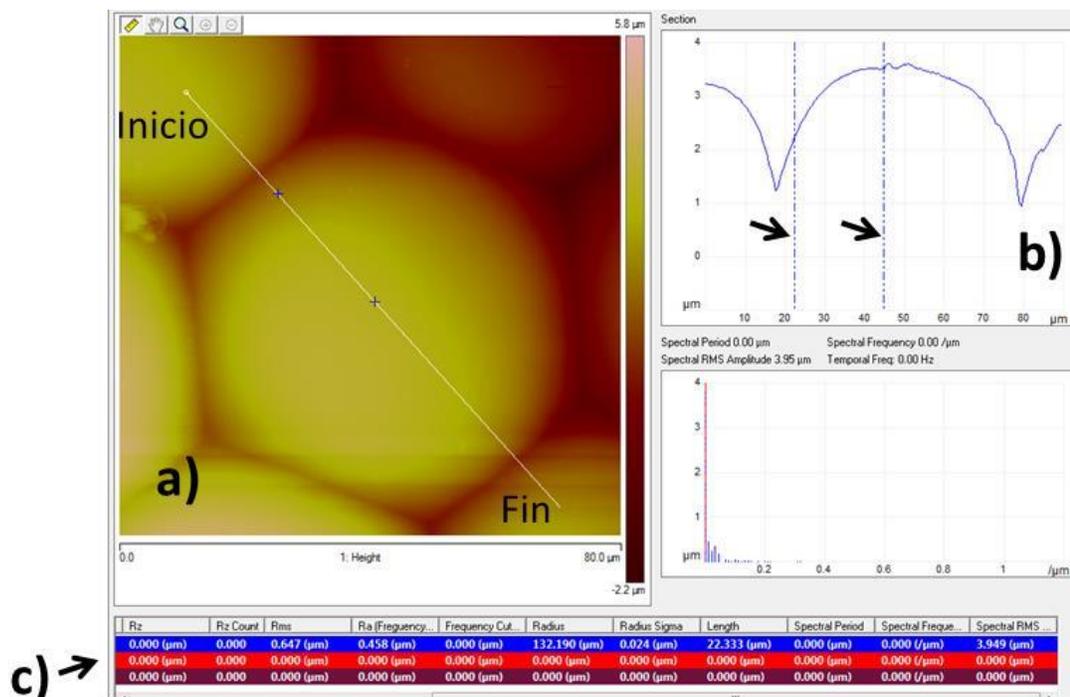
## 4.6 Section (Sección)

La herramienta *sección*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-12



**Figura 4-12 Herramienta sección**

Esta herramienta (a veces llamada también *corte transversal*) sirve para obtener perfiles de las imágenes topográficas (height), al activar esta herramienta la imagen es desplegada en dos dimensiones, en la Figura 4-13 se muestra que sobre la imagen **a)** se traza una línea seleccionando el punto inicial presionando el botón izquierdo del mouse arrastrando el cursor sobre la imagen hasta el punto final de la Figura 4-13a), el perfil aparecerá en la ventana **b)**, las líneas horizontales señaladas por las flechas, estas se pueden desplazar sobre el perfil, sección **c)** se lee la información sobre los puntos que intersectan estas rectas sobre el perfil trazado, como lo es distancia vertical, horizontal, longitud del perfil entre las rectas, etc.



**Figura 4-13** En la figura **a)** se puede observar la aplicación de la herramienta section, sobre la imagen topográfica (height) se traza una línea, en la figura **b)** se observa el perfil trazado por la línea sobre esta se pueden realizar mediciones con la ayuda de los ejes. Muestra cortesía de IPN CNMN

## 4.7 Crop and Split (Cortar y Dividir)

La herramienta *Cortar y Dividir*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-14



**Figura 4-14 Herramienta *Cortar y Dividir***

Esta herramienta funciona de manera similar a un zoom digital, y es utilizada para cortar y dividir imágenes capturadas, funciona para todos los canales, las imágenes son guardadas de acuerdo a un número de píxeles definido por el operador del equipo. El número mínimo para una imagen utilizando esta herramienta es 128 píxeles, por ejemplo si una imagen fue capturada con 256 píxeles solo es posible recortarla (crops) con 128 píxeles. Si la imagen fue guardada con menos de 128 píxeles no es posible utilizar esta herramienta.

En la imagen de la Figura 4-15 se muestra la interface de operación de esta función. En a) se observa el área seleccionada (botón derecho del ratón) que se desea amplificar, en b) se configura la manera en la cual se almacenará la imagen amplificada (si será compatible con el software actual o anterior (versión 5), si se almacenarán todos los canales de información en un solo archivo o un archivo por cada canal, etc.). En c) se encuentra el botón que ejecuta la acción de amplificación solicitada. En el área d) se muestra el área ya amplificada y abierta desde un archivo por separada que almacenó el software.

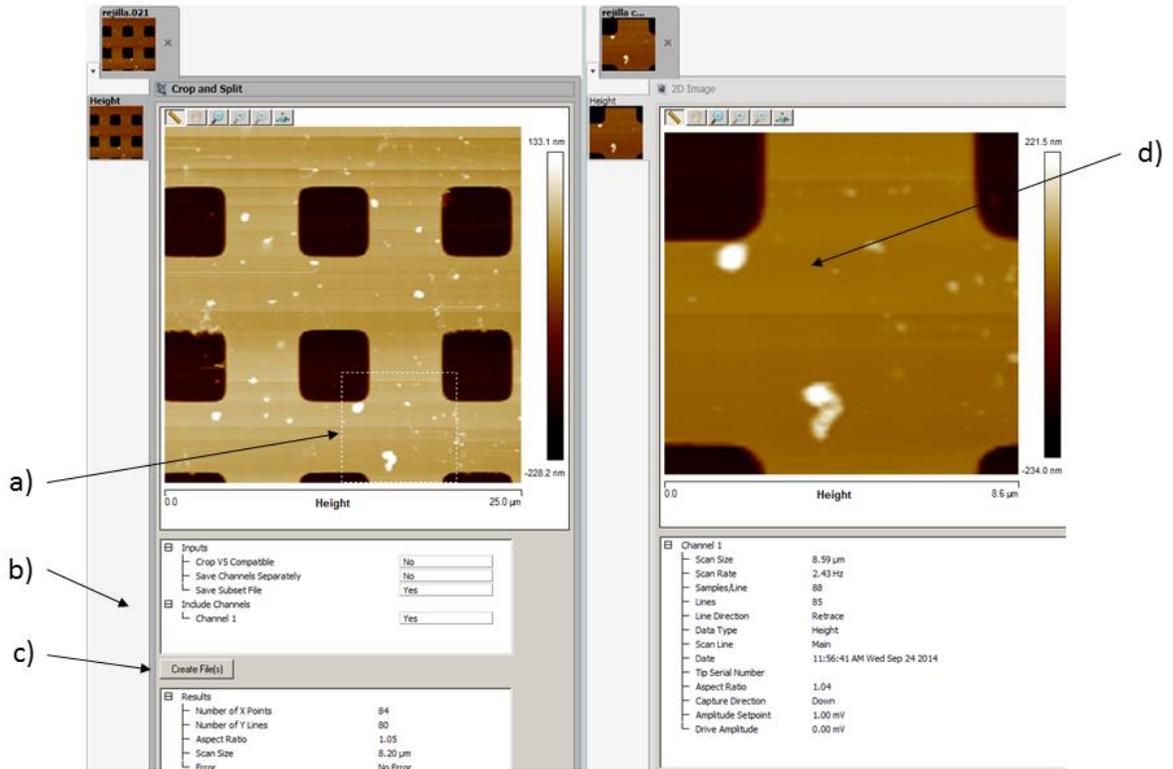


Figura 4-15 Ejemplo de uso de la herramienta *Cortar y Dividir*

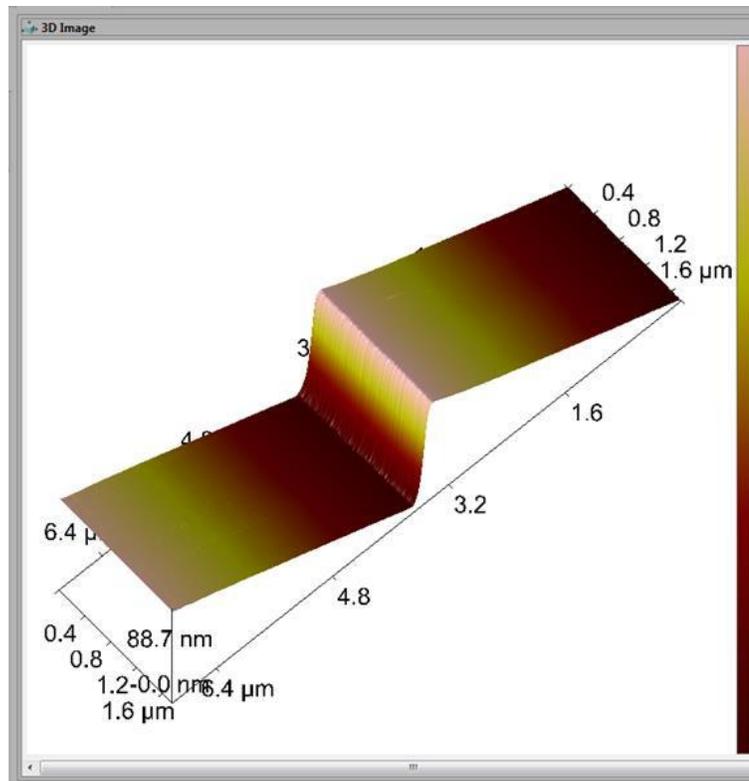
## 4.8 Step (Escalón)

La herramienta *Escalón*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-16



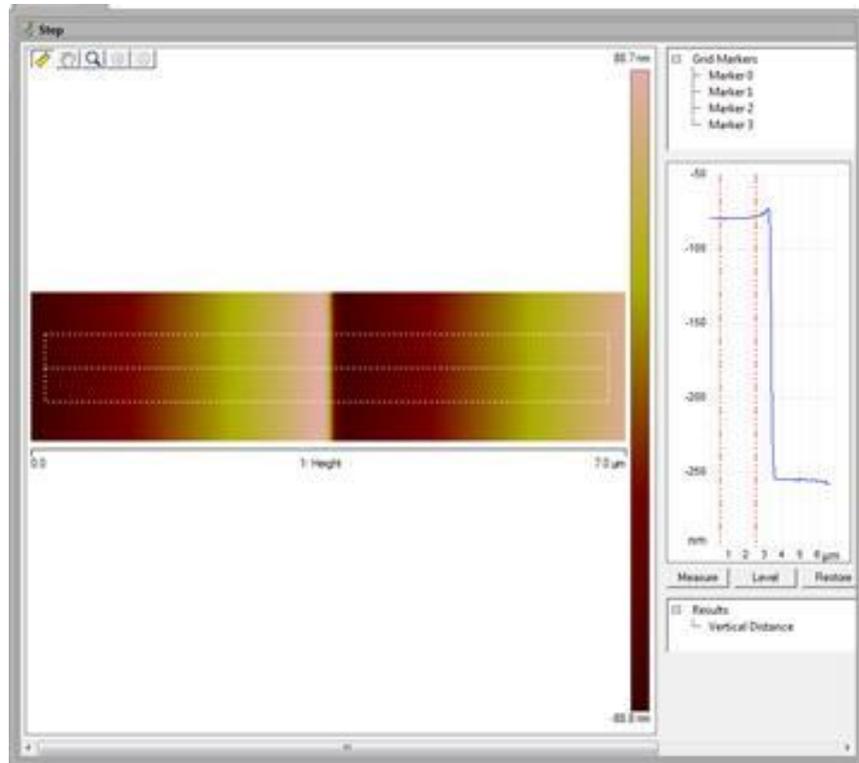
Figura 4-16 Herramienta *Escalón*

La herramienta *Escalón* puede ser usado para determinar la altura de escalones, en la puede observarse una imagen 3D de la cual se desea obtener la altura del escalón, este puede ser una película depositada sobre un sustrato, o fabricado por nanolitografía.

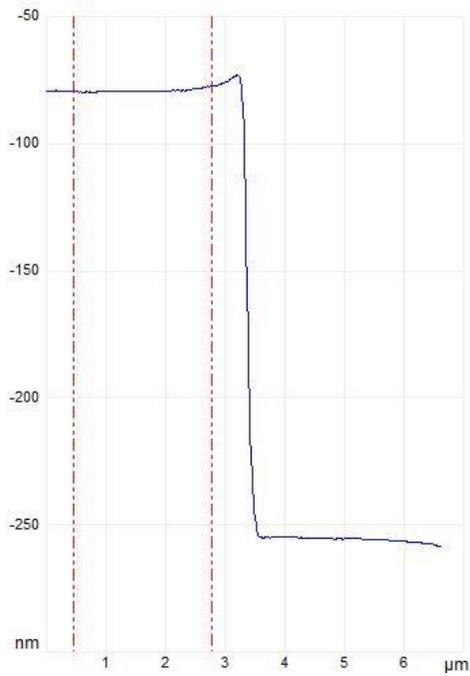


**Figura 4-17 Patrón 3D fabricado por medio de nanolitografía sobre silicio.**

La herramienta *Escalón* se utiliza con el canal de topografía, en la Figura 4-18 se observa la imagen desplegada en 2D después de activar la herramienta, sobre esta imagen usando el botón izquierdo del mouse se traza un rectángulo como se ve en la Figura 4-18, el programa promedia la altura dentro del recuadro y se despliega un perfil del escalón como se puede ver en las Figura 4-18 (lado derecho) y en la Figura 4-19. Con este perfil se puede determinar la altura, en la Figura 4-19 se puede observar que la altura promedio es de aproximadamente 175 nm.



**Figura 4-18** Pantalla desplegada al activar comando *Escalón* (Step) con una imagen 2D para seleccionar área y determinar el escalón, a la derecha se ve la sección transversal del escalón seleccionado.



**Figura 4-19** sección transversal de escalón.

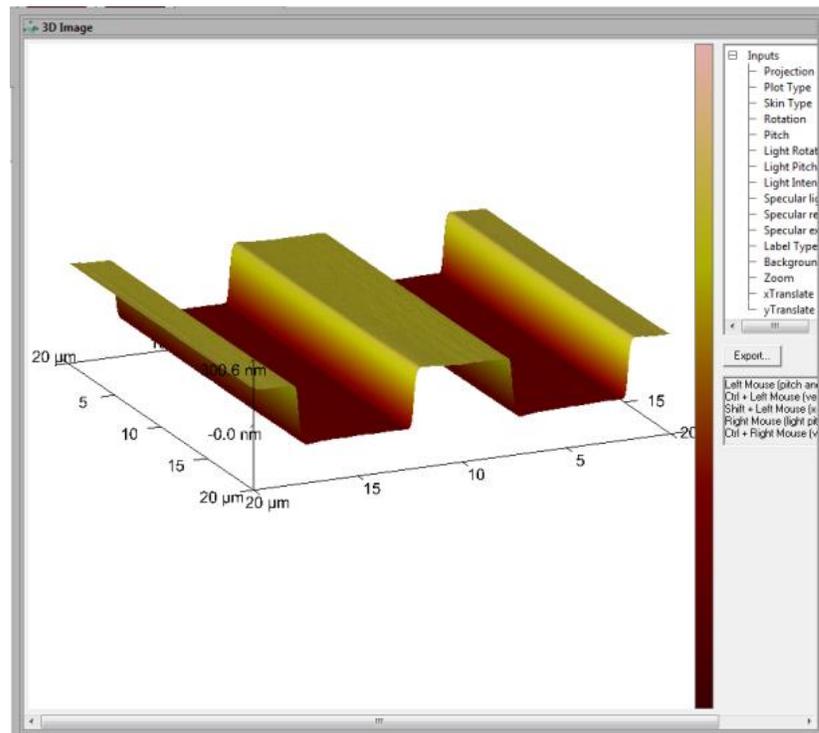
## 4.9 Width (Ancho)

La herramienta *Ancho*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-20



**Figura 4-20 Herramienta *Ancho***

Esta herramienta sirve para determinar el ancho de estructuras con forma “regular” las cuales se caracterizan por tener escalones claramente definidos, por ejemplo en la Figura 4-21 se puede observar una estructura con dos alturas, esta función es muy práctica para este tipo de imágenes, ya que al activar esta herramienta automáticamente el algoritmo despliega la información de las alturas promedio de toda la imagen, o en su defecto se puede seleccionar una área específica utilizando el botón izquierdo del mouse.



**Figura 4-21 Canales fabricados por medio de nanolitografía.**

En la Figura 4-22 se puede observar la información obtenida de forma gráfica en la parte inferior, en esta se muestra la distribución de las estructuras definidas por b) y que puede tener información como el ancho en el eje X, ancho en el eje Y, el área, posición del centroide con respecto a los ejes X, Y.

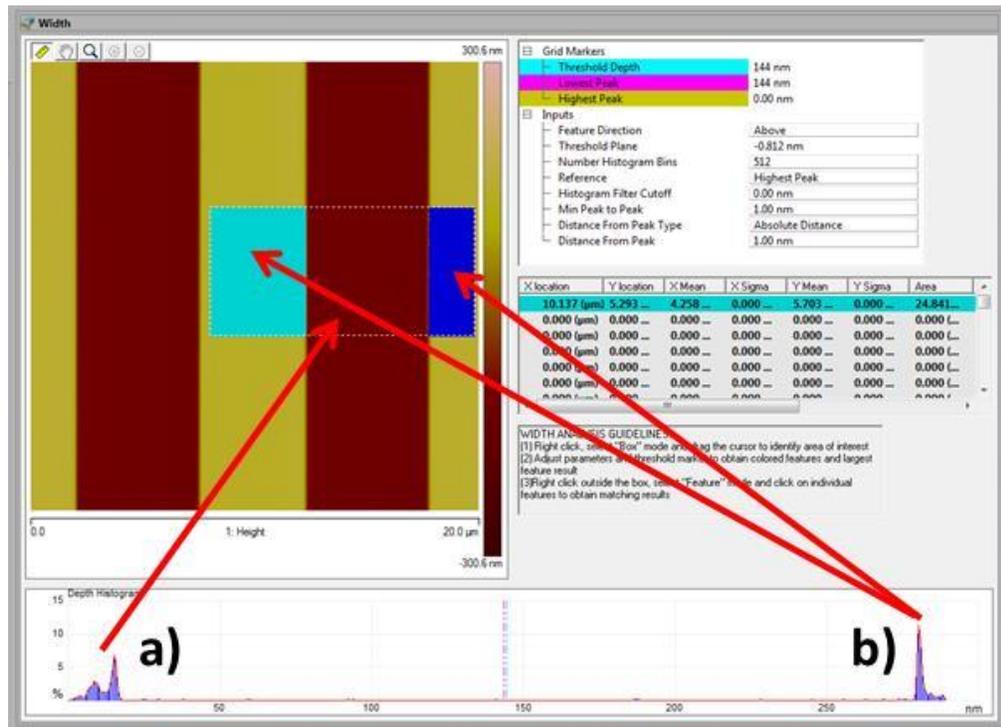


Figura 4-22 Pantalla de resultados de la función with, en esta se despliega la distribución de alturas de un área seleccionada de geometrías regulares.

#### 4.10 Roughness (Rugosidad)

La herramienta *Rugosidad*, se encuentra localizada en la barra de herramientas cuyo icono lo podemos observar en la Figura 4-23



Figura 4-23 Herramienta *Rugosidad*

Esta herramienta sirve para determinar la rugosidad de la superficie de una muestra, antes de utilizar esta función es necesario pre-procesar la imagen con las herramientas Plane fit, o Flatten si es necesario. Algunos de los parámetros que se obtiene con esta función son:

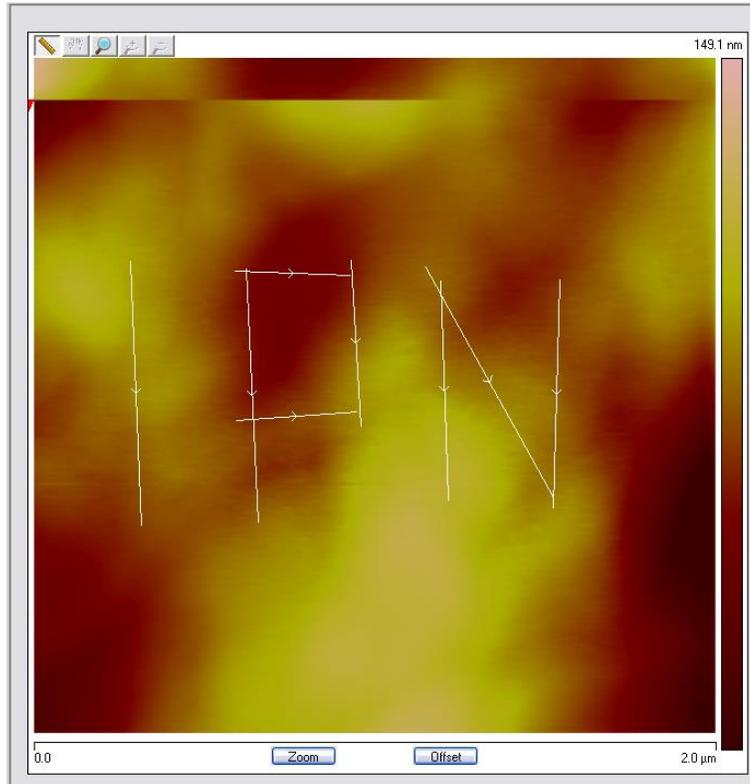
- Rugosidad promedio (Ra) de toda la imagen o de un área seleccionada.
- Rugosidad rms (Rq) de toda la imagen o de un área seleccionada.
- Rango vertical Z de toda la imagen o de un área seleccionada.
- Área de la superficie de toda la imagen o de un área seleccionada.
- Altura media de toda la imagen o de un área seleccionada.
- Asimetría o sesgo
- Curtosis
- Conteo de picos y valles.

#### **4.11 Ejemplo de aplicación de Nanoman**

Esta herramienta se puede utilizar para realizar procesos de nanolitografía, estudio de resistencia al desgaste de materiales y manipulación de partículas como lo son proteínas, etc.

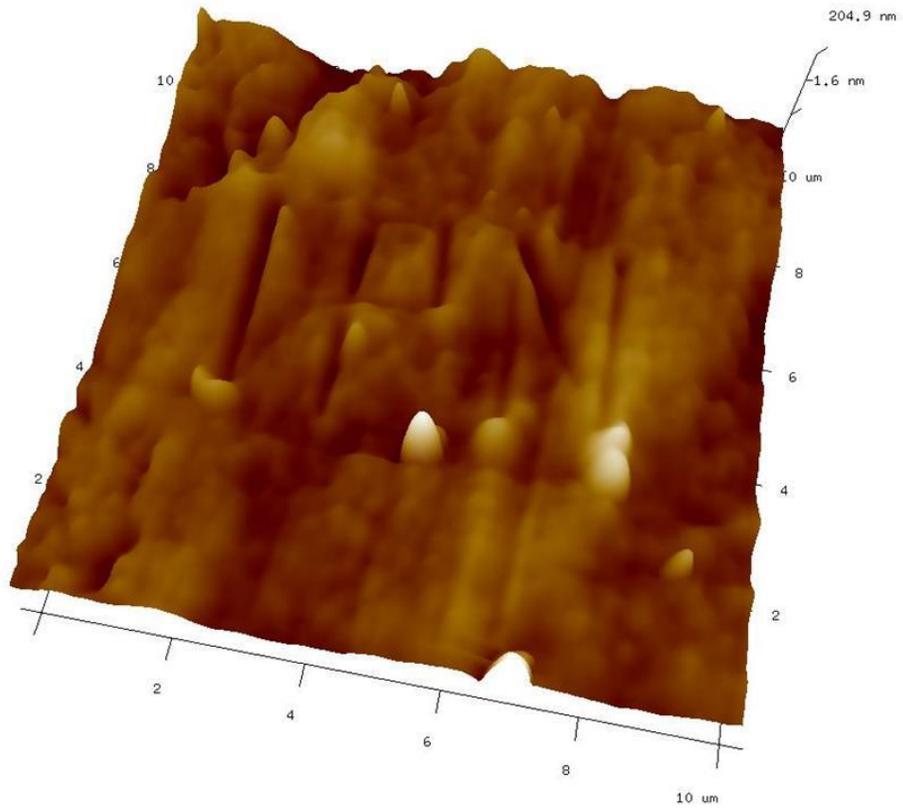
El siguiente ejemplo es la impresión de un patrón realizado sobre una superficie de parafina pulida por medio de ultra micrótopo (EMUC7, Leica, Alemania). En la Figura 4-24 se puede observar la trayectoria (líneas) usando el mouse, la punta de la viga seguirá esta trayectoria aplicando una fuerza sobre la superficie, este proceso se llama rayado (scratch), existen

otros procesos para trazar patrones con las técnicas de Dip-Pen, u oxidación. En este caso solo se presenta el caso de rayado. El primer paso consiste en tomar una imagen de donde se va a realizar el rayado, el siguiente paso es definir el patrón a realizar sobre la superficie y que en la Figura 4-24 consiste de las letras IPN pero podría ser otra figura geométrica con un mayor nivel de complejidad.



**Figura 4-24** Líneas de trazo, usando la herramienta de trayectoria “path” por líneas.

Una vez terminado el experimento de nanolitografía por la técnica de rayado, el último paso es utilizar el propio AFM como herramienta de visualización para ver el resultado de la litografía. En la Figura 4-25 se puede observar la imagen obtenida después del rayado, con un vista en 3D, lo cual confirma que el experimento se realizó exitosamente.



**Figura 4-25 Impresión sobre superficie por medio de AFM-nanolitografía, utilizando la técnica de rayado (scratch)**

## Conclusiones

El MFA es una herramienta que permite caracterizar la superficie de una gran cantidad de materiales. La información se puede utilizar para correlacionar otras propiedad o con otras técnicas analíticas. EL MFA presente en el IPN CNMN permite realizar varios de estos análisis, aunque esta no es una lista exhaustiva, por lo que en el futuro se podrán medir otras propiedades en otros materiales que son de gran utilidad para la comunidad politécnica y externa a la cual el IPN CNMN le da servicio.

Este trabajo servirá como punto de partida para la elaboración de un libro que presentará material sobre esta técnica de caracterización en idioma español, en virtud de la ausencia de este material en español en el entorno latinoamericano.

## Bibliografía.

Binnig, G., G. Ch, E. Stoll, T. R. Albrecht and C. F. Quate (1987). "Atomic Resolution with Atomic Force Microscope." EPL (Europhysics Letters) **3**(12): 1281.

Binnig, G., C. F. Quate and C. Gerber (1986). "Atomic Force Microscope." Physical Review Letters **56**(9): 930-933.

Braga, P. C. and D. Ricci (2004). Atomic force microscopy: biomedical methods and applications, Springer Science & Business Media.

Bruker (2011) "MultiMode 8 Manual with ScanAsyst: Instruction Manual." 438.

Burgert, M., S. Voss, S. Herr, M. Fonin, U. Groth and U. Rüdiger (2007). "Single-molecule magnets: A new approach to investigate the electronic structure of Mn<sub>12</sub> molecules by scanning tunneling spectroscopy." Journal of the American Chemical Society **129**(46): 14362-14366.

Butt, H. J. (1991). "Measuring electrostatic, van der Waals, and hydration forces in electrolyte solutions with an atomic force microscope." Biophysical Journal **60**(6): 1438.

Chen, C. J. (1993). Introduction to scanning tunneling microscopy, Oxford University Press New York.

Chen, C. J. (2007). Introduction to scanning tunneling microscopy. 2nd edition. Oxford; New York, Oxford University Press.

Eaton, P. and P. West (2010). Atomic force microscopy, Oxford University Press.

Goler, S., C. Coletti, V. Piazza, P. Pingue, F. Colangelo, V. Pellegrini, K. V. Emtsev, S. Forti, U. Starke and F. Beltram (2013). "Revealing the atomic structure of the buffer layer between SiC (0001) and epitaxial graphene." Carbon **51**: 249-254.

Howland, R. and L. Benatar (1996). A Practical Guide: To Scanning Probe Microscopy, Park scientific instruments.

Kaemmer, S. B. (2011). "Introduction to Bruker's scanasyst and peakforce tapping afm technology." Bruker application note. Bruker Nano Inc., Santa Barbara, CA.

Kuznetsov, M. (1967). "Fundamentos de Electrotecnia. ." Editorial MIR: 563.

Lin, S., Chen, J.-L. and Lin, H.-W. (2005). "Measurements of the forces in protein interactions with atomic force microscopy." Current Proteomics. **2**: 55-81.

Magonov, S., V. Elings and M.-H. Whangbo (1997). "Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy." Surface science **375**(2): L385-L391.

Nemes-Incze, P., Z. Kónya, I. Kiricsi, A. Pekker, Z. Horváth, K. Kamarás and L. Biró (2011). "Mapping of functionalized regions on carbon nanotubes by scanning tunneling microscopy." The Journal of Physical Chemistry C **115**(8): 3229-3235.

Noy, A., D. V. Vezenov and C. M. Lieber (2003). "CHEMICAL FORCE MICROSCOPY." Annual Review of Materials Science **27**(1): 381.

POROD, W., G. CSABA and Á. CSURGAY (2011). THE ROLE OF FIELD COUPLING IN NANO-SCALE CELLULAR NONLINEAR NETWORKS. Cellular Neural Networks and Their Applications, WORLD SCIENTIFIC: 1-15.

Prater, C., P. Maivald, K. Kjoller and M. Heaton (1995). "Tapping mode imaging applications and technology." Digital Instruments Nanonotes, Santa Barbara, California, USA.

Sadewasser, S., P. Carl, T. Glatzel and M. C. Lux-Steiner (2004). "Influence of uncompensated electrostatic force on height measurements in non-contact atomic force microscopy." Nanotechnology **15**(2): S14.

Schwarz, U., P. Köster and R. Wiesendanger (1996). "Quantitative analysis of lateral force microscopy experiments." Review of scientific instruments **67**(7): 2560-2567.

Su, C., J. Shi, Y. Hu, S. Hu and J. Ma (2016). Method and apparatus of using peak force tapping mode to measure physical properties of a sample, Google Patents.

Sulchek, T., R. Hsieh, J. Adams, G. Yaralioglu, S. Minne, C. Quate, J. Cleveland, A. Atalar and D. Adderton (2000). "High-speed tapping mode imaging with active Q control for atomic force microscopy." Applied Physics Letters **76**(11): 1473-1475.

Trtik, P., J. Kaufmann and U. Volz (2012). "On the use of peak-force tapping atomic force microscopy for quantification of the local elastic modulus in hardened cement paste." Cement and concrete research **42**(1): 215-221.

Vezenov, D. V., A. Noy and C. M. Lieber (2003). "The effect of liquid-induced adhesion changes on the interfacial shear strength between self-assembled monolayers." Journal of Adhesion Science and Technology **17**(10): 1385-1401.

Walczyk, W., P. M. Schön and H. Schönherr (2013). "The effect of PeakForce tapping mode AFM imaging on the apparent shape of surface nanobubbles." Journal of physics: Condensed matter **25**(18): 184005.

Zhong, Q., D. Inniss, K. Kjoller and V. Elings (1993). "Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy." Surface Science Letters **290**(1-2): L688-L692.