

Capítol 2.

Disseny i construcció de l'SNOM.

En aquest capítol descriurem com s'ha realitzat el muntatge de mesura experimental complert. Al capítol anterior hem repassat diferents tipus de microscòpia i quina informació se'n pot obtenir. A partir d'això, l'esquema triat per implementar és el d'un microscopi que permeti realitzar mesures PSTM, i amb realimentació per SF. D'aquesta forma podrem caracteritzar estructures òptiques integrades tant topogràficament com òpticament. En aquest punt cal fer un incís: el microscopi que desenvoluparem en aquest capítol és un SNOM, i el fet de realitzar mesures PSTM només representa la tècnica específica de mesura, però l'instrument és igualment vàlid per realitzar tot tipus de mesura en camp-proper. Així, per simplicitat, a partir d'ara parlarem exclusivament de microscopi i de mesures SNOM indistintament.

Primer però, cal tenir clar quines són les condicions i/o restriccions que ens imposen les guies que hem de mesurar. Això vol dir tenir clar quines són i com són les mostres que s'han d'estudiar, i quina és la tècnica que s'utilitza per estudiar-les. Habitualment es mesura la transmissió per la guia. Per realitzar-ho es munta la guia sobre un banc òptic (fig.2-1). La guia roman fixa i s'injecta la llum procedent d'un làser mitjançant un fibra òptica o un objectiu de microscopi. La diferència està en que amb un objectiu es pot polaritzar la llum. A la sortida de la guia es recollirà la llum igualment amb una fibra, un objectiu o també amb una càmera CCD. En els dos primers casos es portarà la llum recollida a un fotodiode que ens donarà la mesura de la transmissió de la guia, mentre que a l'últim cas es visualitzen els modes a la sortida. Tant a la injecció com a la recepció de llum de la guia, la fibra o l'objectiu estaran muntats sobre una sèrie de micròmetres que ens permetran moure l'element amb completa llibertat sobre els tres eixos. La mostra, que pot contenir més d'una guia o dispositiu, també sol estar muntada sobre algun micròmetre per poder canviar de guia amb facilitat. La distància a la que s'acosta la fibra a la mostra sol ser de l'ordre de micròmetres.

Per altra banda cal considerar les mostres a estudiar. Les mostres tenen unes dimensions d'entre 1 i 2cm d'amplada, i de 1 a 3cm de longitud. En cada mostra hi haurà més d'un dispositiu òptic integrat, que en la seva majoria són guies rectes. Les dimensions típiques de la guia variaran des d'uns pocs nanòmetres d'alçada, per guies de nitrur de silici, fins a un màxim $2.5\mu\text{m}$ per un altre tipus de guies anomenades ARROW. L'amplada de les guies variarà entre $1\mu\text{m}$ i $40\mu\text{m}$.

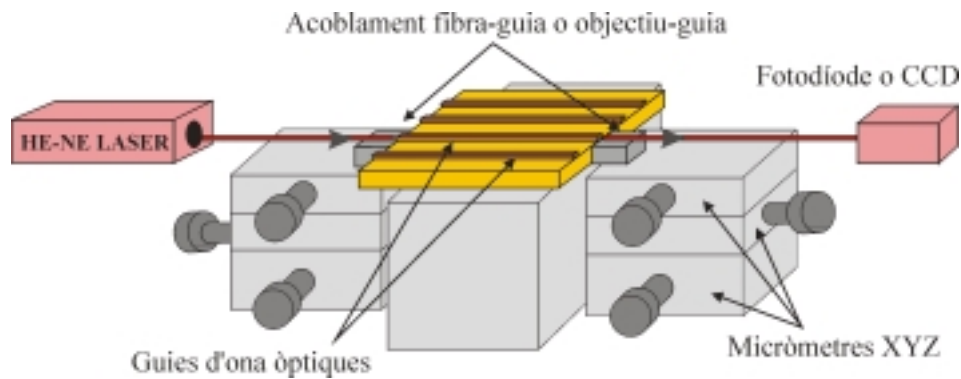


Figura 2-1. Esquema bàsic d'un banc òptic de mesura. Una llum provinent d'un làser (o monocromador) s'injecta a la guia mitjançant una fibra o objectiu de microscopi. L'acoblament es realitza mitjançant els micròmetres que permeten moure en XYZ. La llum de sortida de la guia es mesura bé amb un fotodiode, bé amb una càmera CCD.

Tenint en compte les simulacions sobre els batuts modals, que veurem amb més detall al capítol 3, la longitud que ens interessa mesurar és de varies desenes de micres per veure el batut modal, però també interessaria arribar a distàncies molt superiors, que permetin realitzar un estudi complet del dispositiu, tal i com poden ser interferòmetres o acobladors, amb distàncies de varis mil·límetres.

De resultes de totes les condicions acabades d'exposar, el muntatge final haurà de tenir les següents característiques:

- Rangs d'escombrat superiors a $100\mu\text{m}$ tant d'amplada com de llargada, i un rang vertical superior a les $3\mu\text{m}$.
- Capçal tipus *stand-alone*, que vol dir que la mostra estarà fixa, i serà la punta qui es mourà per escombrar la superfície.
- Possibilitat de desplaçar l'escàner per sobre la mostra varis mil·límetres, per tal de poder realitzar imatges de qualsevol zona del dispositiu.
- Compatibilitat amb la tècnica de mesura estàndard de transmissió de la llum.

Habitualment, en un AFM l'escàner es realitza amb un tub piezoelèctric, que té quatre elèctrodes exteriors i un d'interior que permeten realitzar moviments en les 3 direccions espacials. En aquests casos, però, els escombrats que es realitzen són inferiors a les $100\mu\text{m}$, i moltes vegades fins i tot inferiors a les $10\mu\text{m}$. Al nostre cas aquesta opció no

ens serveix, ja que per aconseguir escombrats tant grans el tub pren unes dimensions considerables, i per tant els problemes associats de derives tèrmiques, estabilitat per vibracions, i fins i tot comportaments no-lineals del piezotub esdevenen molt importants. Cal doncs, cercar una alternativa, que seran els bimorfs.

Quan el rang és tan gran, i això també passa en AFM, se sol moure la mostra en comptes de la punta. Això és degut a que la detecció del moviment de la punta normalment és òptica, i per tant, si poguéssim la punta distàncies al voltat del centenar de micres, desalineariem la punta del sistema de detecció. Al nostre cas això no és possible, ja que si poguéssim la mostra estariem desalineant la guia del feix de llum incident, i per tant haurem d'utilitzar un escàner que mogui la punta, que vol dir un capçal de microscopi tipus *stand-alone*. El tipus de capçal que s'implementarà per aquesta fi és un tríode, amb tres cargols amb resolució micromètrica, que permetran l'acostament punta-mostra amb gran resolució. A més a més hi ha una segona conseqüència, i és que al realitzar l'escombrat amb la punta, aquesta es mourà desenes de micres, i per tant el sistema de detecció de la vibració de la punta no pot ser òptic, ja que contínuament desalineariem la punta del làser. Per tant el sistema de detecció no serà òptic, sinó que del tipus piezoelèctric mitjançant *tuning forks*.

Finalment, tot el capçal haurà d'anar muntat sobre uns micròmetres que ens permetin desplaçar-lo respecte la mostra, i deixant prou espai per poder injectar i detectar la llum de la guia. D'aquesta forma continuarem tenint la possibilitat de mesurar la transmissió de la guia. Això últim fa que inicialment s'hagi considerat el cas d'injecció mitjançant fibra òptica, que ocupa menys que un objectiu de microscopi, simplificant el muntatge. Hi ha, a més a més, una altra raó per això: les guies que ens interessa estudiar (ARROW) són de dimensions semblants al nucli de la fibra que injecta la llum, de forma que s'aconsegueix una gran eficiència en l'acoblament, i a més a més, són sensibles a la polarització, i per tant, com que només transmeten un tipus de polarització de la llum, no cal polaritzar-la. Finalment, però, també s'adaptarà el muntatge per poder realitzar mesures amb un objectiu de microscopi.

2.1 Tuning fork shear-force feedback.

El mètode és conceptualment idèntic al descrit l'apartat 1.3.2 del capítol anterior, i consisteix bàsicament a detectar les forces laterals presents entre la mostra i la punta oscil·lant. La diferència raurà en el mètode d'excitació i detecció d'aquesta oscil·lació, que en el nostre cas es realitzarà utilitzant un *tuning fork*.

El *tuning fork* (TF) és un cristall de quars tallat en forma de diapasó (d'aquí el nom en anglès), que es presenta normalment encapsulat en un ambient inert. La freqüència de ressonància és de 32768Hz (2^{15}), i les seves dimensions són de 5mm de llarg per 1.25mm d'ample i 0.4mm de gruix. També hi ha TF a 100kHz i fins i tot a freqüències superiors, i per tant de dimensions menors. Degut a la seva geometria, la oscil·lació és extremadament estable i precisa, amb un factor de qualitat (Q) típicament de 60.000. No és d'estranyar doncs, que aquests siguin els cristalls utilitzats en els rellotges de quars.

Tal i com veurem, el factor de qualitat està íntimament relacionat amb la sensibilitat a les forces laterals que podem detectar, de forma que el seu gran valor és la clau del sensor.

Per utilitzar un TF en un SNOM cal desencapsular-lo i posteriorment enganxar a un dels seus braços la fibra òptica afilada, que fa de punta del nostre sensor, sobresortint aproximadament $\sim 1\text{mm}$ de l'extrem del TF. A continuació s'ha de portar el sistema TF-fibra a la seva freqüència de ressonància mecànica mitjançant un *dither piezo* (DP), que vibra mecànicament a la freqüència fixada per un generador de senyal extern (figura 2-2). Degut a la pega utilitzada i al propi pes de la fibra, hi haurà una asimetria en el TF que fa que la seva freqüència de ressonància variï lleugerament, entre els 32kHz i els 34kHz, alhora que també variarà el seu factor de qualitat, que és veurà reduït sensiblement, passant a ser entre 100 i varis milers (~ 2000). Tot i la dràstica reducció del factor de qualitat, aquest continua essent superior al cas d'utilitzar la punta oscil·lant a la pròpia freqüència de ressonància, tal i com es fa al mètode de detecció òptic descrit al capítol anterior, on típicament Q és inferior a 100, i per tant tenim un sistema potencialment més sensible a les forces entre la punta i la mostra.

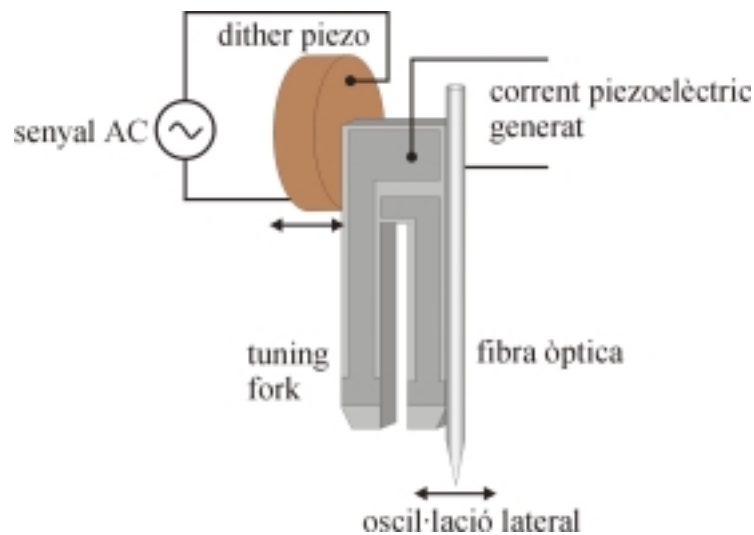


Figura 2-2. Esquema de funcionament del sistema de detecció de forces laterals mitjançant un TF.

Degut a que el quarz és un material piezoelèctric, la detecció de les forces es farà a través del corrent piezoelèctric generat pel TF en la seva oscil·lació mecànica. Quan la punta s'acosta a una distància de nanòmetres de la superfície de la mostra a estudiar, l'amplitud (i també la fase) de la vibració de la punta disminueix, i conseqüentment, també la del braç del TF on està enganxada la punta. D'aquesta forma el corrent piezoelèctric generat també disminueix.

Aquest corrent és de l'ordre de nA, de forma que cal amplificar-lo amb un convertidor I/V molt proper al sensor per evitar sorolls. Un cop amplificat es pot utilitzar un convertidor RMS (*root-mean-square*) per aconseguir un senyal continu que ens servirà de

control de la distància punta-mostra, tal i com es fa per un STM o un AFM. També es pot comparar la fase del senyal piezogenerat amb el d'entrada per controlar la distància punta-mostra. Aquesta variació és molt més immune al soroll, i a més a més és molt més abrupte, de forma que en quan es necessiti molta sensibilitat aquest senyal pot resultar millor per controlar la distància punta-mostra.

Tal i com ja s'ha avançat, pel fet de tenir una detecció no-òptica, podem realitzar escombrats de rangs grans amb la punta, i a més a més s'evitaran els sorolls en el senyal provenint de la punta deguts a una detecció òptica. Addicionalment, degut a la gran sensibilitat del TF a les vibracions mecàniques, l'amplitud d'oscil·lació de la punta queda reduïda al voltat d'1nm, molt inferior a les típiques desenes de nanòmetres necessaris per una detecció òptica, de forma que el risc de malmetre la punta és inferior.

Aquest és, en resum, el sistema proposat per Karrai et al. l'any 1995 [1] i que, amb lleugeres variacions, s'implementarà al nostre laboratori. La resolució que es pot aconseguir amb aquest sistema és inferior al nanòmetre, tal i com aconseguixen Ruiter et al [2], realitzant mesures de DNA sobre mica, amb una punta oscil·lant menys d'1nm, i una factor de qualitat de $Q=1600$. Aquest, però, no és l'únic sistema proposat utilitzant TF per controlar la distància punta-mostra. Chuang et al [3] proposa un esquema de detecció/excitació multiplexat elèctric: durant un cert temps T_1 s'excita el TF amb un senyal sinusoidal a la freqüència de ressonància, i durant un temps T_2 s'elimina l'excitació i es llegeix la relaxació deguda a les forces internes i externes (les que ens interessin). Per fer-ho, però, necessiten excitar el TF amb una amplitud força gran (~18nm) comparada amb un esquema d'excitació mecànica (<1nm), però tot i així aconseguixen imatges topogràfiques amb una resolució superior a l'obtinguda utilitzant un esquema de detecció òptic. Atia et al [4] també utilitzen TF, amb un esquema d'excitació/detecció elèctric: posen el TF en el llaç d'un VCO (*voltage controlled oscillator*), i utilitzen els canvis en la freqüència de ressonància (~2Hz) per controlar la distància punta-mostra, de forma que els permet realitzar els escombrats a una velocitat superior. La resolució obtinguda amb aquest esquema és inferior als 3nm. Aquests canvis en freqüència, però, són tema de controvèrsia, i tal i com ja estudiarem més endavant, s'associen principalment a petits contactes entre la punta i la mostra [2], de forma que potser no és la forma més efectiva per controlar la distància punta-mostra sense malmetre la punta.

Degut a la gran sensibilitat del TF, també s'ha utilitzat per realitzar mesures AFM. En aquest cas se situa el TF en posició ajaguda, és a dir, amb els braços paral·lels a la mostra, per realitzar mesures de forces verticals. Edwards et al [5], per exemple, enganxen una punta magnètica a l'extrem final del braç del TF, i perpendicular a la direcció de braç, i aconseguixen realitzar imatges de forces i magnètiques en el mode de *tapping*. Més espectaculars són els resultats de Rensen et al [6], que enganxant una punta comercial típica d'AFM aconseguixen distingir esglaons atòmics en una superfície de Si (111), donant una resolució inferior a 0.33nm amb un TF treballant a 100kHz, excitat mecànicament i detectant amplitud i fase.

A continuació farem un breu repàs del model teòric de detecció de les SF o forces laterals, i acabarem explicant la implementació concreta al nostre laboratori.

2.1.1 Model del tuning fork

Primer de tot considerem un TF oscil·lant lateralment i fixat per un extrem ($x=0$) i lliure per l'altre ($x=L$). Ens interessa trobar la seva freqüència de ressonància i la constant d'oposició al moviment lateral o constant de molla estàtica. L'equació del moviment, que ens dona l'amplitud de les oscil·lacions $u(x,t)$ ve descrita per l'equació [7]:

$$\rho S \frac{\partial^2 u(x,t)}{\partial t^2} = -EI \frac{\partial^4 u(x,t)}{\partial x^4}$$

on ρ és la densitat del quars, S l'àrea d'una secció transversal, E el mòdul de Young del quars i I el moment d'inèrcia de la secció transversal S . Separant variables $u(x,t)=u(x)\cos(\omega t + \alpha)$ s'obté l'equació del moviment per $u(x)$:

$$\frac{d^4 u(x)}{dx^4} = \kappa^4 u(x)$$

que té com a solució

$$u(x) = A \cos \kappa x + B \sin \kappa x + C \cosh \kappa x + D \sinh \kappa x$$

on

$$\kappa^4 = \frac{\omega^2 m_T}{EI}$$

essent m_T la massa del braç del TF ($m_T = \rho SL$), i ω la freqüència de vibració.

Les constants A,B,C i D s'han de determinar a partir de les condicions de contorn del sistema: per a l'extrem fix ($x=0$) la deflexió i la corbatura han de ser nul·les, i.e. $u(0)=0$ i $u'(0)=0$. A l'extrem lliure ($x=L$) les forces i el moment han de ser nuls, i.e. $u''(L)=0$ i $u'''(L)=0$. D'aquesta forma s'arriba a l'equació transcendental pel producte κL :

$$1 + \cos \kappa L \cosh \kappa L = 0$$

Aquesta equació es soluciona numèricament i s'obté:

$$\kappa_n L = 1.875, 4.694, 7.855, 10.996, \dots \cong \frac{2n-1}{2} \pi \text{ per } n \gg$$

A partir d'aquí podem trobar el mode fonamental i la freqüència de ressonància d'aquest mode:

$$f_0 = \frac{0.56}{L^2} \sqrt{\frac{EI}{\rho S}}$$

Aquesta expressió la podem transformar a un model simple d'oscil·lador harmònic si tenim en compte que la màxima deflexió per una deformació estàtica val [7]:

$$u(L) = \frac{L^3}{3EI} F_0 = \frac{F_0}{k_{stat}} \Rightarrow k_{stat} = 3 \frac{EI}{L^3}$$

de forma que obtenim:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k_{stat}}{m_0}}$$

on m_0 és la massa efectiva del braç del TF ($m_0=0.24m_T$).

2.1.2 Dinàmica del sistema

Passem ara a estudiar la dinàmica del sistema real, on tindrem un sistema format pel TF amb la punta oscil·lant lateralment, excitat externament pel DP, i amb un esmorteïment degut a les tensions internes, que abans no havíem considerat, i a les SF que ens interessa detectar, i que només tenen efecte sobre l'extrem de la punta, o equivalentment, a l'extrem de TF. Assumim que aquests tipus d'esmorteïments són del tipus viscos, de forma que depenen de la velocitat. En primera aproximació menyspreem l'efecte d'enganxar la punta sobre la seva massa i la rigidesa del TF, de forma que a la pràctica només ens serveix com a detector de les forces laterals (SF). L'equació del moviment és [8]:

$$m_0 \frac{d^2 u_L(t)}{dt^2} + F_D + k_{stat} u_L(t) = F \exp(j\omega t)$$

on $F \exp(j\omega t)$ és la força aplicada al DP, ω_0 la freqüència de ressonància del TF lliure expressada a l'equació (2-9) i F_D són les forces viscoses que podem dividir en internes, i que per tant sempre actuen, i les forces laterals que actuen sobre l'extrem del TF ($x=L$), i que podem posar com:

$$F_D = m_0 \gamma \frac{\partial u}{\partial t}$$

El paràmetre γ que defineix l'esmorteïment és experimental, i per tant s'haurà de determinar a partir de les mesures del sistema.

La solució és del tipus $u_L(t) = u_L \exp(j\omega t)$ on solucionant es troba:

$$u_L(t) = \exp(j\omega t) \frac{F / m_0}{\omega_0^2 - \omega^2 + j\gamma\omega}$$

L'amplitud de vibració serà:

$$\left| \frac{u_L}{u_{L0}} \right| = \frac{\gamma \omega_0}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \gamma^2 \omega^2}}$$

on u_{L0} és l'amplitud màxima en ressonància

$$u_{L0} = u_L(\omega = \omega_0) = \frac{F \omega_0}{jk_{stat} \gamma} \quad)$$

Aquesta funció té la forma d'una Lorentziana, amb un pic de ressonància a ω_0 . Un factor característic d'aquesta corba és el factor de qualitat Q:

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f} = \frac{\omega_0}{\sqrt{3}\gamma}$$

on Δf és l'amplada del pic de ressonància, definida per $|u_L| = 1/2 |u_{L0}|$ [8]. Aquest factor serà major quan més ideal sigui el sistema, és a dir, quan menys forces d'esmoreïment hi hagi. Tal i com ja hem avançat, lluny de la superfície, aquest factor, que només serà degut a l'esmoreïment per tensions internes i a l'aire, val ~ 1000 . Substituint aquesta expressió a l'equació (2-14) trobem:

$$u_{L0} = \frac{\sqrt{3}Q}{jk_{stat}} F$$

De forma que per equivalència amb la llei de Hooke, trobem una constant de molla dinàmica:

$$k_{din} = j \frac{k_{stat}}{\sqrt{3}Q}$$

que com es pot veure ve modulada pel factor de qualitat Q. Quan més gran sigui el factor de qualitat, més petita serà la constant de molla dinàmica, i per tant més sensible a petites forces; aquesta és la principal raó per la qual el TF té una gran sensibilitat com a sensor de forces.

De totes formes, tenir un factor de qualitat gran porta implícitament una restricció important. Si mirem la resposta temporal del sistema, l'amplada de banda del sistema val:

$$f_B = \frac{2}{\gamma} = \frac{\pi f_0}{\sqrt{3}Q}$$

de forma que tenir un factor de qualitat gran ens limita la velocitat de resposta del sistema, i per tant s'haurà d'escombrar més a poc a poc. Per exemple, un TF a 33KHz i amb una Q de 10000 té una amplada de banda de 6Hz, per tant la resposta del sistema és de 170ms, i si això ho multipliquem pel nombre de punts que formaran la imatge ens dóna un temps d'adquisició de la imatge que pot ser superior a una hora. Una possible solució és utilitzar TF amb freqüències de ressonància superior, tals com 100KHz.

Un cop hem repassat el funcionament del TF podem ara pensar com serà l'experiment de detecció de forces a la superfície: inicialment lluny de la superfície, tindrà una freqüència de ressonància f_0 i un factor de qualitat Q_0 , degut només a les tensions internes i a l'aire. Quan ens acostem a la superfície apareix un nou factor d'esmoreïment, de forma que ens variarà tant l'amplitud, que es veurà reduïda, com el factor de qualitat, que dóna compte de l'esmoreïment global del sistema. Així, doncs, el factor que realment es manté constant a l'equació (2-16) serà:

$$\frac{u_{L0}}{Q} = \frac{\sqrt{3}}{jk_{stat}} F = constant$$

on k_{stat} i F són paràmetres fixats al nostre sistema. A més a més, la força (2-11), que podem separar en un terme intern més un terme degut a les SF val (no tenim en compte el factor $\exp(i\omega t)$, que només introdueix una dependència periòdica):

$$F_D(\omega_0) = jm_0\gamma\omega_0 u_{L0} = j \frac{k_{stat}}{\sqrt{3}Q_0} u_{L0}$$

i per tant també es manté constant. Això voldrà dir que quan ens acostem a la superfície les forces internes es redueixen a favor de les SF que apareixen. Si tenim en compte que el corrent piezoelèctric que apareix als braços del TF és degut a les tensions internes, i designant per F_{SF} les SF, F_{I0} l'esmoreïment intern lluny de la superfície i F_I quan estem a prop de la superfície, podem posar:

$$F_{SF} = F_{I0} - F_I = \left(1 - \frac{F_I}{F_{I0}}\right) F_{I0} = \left(1 - \frac{V_C}{V_{NC}}\right) \frac{k_{stat}}{\sqrt{3}} \frac{u_{L0}}{Q_0}$$

on V_C i V_{NC} són les tensions piezoelèctriques mesurades a prop (V_C) i lluny (V_{NC}) de la superfície. Si fem quatre números, per un TF que lluny de contacte té una freqüència de ressonància de 33KHz, un factor de qualitat de 1000 (degut a la presència de la punta el factor es veu reduït), una amplitud de vibració d'1nm, i una $k_{stat}=20\text{KN/m}^2$ (valor típic pels TF usats al nostre laboratori), si som capaços de detectar un canvi del 10% en el corrent piezoelèctric, substituint a (2-21) veiem que es poden detectar SF de l'ordre ~1nN. La constant de temps en aquest cas serà de l'ordre ~17ms.

2.1.3. Muntatge i mesures experimentals

El muntatge experimental, tal i com hem comentat es basarà en col·locar el TF+punta enganxat a un DP que porti el sistema a la seva freqüència de ressonància. Degut a que el sistema TF-fibra s'haurà de canviar cada cop que la punta estigui malmesa, no podem enganxar directament el TF al DP, i per tant ho farem a través d'un imant (figura 2.3). El DP és un tros de disc d'una ceràmica piezoelèctrica (PXE5 de Philips) amb un coeficient de $0,5\text{nm/V}$. Per un costat està enganxat al sistema piezoelèctric XYZ, i per l'altre té enganxada una placa de metall al qual s'hi pot posar un imant. Alhora, té els dos contactes que van directament a un generador de senyal. Típicament excitem el piezo uns 100mV d'amplitud, i per tant s'està movent aproximadament 0.1nm .

Per altra banda, sobre una petita placa d'estany i Zenc igual com l'anterior, soldarem el TF amb la punta més els contactes elèctrics que portarem fins a l'amplificador. Aquesta placa anirà a l'altre costat de l'imant.

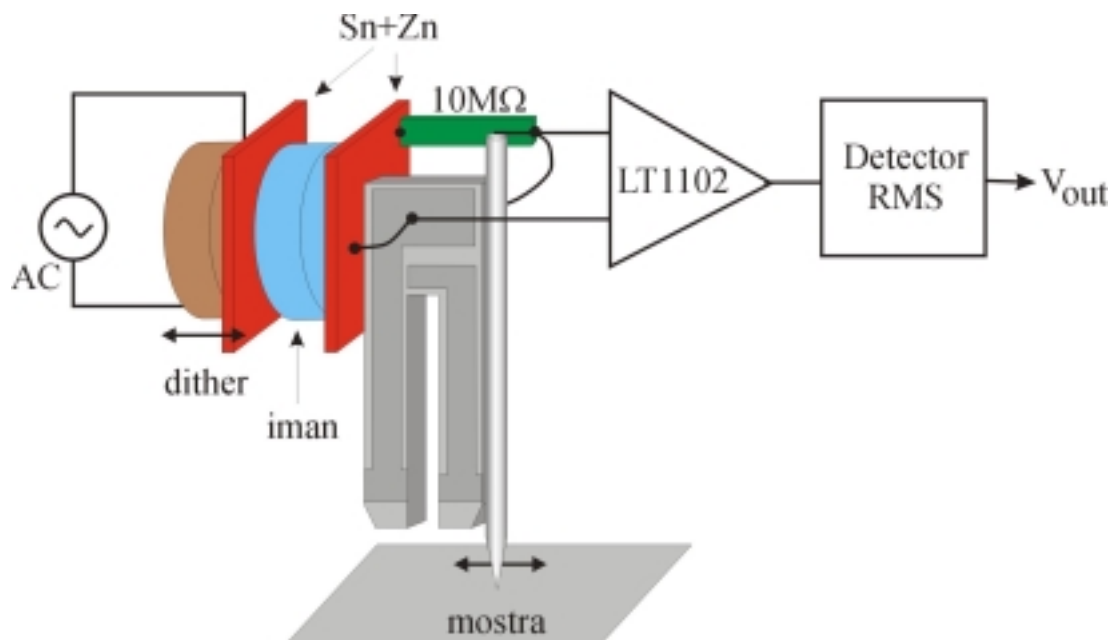


Figura 2-3. Esquema del circuit complet de mesura de les SF. La sortida del detector RMS es porta al sistema de realimentació electrònic que s'encarregarà de mantenir la distància punta-mostra actuant sobre els piezos XYZ (no mostrats a la figura).

Per amplificar el corrent primer posarem una resistència de $10\text{M}\Omega$ entre els dos elèctrodes del TF, muntat directament sobre la planxa d'estany i Zenc. Així aconseguim directament una caiguda de tensió de l'ordre dels mV, que seguidament s'amplifica per 10 amb un LT1102, que és un amplificador d'instrumentació amb entrades de baix corrent de polarització i guany de 10 ó 100. Aquest amplificador està situat molt a prop del TF, i muntat a sobre el capçal del microscopi. Aquesta etapa és la pre-amplificadora. A continuació del preamplificador, el senyal es porta fins al detector rms (AD637), on també hi ha un amplificador previ de guany 1,10 ó 100. El detector rms ens dona un valor continu proporcional a l'amplitud del senyal, i per tant és el que utilitzarem com a entrada del sistema de realimentació per mantenir la distància punta-mostra. A la figura

2-4 es pot veure la resposta freqüencial del sistema TF+fibra a l'aire (fig. 2-4a) i un corba d'aproximació típica del sistema TF+fibra-mostra (fig.2-4b).

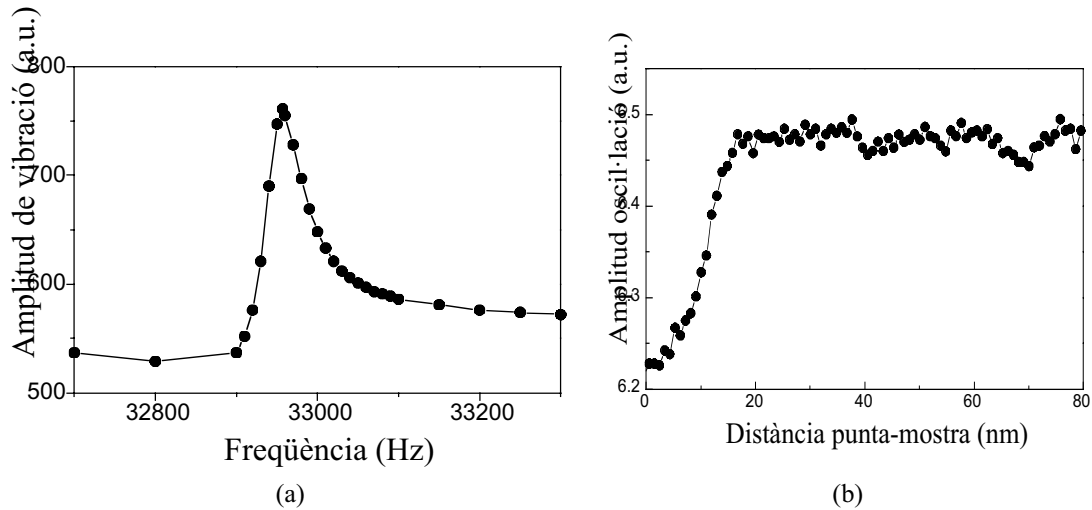


Figura 2.4. Resposta del sistema TF+fibra: (a) Resposta freqüencial quan la punta està lluny de la superfície: (b) Corba d'aproximació punta-mostra.

De la corba de ressonància en podem extreure la freqüència de ressonància, que val 33,957 KHz, i el factor de qualitat, que en aquest cas dóna $Q_0=575$. Així, per una banda, a l'afegir la punta al TF, la freqüència de ressonància augmenta, cosa que ens indica que és més important l'efecte de la rigidesa de la pega+punta que no la massa incorporada. Per altra banda, el factor de qualitat disminueix considerablement. Això és degut per una banda al fet de desencapsular el TF (típicament Q es redueix 1 ordre de magnitud), i per altra banda a l'incorporar la punta i, sobretot, la pega, de forma que la constant d'esmoreïment del sistema augmenta molt. Probablement el braç del TF on s'ha incorporat la punta es veu força afectat per la pega, impeding una oscil·lació lliure. També podem pensar que el sistema DP-metall-imant-metall-TF-punta, amb pega entre el DP-metall i TF-punta genera tensions i friccions en l'oscil·lació que fan que el TF no oscil·li lliurement. Amb aquests valors, la constant de temps de resposta del sistema és de 10ms. També podem trobar la magnitud de les forces laterals que podem detectar. Per això cal trobar k_{stat} substituint les dimensions del nostre piezo a l'expressió (2-8), i també aplicar les condicions de contorn per trobar la solució (2-3). Això ens dóna una $k_{stat} \sim 20 \text{KN/m}^2$ i $u_{L0} \sim 0.2 \text{nm}$. Substituint a (2-21) obtenim finalment que canvis del 10% en l'amplitud d'oscil·lació equivalen a forces de l'ordre 0.5nN.

A la figura 2-4b podem veure que el rang típic d'interacció de les SF és aproximadament de 15nm, tot i que depenent de l'amplitud inicial d'oscil·lació es pot incrementar o reduir lleugerament [9]. Per realitzar la corba primer es porta el sistema a la ressonància, i a continuació s'aproxima la punta a la mostra sense arribar al contacte per no malmetre la punta. Des d'aquí s'aplica una rampa de tensió al piezo vertical Z que faci allunyar primer, i retornar després, la punta a la superfície. Al mateix temps es va monitoritzant la tensió piezogenerada. Tot i que pot semblar sorprenent, quan s'arriba al contacte la tensió no s'anul·la, i això és degut a que passem a un nou sistema amb noves condicions de contorn, amb el braç del TF fixat pels dos extrems, però que

continua movent-se, i per tant hi continua havent tensions internes que generen un corrent piezoelèctric.

Tot i que per resoldre l'equació (2-20) hem suposat la presència d'un fluid viscos entre la punta i la mostra, que fa que es redueixi l'amplitud de vibració de la punta, el mecanisme pel qual es produeix aquesta reducció de l'amplitud no és una cosa clara. Gregor et al [10] proposen petits contactes entre la punta i la mostra degut a la seva inclinació, suposant que és gairebé impossible que estiguin perfectament perpendiculars. Això explicaria perquè amb amplituds d'oscil·lació majors, el rang d'interacció punta-mostra també s'incrementa, així com el fet que la freqüència de ressonància augmenta lleugerament quan ens apropem a la superfície, ja que el sistema tendeix a quedar fix pels dos extrems, sistema pel qual la freqüència de ressonància és superior [11].

Val a dir, però, que els seus experiments estan realitzats al buit, on la presència d'un fluid viscos com una capa d'aigua no és possible, i degut a que la detecció de l'amplitud de vibració és òptica, la punta oscil·la desenes de nanòmetres, de forma que podem pensar que amb amplituds d'oscil·lació inferiors al nanòmetre, aquest mecanisme hauria de tenir lloc a distàncies punta-mostra inferiors, i en canvi no és així. De totes formes, Ruitter et al.[2] també troben un desplaçament de la freqüència de ressonància treballant amb TF a l'aire, tot i que aquesta produeix un salt sobtat, pel qual es pot interpretar que no és el mecanisme principal, tot i que a una distància prou petita de la superfície aquest s'incorpora al mecanisme general.

El mecanisme d'interacció per la presència d'una capa d'aigua treballant a l'aire va prenent més força últimament. Davy et al.[12] realitzen experiments sobre mica durant varies hores, on es va formant una capa d'aigua. Això es veu reflexat a les corbes d'aproximació, diferenciant també entre l'anada cap a la superfície i la tornada, on es pot veure un comportament diferenciat fàcilment atribuïble a la capil·laritat de la capa d'aigua. Més recentment encara, Brunner et al.[13] mostren la dependència del mecanisme d'interacció amb la humitat relativa, mostrant-se molt semblant tant a l'aire com en ambient líquid, cosa que fa pensar en que probablement aquest és el principal mecanisme d'interacció a l'aire. Tot i així, troben que per distàncies punta-mostra inferiors a 3nm aquest mecanisme sol no pot explicar la reducció de l'amplitud, pel qual proposen un increment de la viscositat a la superfície o viscositat superficial superior.

Podem resumir dient que segurament no hi ha un sol responsable en la interacció punta-mostra encarregat de reduir l'amplitud de vibració; depenent de les condicions de l'experiment intervindrà un o altre. De fet, cap d'aquests mecanismes anteriors explica la sensibilitat química de les forces laterals trobades per Durkan et al.[14] al trobar diferents rangs d'interacció sobre diferents mostres de vidre o alumini. De totes formes, la complexitat de la interacció no treu rellevància al fet que, independentment de quin sigui el mecanisme, s'aconsegueix un bon sistema per mantenir la distància punta-mostra, que no depèn del senyal òptic provenint de la punta, i que a més a més ens proporciona informació topogràfica sobre la mostra que estem estudiant. Aquest fet és la raó per la qual la detecció amb SF està àmpliament acceptat com a sistema per obtenir una magnitud de control de la distància punta-mostra.

2.2 El Capçal

Acabem de veure com s'implementa el sensor que ens ha de permetre obtenir un senyal proporcional a la distància punta-mostra. A continuació descriurem com s'ha muntat aquest sistema sobre el capçal, que recordem que ha de ser del tipus *stand-alone*, i amb un escàner que realitzi escombrats de rangs superiors a les 100µm. Tal i com hem avançat a l'inici del capítol, el moviment de la punta es realitzarà mitjançant bimorfs. Comencem doncs, per estudiar-los breument.

2.2.1 Ceràmiques piezoelèctriques: el bimorf

Bimorf és el nom que rep una estructura formada per dues plaques de ceràmica piezoelèctrica metal·litzades i unides per una de les seves cares. Habitualment s'aplica un voltatge gran a la cara interior i les exteriors es mantenen a terra. Així, quan s'aplica un voltatge a la cara interior, s'estan polaritzant al revés les dues plaques, de forma que una es contreu i l'altre s'expandeix: la composició de les dues fa que l'estructura deflecti. La deflexió aconseguida d'aquesta forma té un rang molt més gran, a igualtat de tensions, que les aconseguides amb tubs piezoelèctrics, que són els utilitzats habitualment als SPM.

Aquesta disposició ja fou descrita i analitzada per Madam Curie al 1889. Considerant el bimorf fixat per un extrem (figura 2-5), la deflexió ve descrita per [15]:

$$\Delta x = 3d_{31}V \left(\frac{L_f}{h} \right)^2$$

on V és el voltatge aplicat entre les plaques, d_{31} el coeficient d'acoblament piezoelèctric, h el gruix del bimorf i L_f la longitud efectiva del bimorf, que és la distància lliure que pot deflectir. Al nostre cas utilitzarem bimorfs de material PXE5 de Philips, amb un gruix de 0.61mm, i un coeficient $d_{31}=0.3\text{nm/V}$. D'aquesta forma, amb un bimorf de 10mm de longitud efectiva i aplicant 300V, s'aconsegueixen deflexions de 70µm, que és un rang considerable: cal pensar que amb un tub piezoelèctric es necessitaria que fos superior a 7cm de longitud!

Tot i que sembla fantàstic, s'ha de pagar un preu: el moviment dels bimorfs és unidimensional, de forma que s'ha de construir una estructura amb un bimorf per cada dimensió. Això farà que el capçal sigui, en principi, més fràgil i inestable que utilitzant un tub piezoelèctric, ja que s'haurà de muntar un sistema que enllaci tres bimorfs, amb el consegüent augment de la complexitat del sistema. De totes formes, cal recordar que amb un tub piezoelèctric les dimensions per aconseguir el mateix rang són enormement superiors, cosa que també faria el sistema molt inestable i poc operatiu.

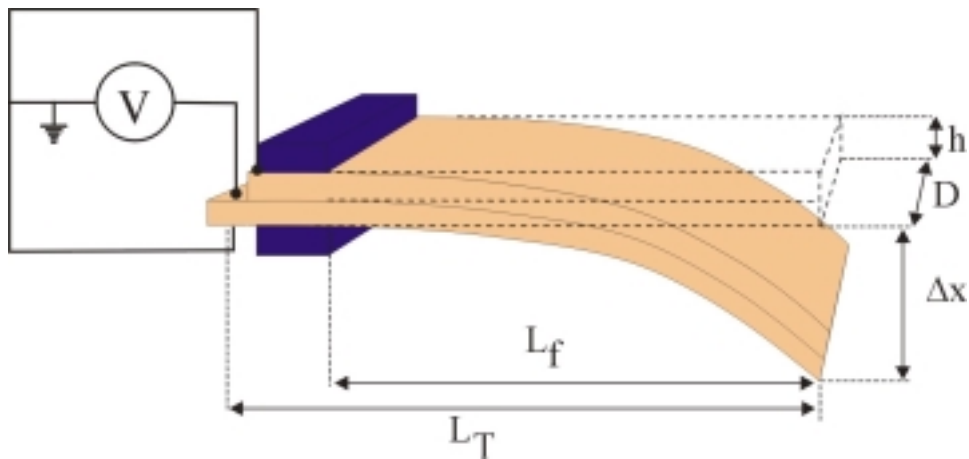


Figura 2-5. Deflexió d'un bimorf: dues plaques d'alçada h , longitud L_T i amplada D s'ajunten. A l'aplicar una diferència de tensió entre l'interior i l'exterior, la placa inferior s'arronja i la superior s'estira, provocant una deflexió de l'estructura.

Abans de veure com construïm l'escàner cal afegir un parell de consideracions. En primer lloc, el fet de tenir un muntatge que serà tridimensional farà que la punta estigui lluny de l'extrem del bimorf, i per tant s'ha de tenir en compte l'increment dels rangs degut a que hi ha un angle de deflexió, de forma que el rang s'amplifica. Considerant la figura 2-6, podem realitzar quatre números per adonar-nos que el rang final vindrà modulad per la longitud de la punta (L_{tip})

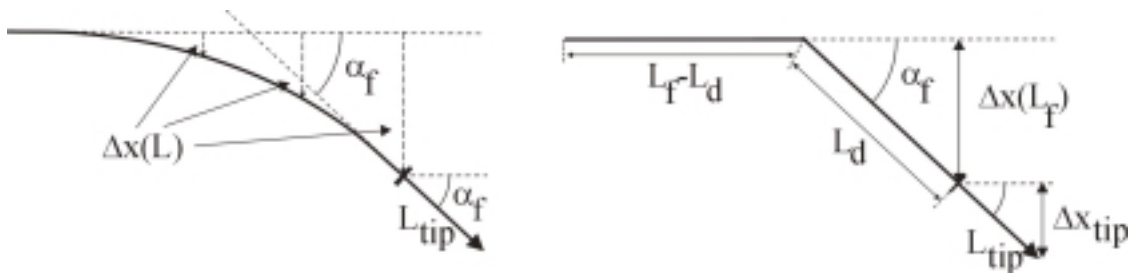


Figura 2-6. Càlcul de l'increment del rang degut a la longitud de la punta. Es consideren angles petits.

$$\alpha_f = \left. \frac{d\Delta x}{dL} \right|_{L=L_f} = 2 \cdot 9 \cdot V \cdot \frac{L_f}{h^2} \quad \Delta x(L_f) = L_d \sin \alpha_f \Rightarrow L_d = \frac{\Delta x(L_f)}{\sin \alpha_f} \cong \frac{L_f}{2}$$

Ara ja podem trobar el nou rang degut a l'increment per la longitud de la punta:

$$\Delta x_T = \Delta x \left(1 + \frac{2L_{tip}}{L_f} \right)$$

L'altre factor que ens cal per dissenyar l'escàner és la freqüència de ressonància dels bimorfs, ja que aquesta ens pot limitar la màxima velocitat d'escombrat i la resposta del sistema de realimentació. Per trobar-la podem aplicar l'equació (2-7), ja que tenim la mateixa situació. Substituint pels valors del material PXE5 ens dóna:

$$f_{bim} = 400 \frac{h}{L_f^2}$$

Igual com el cas anterior, a l'afegir una massa la freqüència de ressonància varia, i en aquest cas això s'ha de tenir ben present, ja que per exemple, el primer bimorf que doni els escombrats en Y tindrà enganxat pel seu extrem tota l'estructura restant, que vol dir els bimorfs X i Z i les peces que serveixin per unir-los, així com el TF, l'imant, etc, i successivament pels altres bimorfs. D'aquesta forma, la freqüència de ressonància es pot veure sensiblement reduïda. La nova freqüència de ressonància la trobarem desenvolupant per les dimensions del bimorf l'equació (2-9):

$$\omega'_{bim} = \sqrt{\frac{k_{stat}}{m_{eff}}} = \sqrt{\frac{Eh^3 D}{4L_f^3 (m_{load} + 0,24\rho DhL_f)}}$$

2.2.2 L'Escàner

A partir de les expressions anteriors ja podem muntar l'escàner que ens doni un moviment tridimensional de la punta. Si cerquem a la literatura, veiem que no hi ha gaires intents per realitzar escànners amb bimorfs, ja que tal i com hem comentat, els bimorfs només ens donen el moviment en una dimensió. Una forma d'aconseguir-ho és la proposada per Muralt et al. [16], on fixen els bimorfs pels dos extrems, en una configuració en forma de caps que donarà el moviment d'escombrat XY, i un bimorf a la part superior que el travessa pel mig que donarà el moviment en Z. Aquesta mateixa configuració ha estat aplicada, amb petites variants, per altres autors [17], però no és l'aproximació que seguirem nosaltres, ja que pels rangs que ens interessin hauríem de construir un capçal molt gran.

La forma proposada és amb un simple sistema de posar un piezoelèctric sota l'altre (figura 2-7). Donat que els bimorfs no admeten tanta càrrega com el tubs, posarem dos bimorfs per realitzar cadascun dels moviments d'escombrat X i Y. Els diferents bimorfs van connectats a través de peces de metacrilat, i enganxats amb cola d'assecat lent, de forma que permet corregir la posició del bimorf. Els contactes elèctrics no es mostren a la figura, però estan realitzats de forma que tots els contactes corresponents al terra de tots els bimorfs estan connectats entre si per la part exterior, i a les plaques interiors hi van connectats els voltatges X,Y i Z. Finalment la part superior anirà unida mitjançant cargols de rosca al capçal que descriurem al següent apartat.

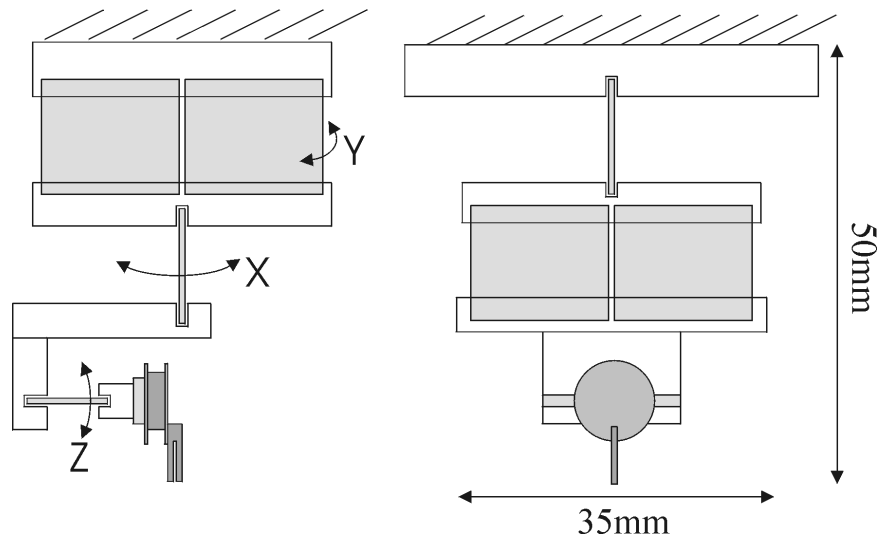


Figura 2-7. Esquemes frontal i lateral de l'escàner amb una configuració en torre. S'han col·locat dos bimorfs per a les dimensions d'escombrat per aconseguir mantenir el rang amb la càrrega.

Ara ja estem en condicions de trobar les dimensions de cada bimorf. Per fer-ho, primer fixarem els rangs d'escombrat. A continuació es calcula el factor d'amplificació L_{tip} per cada dimensió. Aquesta longitud pot dependre de la longitud dels altres bimorfs. Així, el primer resultat serà pel bimorf Z, a continuació el bimorf X i finalment el bimorf Y. El resultat final pot variar sensiblement del teòric, ja que aquí s'ha de tenir en compte coses com la quantitat de cola que s'està utilitzant per fixar els bimorfs, cosa molt difícil de controlar, i que determina la longitud efectiva del bimorf. Per tant, proposarem uns rangs superiors als desitjats per tal assegurar-los; a posteriori sempre es podran reduir afegint més cola per reduir la longitud efectiva del bimorf. Triem els rangs:

$$\Delta z_T = 10\mu m$$

$$\Delta x_T = 150\mu m$$

$$\Delta y_T = 300\mu m$$

Amb aquests rangs les longituds que hauran de tenir els bimorfs són:

$L_z = 6mm$ $L_x = 12mm$ $L_y = 14mm$

Per obtenir aquestes longituds els bimorfs s'han de tallar, ja que venen en longituds estàndard de 15 ó 20mm. Finalment l'escàner tindrà unes dimensions totals de 5cm, molt per sota de les dimensions que es necessitarien per un escàner realitzat amb un tub piezoelèctric, que estaria al voltant dels 15cm de longitud! Les freqüències de ressonància del sistema s'ha mesurat experimentalment, i estan al voltant dels 300Hz per les dimensions d'escombrat, i al voltant del 750Hz per la dimensió z. Aquestes freqüències ens limiten, per una banda, la màxima velocitat d'escombrat, i per altra la velocitat de resposta del sistema de realimentació, tot i que aquí s'hi ha d'afegir la resposta del TF, que és el responsable últim del comportament del sistema.

2.2.3 El trípod.

Passem a continuació a descriure l'esquema que s'ha triat per realitzar l'acostament punta-mostra. Per simplicitat s'ha optat per un sistema d'acostament manual, amb un disseny en forma de trípod, amb 3 cargols micromètrics que permetin realitzar l'acostament punta-mostra amb gran resolució. A més a més, també s'ha de deixar espai per poder col·locar la mostra i el sistema d'enfocament de la llum a la mostra sense que el trípod molesti, és a dir, que sigui compatible amb un banc òptic de mesures. A la figura 2-8 es mostra l'esquema del trípod triat. L'escàner està enganxat al trípod, i la mostra se situa lleugerament desplaçada del centre del trípod. La llum s'enfoca lateralment, i l'acostament es realitza aprofitant el desajust en la distància entre la punta i els cargols d'acostament (figura 2-8c).

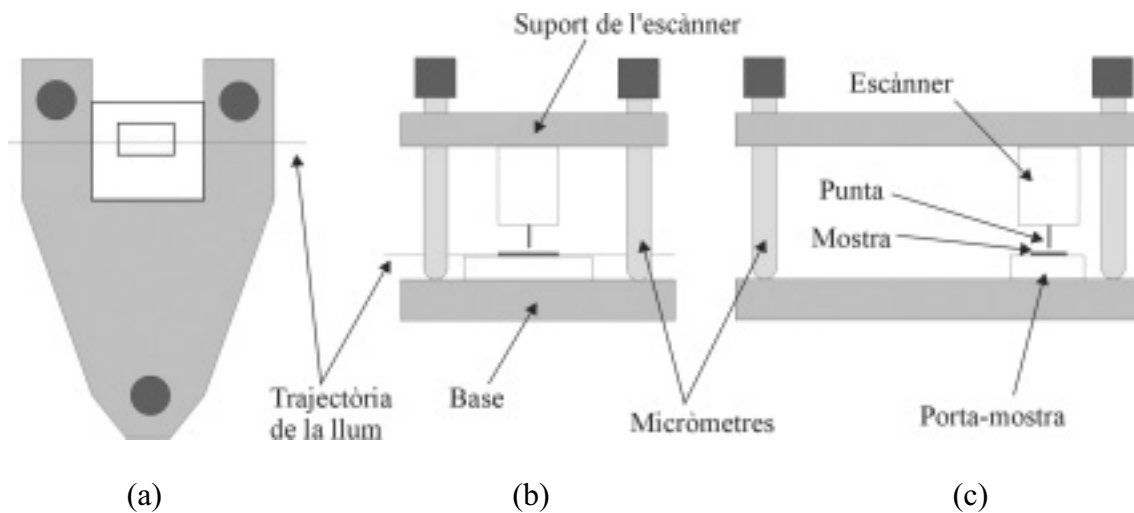


Figura 2-8. Esquema del trípod: (a) vista superior; la mostra està a la part inferior, i la llum atravessa la mostra tal i com es veu a la figura; (b) vista frontal; es pot apreciar la configuració de l'escàner, la punta i la mostra; (c) vista lateral; en aquest cas s'aprecia que el micròmetre posterior està separat de la punta una distància superior als anteriors.

Per veure com es pot realitzar l'acostament punta-mostra amb gran resolució podem realitzar un simple càlcul geomètric: fixant-nos en la figura 2-8c, anomenem L a la distància entre la punta i el micròmetre de l'esquerra, i l a la distància entre la punta i els cargols de la dreta; si el cargol de l'esquerra baixa una distància H , la base de suport a l'escàner també baixarà diagonalment, de forma que la punta també baixarà una distància h , que valdrà:

$$h = \frac{l}{l + L} H$$

Així doncs, la clau està en la relació $l:L$, que per un STM típicament ha de ser 1:20, però que per un AFM es pot reduir fins a 1:5. Al nostre cas, donat el gran rang en z provarem una relació 1:4. Les dimensions finals de l'escàner seran de 135mm de llargada per 90mm d'amplada. Les distàncies a la punta seran $L=80\text{mm}$ i $l=20\text{mm}$. Tal i

com hem comentat, deixem 20mm per poder col·locar una mostra d'1cm d'amplada amb l'espai suficient per col·locar el sistema d'injecció de la llum a la mostra.

Per muntar el trípod, tot i que inicialment es pensava en micròmetres, finalment s'ha optat per cargols d'alta resolució i rigidesa (Newport-AJS-2), de forma que a més a més proporcionen gran estabilitat al sistema. Aquests tenen gairebé el doble de voltes que els normals, 80 voltes per polzada, o el que és el mateix, per cada volta baixem $\sim 300\mu\text{m}$. Si el factor de reducció és de $h=0.2H$, realitzant un arc amb el micròmetre de 10° (cosa perfectament realitzable manualment), estem baixant $1.6\mu\text{m}$, que està per sota de les dimensions del rang z.

La base on s'ha muntat l'escàner és d'alumini, a l'igual que la base on col·locarem el capçal i la mostra. A la figura 2-9 hi ha dues fotos de l'aspecte final del capçal.



Figura 2-9. Vistes superior i frontal del capçal construït.

2.3 Sistema complet i calibració.

Un cop realitzat el capçal, s'ha muntat sobre un banc de mesura òptic, situat sobre una taula òptica per a l'aïllament de vibracions. A la figura 2-10 es pot veure el muntatge final. La llum provenint d'un làser d'He-Ne de 15mW s'introdueix a dins la guia per mitjà d'una fibra (opcionalment també és pot fer mitjançant un objectiu de microscopi)

que es posiciona davant la guia mitjançant 3 micròmetres dirigits en les 3 direccions espacials. La llum que surt de la guia es recull de la mateixa forma i es porta cap a un lector de potència òptica, de forma que podem realitzar mesures de transmissió al mateix temps que utilitzem l'SNOM. Alhora, el microscopi, situat sobre la mostra, recull la informació topogràfica mitjançant el corrent piezoelèctric generat pel TF, i la informació òptica, convertida a senyal elèctric a través d'un fotomultiplicador de guany variable. Per facilitar el posicionament de la guia s'ha muntat el portamostres sobre un petit micròmetre que permet anar canviant de guia, alhora que el capçal també està recolzat sobre un micròmetre que permet desplaçar-lo per sobre la guia, de forma que qualsevol part de la mostra serà fàcilment accessible.

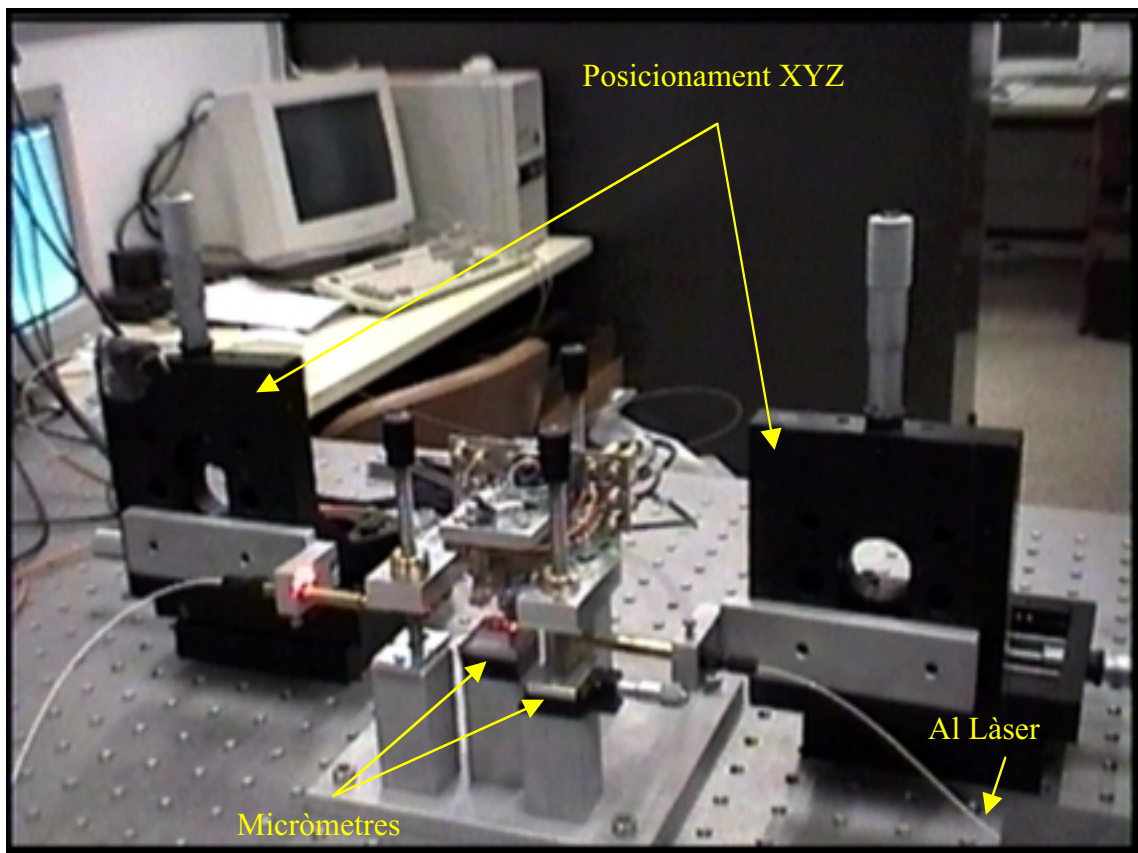


Figura 2-10. Fotografia del muntatge experimental final. Es poden observar les diferents parts mecàniques que formen el sistema: el microscopi, la base pel microscopi i la mostra, els micròmetres per enfocar i recollir la llum de la mostra (Posicionament XYZ), així com els micròmetres addicionals per moure la mostra i el microscopi.

Un sistema de realimentació electrònic permet processar el senyal provenint del TF i proporcionar el voltatge que s'aplicarà al bimorf Z per mantenir la distància punta-mostra. El mateix sistema electrònic proporciona els voltatges per escombrar la superfície XY. A través de l'ordinador monitorizem tant el senyal òptic com el topogràfic. A l'ampliació (fig.2-11) podem veure les fibres que enfoquen la guia, la mostra i la guia completament il·luminada, així com el TF situat sobre la mostra.

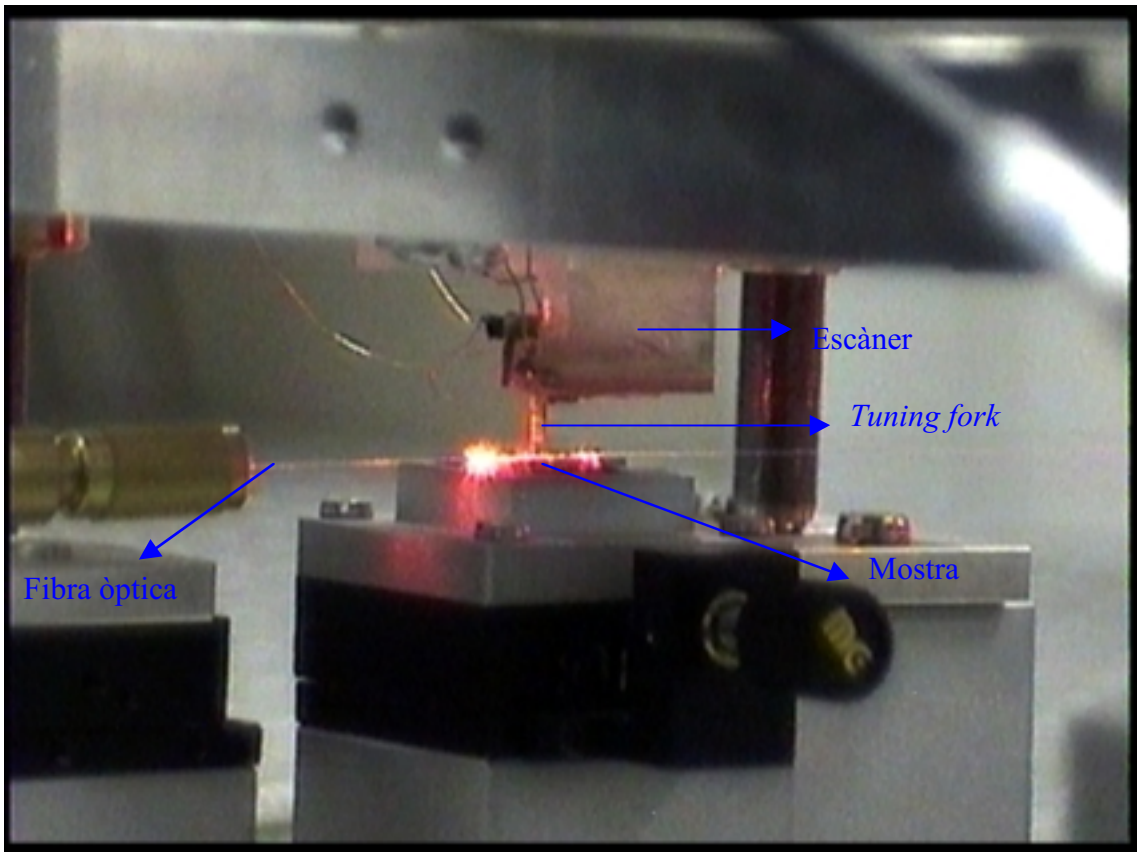


Figura 2-11: Ampliació de la imatge 2-10. Aquí es pot observar com es realitza l'acoblament fibra-guia, així com l'escàner i el TF situats sobre la mostra.

La calibració del microscopi s'ha realitzat utilitzant una mostra de dimensions perfectament conegudes, la "mostra de test". La mostra està feta d'òxid de silici i posteriorment metal·litzada amb una capa d'or. La superfície està dividida en 4 zones. En cada zona hi ha uns nodes distribuïts regularment formant una quadrícula. L'alçada dels nodes és la mateixa a cada zona, de 150nm, mentre la distància entre nodes varia d'una zona a l'altra, i pot ser de 2, 3, 8 i 14 micres respectivament. A la figura 2-12 i podem observar un esquema d'una de les zones estudiades amb les seves dimensions.

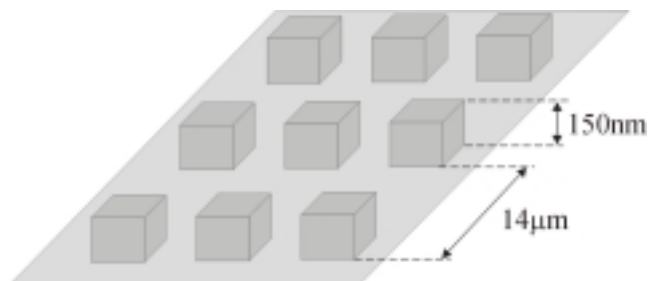


Figura 2-12. Estructura d'una de les zones de la mostra de test per calibrar el microscopi. Sobre una superfície plana s'hi troben distribuïts regularment una sèrie de nodes cúbics de 150nm d'alçada i separats 14µm.

Per calibrar els rangs del microscopi hem utilitzat puntes metàl·liques comercials per STM, que aquí hem enganxat al TF, i també fibres òptiques afilades mitjançant un procés que explicarem al següent apartat. Per obtenir la corba de calibració per cada bimorf, s'han realitzat imatges de diferents rangs.

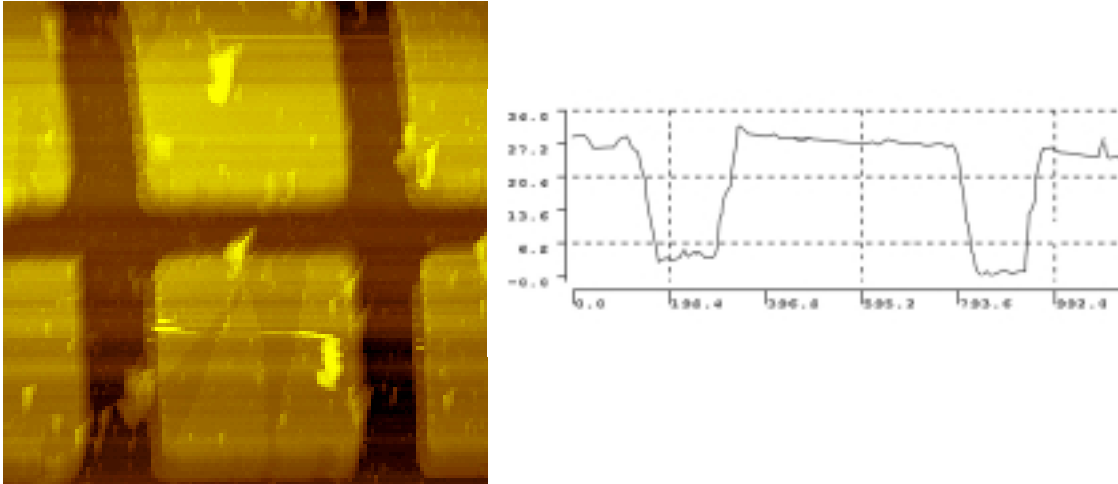


Figura 2-13. Imatge topogràfica corresponent a l'estructura de test amb els nodes separats $14\mu\text{m}$. A partir de la imatge i del perfil de la dreta es poden calibrar els bimorfs per cada dimensió. Noteu que les dimensions mostrades al perfil no són les correctes, doncs aquí el microscopi encara no està calibrat.

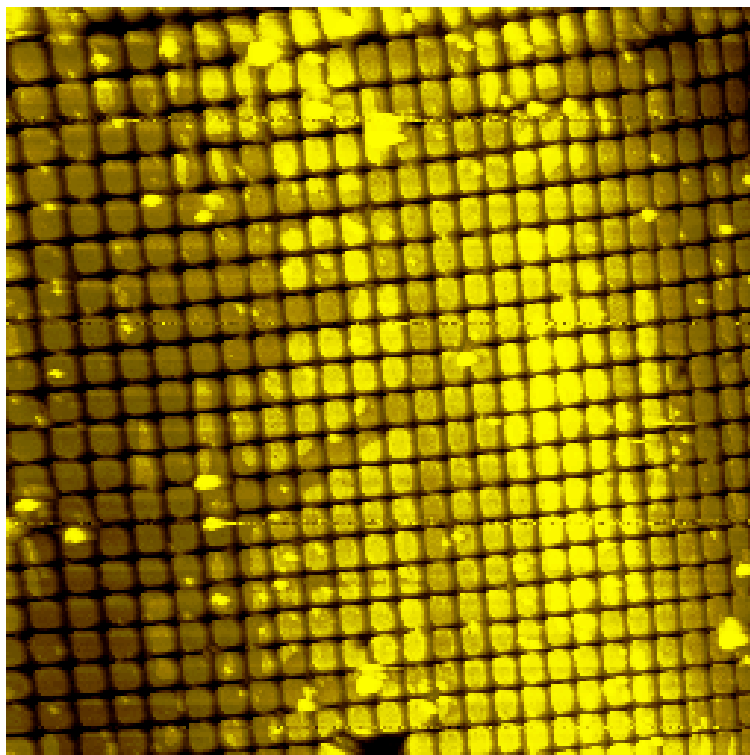


Figura 2-14. Imatge de la mostra de test de rang gran per a la calibració del microscopi. Cada quadricula està separada $8\mu\text{m}$. La imatge total té un rang aproximat de $160\mu\text{m}$ verticalment i $200\mu\text{m}$ horitzontalment.

Tant a la figura 2-13 com la 2-14 s'observen petites ratllades sobre la mostra, així com petits grànuls de material etc. Això és degut a que la mostra és força vella, i tant l'estructura com la metal·lització que porta estan malmeses. Tot i així, les imatges són prou clares per poder calibrar els bimorfs, obtenint finalment unes corbes de calibració pels bimorfs x , y i presentats a la gràfica de la figura 2-15.

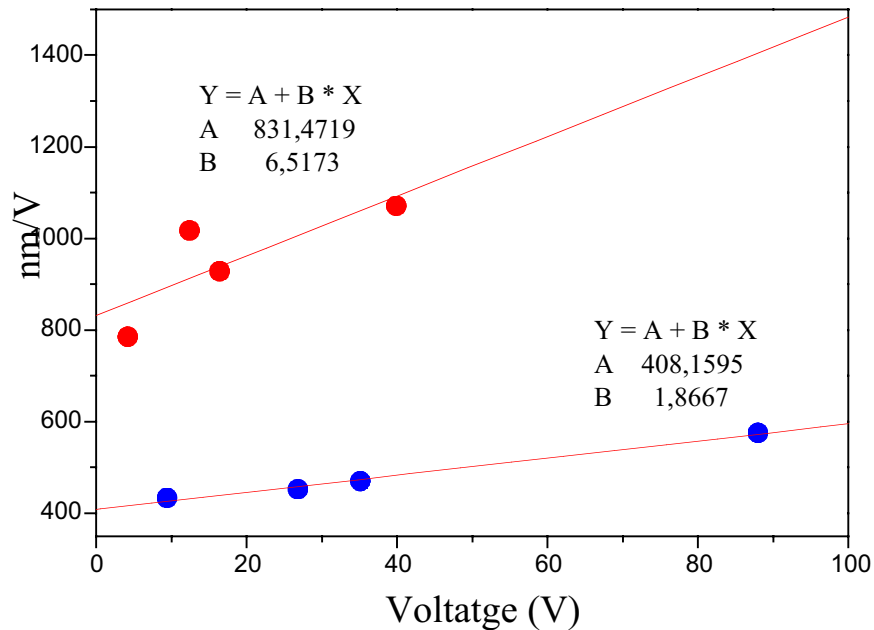


Figura 2-15. Gràfica de la calibració dels piezos X i Y .

La calibració en z s'ha realitzat a partir dels 150nm de l'estructura vertical. Finalment, dependent del voltatge aplicat V , els rangs són:

$$\begin{aligned} \Delta x &= (408,16 + 1,87 \cdot V) \times V \text{ (nm)} \\ \Delta y &= (831,5 + 6,5 \cdot V) \times V \text{ (nm)} \\ \Delta z &= 15 \times V \text{ (nm)} \end{aligned}$$

El terme entre parèntesi és l'anomenada constant piezoelèctrica del bimorf, i depèn del voltatge aplicat excepte per la dimensió vertical z , on degut al menor rang d'actuació l'hem considerat constant.

En la calibració que acabem de fer només hem considerat la dependència de la constant piezoelèctrica amb el voltatge aplicat, però hi ha altres factors que també poden distorsionar la imatge. Els més típics són la histèresi i l'arrossegament [18]. El primer és un fenomen inherent als materials ferroelèctrics, i és tant més acusat com més ràpid siguin els escombrats o més gran el rang d'escombrat. Representa un cert retràs en la resposta del piezoelèctric a l'aplicar-li un voltatge. A la imatge 2-14 s'observa l'efecte d'aquest fenomen, ja que els nodes inicials (a la part esquerra de la imatge) són aparentment més amples que els del final (a la part dreta de la imatge). Per altra banda,

l'arrossegament es presenta a l'aplicar un canvi de voltatge ràpid, de forma que la ceràmica sofreix una deformació inicial, però durant un parell de minuts continua deformant-se fins a estabilitzar-se. Aquesta última part pot arribar a representar fins a un 20% del valor final de la deformació.

Al nostre cas, la histèresi s'ha avaluat inferior al 10%. Per corregir-la hi ha dues opcions: la primera consisteix a fer una caracterització exhaustiva del piezo i d'aquesta forma fer una correcció de la no-linialitat de la imatge per software; la segona opció és basa en fer una lectura real de la posició del piezo i corregir-la mitjançant un sistema de realimentació. Aquesta última opció està implementada actualment al nostre laboratori, tot i que en els resultats que veurem en aquesta tesi s'han pres sense utilitzar-lo, de forma que no ens estendrem més en detallar el seu funcionament.

2.4 Fabricació de puntes

Tot i ser l'últim element a descriure en aquest capítol, la punta, i igualment la seva fabricació, són la clau per l'èxit de qualsevol SPM. Malauradament, pel cas de l'SNOM no existeixen puntes comercials tal i com existeixen per STM o AFM, o bé molt restringidament pels usuaris de la pròpia marca. En aquest cas s'hauran de fabricar al propi laboratori, i per tant cal desenvolupar una tècnica que permeti obtenir puntes amb certa garantia d'èxit. Per aconseguir-ho l'important serà que tingui un bon coeficient de transmissió, que normalment vol dir un gran angle d'obertura, una obertura ben definida, i una superfície el més suau possible per evitar pèrdues.

Tal i com ja hem comentat al primer capítol, la forma més habitual als laboratoris d'arreu, és la de fabricar les puntes per un procés d'escalfament i estirament d'una fibra òptica de silici [19]. D'aquesta forma s'aconsegueix una superfície molt suau, que permet metal·litzar la fibra sense pràcticament pèrdues degudes a petits forats o irregularitats en la metal·lització. També permet obtenir una obertura molt ben definida i de dimensions properes als 20nm [20]. Amb aquest sistema, però, la punta normalment esdevé molt llarga, amb un angle de conus petit, de forma que presenta una transmissió baixa. Per altra banda hi ha el procés de fabricació per atac químic, més lent i crític de controlar, però que permet obtenir puntes de geometria variable [21], amb angles de conus superiors, i per tant una major transmissió, i últimament fins i tot s'ha aconseguit reduir la gran rugositat superficial [22], principal causa de pèrdues en aquest tipus de puntes després de metal·litzar-les.

La base d'aquesta tècnica consisteix a aprofitar la diferent velocitat amb què un àcid ataca el nucli (d'aproximadament $3\mu\text{m}$) i la coberta de la fibra òptica (d'aproximadament $125\mu\text{m}$), degut al diferent índex de refracció, aconseguint que no es redueixi el material uniformement i per tant acabi en forma punxaguda. Tot i que sota un sol nom d'afilament per atac químic, la recepta per fabricar la punta no és única: des de l'inicial atac en HF [23], s'han usat solvents orgànics per reduir el menisc en la interfície punta-àcid [24], solucions tampó [25], atac en múltiples passos [26], atac invertit [24], i últimament atac en tub [22]. A més a més, el control de paràmetres com

la temperatura o la humitat del laboratori afegeixen més varietat al receptari de fabricació de les puntes.

L'elecció del mètode de fabricació al nostre cas s'ha basat en dos criteris molt simples: viabilitat econòmica i necessitats pràctiques. El primer fa que s'hagi triat l'afilament per atac químic, ja que l'aparell per afilar-les físicament per escalfament i estirament quedava fora de les possibilitats econòmiques del nostre laboratori. Pel que fa a les necessitats pràctiques, s'ha optat per no metal·litzar les puntes, treballant en mode col·lectiu. Això es deu bàsicament a que avaluant la intensitat del camp evanescent present a les guies d'ona que volem estudiar, aquest és sensiblement superior a la intensitat de llum present habitualment en estudis mitjançant SNOM, com la *single molecule detection*. Val a dir, però, que en les primeres proves amb el microscopi, i també en alguns dels resultats de les guies, també s'han utilitzat puntes fabricades per estirament i escalfament, tant metal·litzades com sense metal·litzar, fabricades i cedides pel laboratori del Prof. Niek van Hulst, donant similars resultats a les fabricades per atac químic, i que a més a més han permès comprovar la no-necessitat de metal·litzar les puntes.

A la figura 2-16 es mostren dues imatges SEM després de metal·litzar dues puntes fabricades per atac químic en una dissolució d'HF al 49% durant 40 i 35 minuts respectivament. En aquest cas la metal·lització no pretén deixar l'extrem de la punta al descobert, pel qual s'hauria d'adaptar l'aparell d'evaporació, i per tant l'extrem de la punta es veu més arrodonit. Tot i així, a la figura 2-16b podem observar que el radi final de la punta es troba entre els 100 i els 200nm.

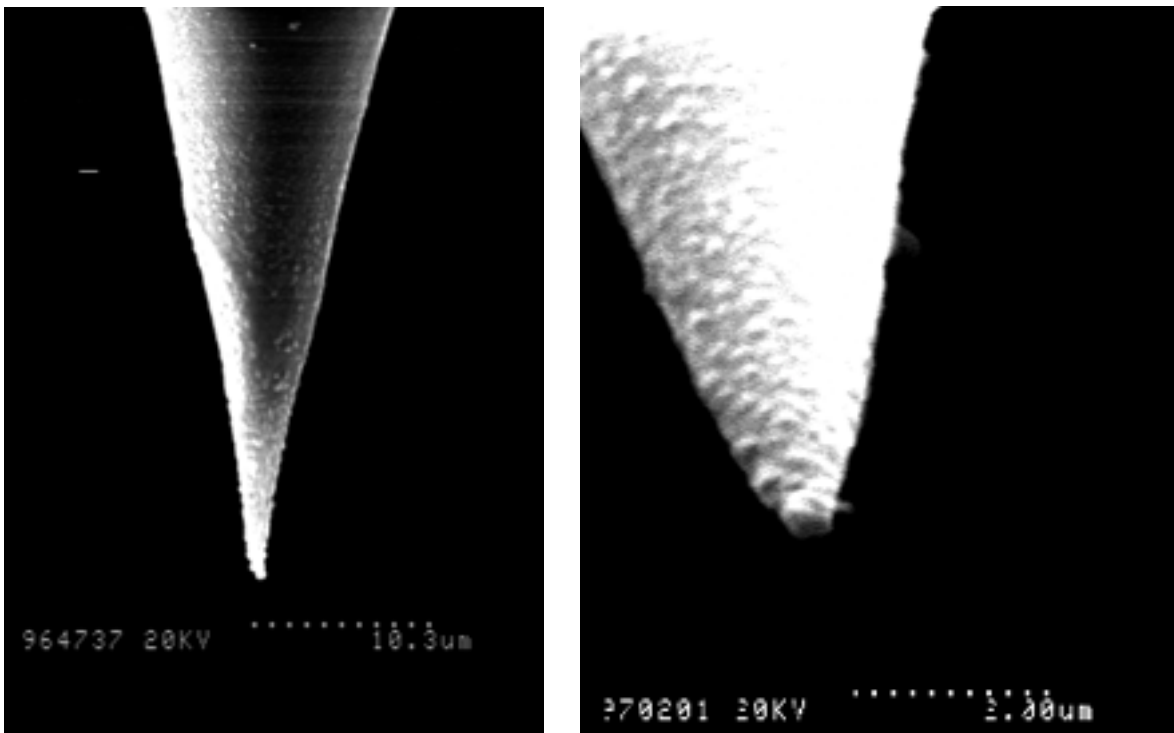


Figura 2-16. Imatges SEM de dues fibres òptiques metal·litzades, afilades per atac en una solució d'HF durant (a) 40minuts i (b) 35minuts respectivament.

Així doncs, sembla que el simple atac per HF és perfectament vàlid per fabricar les puntes, però s'ha de tenir en compte que degut a la capil·laritat de l'HF, aquest puja per la part de la fibra que es troba fora de la solució, de forma que s'aprima molt la fibra, i per tant és molt més fràgil, i al muntar-la al TF es trenca amb facilitat. A més a més, la transmissió també és pitjor, de forma que s'ha incorporat un solvent a la superfície (1-bromodecà) que impedeixi a l'HF pujar per la fibra. Una mostra en són les imatges de la figura 2-17 preses amb una CCD.

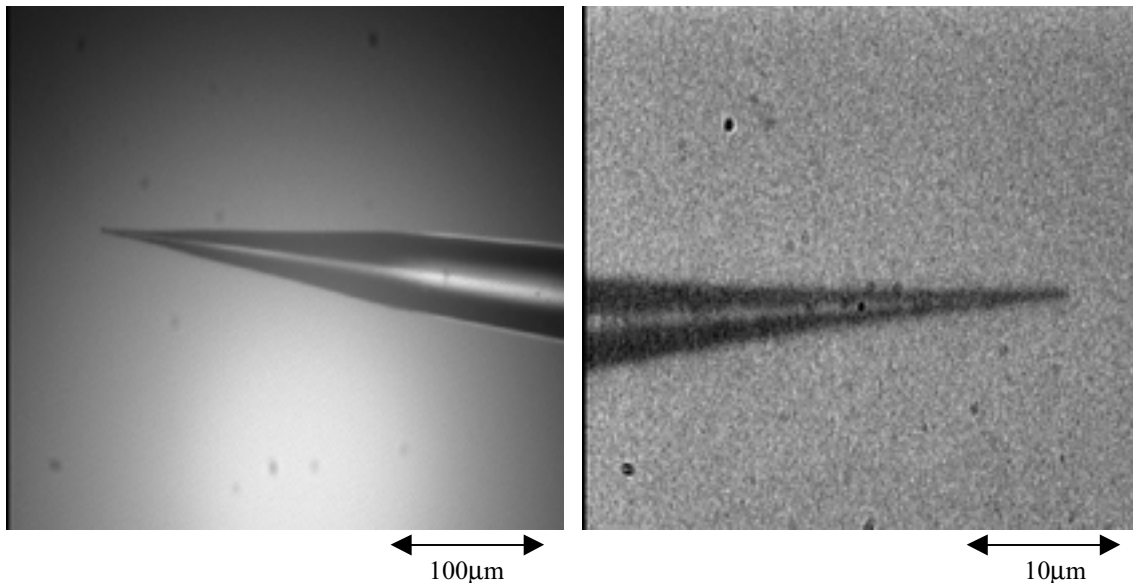


Figura 2-17. Imatges preses per una CCD d'una fibra òptica afilada per atac en HF amb 1-bromodecà de solvent. L'atac ha durat 40minuts.

També s'han provat altres mètodes, com ara utilitzar una solució tampó de HF, NH_4F i H_2O en proporcions variables (fig.2-18a), i fins i tot un atac en dos passos (fig.2-18b), amb solucions tampó com l'anterior i de composició diferent en cada pas [27]. Finalment, però, a la pràctica no s'han observat diferències sensibles a l'utilitzar un tipus de punta o altre, i tenint en compte que per les solucions tampó el temps d'atac pot anar de les 2 a les 4 hores, finalment s'ha decidit optar per atacar en HF amb el solvent. De totes formes, tal i com veurem al capítol 4 a l'estudiar guies ARROW, la baixa intensitat del camp evanescent a la superfície de la guia fa sigui important utilitzar puntes amb la major transmissió possible. En aquest sentit, les fetes per passos utilitzant una solució tampó (fig.2-18b) són bones candidates, tot i que aleshores el muntatge sobre el TF esdevé més crític.

Aquesta última afirmació té a veure amb el muntatge de la punta sobre el TF un cop s'ha afilat la fibra. Aquesta s'enganxa a un dels braços del TF amb pega lenta, per poder modificar la posició, tenint present que: si la punta sobresurt massa del TF (~1mm o més) els canvis en la vibració de la punta per la presència de la superfície, no es transmetran bé al TF, i per tant malmetrem la punta; i si la distància és massa curta s'ha de vigilar de no tocar directament amb el TF a la mostra i malmetre punta i mostra. Pel cas de les puntes com la de la figura 2-17b, al ser més gruixudes absorbeixen més ràpidament els canvis en la vibració de la punta, i per tant aquesta ha de sobresortir

menys del braç del TF que pel cas de les puntes atacades amb HF, i per tant amb més probabilitat de contacte TF-mostra.

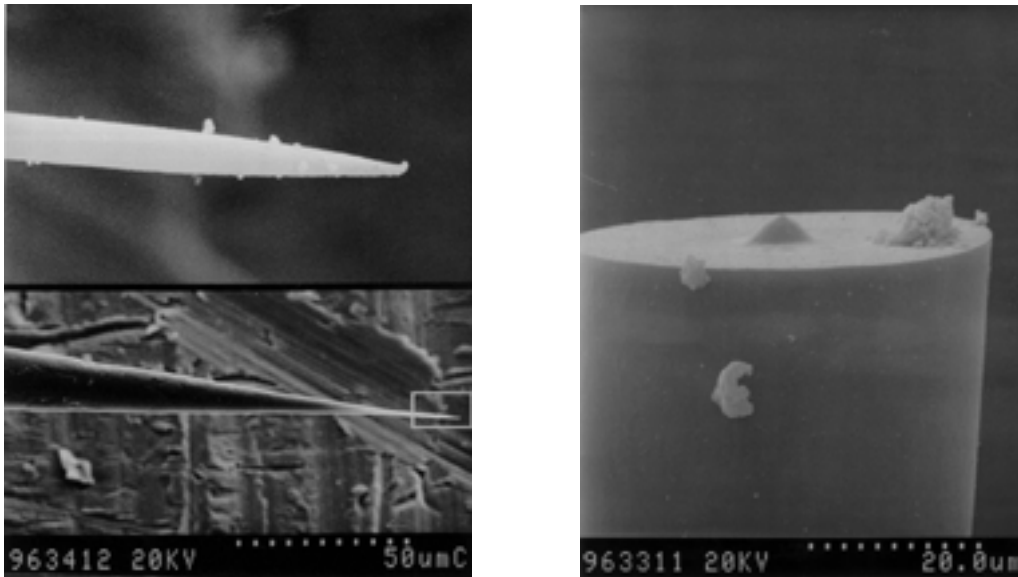


Figura 2-18. Imatges SEM de puntes metal·litzades realitzades amb una solució tampó de $\text{HF}:\text{NH}_4\text{F}:\text{H}_2\text{O}$. (a) en un sol pas durant 120min amb una relació 1:1:1. (b) en dos passos, el primer durant 90min en una solució 1:3:1 i el segon durant 120min en una relació 1:10:1. De la ref. [27]

Per últim cal comentar que tot i que al final s'aconsegueixen puntes que funcionen, és a dir, amb les quals s'obtenen bones imatges òptiques i topogràfiques, el mètode encara està lluny de ser definitiu. Per una banda cal millorar el procés de fabricació, que ara permet realitzar nou puntes independents alhora, però no totes surten bé. Per altra banda, cal millorar el mètode per enganxar-les, ja que actualment és absolutament manual, i de resultes algunes puntes es malmeten en aquest procés. Finalment doncs, només entre el 10 i el 15% de les puntes que es preparen resulten bones.

Referències

- [1] K.Karrai, R.D.Grober, “*Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes.*” *Appl.Phys.Lett.* **66**, 1842-1844 (1995).
- [2] A.G.T.Ruiter, J.A.Veerma, K.O.van der Werf, N.F.van Hulst, “*Dynamic behavior of tuning fork shear-force feedback.*” *Appl.Phys.Lett.* **71**, 28-30 (1997).
- [3] Y.Chuang, C.Wang, J.Y.Huang, C.Pan, “*Nonoptical tip-sample distance control for scanning near-field optical microscopy.*” *Appl.Phys.Lett.* **69**, 3312-3314 (1996).
- [4] W.A.Atia, C.C.Davis, “*A phase-locked shear-force microscope for distance regulation in near-field optical microscopy.*” *Appl.Phys.Lett.* **70**, 405-407 (1997).
- [5] H.Edwards, L.Taylor, W.Duncan, “*Fast, high-resolution atomic force microscopy using a quartz tuning fork as actuator and sensor.*” *J.Appl.Phys.* **82**, 980-984 (1997).
- [6] W.H.J.Rensen, H.F. van Hulst, A.G.T.Ruiter, P.E.West, “*Atomic steps with tuning-fork-based noncontact atomic force microscopy.*” *Appl.Phys.Lett.* **75**, 1640-1642 (1999).
- [7] D.Sarid, “*Scanning Force Microscopy.*” Oxford University Press, cap.1 (1991).
- [8] K.Karrai, R.Grober, “*Piezo-electric tuning fork tip-sample distance control for near field optical microscopes.*” *Ultramicroscopy* **61**, 197-205 (1995).
- [9] C.Durkan, V.Shevts, “*Study of shear force as a distance regulation mechanism for scanning near-field optical microscopy.*” *J.Appl. Phys.* **79**, 1219-1223 (1996).
- [10] M.J.Gregor, P.G.Blome, J.Shöfer, R.G.Ulbrich, “*Probe-surface interaction in near-field optical microscopy: The nonlinear bending force mechanism.*” *Appl.Phys.Lett.* **68**, 307-309 (1996).
- [11] W.C.Elmore, M.A.Heald, “*Physics of waves.*” Dover Publications, cap. 4 (1985).
- [12] S.Davy, M.Spajer, D.Courjon, “*Influence of the water layer on the shear force damping in near-field microscopy.*” *Appl. Phys.Lett.* **73**, 2594-2596 (1998).
- [13] R.Brunner, O.Marti, O.Hollricher, “*Influence of environmental conditions on shear-force distance control in near-field optical microscopy.*” *J.Appl.Phys.* **86**, 7100-7106 (1999).
- [14] C.Durkan, V.Shvets, “*Investigation of the physical mechanisms of shear-force imaging.*” *J.Appl.Phys.* **80**, 5659-5664 (1996).

- [15] J.Chen, “*Scanning Tunneling Microscopy.*” Oxford University Press, cap.9 (1992).
- [16] P.Muralt, D.W.Pohl, W.Denk, “*Wide-range, low-operating-voltage, bimorph STM: Application as potentiometer.*” IBM J.Res.Develop. **30**, 443-450 (1986).
- [17] J.R.Matey, R.S.Crandall, B.Brycki, B.A.D.Briggs, “*Bimorph-driven x-y-z translation stage for scanned image microscopy.*” Rev.Sci.Intrum. **58**, 567-570 (1987).
- [18] “*A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy.*” Nota tècnica de Park Scientific Instruments.
- [19] E.Betzig, J.K.Trautman, T.D.Harris, J.S.Weiner, R.L.Kostelak, “*Breaking the Diffraction Barrier: Optical Microscopy on a Nanometric Scale.*” Science **251**, 1468-1470 (1991).
- [20] J.A.Veerman, A.M.Otter, L.Kuipers, N.F.van Hulst, “*High definition aperture probes for near-field optical microscopy fabricated by focused ion beam milling.*” Appl.Phy.Lett. **72**, 3115-3117 (1998).
- [21] M.Ohtsu, “*Progress of High-Resolution Photon Scanning Tunneling Microscopy Due to a Nanometric Fiber Probe.*” IEEE/OSA J.of Light. Technol. **13**, 1200-1221 (1995).
- [22] R.Stöckle, C.Fokas, V.Deckert, R.Zenobi, B.Sick, B.Hecht, U.P.Wild, “*High-quality near-field optical probes by tube etching.*” Appl.Phys.Lett. **75**, 190-162 (1999).
- [23] R.C.Reddick, R.J.Warmack, T.L.Ferrell, “*New form of scanning optical microscopy.*” Phys.Rev.B **39**, 767-770 (1989).
- [24] A.Sayah, C.Philipona, P.Lambelet, M.Pfeffer, F.Marquis-Weible, “*Fiber tips for scanning near-field optical microscopy fabricated by normal and reverse etching.*” Ultramicroscopy **71**, 59-63 (1998).
- [25] T.Pangaribuan, S.Jiang, M.Ohtsu, “*Two-step etching method for fabrication of fibre probe for photon scanning tunnelling microscope.*” Elect.Lett. **29**, 1978-1979 (1993).
- [26] T.Yatsui, M.Kouroggi, M.Ohtsu, “*Increasing throughput of a near-field optical fiber probe over 1000 times by the use of a triple-tapered structure.*” Appl.Phys.Lett. **73**, 2090-2092 (1998).
- [27] X.Borrisé, “*Disseny d’un microscopi d’efecte túnel per aplicacions optoelectròniques.*” Memòria del treball d’investigació de tercer cicle (1996).