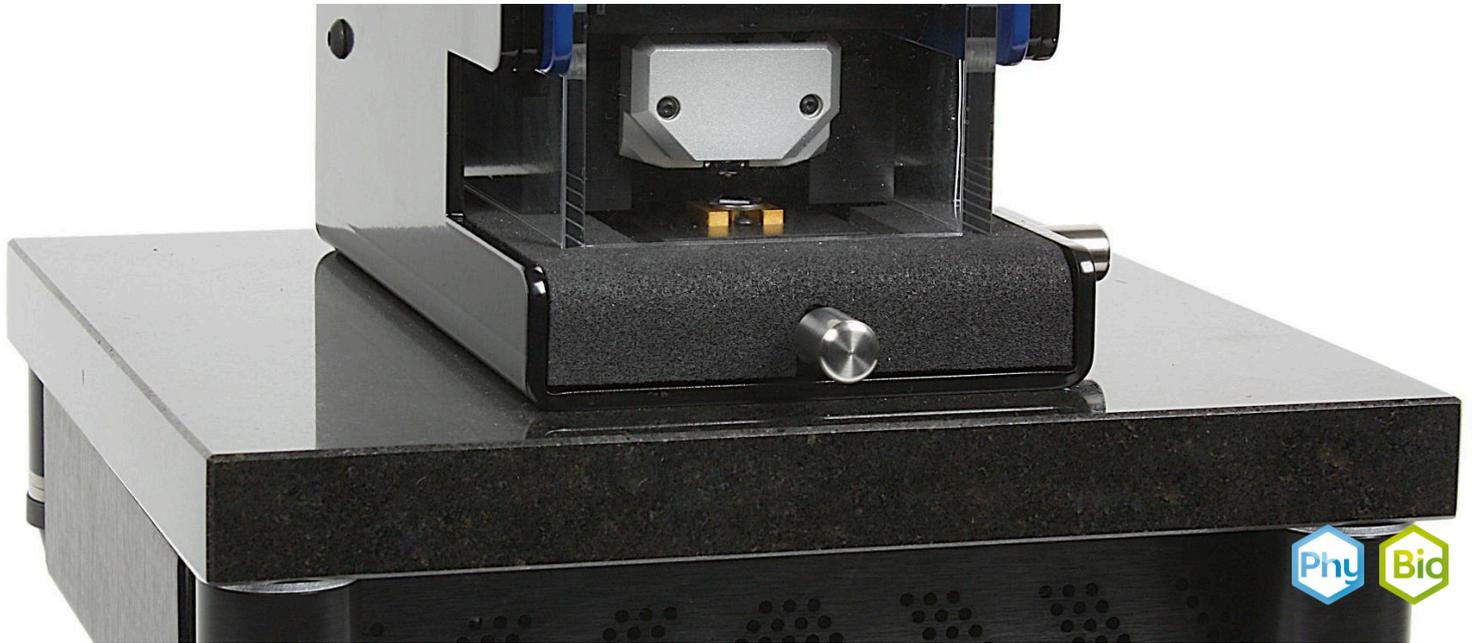


Métodos básicos de visualización de micro y nanoestructuras con el microscopio de fuerza atómica (AFM)



ciencia aplicada

Ingeniería

Ensayos no destructivos de
materialesOtros métodos de ensayo de
materiales no destructivos

Nivel de dificultad

difícil



Tamaño del grupo

-



Tiempo de preparación

10 minutos



Tiempo de ejecución

45+ minutos

This content can also be found online at:


<http://localhost:1337/c/6254fc15bc77fd0003c91bf0>

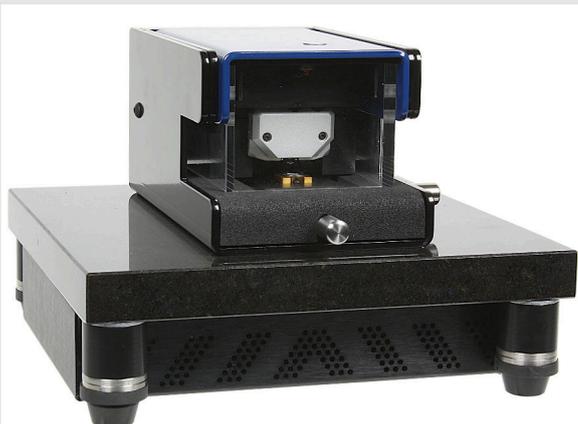
PHYWE



Información para el profesor

Aplicación

PHYWE



Microscopio de fuerza atómica
PHYWE

Un microscopio de fuerza atómica puede utilizarse para observar la composición atómica de la superficie de los sólidos. Estas composiciones son importantes en la física de materiales, ya que influyen en el comportamiento del sólido.

Información adicional para el profesor (1/2)



Conocimiento

previo



Principio

Los conocimientos previos necesarios para este experimento se encuentran en la sección de Principio.

Al acercar una punta de silicio afilada montada en un cantilever a la superficie de una muestra se produce una interacción a escala atómica. El resultado es una flexión del cantiléver que se detecta mediante un láser. En el modo estático, la desviación resultante se utiliza para investigar la topografía de la superficie de la muestra línea por línea mediante un bucle de retroalimentación. En el modo dinámico, el voladizo oscila a una frecuencia fija, lo que da lugar a una amplitud amortiguada cerca de la superficie. Los parámetros de medición (punto de ajuste, ganancia de retroalimentación,...) juegan un papel crucial para la calidad de la imagen. Se investiga la dependencia de la calidad de la imagen para diferentes muestras nanoestructuradas.

Información adicional para el profesor (2/2)

PHYWE



Objetivo

El objetivo de este experimento es aprender el uso de un AFM.



Tareas

1. Preparar el microscopio e iniciar el software. Montar un voladizo (con punta) y acercar la punta hacia una muestra.
2. Investigar la influencia de los parámetros de escaneo en la calidad y el rendimiento de la imagen, por ejemplo, la ganancia PID, el punto de ajuste (fuerza), la amplitud vibratoria y la velocidad de escaneo. Utilizar el modo de fuerza estática y dinámica.
3. Imagen de 7 muestras diferentes (microestructuras, nanotubos de carbono, sección transversal de la piel, bacterias, estampador de CD, estructura de chip, perlas de vidrio) optimizando los parámetros respectivamente.

Principio (1/17)

PHYWE

AFM

El principio básico del AFM es muy sencillo. El AFM detecta la interacción de fuerza entre una muestra y una punta muy pequeña (<10 nm de radio) montada en un cantiléver, que se describe generalmente por el potencial de Lennard-Jones (Figura 1). La interacción de fuerza entre la muestra y la punta está relacionada con la deflexión del cantiléver, es decir, cuanto más presiona la punta sobre la muestra, mayor es la deflexión del cantiléver y mayor es la fuerza ejercida sobre la muestra. Un sistema de retroalimentación reguladora intenta mantener constante la desviación del cantiléver y, por tanto, la interacción de fuerzas. Por lo tanto, el voladizo se aleja de la superficie o se acerca a ella en función de los cambios de fuerza. Este movimiento se registra como señal de topografía cuando la punta se explora sobre una muestra. Así, la topografía puede interpretarse también como un mapa de fuerzas iguales. Así, es posible detectar cualquier tipo de fuerza siempre que la punta sea lo suficientemente sensible, es decir, siempre que la interacción de fuerzas induzca una desviación medible del cantiléver. Por lo tanto, no sólo se pueden detectar las fuerzas interatómicas, sino también las fuerzas de largo alcance, como la fuerza magnética y la fuerza electrostática. La interacción punta-muestra resulta entonces como la superposición de las interacciones individuales.

Principio (2/17)

PHYWE

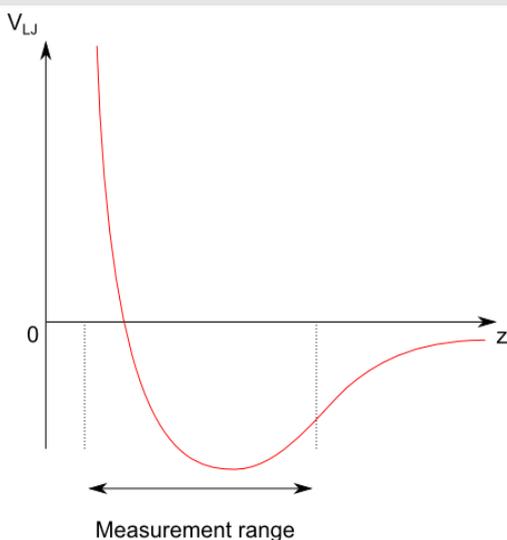


Figura 1: Potencial de Lennard-Jones que da lugar a una atracción de largo alcance y a una repulsión de corto alcance. Se indica el rango de medición del AFM.

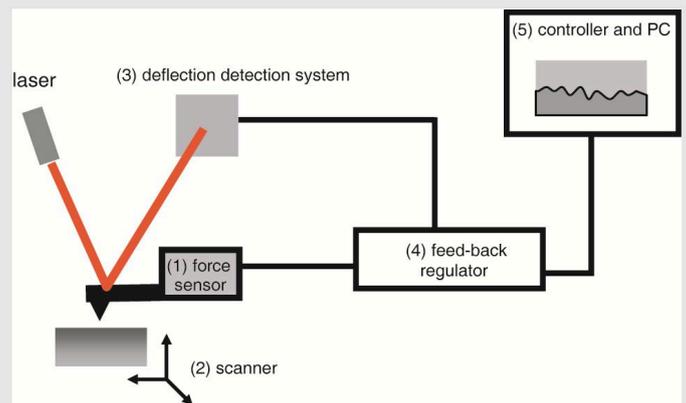


Figura 2: Los cinco componentes de un montaje de AFM.

Principio (3/17)

PHYWE

Independientemente del tipo de interacción punta-muestra, un AFM consta básicamente de cinco partes principales que se muestran en la Figura 2 y se describen en las siguientes secciones:

1. Un sensor de fuerza, que es básicamente una punta afilada (< 10 nm), montada en un voladizo sensible.
2. Un escáner que mueve la muestra o el sensor para sondear la superficie de la muestra.
3. Un sensor que detecta la desviación del voladizo, por ejemplo un sistema de desviación láser o un sistema piezoresistivo.
4. Un sistema de retroalimentación que regula la interacción de fuerzas.
5. La electrónica del controlador que registra los movimientos, controla el bucle de retroalimentación y envía los datos medidos al software del ordenador personal ta.

Principio (4/17)

PHYWE

Aunque estas partes están presentes en todos los AFM, su implementación puede diferir sustancialmente. Sin embargo, un punto común a todos los AFM es el sensor de fuerza, también llamado sonda de AFM. Es plausible que los resultados dependan fuertemente de la agudeza de la punta y de la constante de resorte del cantiléver. Este será el tema de la sección El sensor de fuerza. El sistema de detección de deflexión necesita ser muy sensible y puede ser implementado de diferentes maneras que serán discutidas en la sección El Detector de Deflexión. El sistema de retroalimentación se describirá en la sección El sistema de retroalimentación PID. El AFM puede ser operado en diferentes modos que serán discutidos en la sección Modo de Operación del AFM. Finalmente, la sección El sistema de escaneo y la recogida de datos tratará del sistema de posicionamiento o escaneo que debe proporcionar una resolución nanométrica.

Principio (5/17)

PHYWE

Sensor de fuerza

Las sondas de AFM suelen ser microfabricadas. Los voladizos de una sola pata o en forma de V suelen estar hechos de silicio, dióxido de silicio o nitruro de silicio. Los voladizos típicos tienen varios cientos de micrómetros de largo, varias decenas de micrómetros de ancho y alrededor de un micrómetro de grosor. En el caso del silicio, estas dimensiones dan lugar a constantes de resorte de entre 0,1 y 1 N/m y frecuencias de resonancia de entre 10 y 100 kHz.

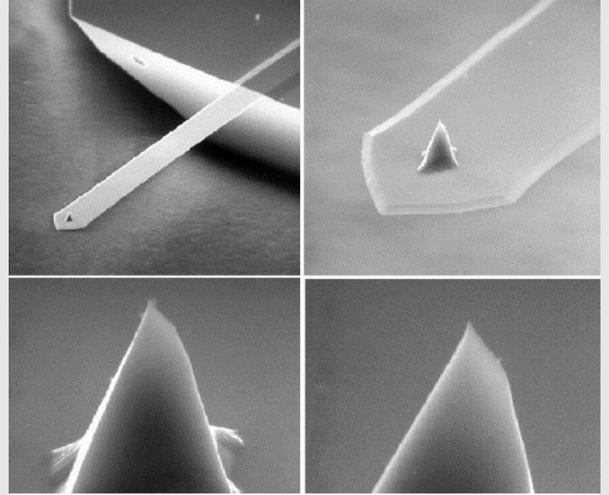


Fig. 3: Punta y voladizo de una sonda de AFM.

Principio (6/17)

PHYWE

Gracias a los recientes avances en microtecnología, es posible fabricar voladizos con puntas afiladas integradas. Es importante tener en cuenta que la calidad de la punta, es decir, su forma, determina la calidad de la medición. Las dimensiones críticas de una punta de AFM son su relación de aspecto (altura/anchura), el radio de curvatura (afilado) y su material. La punta ideal tiene una alta relación de aspecto, un pequeño radio de curvatura y está hecha de un material extremadamente duro. La forma de la punta es de gran importancia a la hora de interpretar la medición. Debido a que no sólo el vértice de la punta sino también sus paredes laterales interactúan con la muestra durante el escaneo, la imagen medida es siempre una convolución entre la forma de la punta y la muestra. Por lo tanto, es importante que el tamaño de las características de la muestra y sus relaciones de aspecto sean algunos órdenes mayores que el radio de curvatura y la relación de aspecto de la punta, respectivamente.

En el AFM, el sensor de fuerza debe cumplir los dos requisitos siguientes:

Principio (7/17)

PHYWE

1. Modo de contacto (véase la sección Modos de funcionamiento del AFM): La constante de resorte del voladizo tiene que ser pequeña, de manera que el voladizo pueda ser suficientemente desviado y la desviación pueda ser detectada. Lo ideal es que la constante del resorte sea menor que la constante del resorte interatómico, que es de unos 10 N/m.

Modo dinámico (véase la sección Modos de funcionamiento del AFM): La parte de perturbación transmitida al voladizo viene dada por $\frac{1}{\sqrt{1 - (\frac{\omega}{\omega_0})^2}}$, donde ω es la frecuencia de vibración de excitación con amplitud A y ω_0 es la frecuencia de resonancia. Por lo tanto, es habitual utilizar voladizos con una frecuencia de resonancia elevada para evitar perturbaciones acústicas o mecánicas de baja frecuencia, como las vibraciones de los edificios.

Principio (8/17)

PHYWE

Detector de desviación: Otra parte crítica del AFM es el sistema de medición de la deflexión. Idealmente, el sistema de detección debe ser capaz de medir la deflexión del cantiléver con una resolución angstrom y no debe perturbar el cantiléver de ninguna manera. Por lo tanto, el sistema de detección más utilizado es una técnica óptica basada en la reflexión de un rayo láser sobre el voladizo. La idea de la técnica se muestra en la Figura 13: Configuración del AFM. Se enfoca un rayo láser en el extremo del cantiléver que lo refleja en un fotodiodo segmentado. El ángulo de deflexión del cantiléver es por tanto mayor, es decir, un pequeño desplazamiento del cantiléver resulta en un mayor desplazamiento del rayo láser reflejado en el fotodiodo. Cuanto más lejos esté el diodo, mayor será esta amplificación mecánica. Sin embargo, el fotodiodo no puede colocarse demasiado lejos debido a las perturbaciones externas. Una de las razones es que el método de deflexión láser es sensible a la luz ambiental, a la luz reflejada por la muestra o el cantiléver y a otras posibles fuentes de luz. El sistema de detección óptica permite medir desviaciones inferiores a un angstrom. Otras técnicas de detección de desviaciones en voladizo, que no se discutirán aquí, son:

- Sistemas ópticos interferométricos y detección piezoresistiva

Principio (9/17)

PHYWE

Sistema de retroalimentación PID

Antes de iniciar cualquier medición de AFM es necesario entender cómo funciona el sistema de regulación de retroalimentación. Esta regulación permite la adquisición de una imagen del AFM. Como se ha descrito anteriormente, la desviación del cantiléver es detectada por un sensor. Esta posición se compara con un punto de ajuste, es decir, un valor constante de desviación del cantiléver elegido por el usuario. Dado que la deflexión de la viga en voladizo está directamente relacionada con la fuerza de interacción entre la punta y la muestra, el punto de referencia suele indicarse en Newton (N). Las fuerzas típicas están en el rango de nN. La diferencia entre la fuerza de interacción real y la fuerza deseada se denomina señal de error. Esta señal de error se utiliza para mover la punta o la muestra a una distancia en la que el voladizo tiene la desviación deseada. Este movimiento se traza entonces en función de la posición lateral de la punta y es la llamada topografía. El objetivo del sistema de retroalimentación es minimizar el error de forma muy rápida para que la topografía medida se corresponda con la topografía real de la muestra. Por lo tanto, la señal de error debe ser amplificada por un controlador PID (proporcional integral diferencial). En la figura 4 se muestra una representación esquemática del sistema de retroalimentación: controlador PID.

Principio (10/17)

PHYWE

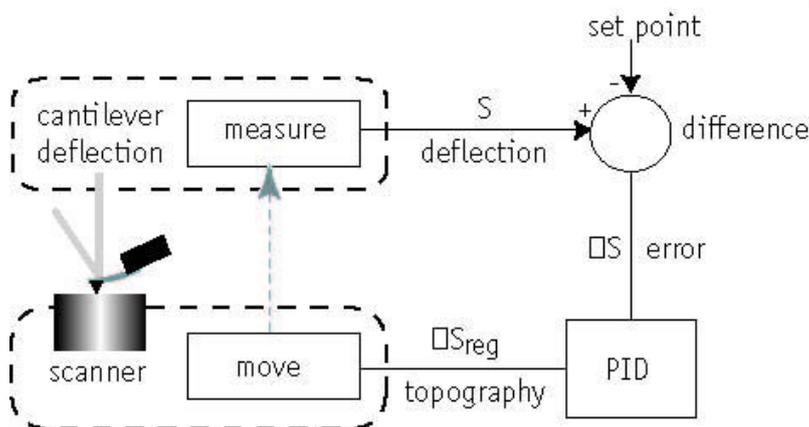


Figura 4: Controlador PID

Estas tres ganancias pueden ajustarse individualmente y definen la rapidez y el modo en que se minimiza el error y, por tanto, la calidad de la reproducción de la topografía de la muestra en la medición. Por lo tanto, es importante entender sus características. Para ilustrar el efecto de las ganancias PID considere el siguiente experimento. Se medirá una señal de paso de 0 a 1 (ver Figura 5: Paso).

Principio (11/17)

PHYWE

El objetivo es reproducir el paso rectangular con la mayor precisión posible. Por eso hay que ajustar las ganancias PID. Figura 6: La ganancia P muestra el resultado cuando sólo se sube la ganancia proporcional (P). La topografía muestra un largo tiempo de subida (pendiente), un sobreimpulso (pico) y un tiempo de asentamiento (bamboleo). A continuación se sube la ganancia diferencial (D) además de P. En la Figura 7: Ganancia PD se puede ver que la ganancia derivativa reduce tanto el sobreimpulso como el tiempo de estabilización, y tiene poco efecto sobre el tiempo de subida. Para ver la influencia de la ganancia integral (I) se baja la ganancia D y se sube la ganancia I. Como se puede observar en la Figura 8: Ganancia PI el controlador I redujo aún más el sobreimpulso y disminuyó el tiempo de estabilización.

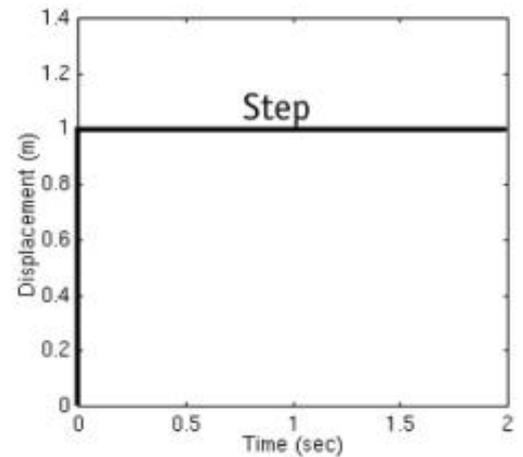


Figura 5: Paso

Principio (12/17)

PHYWE

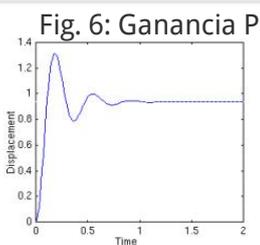
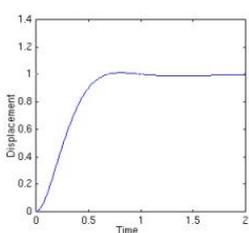


Fig. 8: Ganancia de PI



La respuesta es ahora mucho más suave, aunque con un mayor tiempo de subida. Cuando las ganancias P, I y D se combinan de forma adecuada, es posible obtener la respuesta mostrada en la figura 9: ganancia PID sin sobreimpulso, con un tiempo de subida corto y un tiempo de estabilización corto. Los ajustes correctos del PID dependen de la muestra y deben determinarse para cada medición.

Fig. 7: Ganancia PD

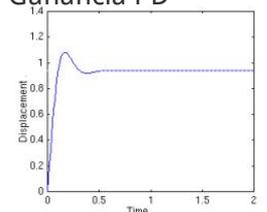
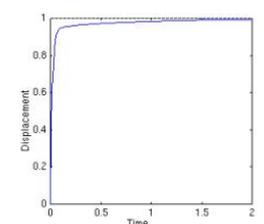


Fig. 9: Ganancia PID



Principio (13/17)

PHYWE

Modos de funcionamiento

El AFM puede funcionar en diferentes modos. Esto depende de la muestra y de la información que se quiera adquirir. Entre varios modos, aquí sólo se discuten los más comunes: el modo estático (contacto) y el dinámico (golpeteo).

Modo estático: Este modo es el más básico y fue también el primer modo real en el que funcionaron los AFM. La punta está siempre en contacto con la muestra mientras sondea la superficie. De este modo, la deflexión del cantilever y, por tanto, la fuerza de interacción, es fijada por el usuario (set-point). El regulador de retroalimentación mantiene este punto de ajuste moviendo el escáner en la dirección vertical a la muestra. Este movimiento generado por la regulación se traza entonces como topografía de la muestra. El principal parámetro a ajustar en este modo es la fuerza de interacción. Ésta debe ajustarse a un valor mínimo, de forma que la punta esté justo en contacto con la superficie. El inconveniente de este método es que la punta y las muestras pueden dañarse fácilmente y que las muestras pegajosas no pueden ser visualizadas correctamente.

Principio (14/17)

PHYWE

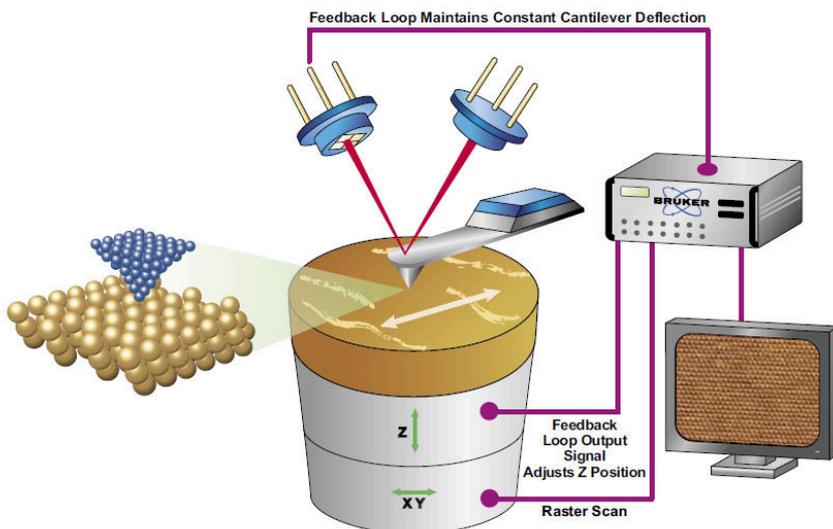


Figura 10: Montaje del AFM en modo estático.

Principio (15/17)

PHYWE

Modo dinámico

El modo dinámico es probablemente el más utilizado en la actualidad. El voladizo oscila. Por lo tanto, la punta toca la superficie periódicamente. El contacto con la superficie atenúa la amplitud de la oscilación. La retroalimentación regula esta atenuación en comparación con el punto de ajuste deseado. Lo ideal es que la amortiguación de la amplitud esté relacionada con la fuerza de interacción punta-muestra que, por lo tanto, se define con el punto de ajuste. El punto de ajuste de este modo viene dado por el porcentaje de amplitud amortiguada en comparación con la amplitud no amortiguada, es decir, un punto de ajuste del 100% da lugar a la ausencia de interacción y un punto de ajuste del 60% significa que el 40% de la energía de vibración se pierde en la interacción entre la punta y la muestra. Al igual que en el modo de contacto, el objetivo es mantener la interacción lo más pequeña posible para evitar daños o contaminación de la punta. En este caso, esto significa que el punto de ajuste debe estar lo más cerca posible del 100%.

Principio (16/17)

PHYWE

La amplitud de la oscilación también es un parámetro importante. Por lo general, la amplitud de oscilación debe estar en consonancia con las características que deben observarse, es decir, las características grandes necesitan amplitudes grandes y las características pequeñas necesitan una amplitud pequeña. Para medir rasgos diminutos en rasgos grandes se recomienda una amplitud pequeña y una velocidad de barrido lenta.

La resolución alcanzable del modo dinámico es comparable a la del modo de contacto. Sin embargo, debido al hecho de que la punta sólo está periódicamente en contacto con la muestra, la punta está menos dañada y las fuerzas laterales pegajosas son insignificantes.

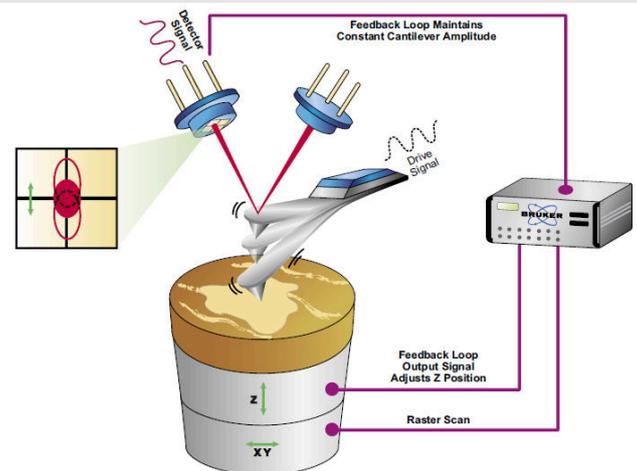


Figura 11: Montaje del AFM en modo dinámico.

Principio (17/17)

PHYWE

Sistema de escaneo y recogida de datos

El sistema de escaneo del AFM debe ser capaz de colocar la punta con una resolución subatómica, lo cual es necesario para obtener imágenes de la muestra con resolución atómica. El movimiento de la punta o de la muestra en los tres ejes puede realizarse de varias maneras. Hay diferentes implementaciones, por ejemplo, piezoeléctricas, electromagnéticas, etc. Como se describe en la sección El sistema de retroalimentación PID, la imagen de la topografía es generada por el sistema de retroalimentación que mueve el escáner. Estos datos de movimiento son enviados al software del PC a través del controlador del AFM, normalmente línea por línea. El software combina las líneas a una imagen tridimensional donde la altura es generalmente representada con un código de color.

Material

Posición	Material	Artículo No.	Cantidad
1	Microscopio de Fuerza Atómica Compacto (AFM)	09700-99	1

PHYWE



Montaje y ejecución

Montaje (1/2)

PHYWE

Preparación del microscopio

Colocar el instrumento sobre un soporte estable (una mesa o banco muy firme) en un lugar con un bajo nivel de vibraciones del edificio (quizás en el sótano), de ruido acústico (debe cerrar la puerta e informar a todos los que le rodean para que hagan el mayor silencio posible cuando pasen por su montaje), de campos eléctricos (monte su sistema a varios metros de distancia de los interruptores de corriente o de las máquinas de alta potencia) y de corrientes de aire (no lo monte debajo del aire acondicionado o cerca de los radiadores).

Asegurarse de que la conexión a la red eléctrica está protegida contra las sobretensiones (se recomienda una conexión a la red con circuitos de seguridad incorporados). Si posteriormente observa señales de ruido muy elevadas en sus mediciones, puede intentar proteger su microscopio colocándolo bajo una caja de plexiglás o de cartón.

Montaje (2/2)

PHYWE

Conectar el microscopio

Para iniciar el reconocimiento automático del hardware, siga estos pasos:

1. Iniciar sesión en su ordenador con privilegios de administrador.
2. Conectar su ordenador con el cable USB suministrado a la unidad de control del microscopio.
3. Pulsar el botón de encendido situado en el lateral de su microscopio, junto a la conexión USB. Se encenderá un LED azul.

Aparece un globo emergente en el área de notificación de Windows, indicando que se ha encontrado un nuevo dispositivo de hardware y que se están instalando los controladores.

Ejecución (1/30)

PHYWE

Iniciar el software PHYWE Measure Nano y asegurarse de que se han cargado los archivos de calibración correctos:

1. Abrir el menú "Archivo" >> "Parámetros" >> "Cargar...", y cargar el archivo "Default_AFM.par" desde el directorio que contiene las configuraciones por defecto de Measure Nano. Normalmente es "C:\-Archivos de programa (x86)\-PHYWE\N-Measure Nano\Config".
2. Abrir la opción de menú "Archivo" >> "Disposición de gráficos" >> "Cargar...", y cargar el archivo "Default_AFM.chart" del directorio que contiene las configuraciones por defecto de Measure Nano.

Ejecución (2/30)

PHYWE

Interfaz de software

El software proporciona todas las funciones para manejar el microscopio durante la obtención de imágenes de superficies y modos de funcionamiento más avanzados. También proporciona funciones de análisis de datos para el posprocesamiento de los datos de medición.

La ventana principal del software de control STM (también denominada espacio de trabajo) consta de cinco áreas principales (Figura 12):

- El panel de medición de la izquierda. Esta área contiene las llamadas Ventanas de operación, que se utilizan para adquirir y mostrar los datos de medición en curso.
- El espacio del documento en el centro. Esta zona se utiliza para visualizar y analizar los documentos de medición previamente almacenados.
- El panel de información de la derecha. Esta área contiene varios paneles apilados y se utiliza para agrupar una diversa gama de funcionalidades e información.
- La cinta de opciones en la parte superior. Esta área se utiliza para acceder a todas las funciones de acción.
- La barra de estado en la parte inferior. Esta área se utiliza para mostrar información adicional.

Ejecución (3/30)

PHYWE

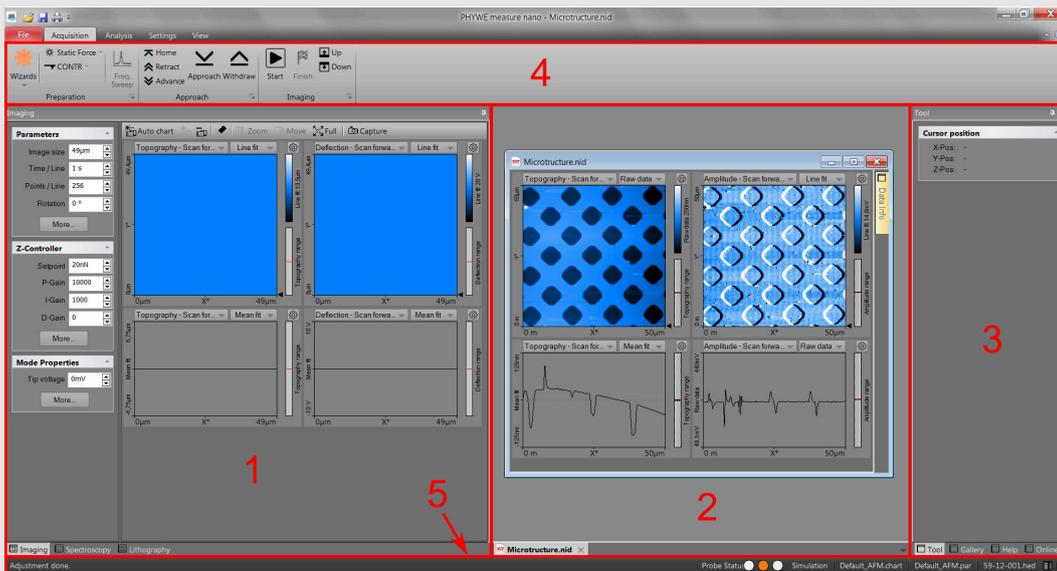


Fig. 12: La interfaz del software en el modo de espacio de trabajo "normal".

Ejecución (4/30)

PHYWE

Cambio de parámetros en cualquier panel

- Activar el parámetro haciendo clic con el puntero del ratón o seleccionándolo con la tecla "Tab".

En el caso de la selección de un menú desplegable, cambiar la selección con el ratón o con las flechas "Arriba" y "Abajo" del teclado. En el caso de un valor numérico, utilizar uno de los siguientes métodos: El número de la tarjeta de crédito.

- Utilizar las teclas de flecha "Arriba" y "Abajo" de su teclado para aumentar o disminuir el valor de un parámetro. El nuevo valor se utiliza automáticamente después de un segundo.
- Hacer clic con el puntero del ratón en los botones de flecha situados junto al valor del parámetro. El nuevo valor se utiliza automáticamente después de un segundo.

Ejecución (5/30)

PHYWE

Introducir el nuevo valor mediante el teclado. El valor introducido se aplica pulsando la tecla "Enter"/"Return", o activando otra entrada.

El valor introducido se descarta pulsando la tecla "Esc". El prefijo de la unidad se puede cambiar escribiendo una de las siguientes teclas del teclado:

Ejemplo: Si la unidad básica es voltios, escriba "m" para cambiar a milivoltios, o escriba "u" para microvoltios. A veces el programa cambia el valor de un parámetro introducido a un valor ligeramente diferente. Esto ocurre cuando el valor deseado está fuera del rango de digitalización del controlador Measure Nano, por ejemplo, debido a los límites de resolución o de tiempo. En estos casos, el valor deseado se cambia automáticamente al valor más cercano posible.

Atajo	Prefijo
f	femto
p	pico
n	nano
u	micro
m	mili
k	kilo
M	mega
G	giga
T	terra
barra espaciadora	ninguno

Ejecución (6/30)

PHYWE

Montaje de la viga voladiza (incluida la punta)

Para maximizar la facilidad de uso, el PHYWE AFM está diseñado de tal manera que el voladizo puede instalarse y retirarse rápidamente sin tener que reajustar el sistema de detección de desviación del voladizo (Figura 13: Sistema de detección de desviación del voladizo). La instalación rápida del voladizo es posible porque el cabezal de exploración contiene un sistema de autoalineación. El sistema de alineación consiste en una estructura en el chip de alineación y ranuras correspondientes en la parte posterior del chip del voladizo. El sistema de alineación posiciona el cantilever con una precisión micrométrica (véase la figura 14). Esta precisión sólo se garantiza cuando el voladizo y el chip de montaje están absolutamente limpios. Por lo tanto, la instalación del voladizo debe seguir realizándose con mucho cuidado. La calidad de las mediciones depende en gran medida de la precisión de la instalación.

Es muy importante que el tipo de voladizo sea adecuado para el modo de funcionamiento que se utilice. Los voladizos más rígidos y cortos (por ejemplo, NCLR, Nanoworld o Tap190Al-G, BudgetSensors) se utilizan generalmente para el modo de funcionamiento dinámico. Los voladizos más flexibles y largos (por ejemplo, CONTR, Nanoworld o ContAl-G, BudgetSensors) se utilizan generalmente para el modo de funcionamiento estático.

Ejecución (7/30)

PHYWE

Para cambiar de tipo de voladizo:

- En el grupo Preparación de la pestaña Adquisición (en la cinta de opciones), seleccionar el tipo de voladizo deseado en el menú desplegable "Voladizo montado" haciendo clic en el tipo de voladizo actualmente seleccionado.

Figura 13: Sistema de detección de la desviación del voladizo.

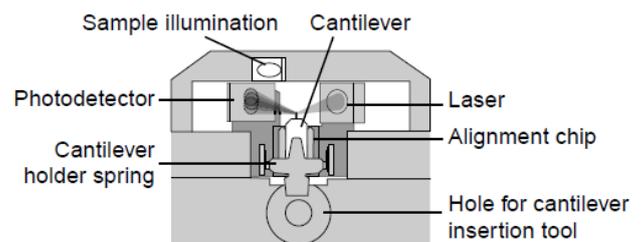


Figura 14: (Izquierda) Sistema de alineación. (Centro) Chip en voladizo visto desde arriba. (Derecha) Voladizo de 450 µm de ancho con punta integrada.



Ejecución (8/30)

PHYWE

Precaución:

- Nada debe tocar el voladizo.
- El muelle del soporte voladizo es muy delicado. NUNCA tocarlo ni tirar de él. De lo contrario, se doblará y quedará inservible.
- Cerrar siempre el DropStop antes de manipular el voladizo. Si no lo hace, el voladizo puede caer en el cabezal de exploración, provocando un mal funcionamiento del microscopio, en particular del escáner.
- Si se ha caído un voladizo en el cabezal de exploración y el microscopio no funciona correctamente, ponerse en contacto con el servicio técnico local. No abrir nunca el cabezal de exploración.

Ejecución (9/30)

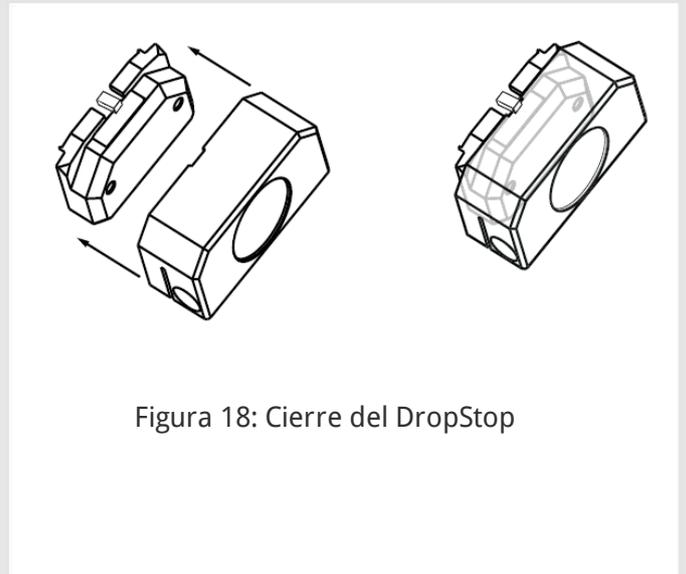
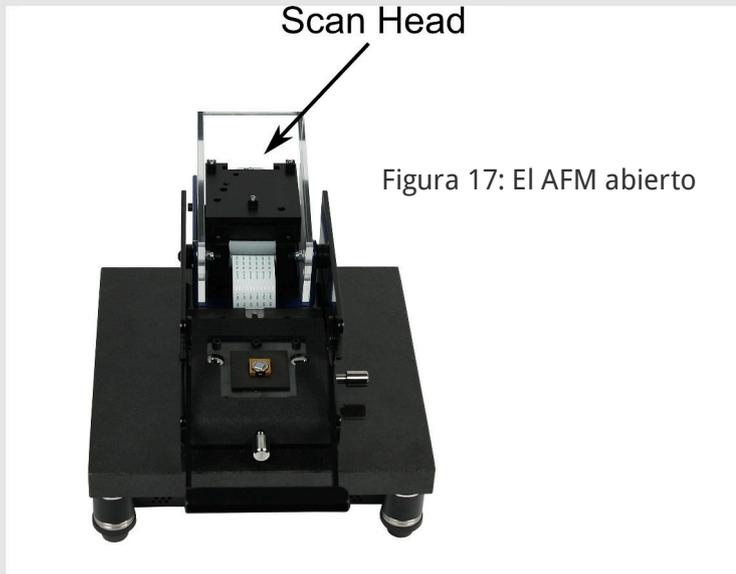
PHYWE

Para retirar el antiguo voladizo:

1. Abrir la tapa del AFM incluyendo el cabezal de escaneo (Figura 15: El AFM abierto).
2. Retirar la herramienta de inserción en voladizo del DropStop
3. Cerrar el DropStop (véase la Figura 16: Cierre del DropStop). El rayo láser está ahora bloqueado por el DropStop. Como consecuencia, la luz de estado de la sonda en el controlador PHYWE parpadeará en rojo.
4. Colocar la herramienta de inserción del voladizo en el orificio detrás del chip de alineación (Figura 17: Montaje del voladizo, arriba a la izquierda). El muelle de sujeción del voladizo se abre.
5. Utilizar las pinzas para voladizos para retirar el antiguo voladizo del instrumento (Figura 17: Montaje del voladizo, arriba a la derecha).

Ejecución (10/30)

PHYWE



Ejecución (11/30)

PHYWE

Para insertar el nuevo voladizo:

1. Sacar el nuevo voladizo de su caja con las pinzas para voladizos.
2. Colocar el voladizo con cuidado en el chip de alineación del cabezal de exploración (Figura 19: Montaje del voladizo, arriba a la derecha).
3. Comprobar que la viga en voladizo no se mueve con respecto al chip de alineación golpeándola cuidadosamente con las pinzas. Si la viga en voladizo se mueve, es probable que no esté insertada correctamente. Consultar la Figura 20: Alineación del voladizo para ver la alineación correcta y ejemplos de alineación incorrecta.
4. Tirar suavemente de la herramienta de inserción del voladizo para sacarla del orificio. El muelle del soporte del voladizo se cierra y mantiene la viruta en voladizo firmemente en su posición (Figura 19: Montaje del voladizo, abajo a la derecha).
5. Retirar el DropStop. El rayo láser está ahora desbloqueado, y la luz de estado de la sonda en el controlador PHYWE debería dejar de parpadear en rojo. Si no es así, intentar volver a alinear el voladizo.

Ejecución (12/30)

PHYWE

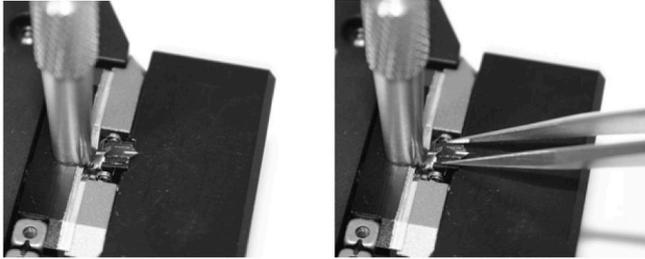


Figura 19: Montaje del voladizo. (arriba a la izquierda) inserción de la herramienta de inserción del voladizo, (arriba a la derecha) inserción/retirada del voladizo, (abajo a la derecha) voladizo correctamente insertado.

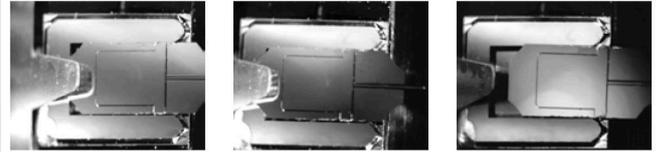


Figura 20: Alineación del voladizo. (Izquierda) correcto: el entorno espejado muestra un reflejo que es continuo sobre el voladizo y el chip de alineación, y se pueden ver pequeños huecos triangulares entre los bordes del chip de alineación y las esquinas del chip del voladizo, (centro y derecha) incorrecto: el entorno espejado muestra un reflejo que es diferente en el voladizo y en el chip de alineación, y no se pueden distinguir bonitos huecos triangulares.

Ejecución (13/30)

PHYWE

Preparación de la muestra

En el presente kit de muestras sólo es necesario preparar la muestra de microesferas de vidrio. El kit contiene un portaobjetos de vidrio vacío y un vial de solución de microesferas diluida, que se utilizará para crear la muestra. En este caso, las microesferas tienen un diámetro de 120 nm (puede variar en el futuro). Una vez preparada la muestra, puede utilizarse para las mediciones siempre que se mantenga limpia. Para preparar la muestra

1. Tomar los siguientes materiales del kit de muestras:
2. Portaobjetos de vidrio
3. Solución de perlas diluida
4. Etanol
5. Tejido limpio

Ejecución (14/30)

PHYWE

6. Limpiar el portaobjetos y eliminar la suciedad acumulada:
7. Gotear un poco de etanol en el portaobjetos.
8. Limpiar el etanol con el pañuelo de papel limpio.
9. Colocar el vial con la solución de perlas en un vaso de precipitados parcialmente lleno de agua.
10. Colocar el vaso de precipitados en un baño de ultrasonidos durante aproximadamente 20 minutos. Este proceso romperá cualquier agrupación de perlas en la solución. Las perlas formarán agregados con el tiempo debido a simples interacciones atractivas entre ellas (como las fuerzas de Van der Waals), pero el objetivo es que las perlas individuales se junten en el portaobjetos de vidrio y acaben formando estructuras cristalinas.

Ejecución (15/30)

PHYWE

11. Utilizar un cuentagotas para colocar una gota de solución de microesferas en el portaobjetos de vidrio limpio
12. Intentar formar la gota más grande posible sin que se derrame por los lados del vaso.
13. Secar la muestra en condiciones ambientales. Esto puede llevar varias horas
14. Fijar las perlas mediante la cocción: Al colocar el disco de muestra en un horno a 250° durante 2-3 horas.
15. Dejar que la muestra se enfríe por completo antes de la toma de imágenes.

Ejecución (16/30)

PHYWE

Instalación de las muestras

El AFM PHYWE puede utilizarse para examinar cualquier material con una rugosidad superficial que no supere el rango de altura de la punta de exploración. No obstante, la elección y la preparación de la superficie pueden influir en la interacción superficie-punta. Algunos ejemplos de factores que influyen son el exceso de humedad, el polvo, la grasa u otras contaminaciones de la superficie de la muestra. Por ello, algunas muestras necesitan una preparación especial para limpiar su superficie. Sin embargo, por lo general, sólo se deben limpiar las muestras si es absolutamente necesario, y asegurarse de limpiar con mucho cuidado para no dañar la superficie de la muestra.

Si la superficie tiene polvo, intentar medir en una zona limpia entre el polvo. Aunque es posible soplar las partículas gruesas con aire seco y sin aceite, las partículas pequeñas suelen adherirse con bastante fuerza a la superficie y no pueden eliminarse fácilmente de este modo. También hay que tener en cuenta que el aire embotellado y presurizado suele ser seco, pero el aire presurizado de un suministro interno no suele serlo. En este caso, debe instalarse un filtro de aceite. No es aconsejable soplar el polvo con el aliento, porque tampoco está seco y el riesgo de contaminar aún más la muestra es muy alto.

Ejecución (17/30)

PHYWE

Cuando la superficie de la muestra está contaminada con materia sólida o sustancias que pueden disolverse, la superficie debe limpiarse con un disolvente. Los disolventes adecuados son el agua destilada o desmineralizada, el alcohol o la acetona, dependiendo de la naturaleza del contaminante. El disolvente debe ser siempre muy puro para evitar la acumulación de impurezas contenidas en el disolvente en la superficie de la muestra. Cuando la muestra está muy sucia, debe limpiarse varias veces para eliminar completamente los contaminantes parcialmente disueltos y redepositados. Las muestras delicadas, que sufrirían con este tratamiento, pueden limpiarse alternativamente en un baño de ultrasonidos.

Todas las muestras deben guardarse en su caja correspondiente. De esta manera, no debería ser necesario limpiarlas.

Ejecución (18/30)

PHYWE

Aproximación de la punta hacia la muestra

Para empezar a medir, la punta del cantiléver debe acercarse a una fracción de nanómetro de la muestra sin tocarla con demasiada fuerza. Para conseguirlo, es necesario un acercamiento muy cuidadoso y sensible del cantiléver. Esta delicada operación se realiza en dos pasos: Aproximación gruesa manual y aproximación final automática. El color de la luz de estado (en la parte inferior de la interfaz del software) muestra el estado actual de la aproximación:

- Naranja/amarillo

Estado normal durante la aproximación: el escáner Z está completamente extendido hacia la muestra.

- Rojo

El enfoque ha ido demasiado lejos: la punta se ha introducido en la muestra, y el escáner Z está totalmente retirado de la muestra. En este caso, es probable que la punta esté dañada y tendrá que volver a instalar un nuevo cantilever.

Ejecución (19/30)

PHYWE

- Verde

La aproximación ha finalizado con éxito: el escáner Z está dentro del rango de medición. Para preparar el proceso de aproximación:

- Seleccionar la pestaña de Adquisición

Los controles para posicionar el voladizo con respecto a la muestra se encuentran en el grupo Approach.

Durante los pasos de aproximación descritos en las siguientes secciones, utilizar la vista lateral del voladizo, accesible desde la lente en la parte superior del dispositivo, para juzgar la distancia entre la punta y la superficie de la muestra:

Ejecución (20/30)

PHYWE

Enfoque grueso manual

En este paso, la punta se acerca lo más posible a la superficie de la muestra, sin tocarla. Cuanto más cerca estén, menos tiempo tardará la aproximación final automática.

1. Observar la distancia entre la punta y la muestra en la vista lateral de la óptica integrada.
2. Mientras observa la distancia entre la punta y la muestra, hacer clic y mantener pulsado el botón "Avanzar" en el grupo Aproximación de la pestaña Adquisición hasta que la punta se acerque lo suficiente a la muestra: La punta no debe acercarse a la muestra más que unas pocas veces el ancho del cantilever (Figura 21). Ahora que la muestra está enfocada, la imagen de la vista superior del integrado puede utilizarse para encontrar una ubicación adecuada para medir.

Ejecución (21/30)

PHYWE

Para utilizar la vista superior:

1. Seleccionar el vídeo en el panel de información de la interfaz de Software.
2. Si es necesario, mover el portamuestras para encontrar un lugar adecuado que esté libre de partículas de polvo.

Figura 21: Vista lateral de la muestra y del voladizo tras la aproximación manual.



Ejecución (22/30)

PHYWE

Aproximación final automática

En este último paso, la punta se aproxima automáticamente a la muestra hasta alcanzar un punto de ajuste determinado. Antes de iniciar la aproximación automática, seleccionar el modo de funcionamiento y el tipo de voladizo deseados. Para ello:

- En el grupo Preparación de la pestaña Adquisición, seleccionar un modo de funcionamiento y un tipo de voladizo que coincidan con el voladizo instalado.

En el modo de Fuerza Dinámica, el instrumento determinará automáticamente la frecuencia de vibración que se utilizará durante la obtención de imágenes. Para determinar la frecuencia óptima, el controlador realiza un barrido de frecuencia grueso y otro fino en los que se registra la amplitud de vibración del voladizo en función de la frecuencia de excitación. Es instructivo ver ambas mediciones de barrido de frecuencia con todo detalle al menos una vez. Para ello, es posible realizar manualmente los barridos de frecuencia:

Ejecución (23/30)

PHYWE

1. En el grupo Preparación de la pestaña Adquisición, hacer clic en el botón "Freq. Sweep": Se abre el cuadro de diálogo de búsqueda de frecuencias de vibración
2. Hacer clic en el botón "Ajuste automático de la frecuencia". El software de control SPM establece ahora los valores adecuados para los barridos gruesos y finos y realiza estos barridos. El barrido fino sobrescribirá los datos del barrido grueso en los gráficos mostrados en el diálogo "Búsqueda de frecuencia de vibración". Para ver los resultados de los barridos individuales:
 - Pulsar sucesivamente los botones "Barrido grueso" y "Barrido fino".

Los barridos de frecuencia pueden utilizarse para comprobar si un voladizo no está dañado y se ha montado correctamente en modo dinámico (no es necesario cerrar el AFM para hacerlo). Si es así, se obtendrá una curva de resonancia bien definida y una gran amplitud vibratoria (dependiendo de la amplitud de excitación).

Ejecución (24/30)

PHYWE

Antes de la aproximación final de la muestra, es necesario ajustar los parámetros de exploración y retroalimentación del software de control a los valores iniciales adecuados. La forma más sencilla de hacerlo es utilizar el asistente "Auto Set":

1. En el grupo Preparación de la pestaña Adquisición, hacer clic en el botón "Configuración automática": Aparecerá un diálogo que le hará algunas preguntas básicas sobre su muestra y sus necesidades de medición.
2. Responder a las preguntas del asistente lo mejor que se pueda.

Ahora que la configuración inicial del software tiene los valores adecuados, es necesario nombrar la serie de mediciones. Cada medición completada (escaneo/imagen) se guardará temporalmente (de forma automática) en la carpeta del historial con este nombre, con números de índice añadidos para identificar las mediciones individuales. Es mejor introducir el nombre de la serie de mediciones ahora, ya que el software de control (por defecto) empezará a medir en cuanto se haga la aproximación final. También se recomienda encarecidamente mover todas las mediciones relevantes a una nueva carpeta cuando haya terminado, ya que los archivos de la carpeta Historial se sobrescribirán con el tiempo.

Ejecución (25/30)

PHYWE

Para establecer el nombre de la serie de medición:

1. Activar el panel de la Galería en el panel de información.
2. Hacer clic con el ratón en la pestaña "Historia" situada en la parte superior del panel "Galería".
3. En el cuadro de entrada de la parte superior del panel, introducir un nombre a mano o utilizar el cuadro de diálogo Editor de máscaras para crear la máscara de nombre. Si no se añade explícitamente el atributo [INDEX] a la máscara de nombre, se aplicará implícitamente al final del nombre del archivo para poder almacenar y distinguir las mediciones individuales.

Ejecución (26/30)

PHYWE

Ahora se puede iniciar la aproximación final automatizada. Para ello:

1. En el grupo Enfoque de la pestaña Adquisición, hacer clic en el botón "Enfoque":

El voladizo se mueve hacia la muestra a través de la etapa de aproximación, con el ZController encendido. Este movimiento continúa hasta que el error del controlador Z se hace cero. A partir de este momento, la distancia entre la muestra y la punta se mantiene automáticamente por la electrónica. La luz de estado de la sonda cambia a un verde constante y aparece el mensaje "Aproximación realizada":

Hacer clic en el botón "OK".

Ejecución (27/30)

PHYWE

Inicio de la medición

Ahora que la interacción punta-muestra definida por el punto de ajuste se ha establecido entre la punta y la muestra, se pueden iniciar las mediciones. Por defecto, el instrumento está configurado para empezar a medir automáticamente después de la aproximación automática. Si este no es el caso:

- Iniciar las mediciones manualmente haciendo clic en el botón "Iniciar" del grupo de Imágenes de la pestaña de Adquisición:

En el panel de imágenes se dibujan dos representaciones de la medición en curso. Una representación es una imagen de altura codificada por colores (Topografía) llamada Mapa de colores. La otra es un gráfico de la altura en función de la posición X^* , llamado gráfico de líneas. Con la configuración actual, el software ajusta automáticamente el contraste del mapa de color y el rango de altura del gráfico de líneas a los datos que se han medido. Para juzgar la calidad de la imagen, observe las pantallas hasta que se haya completado al menos una cuarta parte de la medición. Cuando una medición contenga grandes perturbaciones, o no haya dos líneas de exploración similares, dejar de medir e intentar reducir o eliminar las perturbaciones o intentar retraer la punta y volver a acercarse a una posición de muestra diferente.

Ejecución (28/30)

PHYWE

Selección de un área de medición

Si pudo preparar su medición de forma que la línea de exploración del gráfico de líneas se reproduzca de forma estable, el gráfico del mapa de colores debería tener un aspecto similar al que se muestra a continuación una vez finalizada la medición. Para ampliar una parte interesante de la medición:

1. Activar el gráfico del mapa de colores haciendo clic en él.
2. Hacer clic en el botón "Zoom" de la barra de gráficos: El puntero del ratón adquiere la forma de un bolígrafo cuando se mueve sobre el mapa de colores.
3. Hacer clic con el botón izquierdo del ratón en una esquina de la región que desea seleccionar y mantener el botón pulsado.
4. Arrastrar el ratón a la otra esquina de la región. El tamaño y la posición del cuadrado se muestran en el panel de resultados de la herramienta del panel de información.

Ejecución (29/30)

PHYWE

5. Soltar el botón del ratón cuando el tamaño del cuadrado cubra aproximadamente un periodo de la cuadrícula.

6. Confirmar la selección haciendo doble clic en el gráfico del mapa de colores con el botón izquierdo del ratón. Ahora la selección se amplía a todo el tamaño de la pantalla. Puede anular la función de zoom haciendo clic de nuevo en el botón "Zoom".

Dependiendo de los parámetros de medición se encontrarán escaneos erróneos como los que se muestran en la Figura 22. En este caso es necesario ajustar los parámetros de escaneo como se muestra en este manual.

Ejecución (30/30)

PHYWE

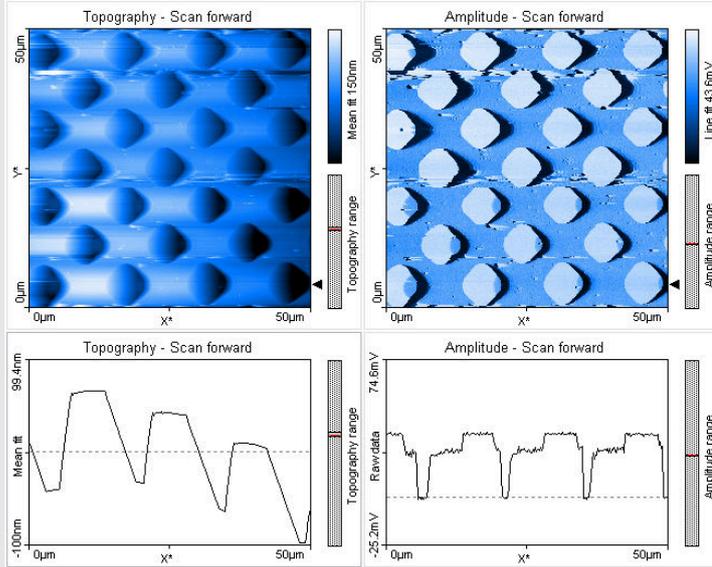


Figura 22: Un escaneo de la muestra de microestructura utilizando malos parámetros de escaneo

PHYWE



Resultados

Tarea 1 (1/16)

PHYWE

Influencia de la ganancia PID

Dado que las estructuras del chip están tan bien definidas, esta muestra es propicia para probar los efectos de los ajustes de ganancia de su instrumento. Los ajustes de ganancia desempeñan un papel importante en relación con la calidad de la imagen para todos los modos de medición del AFM.

Adquisición de imágenes

1. Establecer un rango de exploración grande, entre 10 y 80 μm . La estructura del chip puede verse claramente a este tamaño.
2. Acercar a la parte reflectante del centro de la muestra. Esta es la sección que contiene las estructuras más interesantes del chip. Observar el patrón bien ordenado y repetitivo. La altura de las estructuras (o mejor dicho: la profundidad de la zanja) es de aproximadamente 1,6 μm .

Tarea 1 (2/16)

PHYWE

Precaución:

Las ganancias excesivamente altas o bajas pueden dañar la punta. Supervisar el sistema cuidadosamente cuando se ajusten las ganancias.

Optimizar los ajustes de ganancia

- Si aún no se ha hecho, asegurarse de que sus ganancias están ajustadas a niveles que producen imágenes razonables. El trazo de la línea en la Figura 24: Ganancia optimizada representa una configuración de ganancia bien optimizada; la punta está siguiendo con precisión la topografía de la muestra SCA.

Tarea 1 (3/16)

PHYWE

Bajar la ganancia

- Bajar la ganancia integral muy por debajo del ajuste óptimo. Al bajar la ganancia, el bucle de retroalimentación no funcionará lo suficientemente rápido como para proporcionar una alta resolución. Observar los bordes mal definidos en la Figura 25: Ganancia baja. Con una ganancia baja, el bucle de retroalimentación no responde lo suficientemente rápido como para responder a los cambios de altura.

Aumentar la ganancia

- Aumentar gradualmente la ganancia hasta situarla muy por encima de los ajustes óptimos. En algún momento, el controlador Z empezará a sobrecompensar los errores de retroalimentación cuando la punta encuentre pasos en la muestra. Esta sobrecompensación también se denomina sobreimpulso.

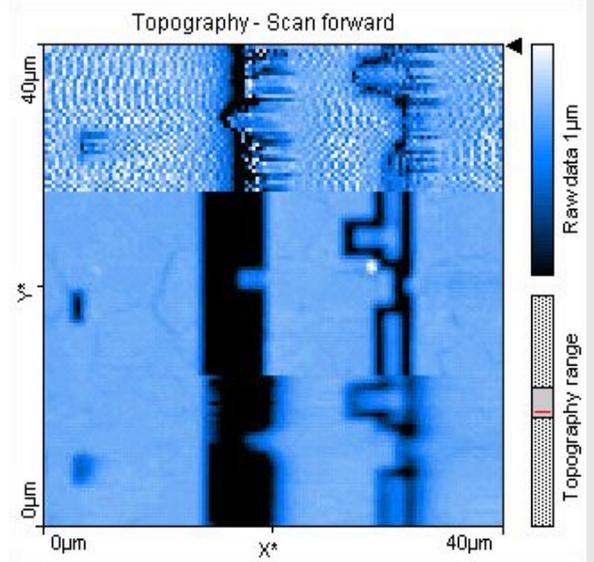
Tarea 1 (4/16)

PHYWE

Sobregiro y subgiro

Cuando los ajustes de ganancia se incrementan aún más, el controlador reaccionará a este sobreimpulso con un subimpulso; el subimpulso será menor que el sobreimpulso. Estas sobrerreacciones inician una oscilación que eventualmente disminuye. La frecuencia de esta oscilación es la frecuencia de resonancia mecánica del escáner o la frecuencia de resonancia del propio voladizo.

Figura 23:
Montaje del chip SCA fotografiada con diferentes ajustes de ganancia integral. En la región más baja de la imagen, la ganancia es demasiado baja; en el centro, está optimizada; en la parte superior, es demasiado alta.



Tarea 1 (5/16)

PHYWE

Con ganancias aún mayores, la oscilación ya no disminuirá. Por el contrario, aumentará de forma constante, lo que probablemente provocará daños en la punta del voladizo. La oscilación debería ser visible tanto en las imágenes de la topografía como en las de la señal de error (deflexión o amplitud, según el modo de medición). Asegurarse de supervisar el sistema para ver si hay indicios de que el controlador se está volviendo inestable. Primero se sobrepasará, y luego "sonará", lo que se representa por una vibración con amplitud decreciente en los bordes del escalón. Además, la señal de error (en este caso la desviación del voladizo) comenzará a aumentar de nuevo.

Las siguientes exploraciones se realizan en modo dinámico utilizando el voladizo correspondiente. Recordar seleccionar también el cantilever correcto en la pestaña de Adquisición. Las observaciones son básicamente las mismas cuando se mide en modo de contacto. Sin embargo, en el modo de contacto la punta o la muestra pueden dañarse más fácilmente si los valores de ganancia no se ajustan correctamente. Como se ve en los escaneos, los ajustes de ganancia demasiado bajos dan lugar a imágenes borrosas de las estructuras medidas y una ganancia demasiado alta dará lugar a oscilaciones. Cualquiera de los dos extremos podría dañar la punta. Por lo tanto, se recomienda utilizar la función de ajuste automático, que proporcionará unos ajustes de ganancia razonables para empezar. Sin embargo, en general es necesaria una mayor optimización de la ganancia para obtener los mejores resultados posibles.

Tarea 1 (6/16)

PHYWE

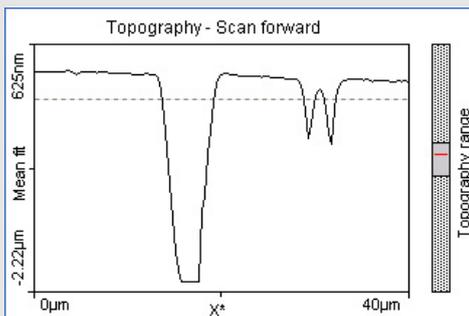


Figura 24: Ganancia optimizada. Ajuste de ganancia optimizado para el montaje del chip SCA

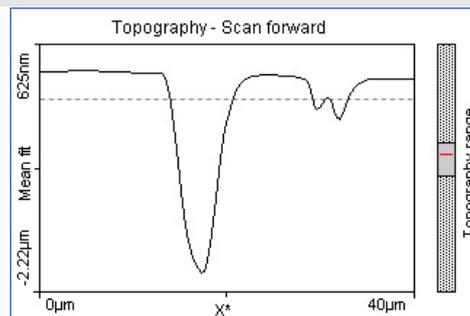


Figura 25: Ganancia baja. El bucle de retroalimentación no responde con la suficiente rapidez.

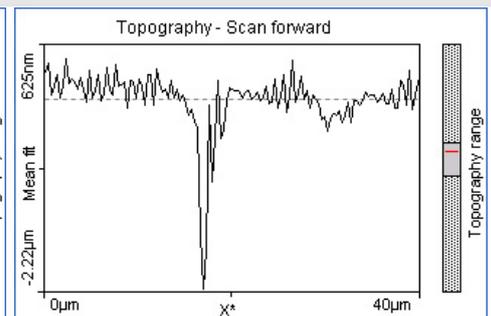


Figura 26: Ganancia alta. Señal oscilante cuando la ganancia es demasiado alta.

Tarea 1 (7/16)

PHYWE

Influencia de las consignas

La investigación de la influencia del punto de ajuste puede observarse mejor cuando se mide la muestra de nanotubos de carbono en modo estático utilizando un voladizo adecuado. Esta muestra representa el grupo de materiales con macromoléculas que se utilizan para la nanotecnología molecular. Otros ejemplos conocidos son las partículas autoensambladas, el ADN y los nanotubos de otros materiales.

Los AFM pueden utilizarse para caracterizar y manipular dichas moléculas. La estructura bien definida de los nanotubos los hace ideales para demostrar la influencia que tiene la estructura del extremo de la punta del AFM en la imagen medida.

La muestra de nanotubos de carbono consiste en un trozo de oblea de silicio sobre el que se depositan nanotubos de carbono. Los nanotubos tienen menos de 10 nm de diámetro y pueden alcanzar longitudes de varios 100 micrómetros.

Tarea 1 (8/16)

PHYWE

Con esta muestra, es probable que la punta se dañe, si los parámetros de exploración no están bien optimizados. Por lo tanto, si se comienza con un rango relativamente grande ($\sim 15 \mu\text{m}$) y se amplía sucesivamente un área de interés, puede que no sea posible medir los nanotubos a alta resolución porque la punta ya se ha dañado por la alta velocidad de exploración en la exploración grande.

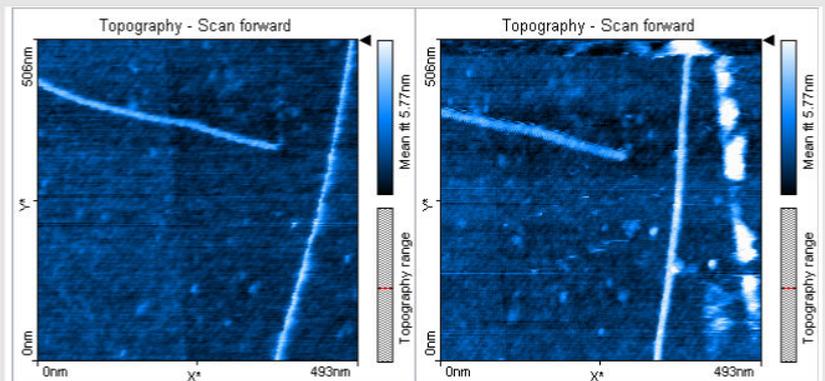


Figura 26: Modo estático (Izquierda) El punto de ajuste de la fuerza (10 nN) es demasiado alto. (Derecha) Punto de ajuste de fuerza más bajo (2 nN). Observar la suciedad desplazada por la medición anterior con un punto de ajuste de fuerza excesivo.

Tarea 1 (9/16)

PHYWE

Adquisición de imágenes

1. Establecer un rango de exploración pequeño (2 μm o menos).
2. Hacer un escaneo.
3. Optimizar los parámetros de exploración
4. Alejar el zoom tomando una exploración en un rango de exploración relativamente grande (~15 μm).
5. Identificar un área de interés.
6. Volver a hacer zoom.

Tarea 1 (10/16)

PHYWE

La figura 26 ilustra una secuencia de optimización. Al principio, el punto de ajuste es demasiado alto (10nN), por lo que el nanotubo es empujado. Esto hace que aparezca rayado y no tan ancho como debería. Al bajar el punto de ajuste, el nanotubo se visualiza de forma más estable. Observar que la suciedad que fue empujada hacia un lado en la primera exploración es visible en el lado de la segunda exploración. Este es un efecto típico del modo de contacto y es el resultado de rascar la punta a través de la superficie siempre en la misma dirección mientras se realiza el escaneo.

Como se ve en los escaneos, cualquier estructura que no esté bien alineada en la superficie de la muestra será manipulada por la punta al rascarla en modo estático. En el caso de las muestras duras, como los cristales individuales, esto no suele ser un problema, aunque la punta podría resultar dañada en dichas muestras. Por otro lado, las mediciones en modo estático en muestras blandas (por ejemplo, biológicas) dañan las muestras fácilmente.

Estos efectos pueden controlarse hasta cierto punto ajustando el punto de ajuste, pero en general para cualquier muestra el desgaste de la punta y la muestra es mayor en el modo estático comparado con el modo dinámico.

Tarea 1 (11/16)

PHYWE

Influencia de la amplitud de las vibraciones en el modo dinámico

En modo dinámico, utilizando un cantiliver adecuado, el ajuste de la amplitud de vibración es crucial para conseguir la mejor resolución posible. En el modo estático, el principal parámetro para regular la calidad de la imagen son los ajustes de retroalimentación PID y el punto de ajuste. En el modo dinámico, el ajuste de la amplitud de vibración desempeña además un papel importante. En general, la amplitud de vibración debe corresponder al tamaño de las características de la muestra:

- Las estructuras bajas requieren una amplitud pequeña.
- Las estructuras altas requieren una gran amplitud.
- Las estructuras pequeñas sobre las grandes requieren una amplitud pequeña y una velocidad de exploración lenta.

Tarea 1 (12/16)

PHYWE

Adquisición de imágenes

1. Encontrar un punto limpio en la muestra
2. Acercarse a la muestra
3. Iniciar la medición
4. Ajustar las ganancias del PID
5. Encontrar la amplitud de vibración óptima

Tarea 1 (13/16)

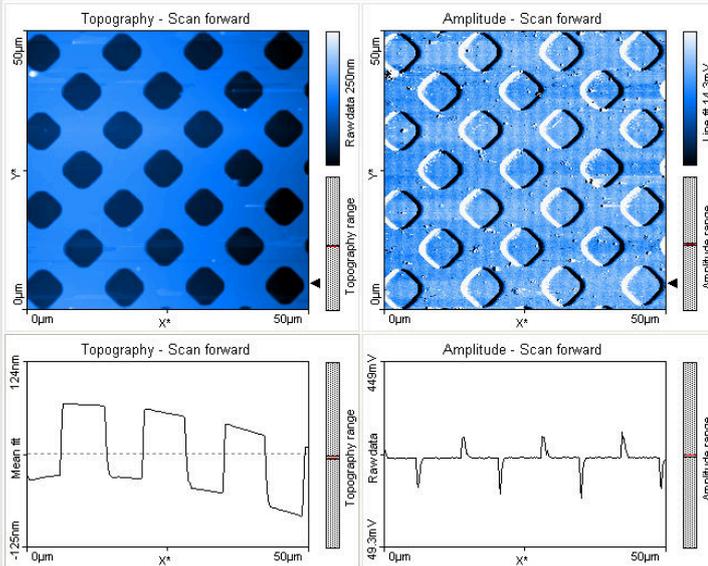


Figura 27: Gran amplitud. Imagen de topografía y amplitud de la muestra de microestructura. Los gráficos de líneas muestran una sección transversal de las imágenes anteriores en la posición indicada por la flecha. La amplitud de la vibración se fijó en 400 mV.

Figura 27: Amplitud grande muestra la imagen de topografía y amplitud de la muestra de microestructura. Los gráficos de línea muestran una sección transversal de las imágenes anteriores en la posición indicada por la flecha en el lado derecho. Es claramente visible que en la topografía las pendientes son pronunciadas. Después de cada perturbación, la señal de amplitud también se corrige al valor del punto de ajuste muy rápidamente.

Tarea 1 (14/16)

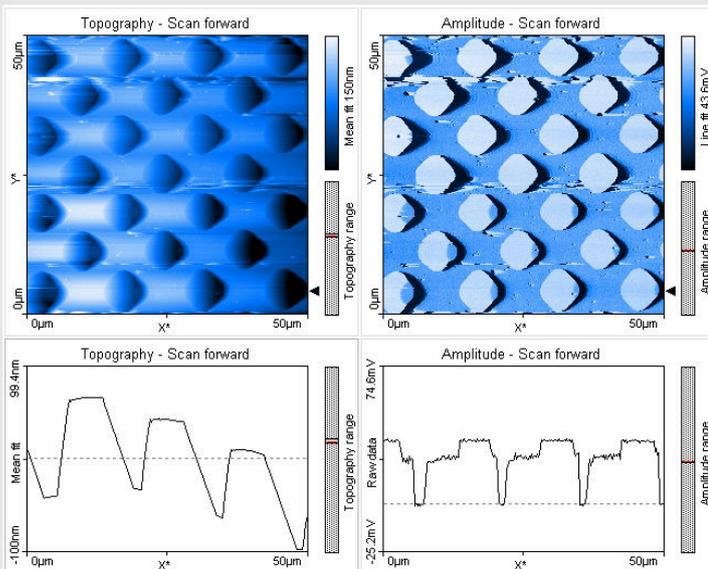


Figura 28: Amplitud pequeña. Imagen de topografía y amplitud de la muestra de microestructura. Los gráficos de líneas muestran una sección transversal de las imágenes anteriores en la posición indicada por la flecha. La amplitud de la vibración se fijó en 40 mV.

Tarea 1 (15/16)

PHYWE

Figura 28: Amplitud pequeña muestra la imagen de topografía y amplitud de la muestra de microestructura con una amplitud de vibración demasiado baja. Los gráficos lineales muestran una sección transversal de las imágenes anteriores en la posición indicada por la flecha. La imagen de la topografía está borrosa y el gráfico lineal de la topografía muestra una pendiente demasiado pequeña. La razón, por tanto, se encuentra en la señal de amplitud. Los picos son más grandes; esto significa que la corrección de la amplitud al valor del punto de ajuste no es tan rápida como en la figura 27: Amplitud grande. Debido a la pequeña amplitud de vibración cuando la punta necesita más tiempo desde el momento en que pierde el contacto con la superficie hasta el momento en que vuelve a ganar el contacto. Durante este tiempo la topografía es incierta y la punta está vibrando a la amplitud de vibración libre. Si se aumenta la amplitud de vibración o se disminuye la velocidad de exploración, la calidad volverá a aumentar.

Tarea 1 (16/16)

PHYWE

Cuando se escanea en modo dinámico, la imagen de amplitud debe ser mayormente constante, lo que indica que el bucle de retroalimentación reacciona con suficiente rapidez a los cambios en la topografía de la muestra, como se muestra en la Figura 27: Amplitud grande. Sólo en los rasgos afilados de la superficie la amplitud podría desviarse.

Al escanear una muestra con una amplitud vibratoria demasiado baja, la imagen de la amplitud no se corresponderá con las características de la topografía porque el bucle de retroalimentación no es capaz de reaccionar adecuadamente a los grandes cambios en la amplitud cuando se encuentra con una característica alta en la superficie de la muestra (Figura 28: Amplitud pequeña).

Tarea 2 (1/19)

PHYWE

Adquisición de imágenes

1. Establecer un rango de exploración grande, entre 10 y 80 μm . La estructura del chip puede verse claramente a este tamaño.
2. Acercarse a la parte reflectante del centro de la muestra. Esta es la sección que contiene las estructuras más interesantes del chip. Observar el patrón bien ordenado y repetitivo. La altura de las estructuras (o mejor dicho: la profundidad de la zanja) es de aproximadamente 1,6 μm .

La caracterización de chips, también conocidos como Circuitos Integrados (CI), es una importante aplicación de la tecnología AFM. Las dimensiones de las estructuras de estos circuitos están disminuyendo rápidamente, y ninguna otra herramienta es capaz de caracterizar estas dimensiones sin destruir la muestra.

Este chip en concreto es un chip SCA (Switched Capacitor Array). Los chips SCA son chips de silicio hechos a medida que pueden muestrear una señal de entrada analógica a alta velocidad (en este chip hasta 950 GHz), pero luego pueden leerse a velocidades más bajas.

Tarea 2 (2/19)

PHYWE

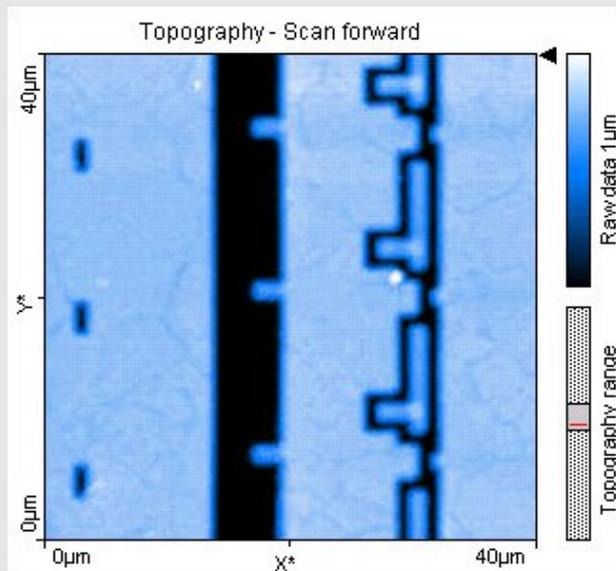


Figura 29: La estructura del chip SCA. Imagen de AFM tomada en el centro de la muestra del chip. La profundidad de las zanjas es de aproximadamente 1,6 μm .

Tarea 2 (3/19)

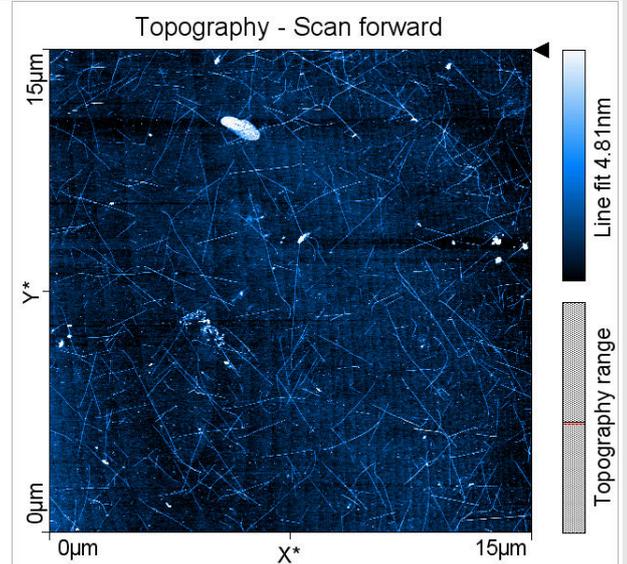
PHYWE

Nanotubos de carbono

Adquisición de imágenes

1. Establecer un rango de exploración pequeño (2 μm o menos).
2. Hacer un escaneo.
3. Optimizar los parámetros de exploración
4. Alejar el zoom tomando una exploración en un rango de exploración relativamente grande ($\sim 15 \mu\text{m}$).
5. Identificar un área de interés.
6. Volver a hacer zoom.

Figura 30: Imagen de nanotubos en modo estático. Se pueden ver los nanotubos de carbono sobre la superficie de silicio. Punto de ajuste (2nN).



Tarea 2 (4/19)

PHYWE

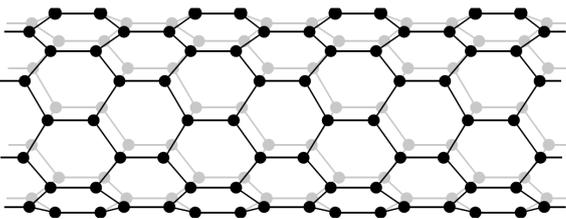


Figura 31: Estructura molecular de los nanotubos.

Un nanotubo de carbono es, como su nombre indica, un diminuto cilindro compuesto por átomos de carbono. Más concretamente, es un entramado de carbono gráfico enrollado en un tubo. La figura 31: Estructura molecular de los nanotubos muestra un ejemplo de la estructura molecular de un nanotubo de carbono. Los extremos del tubo no están tapados, pero es posible sellar un nanotubo en ambos extremos con un fullereno. Un fullereno es similar a un nanotubo en su estructura molecular, pero es esférico en lugar de cilíndrico.

Los enlaces que mantienen unidos a los nanotubos son completamente enlaces sp^2 , como en el grafito. Estos enlaces son más fuertes que los enlaces químicos del diamante, lo que hace que los nanotubos sean muy duraderos. Los nanotubos se alinean de forma natural en haces unidos por fuerzas de Van der Waals.

Tarea 2 (5/19)

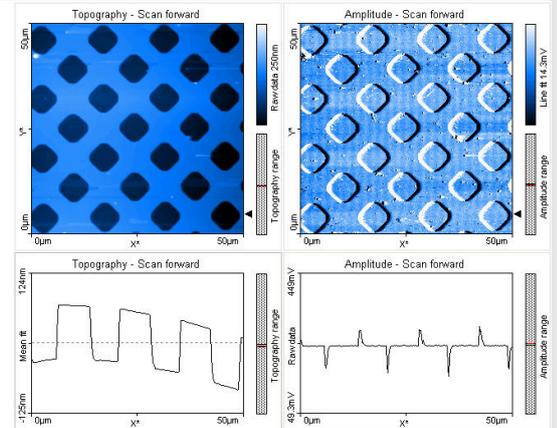
PHYWE

Microestructura

Adquisición de imágenes

1. Encontrar un punto limpio en la muestra
2. Acercarse a la muestra
3. Iniciar la medición
4. Ajustar las ganancias del PID
5. Encontrar la amplitud de vibración óptima

Figura 32: Microestructura medida en modo dinámico. Se muestran la topografía y la amplitud. Los gráficos de líneas muestran una sección transversal de las imágenes anteriores en la posición



indicada por la flecha a la derecha de las exploraciones respectivamente.

Tarea 2 (6/19)

PHYWE

La muestra de microestructura consiste en una capa estructurada de dióxido de silicio sobre silicio. Esta muestra es, en general, bastante fácil de medir y no hay que tener en cuenta ningún ajuste especial. Sin embargo, debido a las características abrasivas de la capa de óxido, la calidad de la punta disminuye bastante rápido en comparación con el desgaste habitual de la punta. Debido a los pasos agudos, esta muestra es muy sensible a los ajustes del bucle de retroalimentación y a la amplitud de la vibración en modo dinámico.

Tarea 2 (7/19)

PHYWE

Estampador de CDs

Adquisición de imágenes

1. Establecer un rango de escaneo grande, de aproximadamente $50\ \mu\text{m}$. A este tamaño, se pueden ver muchas protuberancias, e incluso es posible distinguir la curvatura de las filas (pistas). Cada protuberancia tiene una altura de aproximadamente $200\ \text{nm}$.
2. Practicar el acercamiento a las protuberancias individuales. Esta muestra es buena para practicar el acercamiento a las características individuales de la superficie, ya que las protuberancias son visibles en una variedad de tamaños de escaneo.
3. Tomar una imagen de protuberancias bien ordenadas de al menos 5 o 6 pistas de ancho. Intentar obtener una imagen similar a la de la Figura 33: Imagen de $20\text{-}\mu\text{m}$ de CD Stamper, que es adecuada para medir la longitud de los baches (Figura 34: Longitud de los baches). Además, se puede determinar la distancia de las pistas.

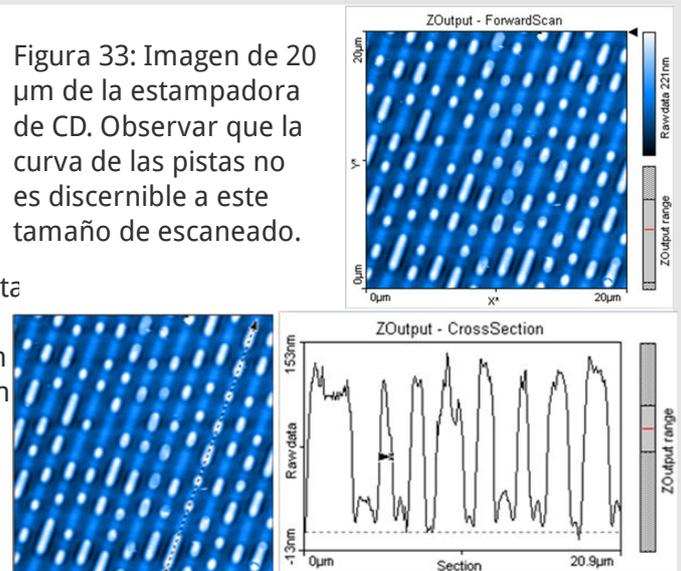
Tarea 2 (8/19)

PHYWE

El tamaño de las estructuras de CD y DVD debe estar muy bien definido, y este requisito está bien servido por las herramientas de evaluación de la medición en el software de AFM, que se demuestra en esta medición.

La muestra de estampación de CD contiene un trozo de la copia maestra de un CD. Este es el original que crea la huella en el CD prensado que se escucha. Un CD tiene pequeñas hendiduras, llamadas pits, mientras que el stamper tiene protuberancias en los lugares correspondientes.

Figura 34: Longitud del bache. Utilizando la herramienta Medir longitud en la dirección de la vía.



Tarea 2 (9/19)

PHYWE

Cuentas de vidrio

Acercamiento a la muestra

Esta muestra se mide en modo estático utilizando un voladizo adecuado. Además, es una de las más difíciles de abordar, ya que no es metálica y no es muy reflectante. Si puede ver la sombra o el reflejo del voladizo, puede utilizarlo para juzgar la distancia. Si te resulta difícil reconocer el reflejo del voladizo, mover ligeramente el portamuestras: las estructuras de la muestra se moverán, pero el reflejo permanecerá en el mismo lugar. Si no puede ver el reflejo del cantiléver, realice una aproximación gruesa muy lenta mientras juzga la distancia en el plano focal de la vista lateral de la siguiente manera:

- Cuando la punta está sobre la muestra, el plano focal cruza la muestra en la posición de la punta.
- Cuando la punta está más alejada, el plano focal cruza la muestra más por detrás del cantilever.

Tarea 2 (10/19)

PHYWE

Adquisición de imágenes

1. Comenzar con un punto de ajuste de fuerza bajo para obtener los mejores resultados. Aplicar demasiada fuerza puede mover algunas de las cuentas y crear rayas horizontales anchas en la imagen.

Si te salen rayas en la imagen:

1. Levantar la punta, y luego
2. Volver a ponerlo en contacto.

Si la punta está simplemente sucia, puede eliminar la suciedad de la siguiente manera

1. Retirar la punta
2. Volviendo a extenderlo de nuevo.

Tarea 2 (11/19)

PHYWE

Si todavía hay rayas en su imagen, el problema puede ser que la región donde está escaneando no tiene cuentas perfectamente fijas. En una región de cuentas más ordenadas, las cuentas se mantendrán en su sitio. Por lo tanto:

- Desplazarse a otra región de la muestra.

1. Ajustar el rango de exploración a $1\ \mu\text{m}$.

Dado que las cuentas tienen un diámetro de aproximadamente $120\ \text{nm}$, debería poder ver unas 10 de ellas en la imagen. Si su imagen muestra islas de cuentas rodeadas de zonas muy planas:

- Desplazarse a una región de cuentas mejor ordenadas.

En general, la región mejor ordenada está cerca del centro de la mancha en el portaobjetos. La figura 35 muestra una región bien ordenada cerca del centro de la mancha.

Tarea 2 (12/19)

PHYWE

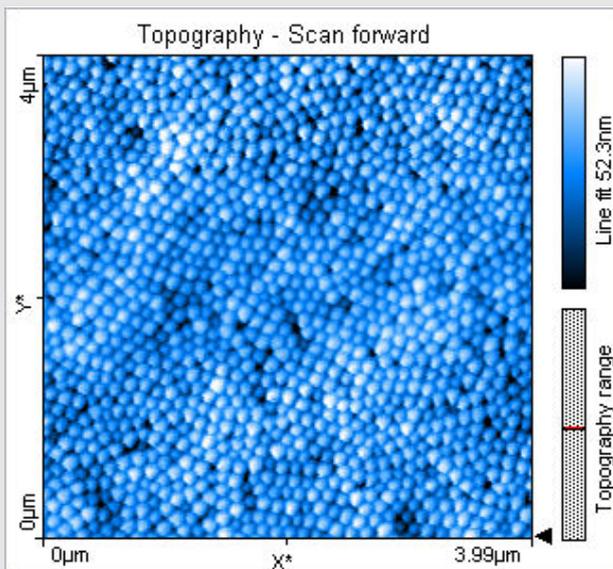


Figura 35: Perlas bien ordenadas en modo estático. La parte central de una mancha de solución de perlas. Algunas secciones tienen una estructura cristalina mientras que otras están menos ordenadas.

Tarea 2 (13/19)

PHYWE

Staphylococcus aureus

Adquisición de imágenes

El portaobjetos de cristal sólo es ligeramente reflectante, por lo que puede ser difícil juzgar la distancia punta-muestra para la aproximación. Si puede ver la sombra o el reflejo del voladizo, puede utilizarlo para juzgar la distancia. Puede intentar que el reflejo sea más visible moviendo ligeramente el portamuestras.

Si no puede ver el reflejo del voladizo, realice una aproximación gruesa muy lenta mientras juzga la distancia en el plano focal de la vista lateral de la siguiente manera: No se puede ver el reflejo del voladizo.

- Cuando la punta está sobre la muestra, el plano focal cruza la muestra en la posición de la punta.
- Cuando la punta está más alejada, el plano focal cruza la muestra más por detrás del voladizo.

Tarea 2 (14/19)

PHYWE

Las bacterias se han fijado al portaobjetos de cristal mediante un proceso de quemado. El proceso deja una marca donde se han quemado las bacterias, lo que permite localizar las partes del portaobjetos que están cubiertas de bacterias.

Las bacterias individuales tienen un diámetro de aproximadamente $0,7 \mu\text{m}$, por lo que es posible distinguir varias bacterias en un rango de exploración relativamente grande. Esta muestra tiene regiones con una concentración muy alta de bacterias, así como algunas con concentraciones más bajas y algunas manchas desnudas. La imagen de la izquierda en la Figura 36 muestra una región de barrido de $20 \mu\text{m}$ densamente poblada de bacterias. Debería ser fácil ampliar una región de escaneo mucho más pequeña en la que las bacterias siguen estando muy concentradas.

La escala de altura de 450 nm es pequeña teniendo en cuenta que las bacterias libres son esféricas con un diámetro aproximado de $0,7 \mu\text{m}$. Es probable que el proceso que fija las bacterias al portaobjetos provoque también su aplanamiento.

Tarea 2 (15/19)

PHYWE

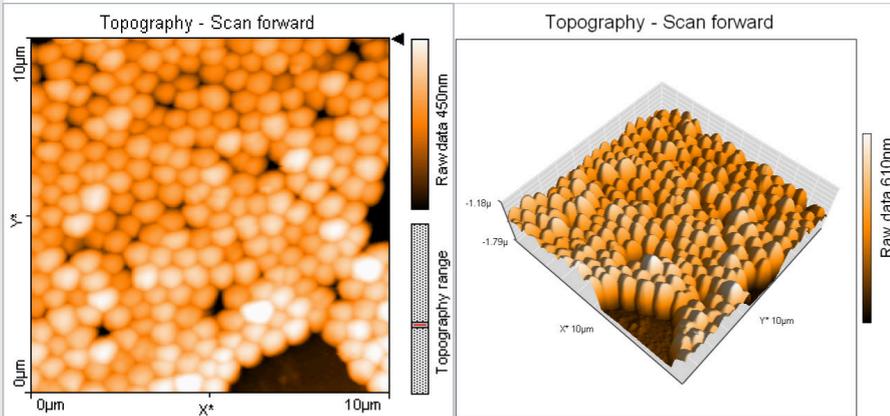


Figura 36: Imágenes de bacterias estafilocócicas en modo dinámico. (Izquierda) Topografía con un rango de exploración de 10 μm . Algunas regiones parecen tener una estructura casi cristalina, mientras que otras regiones contienen huecos desordenados. Las variaciones en el brillo del color de las bacterias individuales corresponden a las variaciones en la altura de las bacterias. (Derecha) Vista en 3D del escaneo de la izquierda.

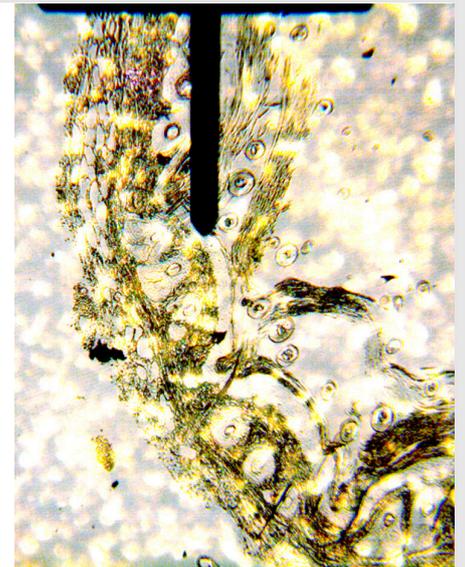
Tarea 2 (16/19)

PHYWE

Piel humana

La muestra de piel humana es un ejemplo de muestra biológica blanda. Aunque la medición de esta muestra es posible en modo estático, es probable que las muestras biológicas blandas se dañen si se miden en modo estático. Por lo tanto, se recomienda la medición en modo dinámico utilizando un voladizo adecuado. A diferencia de las otras muestras del kit de muestras, la posición macroscópica de la punta del AFM en la muestra determina el tipo de estructuras que se verán. Por lo tanto, esta muestra es una buena muestra para practicar el posicionamiento grueso de la muestra utilizando la cámara de vídeo incluida. Además, la piel apenas es visible (véase la Figura 37: Visión general de la piel)

Figura 37: Visión general de la piel. La imagen es una vista general de la muestra de la sección transversal de la piel grabada por la cámara de vídeo incluida. Las diferentes capas son visibles así como el cantilever del AFM.



Tarea 2 (17/19)

PHYWE

Adquisición de imágenes

El hecho de que la muestra de piel tenga muchas capas diferentes también es importante en la exploración, ya que no todas las capas serán visibles en un rango de exploración.

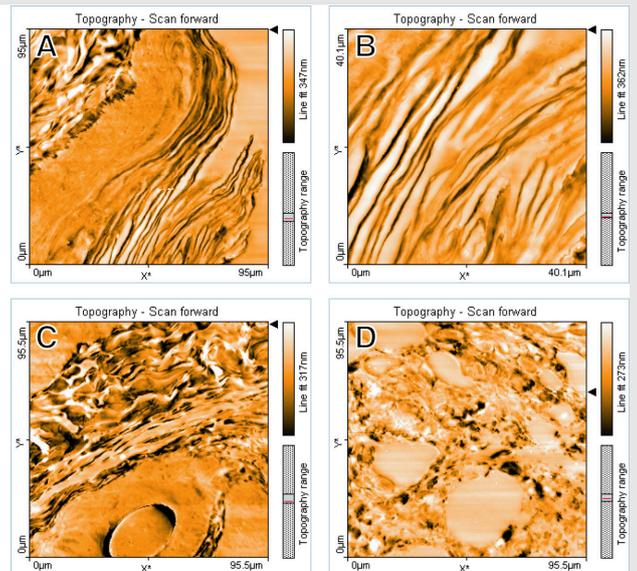
1. Elegir un rango de exploración amplio (50-100 μm)
2. Comenzar en un lado de la sección transversal de la piel
3. Tomar una imagen
4. Retraer a una posición segura
5. Moverse lentamente por la muestra

Tarea 2 (18/19)

PHYWE

Las diferentes zonas de la sección transversal de la piel pueden verse en la figura 38: Vista general de la sección transversal de la piel. La muestra de piel, al igual que otras muestras blandas, resultará dañada por la punta afilada del AFM que la atraviesa, como ocurre en el modo estático. Por el contrario, la fuerza aplicada en el modo dinámico es mucho menor y la punta no se raya a través de la superficie. Por lo tanto, el modo dinámico es preferible para este tipo de muestras.

Figura 38: Vista general de la sección transversal de la piel. (A) Capas externas de la piel epitelial muerta. (B) Capa epitelial de la piel. (C) Folículo piloso. (D) Capa de colágeno.



Tarea 2 (19/19)

PHYWE

Los tipos de capas que se muestran en la figura 38 muestran diferentes estructuras en función de su profundidad en la piel:

(A) muestra las capas externas de las células epiteliales de la piel muertas. La capa más externa de la derecha en la imagen ya está empezando a descamarse y es mucho menos densa que las capas internas representadas en la izquierda. Si se sigue avanzando en la misma dirección por la piel, se descubrirán capas de piel cada vez más profundas.

(B) contiene múltiples capas de piel. La imagen muestra la capa epitelial "viva" de la piel. Las estructuras de la esquina inferior derecha de la imagen son el comienzo de otra capa de piel. Esta región es la que contiene colágeno, la principal proteína responsable de la unión de los tejidos dentro de la piel.

(C) muestra un folículo piloso y su estructura. Este es el orificio a través del cual habría crecido el pelo real. Los folículos pilosos son bastante grandes en comparación con las demás estructuras de la piel, por lo que un folículo entero puede no caber en un rango de exploración.

(D) muestra la capa de colágeno de la sección de la piel. La gran variación de la altura de los haces de colágeno dificulta la resolución de los detalles de la estructura del colágeno. Las secciones transversales de colágeno parecen circulares cuando atraviesan la sección transversal de la piel, pero no siempre son exactamente perpendiculares a la sección transversal de la piel.