

# La microscopía

## de Barrido por Sonda: herramienta básica en las nanociencias



### Mauricio Arroyave Franco

Miembro del Grupo de Electromagnetismo Aplicado.  
Profesor, Ingeniería Física, Departamento de Ciencias Básicas, Universidad EAFIT- Medellín.  
marroya5@eafit.edu.co

Recepción: 16 de febrero de 2008 | Aceptación: 24 de junio de 2008

### Resumen

La última generación en tecnología microscópica, ha puesto en escenario un conjunto de técnicas genéricamente denominadas *Microscopía de Barrido por Sonda (Scanning Probe Microscopy – SPM)*. Tales herramientas dan la posibilidad de realizar análisis detallado de propiedades morfológicas, mecánicas, químicas, entre otras, de la superficie estudiada, con resoluciones que en algunos casos son mayores que las logradas en microscopía electrónica. Las nuevas tecnologías basadas en nanociencias, se han apoyado en estos instrumentos para obtener imágenes aumentadas de unos pocos grupos de átomos, cuyo orden obedece a la naturaleza misma o a la manipulación deliberada, a la cual se ha accedido gracias al desarrollo de la nanotecnología. En este trabajo se presenta una descripción básica de los principios de funcionamiento, el panorama general de las aplicaciones de la técnica SPM en el análisis de materiales y algunos resultados obtenidos sobre diferentes tipos de muestras.

### Palabras Clave

Microscopía  
Materiales  
Nanociencias  
Fuerza atómica  
Barrido túnel  
Fuerza magnética

## Scanning Probe Microscopy: a basic tool in nanosciences

### Abstract

The latest generation in microscopic technology has introduced a group of techniques generically referred to as Scanning Probe Microscopy (SPM). Through these tools it is possible to perform detailed analysis of morphological, mechanical and chemical properties, among others, of the studied surface, with resolutions sometimes better than the ones obtained through scanning electron microscopy. New technologies, based on nanosciences, use these instruments to get augmented images of a few groups of atoms organized by nature itself or as a consequence of the manipulation made possible by nanotechnology. In this paper, a basic description of functioning principles and a general overview of applications of the SPM techniques in material analysis are presented. Some results obtained with different samples are also described.

### Key words

Microscopy  
Materials  
Nanosciences  
Atomic force  
Scanning tunneling  
Magnetic force

### Introducción

**L**as técnicas microscópicas han permitido la observación del micromundo, mostrando un amplio universo de formas y estructuras cuyos límites dimensionales van más allá de nuestra capacidad para observarlas a simple vista. Durante los dos últimos decenios se han producido grandes avances en el desarrollo de herramientas para microscopía. Estos han abierto la ventana nanoscópica, permitiendo no sólo la magnificación de los detalles morfológicos de una determinada superficie en varios millones de aumentos, sino también el estudio, en escalas submicroscópicas, de propiedades superficiales de los materiales, tales como la conductividad eléctrica, el comportamiento elástico, la respuesta magnética, la heterogeneidad química, entre otras (Howland & Benatar, 2000).

La invención del Microscopio Túnel de Barrido (*Scanning Tunneling Microscopy* - STM), en 1981, por Gerd Binnig y Heinrich Rohrer, investigadores de IBM, dio origen a un grupo de técnicas microscópicas que se conocen genéricamente como Microscopía de Barrido por Sonda (*Scanning Probe Microscopy* – SPM). Algunas de estas son: Microscopía de Fuerza Atómica en contacto y

no contacto (*Atomic Force Microscopy* – AFM-C, AFM-NC), Microscopía de Fuerza Magnética (*Magnetic Force Microscopy* – MFM), Microscopía de Fuerza Lateral (*Lateral Force Microscopy* – LFM), Microscopía de Modulación de Fuerza (*Force Modulation Microscopy* – FMM), Microscopía por Detección de Fase (*Phase Detection Microscopy* – PDM), Microscopía de Fuerza Electroestática (*Electrostatic Force Microscopy* – EFM), Microscopía Óptica de Barrido en Campo Cercano (*Near-Field Scanning Optical Microscopy* – NSOM) (Howland & Benatar, 2000). La característica más sorprendente de estas técnicas es que la resolución lateral alcanzada es hasta de fracciones de nanómetros, lo que implica amplificación de campo del orden de 8.000.000X. Las facilidades de análisis que han aportado las técnicas SPM, se pueden ver en el amplio espectro de aplicaciones en las que se usan, como por ejemplo: en ciencia de materiales, biociencias, farmacéutica, geología, aeronáutica, sistemas de almacenamiento de datos, entre otros (Bonnell, 2000).

## 1. Principios

### 1.1 SPM (Scanning Probe Microscopy)

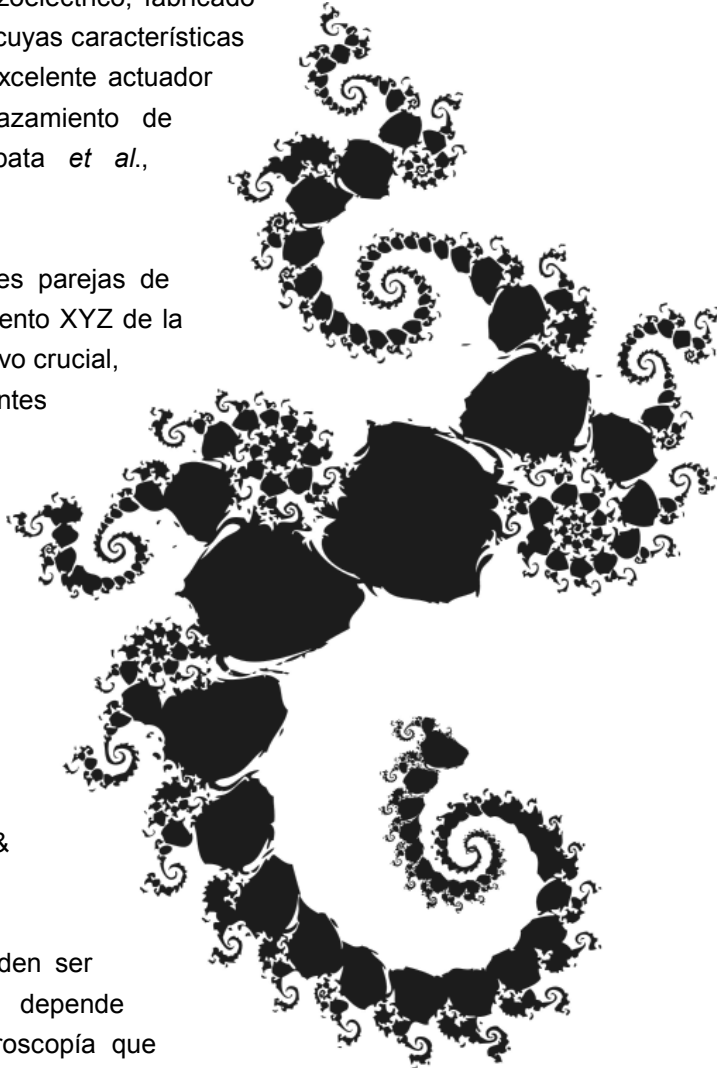
La idea básica de un sistema SPM es realizar un barrido de la muestra en un patrón de área cuadrado,

con un elemento denominado “sonda”, el cual, dependiendo de sus características particulares de composición, forma, tamaño y tipo de interacción física, permite captar diversas propiedades superficiales de la muestra bajo análisis. En la Figura 1 se puede observar un esquema general de un microscopio de barrido por sonda.

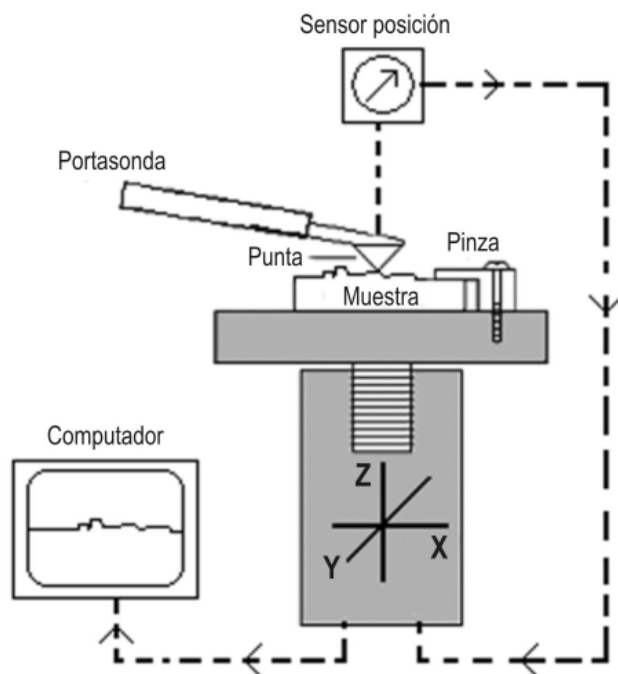
El elemento que genera el movimiento controlado de la muestra, para describir áreas definidas, es el *escáner*. Este, por lo general, es un tubo hueco de material piezoeléctrico, fabricado en PZT (*Lead Zirconate Titanate*), cuyas características de linealidad le permiten ser un excelente actuador mecánico en rangos de desplazamiento de fracciones de nanómetros (Shibata *et al.*, 2004).

Este elemento lleva acopladas tres parejas de electrodos para habilitar el movimiento XYZ de la muestra. La *sonda* es otro dispositivo crucial, ya que es la que sufre los diferentes tipos de interacciones a escala atómica con la muestra, y junto con el escáner permite obtener las altas magnificaciones, típicamente logradas con la técnica. Está constituido por una punta microscópica, acoplada a una viga flexible que permite el libre desplazamiento vertical de la punta a medida que se dan los efectos de interacción (Howland & Benatar, 2000).

Tanto la viga como la punta pueden ser de diversos materiales, lo cual depende principalmente del modo de microscopía que se utilice. En AFM, por ejemplo, son usuales las vigas de nitruro de silicio, acero y silicio; mientras que las puntas pueden ser de Nitruro de Silicio ( $\text{SiN}_3$ ), diamante, DLC, oro; igualmente, pueden ser nanotubos de carbón adheridos a la punta de cualquiera de esos materiales. El requisito fundamental de la punta es su baja dimensionalidad, del orden de 1 a 10 nanómetros de radio de curvatura final (ápice), aunque también es deseable una alta relación de aspecto, es decir, un alto valor ( $>5$ ) para el cociente entre la longitud de la punta y el ápice (Serre *et al.*, 1999).



**Figura 1.** Esquema general de un microscopio SPM



Fuente: Arroyave (2004).

Las variaciones de posición de la sonda (viga + punta) son medidas con un sistema de detección de movimiento de alta precisión ( $\approx$  nm); por lo general, este detector de movimiento está constituido por un láser y dos o más celdas fotodetectoras. El láser incide en la parte superior de la viga que sostiene la punta y sufre cambios en su ángulo de reflexión hacia los fotodetectores cada que la punta se mueve verticalmente. Otra forma de medir esos cambios en posición es mediante piezoeléctricos, los cuales hacen parte de la viga que soporta la punta; también, midiendo la corriente que se establece entre la punta y la superficie (Miyahara *et al.*, 2002).

El registro de datos y el control del movimiento de la muestra sobre el escáner, se realiza por medio de un sistema de cómputo que, además, contiene una aplicación de *software*. Este permite procesar las imágenes, inicialmente capturadas en 2D, y

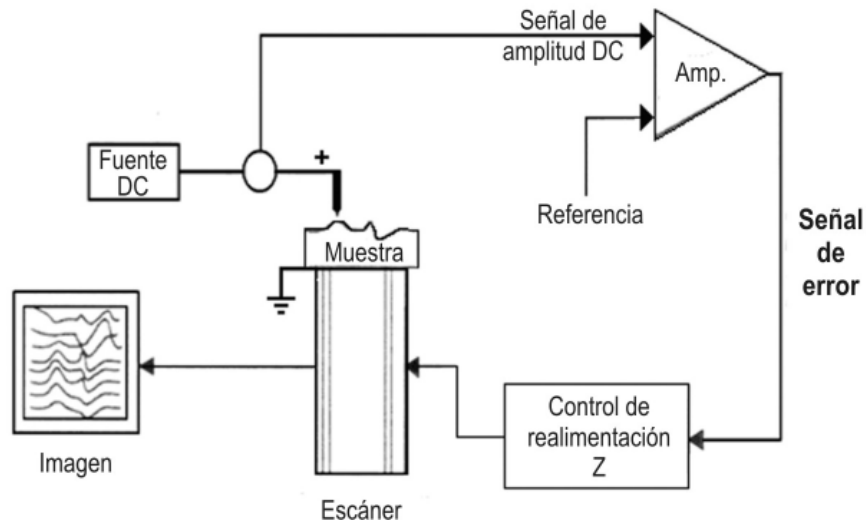
convertirlas en imágenes 3D con información de espacio real. A continuación se describen, de manera más detallada, los principios físicos de algunas de las técnicas SPM que existen actualmente y que fueron utilizadas para realizar la parte experimental de este trabajo.

## 1.2 STM (Scanning Tunneling Microscopy)

En la técnica de microscopía STM se aplica un voltaje de corriente directa (C.D.) entre una punta metálica aguda y la superficie de la muestra a ser analizada, como se indica en la Figura 2. Una vez que se ha logrado establecer una distancia ( $d$ ), de unos pocos Ångstrom, entre la punta y la superficie, a través de un control de posición realimentado que utiliza posicionadores motorizados y piezoeléctricos (escáner), puede empezar a fluir una corriente ( $i_t$ ) debido al efecto túnel cuántico (Bonnell, 2000). Se puede usar la corriente túnel establecida, para analizar propiedades físicas locales de la superficie de la muestra, como la conductividad eléctrica o la densidad de estados electrónicos; del mismo modo, puede ser utilizada para controlar la distancia entre la superficie y la punta de la sonda, a través del control realimentado de posición que sensa la ubicación vertical de la punta, ya que depende de esta. Los cambios de corriente  $i_t$  se aplican para calcular las variaciones en la morfología de la muestra, de tal manera que se pueda generar un mapa bidimensional, a través de rastreos controlados, sobre un área de la superficie bajo la punta.

De acuerdo con la mecánica cuántica, si dos conductores se encuentran suficientemente cerca, las funciones de onda que describen el comportamiento de las nubes electrónicas de ambos, se solapan. En el nivel de Fermi, aparece una longitud de decaimiento característico ( $k$ ) para las funciones de onda, dada por:

$$k = \frac{\sqrt{2m\Phi}}{\hbar} \quad (1)$$

**Figura 2.** Diagrama funcional de un sistema STM

Fuente: Elaboración propia.

Donde  $m$  es la masa del electrón,  $\Phi$ , el promedio de las funciones trabajo de punta y superficie o el potencial local promedio de barrera y  $\hbar$ , la constante de Planck dividida entre  $2\pi$ . Esta aproximación es válida para una barrera de potencial unidimensional, en la cual la corriente  $i_t$  depende exponencialmente de la separación entre la punta y la superficie de la muestra:

$$i_t \propto e^{(-2kd)} \quad (2)$$

No obstante, el modelo de la barrera de potencial en tres dimensiones, es más cercano a la representación del STM, este implica gran complejidad para su solución, razón por la cual se puede utilizar un modelo unidimensional simplificado, suponiendo que  $\Phi$  es uniforme lateralmente, no depende de la posición  $(x, y)$ , y es igual a la función trabajo de la superficie (Bonnell, 2000). Ahora bien, como el modelo de la barrera de potencial en tres dimensiones es más cercano a la representación del STM y este implica gran complejidad para su solución, se puede utilizar un modelo unidimensional simplificado, suponiendo que  $\Phi$  es uniforme lateralmente, no depende de la posición  $(x, y)$  y es igual a la función trabajo de la superficie (Bonnell, 2000). La preparación de la punta STM no es trivial, y aún está sujeta a muchos parámetros no conocidos. Una de las dificultades de implementación es obtener una punta metálica

suave con un radio de curvatura del orden de 100 a 1000Å. Los métodos de corrosión electroquímica han permitido aproximarse a estos requisitos. Existen otros métodos de obtención, por ejemplo, a través de cortes mecánicos, pero estos generan puntas rugosas muy irregulares, que pueden llegar a dificultar el desarrollo de la corriente túnel en una única protuberancia. Recientemente se han desarrollado métodos para generar estructuras en nanoescala que permiten llegar a consolidar puntas aptas para STM. La principal limitación de esta técnica, es que la muestra que se desea analizar debe ser conductora o al menos semiconductor.

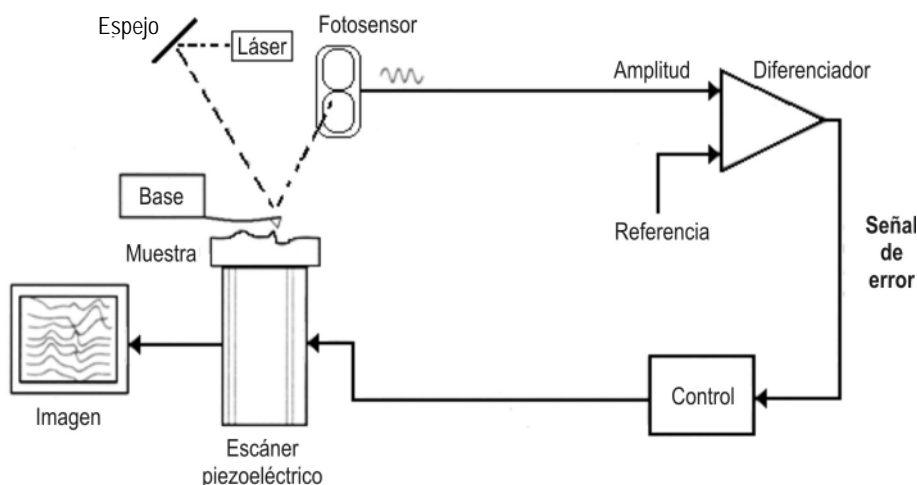
Los microscopios AFM también son conocidos como microscopios de fuerza (*Scanning Force Microscopy* –SFM). El concepto en esta técnica está relacionado con las fuerzas de interacción entre una micropunta y la superficie bajo análisis. En la configuración más común, la punta está montada en el extremo libre de una viga en voladizo, la cual actúa como un sensor de fuerza, y opera con base en la ley de Hooke (Arroyave, 2004):

$$F_i = K_v d_v \quad (3)$$

En donde  $F_i$  es la fuerza de interacción punta-superficie,  $K_v$  es la constante de resorte de la viga en voladizo y  $d_v$  es su desplazamiento vertical.

### 1.3 AFM (Atomic Force Microscopy)

**Figura 3.** Diagrama funcional de un sistema AFM



Fuente: Elaboración propia.

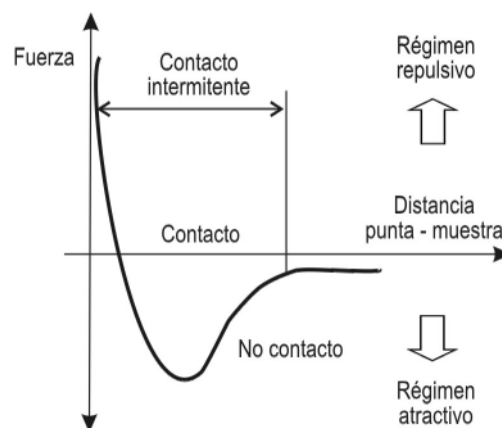
La baja magnitud de  $K_v$  (0,1 a 10 N/m), obtenida con materiales como silicio (Si) y Nitruro de Silicio ( $\text{SiN}_3$ ), permite detectar fuerzas del orden de las fuerzas interatómicas, razón por la cual a este microscopio se le conoce más ampliamente como microscopio de fuerza atómica. De acuerdo al régimen y el tipo de fuerzas involucradas en las mediciones, se pueden obtener hasta tres modos distintos de funcionamiento: AFM de contacto (AFM-C) o modo estático, AFM de no contacto (AFM-NC) o modo dinámico y AFM de contacto intermitente (AFM-IC) también conocido como *Tapping Mode*. Una curva de la fuerza neta experimentada por el sistema punta-superficie, en función de la distancia, obtenida en un rango amplio de separación desde mesoescalas hasta distancias interatómicas, presenta un panorama completo de los diferentes regímenes de interacción presentes en los AFM (Figura 4).

Los regímenes de interacción están dominados, en lo fundamental, por fuerzas interatómicas de corto y largo alcance, fuerzas adhesivas relacionadas con efectos de capilaridad y la fuerza misma que ejerce la viga en voladizo sobre la superficie de acuerdo a  $K_v$ . El régimen de contacto o repulsivo está gobernado, principalmente, por fuerzas de corto alcance sobre distancias menores a un nanómetro, involucradas con el solapamiento de

las funciones de onda de las nubes electrónicas de punta y muestra respectivamente. El régimen de no contacto o atractivo está sometido por fuerzas de largo alcance tipo Van der Waals, las cuales actúan en rangos de varias decenas de nanómetros y pueden ser modeladas como la aproximación de una esfera (punta) a un cuerpo semi-infinito (muestra), lo que lleva a obtener la expresión (Meyer, Josef Hug & Bennewitz, 2004):

$$F_{vaW} = \frac{HR}{6D^2} \quad (4)$$

**Figura 4.** Curva de fuerza vs. distancia típica en AFM



Fuente: Elaboración propia.

Aquí,  $H$  es la constante de Hamaker,  $R$  el radio de la punta, y  $D$  la distancia entre la punta y la superficie.

La técnica AFM-C se basa en las medidas estáticas de deflexión de la viga en voladizo, como resultado de la fuerza neta que actúa sobre esta, a medida que el sistema de posicionamiento en 3D de la muestra (escáner piezoeléctrico) se mueve bajo la punta. Como esta fuerza depende de la distancia punta-muestra, se utiliza para detectar las variaciones topográficas de la superficie bajo análisis, manteniendo la fuerza de interacción constante a través del control realimentado de posición vertical de la viga, la cual se calcula con un láser y un fotosensor.

La técnica AFM-NC involucra aspectos instrumentales y físicos más sofisticados, ya que la viga en voladizo debe ser excitada por una

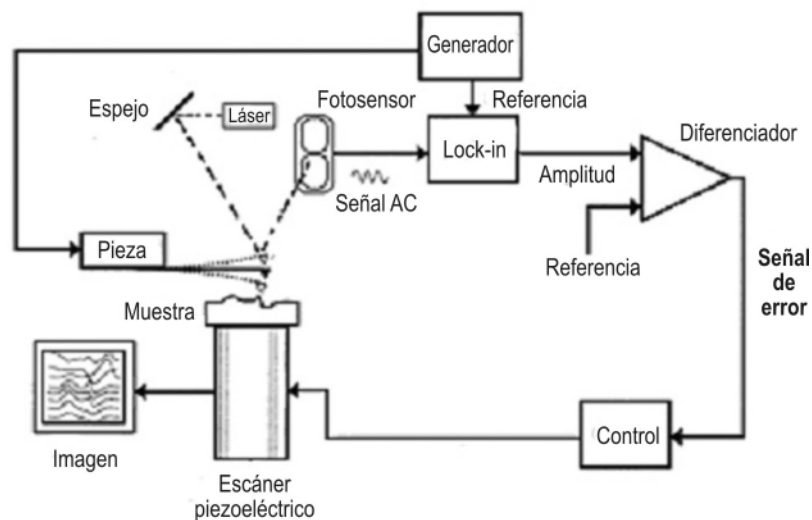
señal oscilante a la frecuencia principal de resonancia, como se puede ver en la figura 5 en comparación con la Figura 3. En este modo, la fuerza de interacción entre la punta y la muestra está influenciada por un factor periódico, la señal AC que maneja la viga, que se compensa con el coeficiente de amortiguación  $\gamma$ , resultante de la fricción interna del material de la superficie. Esto reduce la ecuación de fuerza a:

$$F(z) = kz + m \ddot{z} \quad (5)$$

No obstante, puede ser asumida una trayectoria armónica para la punta en la dirección  $z$ , de la forma  $z_0 + A \text{sen } \omega t$ , con  $A$  como la amplitud máxima de la oscilación vertical y  $\omega$  la frecuencia de oscilación, con lo que se obtiene a través de la ecuación (5) que:

$$F(z_0 + A \text{sen } \omega t) = kz_0 + kA \text{sen } \omega t - mA\omega^2 \text{sen } \omega t \quad (6)$$

**Figura 5.** Esquema funcional de un AFM-NC



Fuente: Elaboración propia.

La amplitud de la señal AC respuesta es generada por el amplificador Lock-in de acuerdo a la frecuencia y la fase de esta. La característica más prominente de los AFM-NC, es su habilidad para obtener imágenes de resolución atómica, en espacio real, de superficies con alto acabado superficial como Si(111)7x7, sales como KBr(111) y NaCl(100), minerales de amplia variedad, y algunos otros semiconductores como InP, GaAs, TiO<sub>2</sub>, InAs, obtenidos por técnicas de crecimiento capa atómica a capa atómica (Meyer, Josef Hug & Bennewitz, 2004).

#### 1.4 MFM (Magnetic Force Microscopy)

Las fuerzas que actúan sobre dipolos magnéticos localizados en un campo magnético, son llamadas fuerzas magnéticas. En los experimentos de microscopía de fuerza, los dipolos magnéticos están usualmente

contenidos en los materiales ferromagnéticos de las puntas y el campo magnético es producido por una muestra ferromagnética o una distribución de corriente localizada en las proximidades de la punta. La interacción de la punta MFM con el campo magnético de una muestra, puede ser calculada a través de la energía magnetostática total,  $E$ , del sistema punta-muestra:

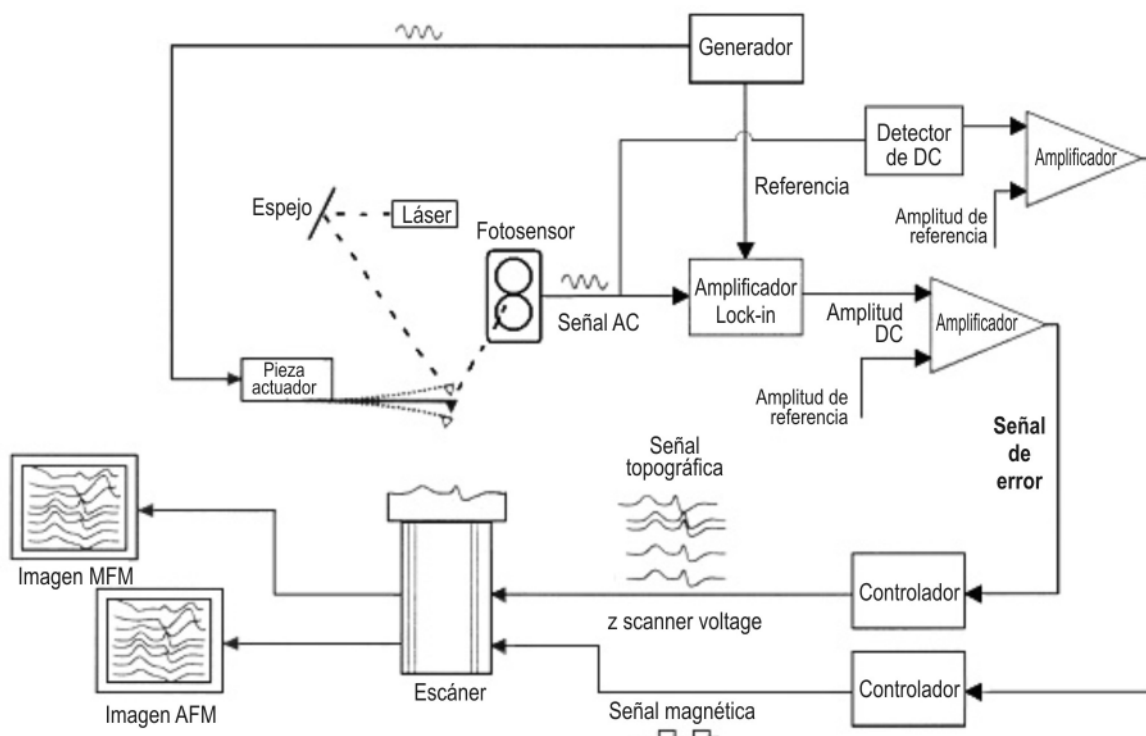
$$E = \mu_0 \int M_{\text{punta}} \cdot H_{\text{muestra}} dV \quad (7)$$

Donde  $\mu_0$  es la permeabilidad magnética en el vacío,  $M$  la función de magnetización espacial de la punta, y  $H$  la función de intensidad de campo magnético generado por la muestra, en coordenadas espaciales. La componente vertical de la fuerza magnética que actúa sobre la punta, se puede calcular por:

$$F_z = -\mu_0 \int \left[ M_{\text{punta}}(x, y, z) \cdot \frac{\partial}{\partial z} H_{\text{muestra}}(x, y, z) \right] dV \quad (8)$$

Las ecuaciones 7 y 8 permiten obtener los rangos de valores para las interacciones; sin embargo, estas cantidades dependen fuertemente del material de la punta y la muestra, así como del medio circundante entre ellas. El material que se usa con mayor frecuencia para las puntas MFM es el Cobalto, sobre el cual una muestra ferromagnética puede generar fuerzas de interacción del orden de algunos nanoNewton o inclusive picoNewton. Estas fuerzas se pueden discriminar de las fuerzas de interacción típicamente sensadas en los microscopios AFM-NC. La configuración instrumental de un MFM, no difiere mucho de un AFM-NC, como se ve en la Figura 6. Básicamente se tiene como componente adicional un detector de DC o *off-set* de la señal AC respuesta, ya que la interacción magnética produce un par magnético que desplaza de manera permanente la señal AC, de acuerdo a la respuesta magnética de la muestra bajo análisis. De esta manera pueden ser capturadas simultáneamente la señal topográfica y la magnética para generar microfotografías del área escaneada bajo la punta.

**Figura 6.** Esquema funcional de un MFM



Fuente: Elaboración propia.



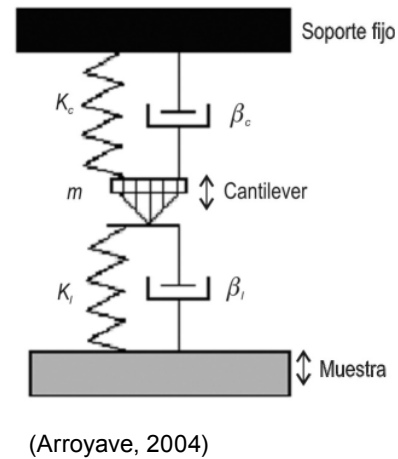
## 1.5 LFM (Lateral Force Microscopy)

En el movimiento de la punta sobre la superficie en modo AFM-C, puede producirse una fuerza lateral sobre el contorno de la punta más próximo a la superficie; esta fuerza causa una torsión sobre la viga que soporta la punta, que puede ser registrada por un fotodetector, sensible a los cambios de posición del láser sobre el plano de este; de esta manera se pueden medir las variaciones locales de fricción con alta resolución. La fricción entre los dos cuerpos macroscópicos es consecuencia del contacto entre una gran cantidad de microasperezas. Con el desarrollo del LFM, fue posible el estudio de fenómenos tribológicos a nivel de monoasperezas, y se encontró una dependencia entre la fricción y el área de contacto entre los cuerpos, la cual no se considera en los análisis macroscópicos.

## 1.6 FMM (Force Modulation Microscopy)

En el modo FMM, la muestra y la punta se ponen en contacto a través de una fuerza de interacción constante,  $F_0$ , y se adiciona una señal periódica, la cual es modulada por el movimiento vertical de la viga en contacto con la muestra; la señal modulada es capturada por un amplificador *Lock-in*; en la amplitud y la fase de la señal, se encuentra la respuesta viscoelástica de la superficie bajo prueba (Arroyave, 2004). El sistema punta–muestra puede ser modelado como un sistema mecánico con resortes y amortiguadores (Figura 7),  $k_c$  es la rigidez de la viga que sostiene la punta,  $k_i$  es la rigidez efectiva entre punta y muestra,  $\beta_c$  es la constante de amortiguación de la viga en voladizo,  $\beta_i$  es la constante de amortiguación efectiva del sistema punta-muestra, y  $m$  es la masa efectiva.

**Figura 7.** Representación del modelo mecánico para FMM



La posición de la muestra está representada por la siguiente expresión:

$$z = z_0 + z_1 \cos(\omega t) \quad (9)$$

Y la posición de la sonda así:

$$d = d_0 + d_1 \cos(\omega t - \varphi) \quad (10)$$

Donde,  $z_0$  y  $d_0$  son las posiciones de equilibrio correspondientes a la fuerza  $F_0$ ,  $z_1$  y  $d_1$  son las amplitudes del movimiento de la muestra y la respuesta de la punta respectivamente,  $\omega$  es la frecuencia de modulación, y  $\varphi$  es el corrimiento de fase de la respuesta de la punta con respecto a la modulación de la muestra. Al resolver el modelo se debe asumir que la amplitud de modulación es suficientemente pequeña para considerar que  $k_i$  y  $\beta_i$  son constantes para una carga estática dada, y para prevenir deslizamiento de la punta, la cual se puede inducir por grandes amplitudes de modulación. Cuando la frecuencia de modulación es mucho más pequeña que la frecuencia de resonancia de la viga,  $\omega_c$ , la solución puede ser de la siguiente forma (Arroyave, 2004):

$$\frac{d_1}{z_1} \cong \frac{k_i}{k_i + k_c} \quad (11)$$

## 2. Aplicaciones

La amplia variedad de aplicaciones que se encuentran vinculadas a técnicas SPM, la convierten en una de las técnicas microscópicas más versátiles, que además suministran información poco convencional en comparación con microscopía óptica o electrónica. En la tabla 1 se presentan algunas aplicaciones asociadas a diferentes modos de operación de los SPM, y la información obtenida de la muestra.

**Tabla 1.** Algunos modos SPM con aplicaciones y la información obtenida de la muestra

Técnica SPM	Aplicaciones	Información obtenida
AFM	Microestructura de aleaciones, definición fronteras de grano, estructura de ADN, morfología de virus, reconstrucción atómica de cristales, formas de crecimiento y cristalización en capas, espesores de películas delgadas, ultraestructura en tejidos orgánicos, microfibras estructura de información en almacenamiento óptico y otras.	Morfología, tamaño de grano, porosidad superficial, altura de escalón, rugosidad media y cuadrática media, dimensiones de estructura.
STM	Imagen de espacio real a escala atómica de metales y semiconductores, estructura submicroscópica de aleaciones metálicas y otras.	Morfología, distribución superficial de densidad de estados electrónicos, mapas de conductividad superficial.
LFM	Irregularidades superficiales de fricción en metales tribológicos, irregularidades en desempeño mecánico por presencia superficial de impurezas, frontera de grano, estructura en MEMS y otras.	Mapas de fricción, alto contraste en bordes.
MFM	Estructura magnética de materiales ferromagnéticos, diferencias en orientación de dominios magnéticos en columnas estratigráficas, orientación de dominios en materiales para almacenamiento de datos (discos duros, cintas) y otras.	Respuesta magnética superficial.
FMM	Irregularidad química en superficies aleadas, nanopartículas contaminantes en sólidos, nano-inclusiones superficiales en películas delgadas, transformaciones químicas localizadas causadas por efectos térmicos en aceros, y otras.	Mapas de variación de módulo de elasticidad, irregularidad química en superficie.
Espectroscopia (I-V), (F-D)	Medidas de <i>gap</i> en semiconductores, diferenciación de óxidos superficiales, medidas de adhesión superficial, nanoindentación de superficies rígidas, nanodureza en metales y cerámicos.	Curvas I-V en zonas puntuales, densidad de estados electrónicos, fuerza de adhesión superficial, fuerza en función de la distancia punta – muestra.

Fuente: Elaboración propia.

## 3. Detalle Experimental

Las diferentes muestras que se analizaron para este trabajo, fueron preparadas por métodos estándar usados en microscopía; su selección obedeció básicamente al criterio de la diversidad,

de manera que se pudiera mostrar el potencial de la microscopía SPM en el análisis de materiales. Las medidas se realizaron con dos instrumentos SPM comerciales, uno de ellos es el modelo multitarea Auto Probe CP fabricado por Park Scientific Instrument, constituido por dos escáneres

piezoeléctricos de PZT, de  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  y  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  de área de barrido, sistema de detección de posición de punta asistido por láser rojo (632nm) y fotodetectores de 2 y 4 campos; este instrumento se encuentra instalado en el Laboratorio de Física del Plasma de la Universidad Nacional de Colombia - Sede Manizales.

El otro es un instrumento de última generación, dotado con el modo AFM-C modelo EasyScan2 fabricado por Nanosurf, con escáner piezoeléctrico de  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ , Láser infrarrojo y fotodetector autocalibrado; este instrumento se encuentra instalado en el Laboratorio de Física Aplicada de la Universidad EAFIT, en Medellín.

#### 4. Resultados

A continuación se presentan los resultados, agrupados de acuerdo a la técnica SPM utilizada para cada muestra que se analizó.

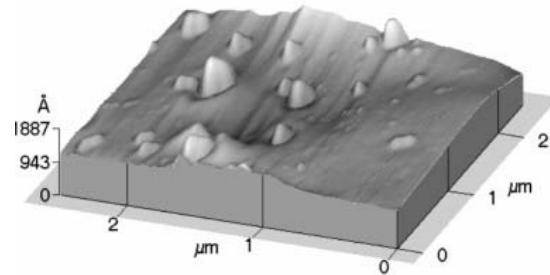
##### 4.1 AFM

La habilidad para generar micrografías de alta resolución de materiales poco conductores, ha favorecido campos de estudio en los que se dependía exclusivamente de la microscopía de barrido electrónico (SEM). En la Figura 8 se observa una micrografía AFM de una película delgada de carbón, aplicada sobre silicio por deposición física de vapores vía plasma; en ella se aprecian estructuras puntiagudas, que pueden ser aplicadas en dispositivos de emisión de electrones por efecto de campo (Li *et al.*, 2005). La muestra analizada fue suministrada por el Laboratorio de Física del Plasma (LAFIP) de la Universidad Nacional de Colombia, la viga y la punta de la sonda usadas en esta medida son de Nitruro de Silicio, el área de barrido para obtener la imagen es de  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ .

Uno de los campos de la metrología en microescalas en donde AFM ha permitido desarrollos, es en almacenamiento de datos. En la Figura 9 ( $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ ) se muestran los resultados captados por AFM, en una vista de planta y otra en 3D, de la superficie de un CD maestro utilizado como

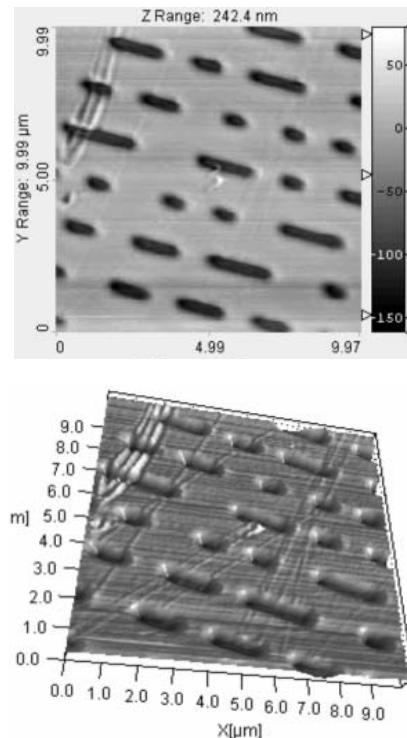
molde para producción en masa. Las imperfecciones expuestas en algunos sectores permiten determinar si el molde se desecha o se utiliza, la muestra analizada fue suministrada como patrón de baja resolución para el instrumento Easyscan2.

**Figura 8.** Micrografía AFM-C de película delgada de carbón sobre silicio



Fuente: Elaboración propia.

**Figura 9.** Micrografía AFM-C de la superficie de un CD maestro

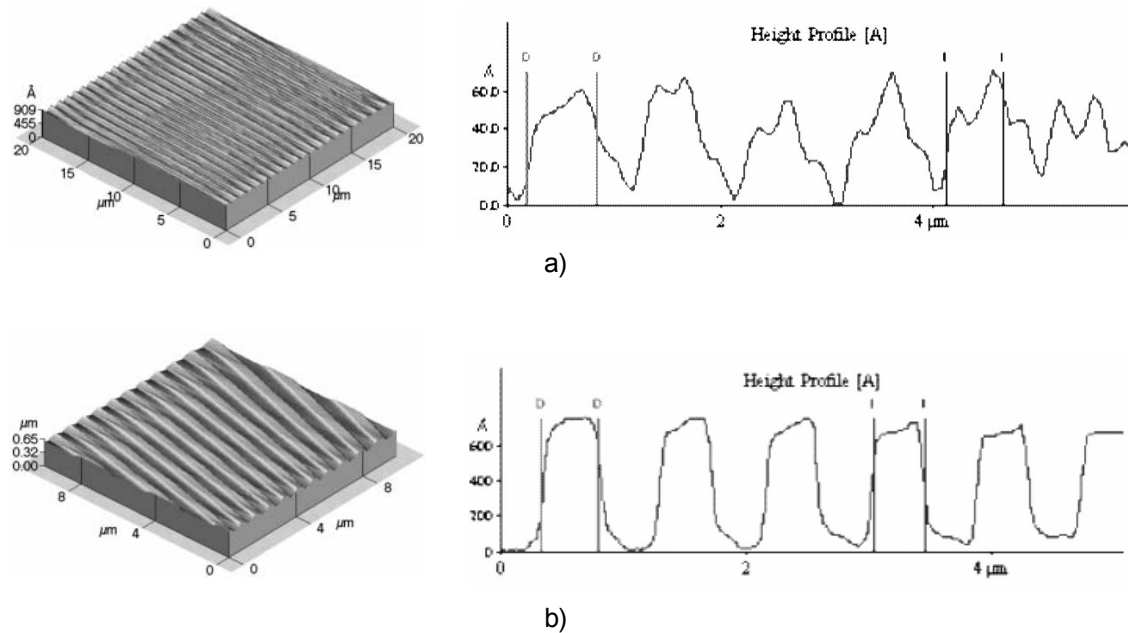


Fuente: Elaboración propia.

La calidad topográfica del microcanal que guía el láser en discos DVD-RW, de dos fabricantes distintos, puede ser comparada con alto nivel de detalle, las micrografías AFM obtenidas (Figura 10), permitieron determinar la fuerte irregularidad

en el techo de uno de ellos (Figura 10a), lo cual puede causar errores en la lectura de la trama digital. En este caso fueron utilizadas sondas de  $\text{SiN}_3$ , y las áreas de barrido fueron de  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$  y  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ , respectivamente, las muestras de ambos DVD-RW fueron adquiridas en el mercado local.

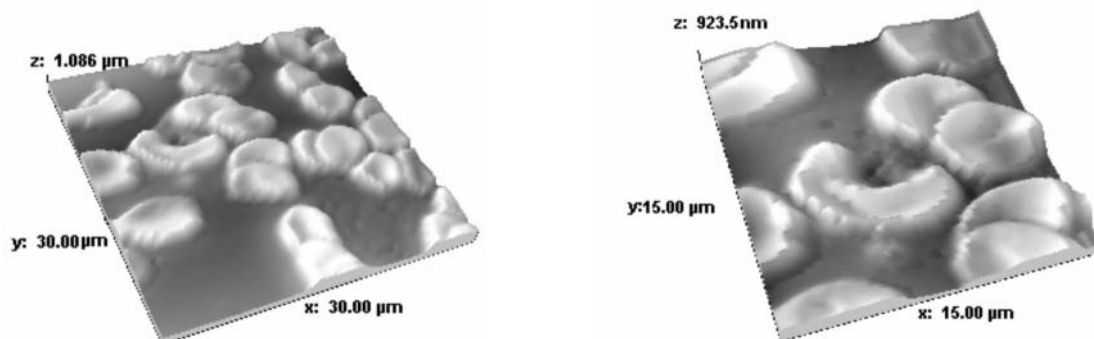
**Figura 10.** Micrografías AFM-C, y perfil topográfico de discos DVD-RW de dos fabricantes distintos



Fuente: Elaboración propia.

Una de las áreas de más uso actual de la microscopía de fuerza atómica es la biología (Yamashina & Katsumata, 2000), (Liu *et al.*, 2005). En la Figura 11 se ilustran las micrografías obtenidas a distinta magnificación de eritrocitos humanos; la forma en medialuna (u hoz) de uno de estos, sugiere la presencia de anemia falciforme en el donante. En las imágenes se detallan las áreas de barrido para cada una de las micrografías. La sonda usada es de silicio recubierto con oro, la muestra fue suministrada por un laboratorio clínico, con permiso del donante, con el fin de corroborar el diagnóstico. Esta fue fijada en un sustrato de moscovita, para facilitar su medida con AFM.

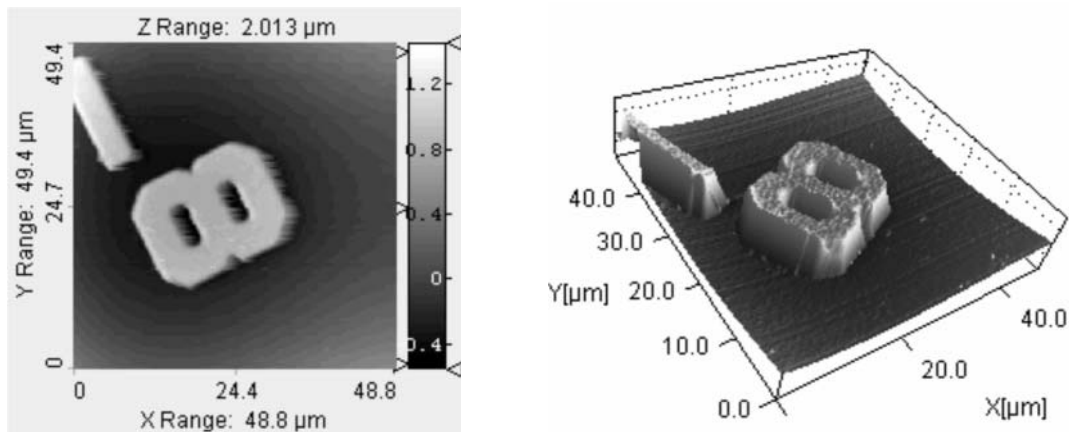
**Figura 11.** Micrografías AFM de eritrocitos humanos



Fuente: Elaboración propia.

Las microtecnologías para fabricación de dispositivos electrónicos y microsensors (MEMS), han encontrado en AFM una técnica instrumental de fácil uso para diagnosticar la calidad de los microacabados. En la figura 12 se presenta una vista de planta y otra en 3D de las micrografías AFM obtenidas sobre un chip que contiene internamente un microsensor de presión; el número hace alusión a la fecha de procesamiento del chip, éste fue suministrado por cortesía del Laboratorio de Sistemas Integráveis (LSI) de la universidad de Sao Paulo.

**Figura 12.** Micrografía AFM de un dispositivo MEMS

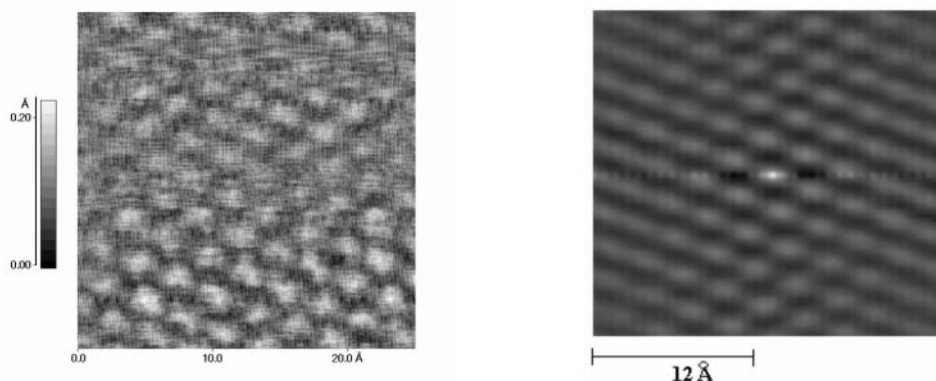


Fuente: Elaboración propia.

## 4.2 STM

La potente resolución del modo STM permite obtener imágenes de regiones que corresponden a pequeños grupos de átomos. Este procedimiento tuvo un impacto revolucionario en la física y las ciencias de los materiales, cuando fueron desarrolladas las técnicas de microscopía SPM. Las micrografías presentadas en la figura 13, corresponden a los resultados obtenidos en las exploraciones con escáner a alta magnificación ( $>1.000.000X$ ) sobre una superficie de grafito pirolítico altamente orientado (HOPG). Nótese que es posible reconocer la simetría de reconstrucción atómica para el HOPG.

**Figura 13.** Micrografías STM de HOPG



Fuente: Arroyave y Devia (2002).

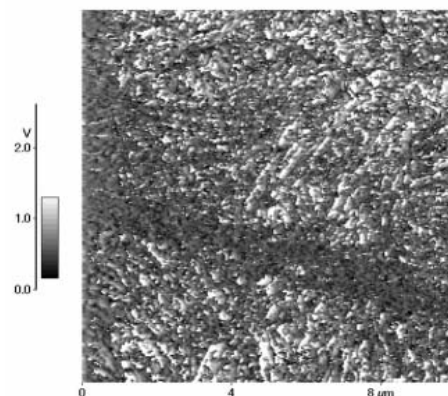
La imagen de la izquierda se ve un poco ruidosa, ya que en alta magnificación empieza a ser importante la presencia de ruido en el sistema físico del microscopio (Arroyave & Devia, 2002); por tal razón se realizan operaciones de filtrado por software sobre las imágenes, con lo cual se mejora bastante la calidad, como se aprecia en la imagen de la derecha. El área de barrido para esta imagen fue de  $25 \times 25 \text{ \AA}^2$ , y la sonda utilizada es un fino alambre de platino-iridio, pulido electroquímicamente para obtener una punta aguda.

### 4.3 FMM

El impacto de proyectiles en aceros para blindaje, usualmente causa micro-alteraciones superficiales, como cambios de fase en la matriz del acero; tales cambios se atribuyen principalmente al origen de una vena de flujo plástico como consecuencia de la elevación momentánea de temperatura que sufre el acero al absorber la energía del impacto. Fue posible apreciar estos efectos cuando se analizaron trozos de acero impactados a propósito, con el modo FMM (Figura 14); se revela la irregularidad

química como una tenue línea que contrasta con el resto de la superficie analizada.

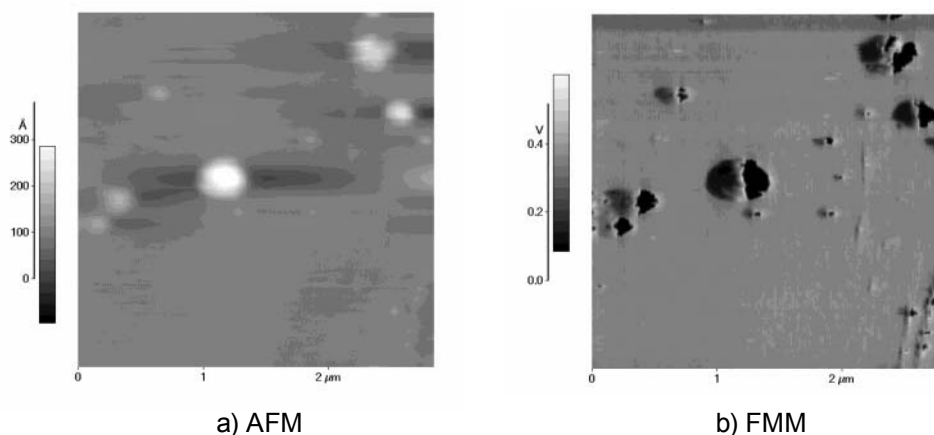
**Figura 14.** Micrografía FMM de acero para blindaje impactado por proyectil



Fuente: Elaboración propia.

Tal irregularidad química no produce cambios significativos en la rugosidad del acero, por lo que es muy complicado diferenciarlo morfológicamente. La sonda utilizada es de  $\text{SiN}_3$ , y el área de barrido de  $10 \times 10 \text{ \mu m}^2$ , la muestra fue suministrada por LAFIP.

**Figura 15.** Micrografía AFM y FMM de películas de Nitruro de Titanio (TiN)



Fuente: Arroyave (2006).

La distinción entre una diferencia morfológica y una química en regiones a nanoescala, no es fácil de detectar con técnicas instrumentales que combinan espectroscopia y microscopía; las técnicas SPM facilitan esta tarea a través de los modos FMM y AFM, por ejemplo en análisis de efectos de goteo en procesos de plasma para obtener recubrimientos. En la Figura 15 se observan dos micrografías tomadas

simultáneamente sobre la superficie de una película delgada de TiN depositada sobre acero. La micrografía AFM de la Figura 15a muestra puntos brillantes distribuidos en el área de barrido, lo que se atribuye a elevaciones de forma definida, incluidas en la superficie relativamente suave de la película. La micrografía FMM de la Figura 15b muestra que tales puntos corresponden a irregularidades químicas de la superficie, lo cual es usual que se presente en este tipo de capas debido, principalmente, al tipo de proceso utilizado para fabricarlas (Segura; Arango & Arias, 2005). El área de barrido es de  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ , y la sonda utilizada es de  $\text{SiN}_3$ .

#### 4.4 Espectroscopia F-D

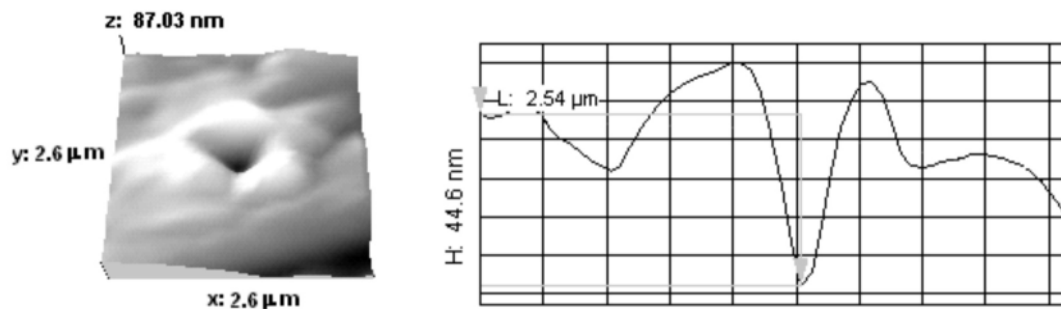
La aplicación controlada de carga sobre una superficie puede provocar la deformación de esta,

siempre y cuando la rigidez del contacto entre la punta y la muestra sea más alta que la rigidez misma de la superficie; este es el principio básico de la prueba de indentación para medida de dureza de los materiales. El modo de espectroscopia de fuerza-distancia habilitado en SPM, permite configurar un experimento de estas características. En la Figura 16 se observa una micrografía AFM de una huella de indentación provocada por una sonda piramidal de diamante en una superficie de aluminio.

La profundidad de la huella es de 44,6nm, medida en el perfil topográfico de la imagen; el área de barrido es de  $2,6 \times 2,6 \mu\text{m}^2$ , la sonda utilizada tiene una viga de acero inoxidable y la punta es de diamante en forma piramidal, tipo indentador Berkovich.



**Figura 16.** Micrografía AFM de una huella de indentación provocada con Espectroscopia F-D



Fuente: Arroyave y Devia (2002).

## Conclusiones

El grupo de muestras seleccionadas en este trabajo, para analizar por SPM, han mostrado la gran versatilidad de esta técnica para generar mapas de propiedades superficiales en nanoescala de variados tipos de muestra. El dominio local de estas tecnologías favorece la construcción de masa crítica en el área de caracterización de materiales, de posible utilización en nanotecnología, además las herramientas SPM están jugando en la actualidad un papel central en aspectos de investigación básica, involucrados con nano-deformación, nano-oxidación, manipulación atómica, nano-tribología, entre otras, lo cual las convierte en técnicas instrumentales de necesario dominio, en el actual momento tecnológico.

## Agradecimientos

El autor agradece a todas las instituciones que suministraron parte de las muestras analizadas en este trabajo, con la intención de favorecer la ilustración a la comunidad técnica y científica del país en torno a los instrumentos SPM.

## Bibliografía

Arroyave, M. (2004). "Nanocaracterización estructural y mecánica de recubrimientos de TiN y ZrN producidos por descarga de arco pulsado". Manizales. Universidad Nacional de Colombia-Sede Manizales.

Arroyave, M. y Devia, A. (2002). "Obtención de imágenes con resolución atómica de diferentes tipos de superficie por microscopía de fuerza atómica", *Revista Colombiana de Física*, 34. Calí, pp. 128-133.

Arroyave, M. (2002). "Identification by force modulation microscopy of nanoparticles generated in vacuum arcs", *Revista Ingeniería y ciencia*, 3 (2). Medellín, pp. 67-73.

Bonnell, D. (2000). *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy: Theory, Techniques, and Applications*. USA: Wiley-VCH.

Howland, R., & L. Benatar. (2000). *A practical guide to scanning probe microscopy*. USA: ThermoMicroscopes. 30 p.

Li, J. J. *et al.* (2005). "Field emission properties of diamond-like carbon films annealed at different temperatures", *Applied Surface Science*, 251. TA Utrecht, pp. 236-241.

Liu, F. *et al.* (2005). "Calcium-dependent human erythrocyte cytoskeleton stability analysis through atomic force microscopy", *Journal of Structural Biology*, 150. Maryland, pp. 200-210.

Meyer, E. ; Josef Hug, H. & Bennewitz, R. (2004). *Scanning Probe Microscopy: the lab on a tip*. Berlin : Springer.

Miyahara, Y. *et al.* (2002). "Non-contact atomic force microscope with a PZT cantilever used for deflection sensing, direct oscillation and feedback actuation", *Applied Surface Science*, 188 TA Utrecht, pp. 450-455.

Segura, B.; Arango, Y. C. & Arias, D. F. (2005). "Study of TiN and Ti/TiN coatings produced by pulsed-arc discharge", *Surface and Coatings Technology*, 190. Sheffield, pp. 83-89.

Serre, C. Esteve *et al.* (1999). "Determination of micromechanical properties of thin films by beam bending measurements with an atomic force microscope", *Sensors and actuators A: Physical*, 74. Delft, pp. 134-138.

Shibata, T. *et al.* (2004). "Fabrication and characterization of diamond AFM probe integrated with PZT thin film sensor and actuator". *Sensors and Actuators A: Physical*, 114. Delft, pp. 398-405.

Yamashina, S. & O. Katsumata. (2000). "Structural analysis of red blood cell membrane with an atomic force microscope", *Journal of Electron Microscopy*, 49. Tokio, pp. 445-51.