

OBSERVANDO A TRAVÉS DE LAS INTERACCIONES

MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA EN LA UCEN

Juan Luis Palma

Doctor en Ciencias Mención Física

Esteban Landaeta

Doctor en Química

¿Qué es observar? Parece una pregunta simple, pero si lo pensamos bien, la observación como la concebimos a diario es mucho más que recibir luz a través de nuestros ojos. La luz es una onda electromagnética propagándose a través de un espacio que interactúa con unos receptores en la parte posterior de nuestro globo ocular. Estos receptores transforman esta interacción en pulsos eléctricos que nuestro cerebro percibe e interpreta como "la visión". Entonces, observar es una forma de interacción de las ondas electromagnéticas con la materia, la cual es transformada en pulsos eléctricos e interpretadas por una especie de computador que procesa los datos y los interpreta, este computador es el cerebro. Así, a través de las interacciones podemos observar muchos efectos naturales, y mediante esta caracterización se pueden controlar ciertos efectos para ser aplicados a nuevas tecnologías. En este artículo revisaremos los aspectos más comunes, e introduciremos la historia de la microscopía por fuerza atómica, y si, tal como acabas de leer, esta es una microscopía distinta la cual basa su observación por la fuerza de interacción entre átomos, y otras interacciones.

Para comenzar a entender esta microscopía, pensemos primero en una sonda, una punta unida a una barra plana. Esta barra plana técnicamente se conoce como cantiléver, y esta punta va "tocando" una muestra que puede medir centímetros, pero va generando un mapa microscópico de la topografía de la superficie. Para aterrizar un poco el concepto, podemos

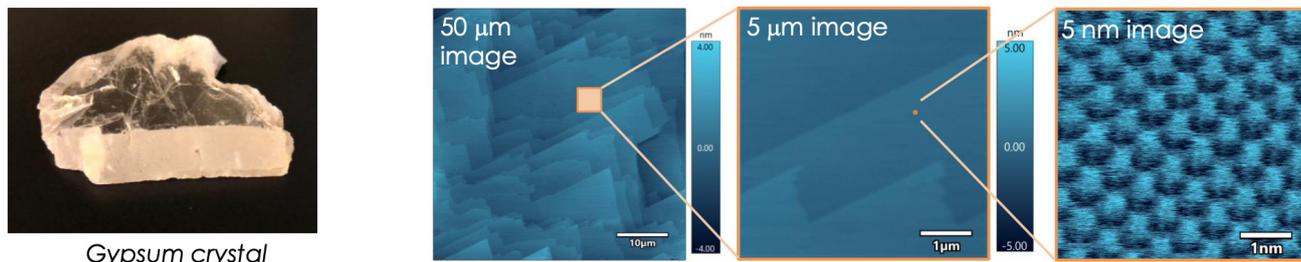
pensar en este sistema como algo similar al sistema que utiliza un tocadiscos. Imaginemos que la punta que quiere sondear la muestra (que quiere tocar e interactuar con la muestra) es la aguja del tocadiscos, e imaginemos que el disco es la muestra. El principio de la microscopía por fuerza atómica, es similar al efecto que produce la aguja cuando pasa por los surcos del disco, claro que en vez de producir un sonido como ocurre en el tocadiscos, el microscopio por fuerza atómica produce una imagen topográfica de lo que va "tocando".



Cantiléver observado con un microscopio óptico con un aumento de 1500 veces el tamaño real del cantiléver. Se puede observar la punta, que termina en un radio de curvatura de 7 nm, pero que en esta imagen no se puede distinguir ese radio de curvatura, para eso necesitamos una imagen de un microscopio FESEM (Field Emission Electron Beam Microscopy) con aumentos de 200 mil.

Las imágenes que se pueden obtener con este tipo de microscopía son del orden

de nanómetros, y a veces se obtiene una resolución sub-nanométrica. Recordemos que un nanómetro es la millonésima parte de un milímetro. Para entender mejor esta escala, imaginemos lo siguiente; considere un grano de sal promedio, un grano de sal promedio tiene de ancho cerca de un milímetro, lo que corresponde a un millón de nanómetros. Así, si bajamos en la escala de medida, podemos llegar al tamaño de una célula de sangre; un glóbulo rojo, el cual mide cerca de dos mil nanómetros, una bacteria puede rondar entre dos mil a quinientos (500) nanómetros, un virus como el coronavirus mide cien nanómetros, las cadenas de proteínas o el ADN están en la escala de uno a decenas nanómetros, y las moléculas de 1 nm hacia abajo. Un microscopio de sonda de barrido puede obtener imágenes en todas estas escalas, bueno desde cien mil nanómetros hacia abajo, y podemos resolver hasta bajo un nanómetro. Un microscopio no detecta más de 100 micras, porque tomaría mucho tiempo y generaría mucha información. Con un microscopio con lentes ópticas, solo podemos alcanzar resoluciones máximas que tienen que ver con la longitud característica de la luz, es decir el rojo tiene una longitud de onda cercano a los 700 nm, y el azul nos permite ver hasta un rango de 400 nm, cercano al UV visible. Para bajar de esta escala, debemos observar con otro tipo de microscopios, conocidos como microscopios de electrones. Los microscopios de electrones, como su nombre lo indica, disparan electrones a una muestra y luego los electrones son eyectados de la muestra y se reciben en



Gypsum crystal

Figura 1

Cristal de Gypsum. Imagen de 50 micrómetros, 5 micrómetros y 5 nanómetros, en dónde es posible observar el ordenamiento atómico de la estructura. [1].

un detector del microscopio, el cual genera una señal que permite reconstruir la imagen. Pero no es tema de este artículo, quizás en una edición futura podamos hablar de este tipo de microscopios que fueron inventados ya hace más de 100 años.

Volviendo al microscopio de sonda de barrido, este fue diseñado en 1982 por el físico suizo Heinrich Rohrer en conjunto con el físico alemán Gerd Binnig, ambos trabajaban en la empresa IBM en Zurich, e investigaban acerca de microscopios ópticos y electrónicos. Ambos desarrollaron el microscopio STM (Scanning Tunneling Microscope, microscopio de escaneo basado en efecto Túnel) que es un microscopio de efecto túnel, el cual permite ver átomos individualmente. El efecto túnel, es un efecto cuántico, es decir un efecto que ocurre a dimensiones muy pequeñas, del orden de las dimensiones del átomo y de partículas subatómicas. Las partículas de este tamaño no obedecen a la mecánica clásica convencional a la que estamos más acostumbrados a entender, y a esa escala las partículas se pueden comportar como una partícula de materia o como una onda que se propaga por el espacio y ... ¿Cuándo se transforman a una onda o a una partícula? bueno, la respuesta es "cuando lo requieran". Esta capacidad de transformarse en ondas les permite atravesar barreras que están en su camino, conocidas en física como "barreras de potencial". La barrera potencial no hay que pensarla como una pared, aunque la similitud es interesante, ya que el concepto de potencial viene de la descripción de energía, y la primera energía potencial que se analizó fue la energía potencial

gravitatoria que tiene que ver con la altura (recordemos la fórmula de nuestros primeros cursos de física $U = mgh$), por lo que al pararme en una pared más alta, tendré más energía potencial. Si me lanzo de esa pared, mi energía potencial se empieza a transformar en energía cinética debido al movimiento que voy adquiriendo con la caída. Entonces, una partícula cuántica puede transformarse en onda, y esto le permite atravesar una barrera potencial, es decir barreras que son mayores a la energía cinética de la partícula cuántica. Un ejemplo, caricaturesco de este efecto, es pensar en camión que debe pasar por una montaña, para poder hacerlo, el camión debe subir la montaña y luego descender por la otra cara de la montaña. Si el camión fuese una partícula cuántica, puede transformarse en onda al llegar a los pies de la montaña y atravesar como si estuviese pasando por un túnel, solo que el túnel no existe. En este ejemplo, la altura de la montaña es la energía potencial, o barrera de potencial, la energía cinética se representa con el esfuerzo que debe hacer el camión para subir y bajar por encima de la montaña, y el efecto túnel es el efecto de no necesitar subir y bajar la montaña, si no que el camión se transforma en onda para poder atravesar la montaña a través de su base, como si hubiese un túnel.

Las partículas cuánticas tienen comportamientos tan extraños como este, que aún no logramos entender ni descifrar del todo, pero algo interesante es que sin poder descifrar estos efectos, ya podemos utilizarlos. Y los utilizamos diariamente en nuestros computadores o smartphones. Ya lo decía quién fue nombrado el padre

de la nanotecnología, el profesor Rychard Feynman, en una de sus cátedras: "no hay leyes físicas que nos impidan controlar los átomos de manera individual", y una de sus frases más célebres "Hay mucho espacio en el interior" (There's a plenty room at the bottom). La frase del profesor Feynman hacía referencia a que el control de los átomos es difícil de hacer, pero no imposible, nos cuesta porque somos algo grandes para esa escala, y también algo torpes. Pero con el pasar de los años, hemos podido avanzar de manera increíble, a mi parecer, en el control de estructuras del orden de los nanómetros. Una prueba de esto, es la tecnología de 7 nm que usamos hoy en día en nuestros procesadores. Los profesores, Heinrich Rohrer y Gerd Binnig recibieron el premio nobel en 1986 por sus descubrimientos acerca de la microscopía STM. Más información de estos descubrimientos, y de cómo se expandió la técnica de esta microscopía a través de Europa y el mundo se puede ver en el siguiente documental "40 años viendo átomos", preparado por unos queridos colegas y colaboradores de España; disponible en el link de la Ref. [2] o escaneando el siguiente código QR:

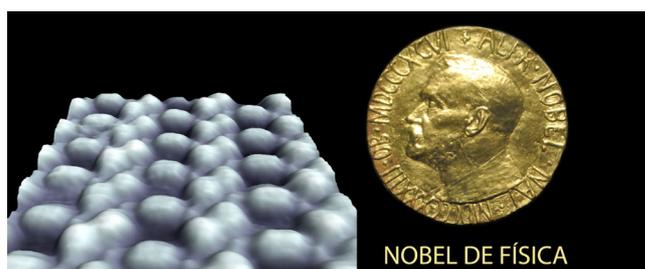


Figura 2

Primera imagen de átomos en una superficie, obtenida en 1982 por los ganadores del Nobel en física, H. Rohrer y G. Binnig. "40 años viendo átomos" Ref [2].

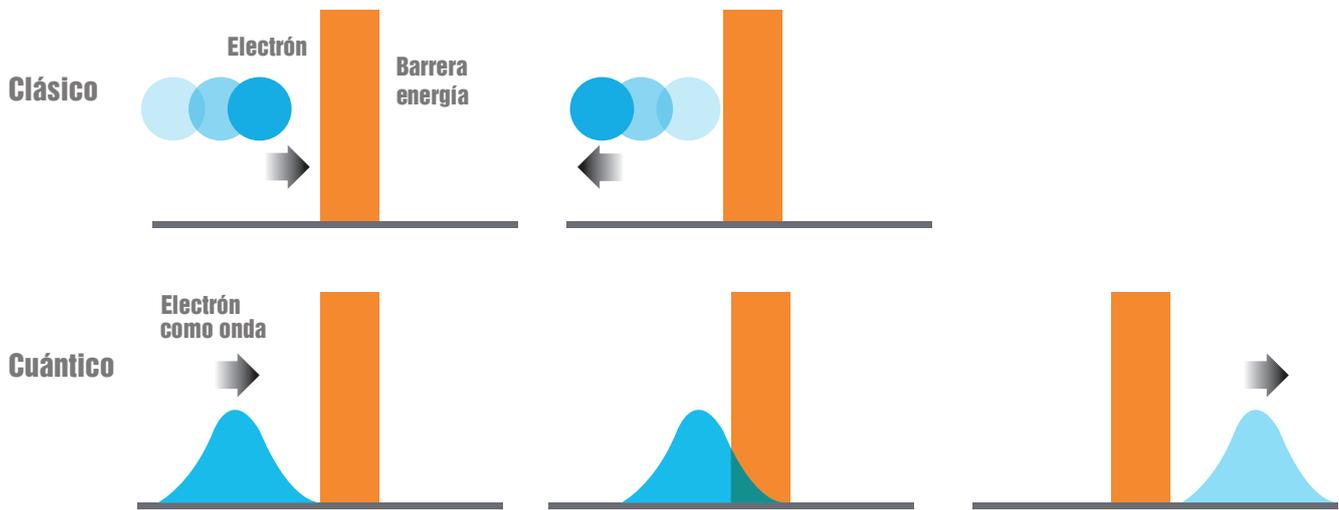


Figura 3

Representación gráfica del efecto túnel, en donde se puede ver como una partícula clásica, una pelota: rebota con una pared cuando se enfrenta a ella. Sin embargo, una partícula cuántica representada por un paquete de ondas, puede atravesar en parte esta pared [3].

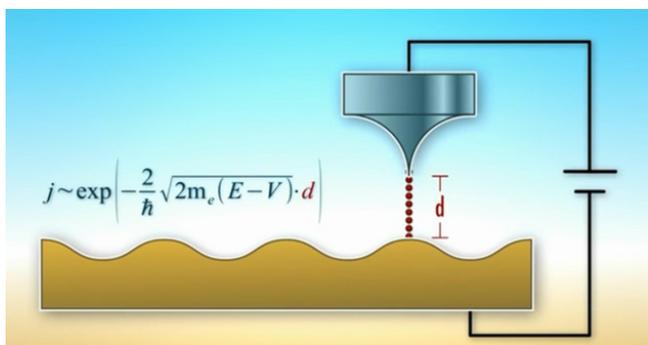


Figura 4

Solución a la ecuación de Schrodinger, que expresa la corriente de túnel en función de la distancia de la punta a la muestra [3]

En 1986, los descubridores del microscopio de efecto túnel, inventaron lo que hoy conocemos como Microscopio por Sonda de Barrido, o Microscopio de Fuerza Atómica (AFM, por sus siglas del inglés, Atomic Force Microscopy). El microscopio utiliza los principios de la mecánica cuántica, tal como lo habíamos mencionado, además del efecto túnel.

Para entender cómo se utiliza el efecto túnel en un microscopio de sonda de barrido, primero debemos entender que la punta que está barriendo o sondeando la superficie de la muestra, no está tocando la muestra. Al no estar tocando la muestra, solo la interacción entre la muestra y la punta es lo que estamos "sintiendo" y lo que nos deja "observar" lo que ocurre a nivel microscópico. La pregunta es, si no se toca la muestra; que es lo que está pasando información entre la punta y la superficie de la muestra? Y bueno, la respuesta es: pueden ser varias cosas, interacciones magnéticas, químicas, de fuerza de atracción o de repulsión entre moléculas (como el potencial de Van der Waals, del cual hablaremos unos párrafos más adelante), o puede ser incluso: un electrón. Imaginemos que un electrón se está moviendo por un cable conductor, y este cable está cortado, el espacio del cable cortado es un potencial que el electrón no puede atravesar (recordemos que todo esto es a escala cuántica, por lo tanto el espacio que hay en el cable cortado también tiene dimensiones cuánticas), así el electrón se transforma en onda para poder moverse en este espacio, es como si el electrón saltara entre dos muros para no caer al suelo. Luego de haber "saltado", el electrón se vuelve a transformar en una partícula cuando alcanza el otro extremo del cable. Similar a lo que se muestra en la figura anterior, en donde se observa una distancia entre la punta y la muestra, y existe una

interacción mediada por una distancia, la corriente j de interacción que hay entre la punta de la sonda y la muestra es la solución a la ecuación de Schrödinger y nos permite describir esta interacción. Un láser, encima de esta punta, específicamente, encima de la barra que sujeta la punta, conocida como cantiléver, nos permite ir reproduciendo la interacción entre la sonda y la muestra, tal como se muestra en la figura:

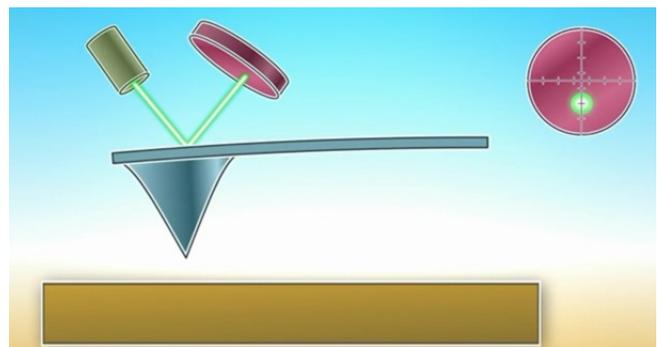


Figura 5

Esquema simplificado del funcionamiento de un AFM, dependiendo de la distancia entre la punta de la aguja a la muestra la fuerza puede ser atractiva o repulsiva generando una desviación del cantiléver, que es registrado por el cambio de dirección de un rayo láser enfocado hacia un fotodiodo [3].

Con permiso del lector no científico, a continuación se describirán brevemente las fuerzas con las que interactúan la punta y la muestra, luego volveremos a nuestras descripciones menos técnicas de la física que involucra este tipo de microscopía. Las fuerzas que la sonda genera sobre la muestra quedan descritas por lo que se conoce como el potencial de Lennard Jones, que tiene un término de atracción que va como el inverso de la distancia a la sexta, que es conocido como el término de Van Der Waals, y un término de repulsión, que va como el inverso de la distancia a la doceava potencia. Más allá de los valores de los exponentes de las potencias en cada término del potencial de Lennard Jones (los cuales se ajustan a mediciones experimentales), lo importante es que hay una competencia entre un término atractivo o repulsivo dependiendo de la distancia entre la punta de la aguja y la muestra, entonces, dependiendo de la distancia, existirá una atracción o una repulsión de la sonda hacia la muestra. El potencial de Lennard Jones se utiliza para modelar la interacción entre 2 partículas a escala atómica por ejemplo moléculas o átomos.

Así, finalmente, nuestra sonda puede generar imágenes de la topografía de la superficie de la muestra, es como si pusiéramos una sábana mojada sobre una superficie cualquiera.

Lo que hemos analizado hasta ahora, son interacciones atómicas, pero en un microscopio de fuerza atómica es posible tener más interacciones y más modos de interactuar con la muestra. Por ejemplo, existe el modo tapping, el cual consiste en ir avanzando con la sonda sobre la muestra e ir tocándola periódicamente, como si estuviéramos haciendo puntillismo sobre la muestra, hasta generar una imagen. Otro modo es el modo contacto, en el cual la sonda está en constante contacto con la muestra, como si pasáramos un pincel sobre un telar de forma continua. Otro modo, y es el que hemos descrito anteriormente, es el modo de no-contacto, el que utiliza el STM, en donde la sonda se encuentra a una distancia de la muestra y genera imágenes por distintas interacciones con la muestra. Estas interacciones pueden ser de fuerza, magnéticas, electroquímicas, de conductividad entre otras. Sumando los modos, y las interacciones hasta ahora contamos con un microscopio en la Universidad Central de Chile, de Oxford Instrument de Asylum Research, modelo Jupiter XR que tiene 26 modalidades y que puede hacer varios modos de barridos de fuerza, puede dibujar a escala nanométrica haciendo nanolitografía, puede controlar el ambiente y la temperatura de la muestra, calentándola a 120°C y enfriándola a -30°C. Esto se puede acompañar del barrido con sondas Kelvin, que nos reproducen un mapa térmico de la muestra. Otra modalidad es la imagen en líquido, que nos permite hacer un barrido de fuerza atómica con la sonda y la muestra sumergidas en líquido, esto es muy útil para biología o análisis de fibras, debido a que permite hacer imágenes y estudiar el comportamiento de las fuerzas con muestras íntegras que no se han deshidratado. También existe la caracterización nanoeléctrica, la cual puede generar mapas de conductividad de la muestra, o un mapeo de las cargas electrostáticas de la superficie de la muestra. También se puede mapear la fuerza magnética de la muestra, la capacitancia, frecuencia y resonancia. Finalmente, dentro de las caracterizaciones mecánicas nos permiten generar mapas topográficos de viscoelasticidad, resonancia de contacto, curvas de fuerzas, mapas de

fuerzas, y mapas de fuerza bimodal, esto nos permite conocer los parámetros elásticos de una muestra, como lo es el módulo de Young a una escala micrométrica, e incluso, generar un mapa de como este módulo va cambiando sobre la superficie. La imagen muestra un esquema resumido de lo que en principio, puede realizar el microscopio Jupiter XR de la Universidad Central de Chile.

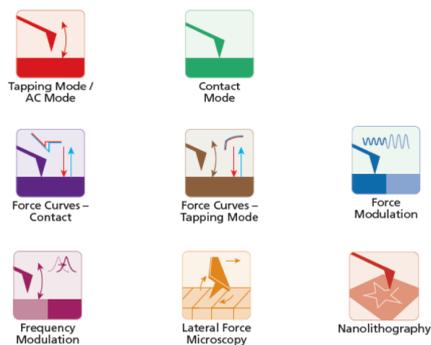
Queremos mostrar algunas técnicas para entender cómo podemos observar con la interacción en este tipo de muestras. Para poder repasar las técnicas, primero queremos mostrar los accesorios que nos permiten ver este tipo de imágenes. Estos accesorios modifican las propiedades de la muestra que se requiere analizar, y es por esto por lo que es importante conocerlos mientras describimos como podemos observar mediante interacciones.

NanoRack:

El accesorio de estiramiento, conocido como NanoRack para el de la marca Oxford Instrument, es una plataforma de estiramiento manual de alta tensión y alto recorrido que proporciona control de muestras cargadas a tracción y compresión de hasta 80 N, es como dejar colgar 80 kilogramos en una muestra, y cuando se estire, el microscopio nos permite medir su microestructura, obteniendo así la micrografía de muestra mientras esta se deforma. El accesorio de estiramiento de muestras permite la medición directa de las propiedades a nanoescala de los materiales mientras controla la tensión a la que se encuentra el material. Este accesorio proporciona control de tensión de dos ejes de muestras bajo diferentes cargas, además integra medidas de fuerza con las imágenes AFM que se pueden tomar a microescala y devuelve datos de tensión y deformación. El escenario es compatible con una amplia variedad de técnicas de imágenes, incluido el modo de contacto y tapping para la caracterización de la topografía de la muestra y, entre otros, el modo de mapeo viscoelástico AM-FM. Este accesorio sirve para investigar las propiedades nanomecánicas de los materiales. El NanoRack es ideal para una amplia gama de aplicaciones, incluidas mediciones de resistencia adhesiva en polímeros, deformaciones inducidas por tensión y agrietamiento en una variedad de materiales biológicos [4] e inorgánicos [5].

✓ Versatility (accessories, techniques, multi-use)

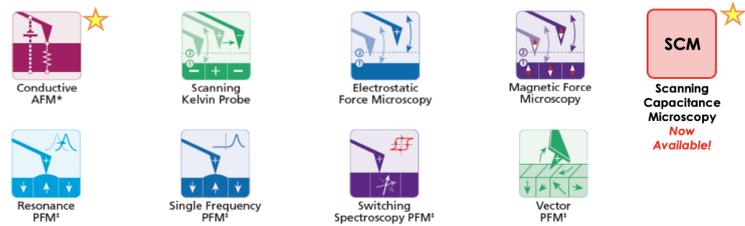
✓ Topography and more



✓ Environmental control



✓ nanoelectrical characterization



✓ nanomechanical characterization



Figura 6

Las diferentes técnicas y accesorios que ofrece el microscopio Jupiter XR instalado en la Universidad Central de Chile [1].

Para demostrar la funcionalidad del accesorio NanoRack, se estiró una membrana microporosa y se tomaron imágenes con una tensión creciente. La membrana microporosa es conocida comercialmente como Celgard[®], esta membrana microporosa de polipropileno se utiliza como separador de baterías de iones de litio entre los electrodos de la batería [6]. Además de ser una membrana electroquímicamente estable, la membrana microporosa debe ser mecánicamente robusta para soportar cualquier tensión durante el proceso de montaje y durante la vida útil de la batería.

La membrana Celgard se colocó en el NanoRack y se tomaron imágenes sin aplicar ningún estrés. Los distintivos poros asimétricos y altamente orientados de la membrana están bien resueltos en la imagen de 3 μm .

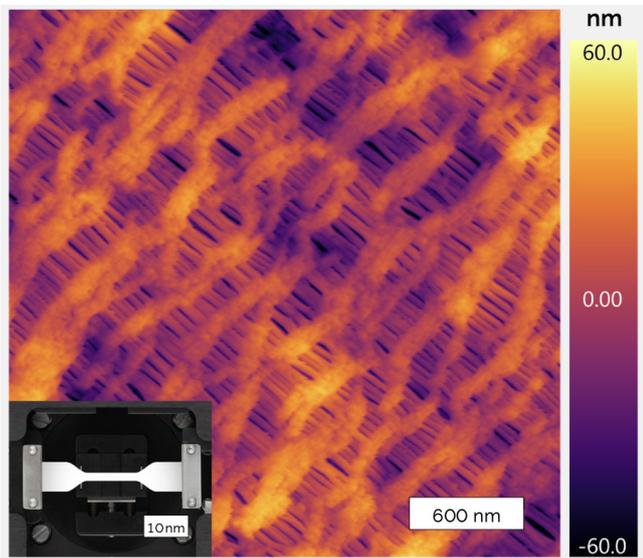


Figura 7

Imagen de altura AFM de la membrana (Celgard). Imagen en modo tapping a 4 Hz. Recuadro: muestra de membrana Celgard (muestra blanca) sujeta en su lugar dentro del NanoRack Ref [7].

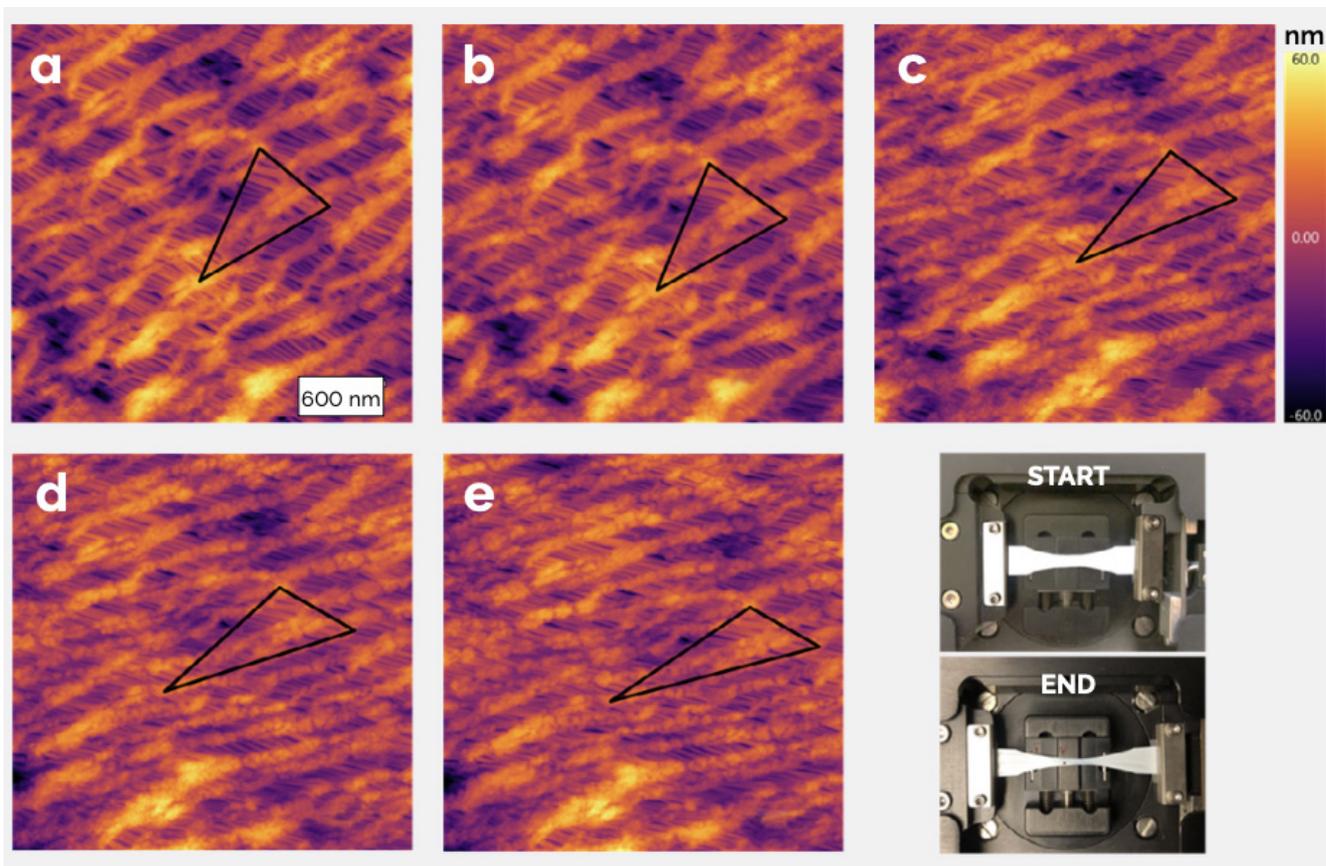


Figura 8

Imágenes consecutivas de altura AFM de una membrana (Celgard) mientras se estira en el NanoRack. Se dibujan triángulos para ayudar a guiar al lector a través de los cambios de la muestra a medida que se estira. La imagen inferior derecha muestra la muestra montada en el NanoRack al principio (INICIO) y al final (FIN) del experimento [5].

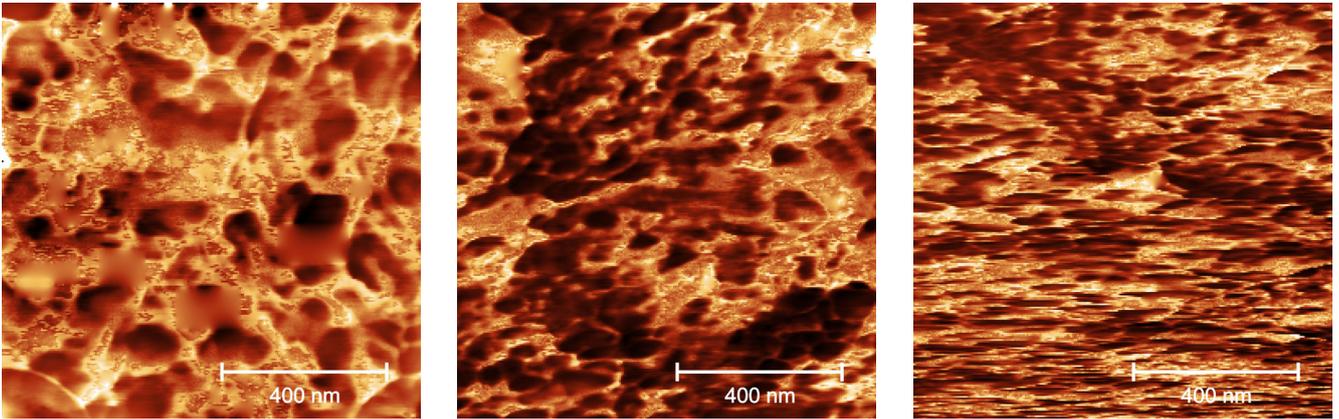


Figura 9

Imágenes de la fase del barrido AFM, tomadas en el laboratorio de microscopía AFM de la Universidad Central de Chile. La muestra corresponde a un polímero llamado BOPP (bi oriented axial PolyPropilene), cortesía del laboratorio de Sistemas NO-Lineales del profesor Juan Francisco Fuentealba de la Universidad Central de Chile. La muestra sin estiramiento es la de la izquierda, corresponde a 0 N, y luego fue estirada con 14 N y 27 N (de izquierda a derecha sería entonces 0, 14 y 27 N de fuerza). Entonces si tomamos una tira de este material y le colgamos 27 kilogramos, entonces el material se deforma tal como se muestra en la imagen de la microestructura.

Modulo de Campo Magnético Variable:

El módulo de campo variable (VFM4, Variable Field Module) es un accesorio para los microscopios de fuerza atómica (AFM) Jupiter XR de Asylum Research, que permite aplicar un campo magnético ajustable ya sea en el plano con la muestra o fuera del plano mientras realizan se mediciones AFM simultáneamente. Aunque se utiliza con mayor frecuencia junto con la microscopía de fuerza magnética (MFM), el VFM4 también se puede utilizar con técnicas como el AFM conductivo (CAFM), para medir directamente la magnetorresistencia a nanoescala y en diversas muestras, incluidos materiales piezoeléctricos y ferroeléctricos. Ninguna otra solución comercial ofrece las mismas capacidades, versatilidad y facilidad de uso para la investigación sobre propiedades magnéticas. Ref. [8].

Para medir la magnetización de una muestra es necesario barrer con una sonda que responda a esta magnetización, es por esto que la punta que se utiliza tiene un recubrimiento de un material magnético. Las distancias con la que la punta interactúa con la muestra, es la distancia más grande con la que los microscopios de barrido funcionan, las puntas se pueden llegar a levantar 100 nanómetros de la muestra, y siguen sintiendo la interacción. Esto es 100 veces más que un barrido de microscopía de tuneleo normal.

El accesorio VFM4, alcanza campos en el plano de 1T, y una sensibilidad de 1G, el cual es el campo magnético producido por la Tierra. Fuera del plano, alcanza campos de 1250G, pero se puede aumentar poniendo imanes permanentes. En pruebas de laboratorio, y como científicos exploradores de las posibilidades, hemos puesto imanes permanentes alcanzando campos de 3500G. Varias son las muestras que hemos medido en el laboratorio, pero queremos destacar los sistemas de antidots con anisotropía en el plano y unos dots con anisotropía fuera del plano.

Los sistemas de antidots corresponden a películas planas que contienen agujeros. Un dot, es un punto, lo podemos imaginar en sistemas magnéticos como una pastilla, como una moneda puesta sobre un sustrato plano. Un anti-dot, es una anti estructura del dot, por lo que representa un agujero. La idea de poner agujeros en una película continua, es que una de las propiedades de los imanes es lo que se conoce como “coercitividad o campo coercitivo”, y este campo está relacionado con la “fuerza magnética” que tiene un imán. Los imanes planos, como una hoja de papel, como una lámina delgada, se utilizan en la industria de sensores o de grabación magnética. El campo coercitivo viene dado por los defectos cristalinos que pueda tener este imán, y al introducir agujeros, estamos controlando los defectos que tiene el material. Los agujeros que logramos introducir con técnicas de litografía son de algunas decenas de nanómetros, para este caso que estamos presentando en particular, son de ancho de 80 nanómetros y los vamos alargando hasta 320 nanómetros, así controlamos la dirección de fácil imanación de la película, la que es conocida como la anisotropía magnética de la película.

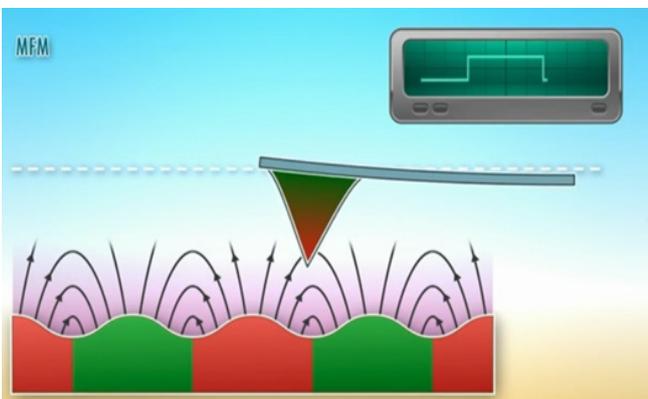


Figura 10

Imagen: la imagen muestra un esquema del barrido de fuerza magnética. en la esquina superior, no se ve la topografía ondulada, si no que se muestra como se dibuja los dominios magnéticos, que corresponden a las zonas cuadradas (rojas y verdes del esquema de la muestra). A la derecha el accesorio de aplicación de campo. Ref [8].

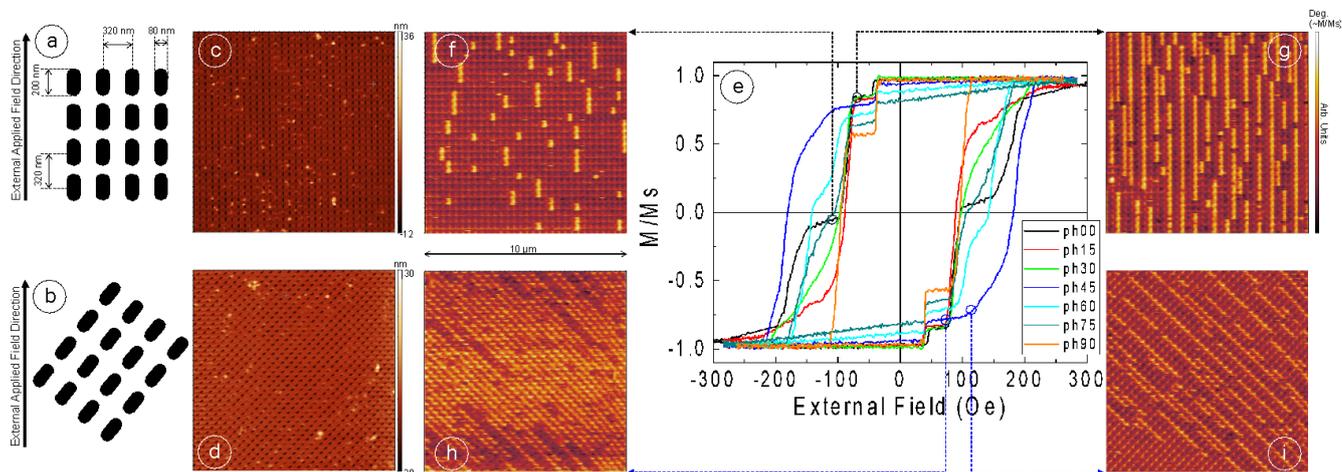


Figura 11

Esquema de los conjuntos de antidotos, con eje largo de 200 nm, con dirección de campo aplicada en (a) 0° y (b) 45°. (c, d) Topografía por microscopía de fuerza atómica. (e) Curvas de histéresis (bucles de magnetización) en diferentes direcciones del campo aplicado y la imagen de la magnetización por MFM para el campo aplicado en (g) 0° (curva negra) con una intensidad de campo externo de 92 Oe y (f) 118 Oe, y el campo aplicado campo a 45° (curva azul) con una intensidad de campo externo de (h) 85 Oe y (i) 118 Oe. El ancho en la dirección horizontal, de cada bucle, representa la coercitividad de la muestra en las distintas direcciones del campo aplicado.

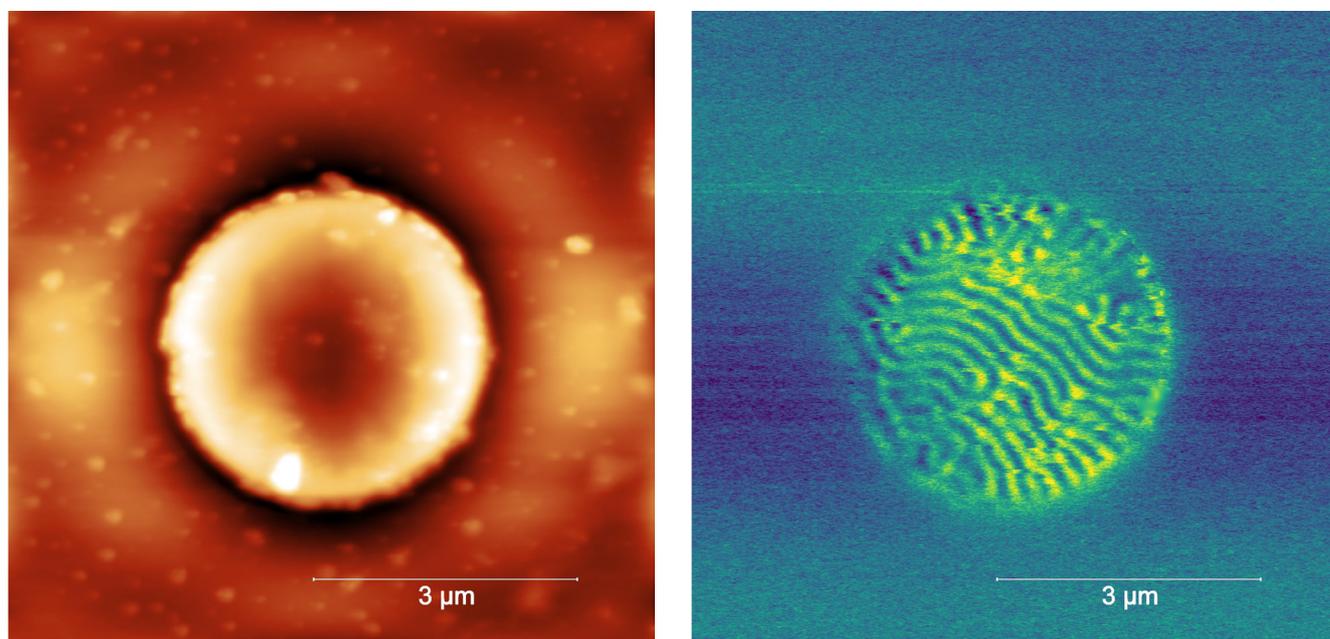


Figura 12

Topografía de un dot de 3 micras de un material magnético formado por multicapas de Ta(4[nm])/Pt(3.8[nm])/Co(1.9[nm])/Ta(1.7[nm]) × 15/Ta(4[nm]). A la izquierda se pueden observar los dominios magnéticos que forman líneas (stripes) en la configuración magnética del imán micrométrico. Este tipo de material es estudiado para generar aumentar la densidad de almacenamiento de información.

Al aplicar campos magnéticos con el VFM4, podemos observar la formación de distintas zonas de imanación en la película, en particular observamos las zonas donde la magnetización cambia de dirección, que es lo que se conoce como paredes de dominio. Los invitamos a leer los artículos anteriores de divulgación de la revista Ingeniería al Día, en donde se tratan más a fondo estos temas. Estas paredes de dominio, representan la imanación legible por un cabezal lector, que es el principio que utilizan nuestros discos duros y las memorias de acceso aleatorio.

Obteniendo imágenes de AFM inmersos en un Líquido:

La obtención de imágenes en líquido, es decir; imágenes en donde la muestra y el cantilever están completamente sumergidos en un líquido (como si hiciéramos AFM submarino) se puede lograr mediante el uso de un soporte removible que es compatible con distintos líquidos y con la tecnología de lectura del láser del microscopio. La obtención de imágenes es fácil de configurar, estable en el tiempo y da como resultado se pueden obtener imá-

genes de alta calidad de una amplia gama de muestras, como moléculas, biomateriales y diversos recubrimientos.

Los experimentos en ambiente líquido, pueden realizarse en muestras de moléculas de ADN hasta en proteínas y dispositivos que necesiten mantenerse hidratados para que no pierdan sus propiedades físico-químicas. El accesorio compatible con líquidos y la tecnología de lectura del láser permiten obtener imágenes líquidas en el AFM Jupiter XR. Se pueden adquirir datos de alta resolución en agua u otros líquidos.

El accesorio removible para líquidos del Jupiter XR, está fabricado de PEEK químicamente inerte y está equipado con una membrana de Viton® para crear un entorno semisellado cuando se utiliza con el soporte de muestras CellLite®. La membrana evita la evaporación durante los experimentos y protege el escáner Z del contacto con el líquido. El soporte removible para líquido tiene un módulo de identificación dedicado que se conecta al AFM y

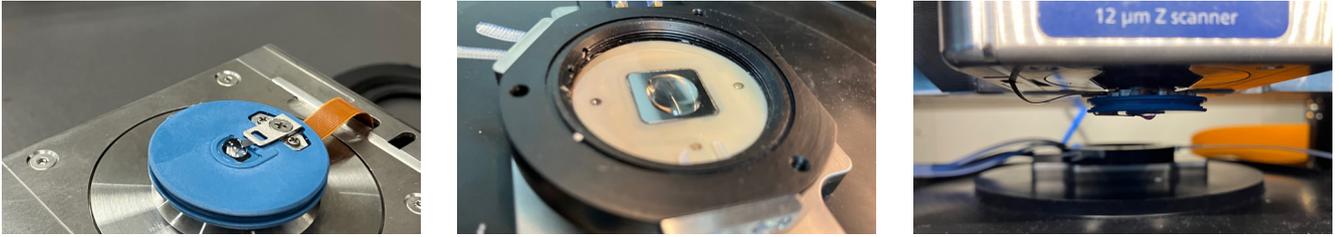


Figura 13

Cantilever sumergido en líquido, muestra sumergida en líquido, cantilever acercándose a la muestra. Todas estas imágenes fueron tomadas en el laboratorio de la Universidad Central de Chile. Ambos sistemas, cantilever y muestra, deben estar con líquidos antes de entrar en contacto, ya que si no el cantilever se puede quebrar debido a la tensión superficial que presenta el líquido.

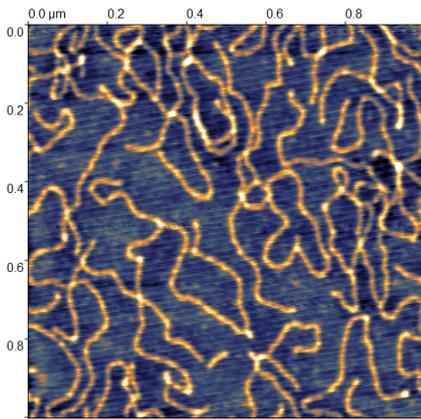


Figura 14

Fibras de ADN tomadas en el laboratorio de la Universidad Central de Chile en atmósfera ambiente, con humedad ambiente relativa normal. Este tipo de muestras biológicas pueden mantener mejor su integridad al ser tomadas las fotografías con el sistema del Liquid AFM. El tamaño de la imagen es de una micra. Las muestras son cortesía de la Dra. Romina Muñoz de la Universidad Autónoma de Chile.

permite la identificación automática del software, la configuración y el uso rápido.

Cantilever sumergido en líquido, muestra sumergida en líquido, cantilever acercándose a la muestra. Todas estas imágenes fueron tomadas en el laboratorio de la Universidad Central de Chile. Ambos sistemas, cantilever y muestra, deben estar con líquidos antes de entrar en contacto, ya que si no el cantilever se puede quebrar debido a la tensión superficial que presenta el líquido.

Microscopía de Fuerza atómica conductiva:

El AFM conductivo mide la corriente para determinar las variaciones locales en la conductividad de la muestra. Las imágenes de la topografía y la conductividad de la muestra se adquieren simultáneamente con una resolución espacial a nanoescala, lo que permite correlacionar las propiedades eléctricas locales con la morfología de la muestra. Se pueden realizar mediciones de corriente eléctrica que van desde picoamperios hasta microamperios en una amplia gama de muestras, incluidas películas dieléctricas delgadas, películas ferroeléctricas, nanotubos, polímeros conductores y otros.

¿Cómo funciona? ORCA (de sus siglas en inglés que significan: Amplificador de conductancia de resistencia optimizado) es un modo de imagen AFM conductivo utilizado en los AFM de Asylum Research y consta de un soporte de sonda especialmente diseñado para medir conductividad. Se aplica polarización a la muestra mientras una sonda conductora escanea la superficie en modo de contacto. A medida que la punta escanea la superficie de la muestra, se registra cualquier flujo de corriente detectado entre la punta y la muestra y se construye una imagen de conductividad.

El soporte ORCA incluye un amplificador de transimpedancia con valores estándar de ganancia (resistencia) del amplificador que van desde 5×10^7 a 5×10^9 voltios/amperio. El soporte ORCA estándar de ganancia única tiene una sensibilidad de 2 nA/V, lo que permite mediciones de corriente del orden de 1 pA a 20 nA. El soporte ORCA de doble ganancia tiene dos amplificadores separados con sensibilidades de 1 nA/V y 1 μ A/V y puede medir un rango de corriente más amplio del orden de 6 pA a 10 μ A. Ref [8].

La alta sensibilidad y el bajo ruido de las imágenes conductivas ORCA permiten una resolución excepcional e imágenes de alta calidad. A continuación se muestra un ejemplo de tales resultados, donde las moléculas de melamina y ácido cianúrico ensambladas sobre una superficie de grafito muestran tanto el patrón Moiré como la disposición de la red molecular. Ref [8].

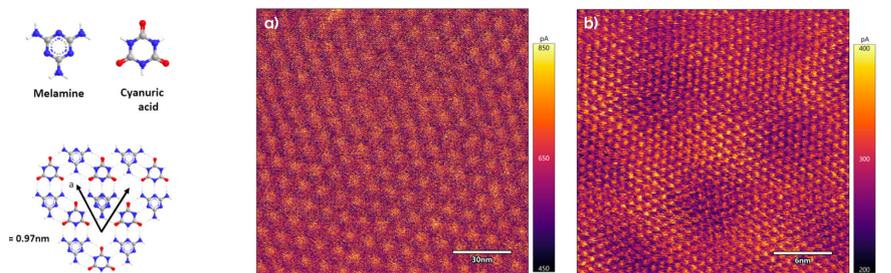


Figura 15

Cuando se depositan sobre una superficie de grafito, la melamina y el ácido cianúrico forman una red hexagonal extendida que exhibe un patrón Moiré de 12 nm y una red molecular de 0,97 nm. Las imágenes se adquirieron utilizando un soporte para AFM conductivo de ganancia única a) 6,5 Hz y b) velocidad de escaneo de 10 Hz. Imágenes tomadas de Ref [9].

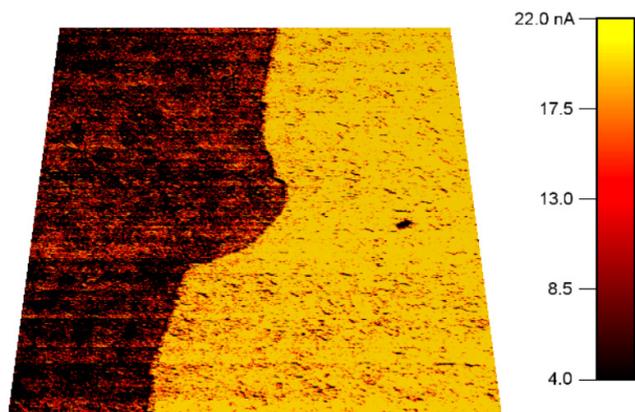


Figura 16

Vidrio cubierto de óxido de indio y estaño (ITO) con una fina capa discontinua de platino (Pt) de 60 nm encima. La región cubierta con Pt muestra una conductividad mayor que la de ITO desnudo. Imagen tomada desde Ref [9].

Nanolitografía:

La litografía es un proceso de escritura, que se realiza por medio de una estampa, de desgaste de material o de procesos complejos de quemado de materiales poliméricos y subsecuente deposición de metales en alto vacío. Para comprender más acerca de este proceso, le invitamos a leer el volumen 7 de la revista ingeniería al Día.

El proceso de escritura, en litografía, se puede llevar a cabo de varias maneras, y una de ellas, muy poco explorada por su complejidad experimental: es el proceso de escritura por oxidación anódica. La anodización es un proceso de oxidación de un material, por medio de la aplicación de un voltaje de Bias, en este caso el voltaje de Bias se aplica a la muestra directamente desde la punta del cantilever. Por lo que se obtiene una oxidación del material, pero solo en el contacto de la punta del cantilever con el material. Esto es como tener un lápiz que termina en una punta de radio de curvatura de 7 nanómetros e ir dibujando sobre el sustrato. Lo que se obtiene finalmente es una imagen formada por óxidos a distintas alturas, más precisamente, y nominalmente se tiene una escala de alturas de 256 niveles, que son los niveles que permite la escala de grises, escala que es la que está programada para ser leída por el software MicroAngelo, y que regula la altura de los óxidos que estamos dibujando.

Las posibilidades que ofrece este tipo de litografía son innumerables, y es primera vez que en nuestro país, y en el cono sur de América, se realizan pruebas de este tipo. Es un orgullo tener este tipo de sistemas en nuestra Universidad Central de Chile.

Para hacer litografía de anodización, es necesario mantener la humedad del ambiente. Por lo que es necesario usar el accesorio Cooler Heater para el AFM Jupiter™ XR que enfría y calienta las muestras, de hasta 15 mm de diámetro, de -30°C a +120°C, al tiempo que permite obtener imágenes de alta calidad. El CoolerHeater es un accesorio ideal para una amplia gama de experimentos controlados térmicamente.

Patrón de litografía de 1 micra del logo de la Universidad Central de Chile, este es la mitad de tamaño que un glóbulo rojo. El patrón está diseñado para hacer litografía, lo que se observa es la memoria que se aplica al cantilever y lo que está midiendo la fase del cantilever que escribirá la litografía por anodización.

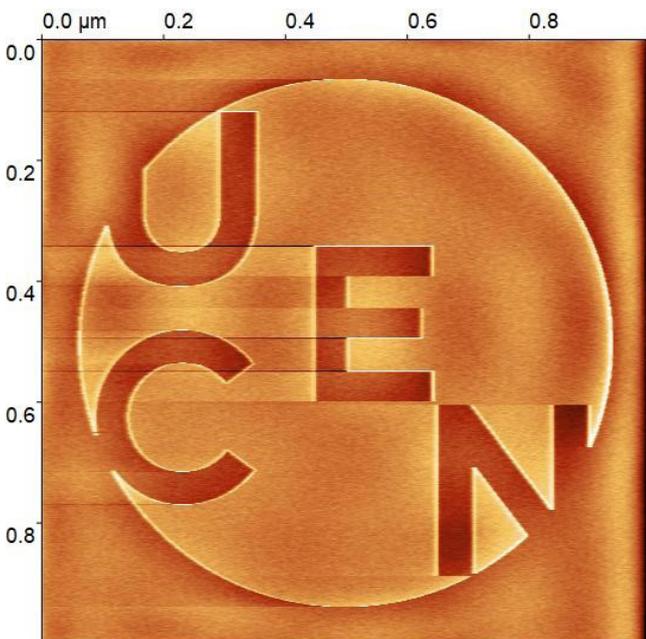
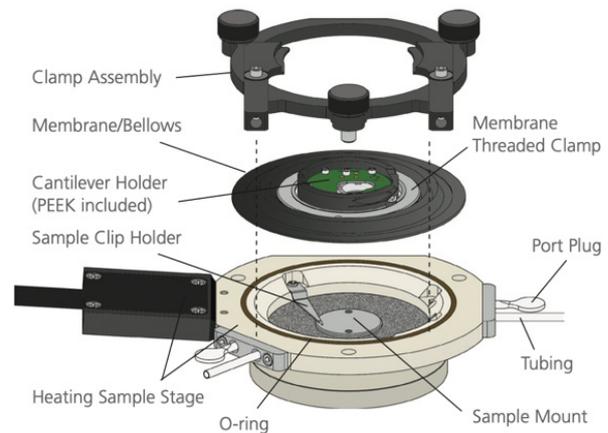


Figura 17

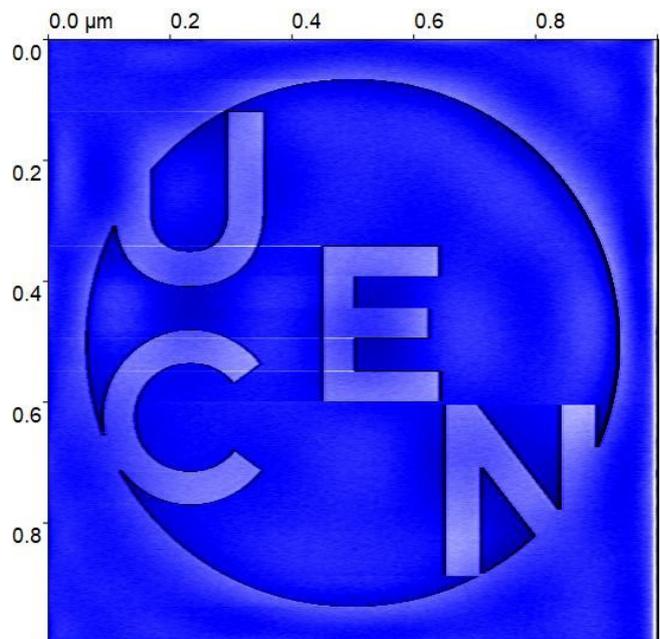
Patrón de litografía de 1 micra del logo de la Universidad Central de Chile, este es la mitad de tamaño que un glóbulo rojo. El patrón está diseñado para hacer litografía, lo que se observa es la memoria que se aplica al cantilever y lo que está midiendo la fase del cantilever que escribirá la litografía por anodización.



Schematic of PolyHeater assembly

Figura 18

Patrón de litografía, el tamaño total de la imagen es de 30 micrómetros, es una representación del famoso cuadro "The Big Wave of Kanawa", y es una litografía de anodización de óxido de Silicio sobre una oblea de Silicio con 2 nanómetros de óxido nativo. Esquema del sistema de la celda de temperatura. Ref [10].



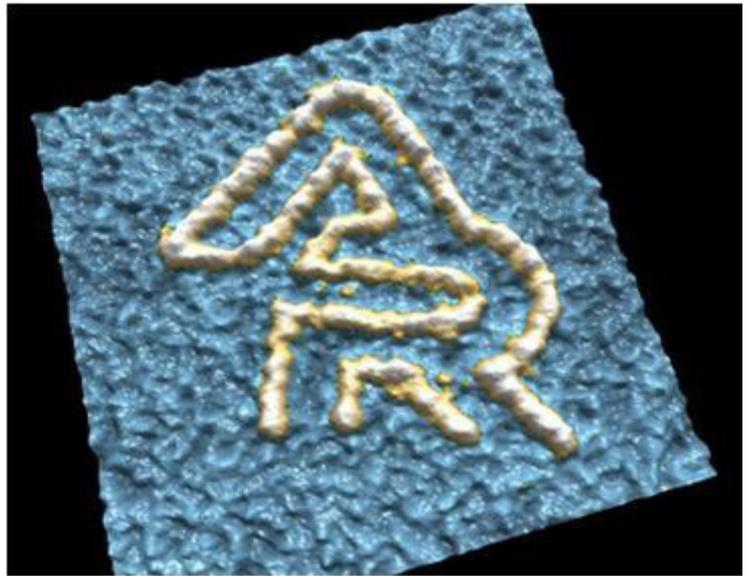
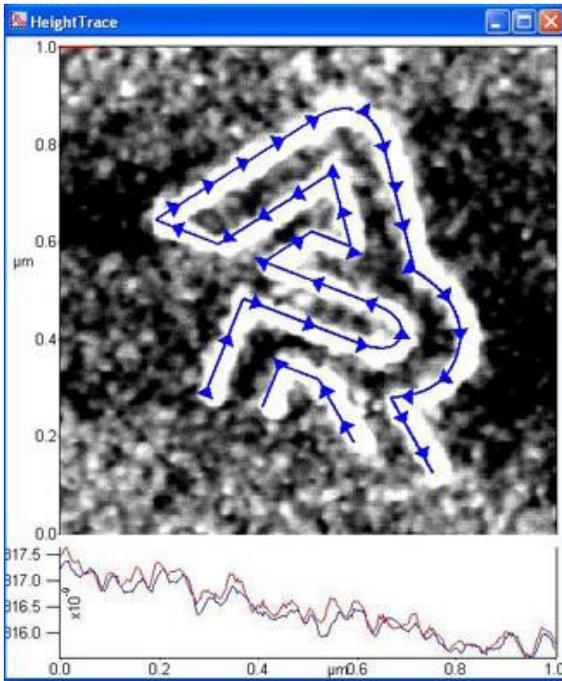


Figura 19

Un escaneo de 1 µm de litografía de oxidación anódica sobre silicio, escrito en modo AC. Este patrón se importó primero como archivo JPEG y luego se escribió con una polarización de -10 V en una punta conductora a 20 nm/s. Ref [11].

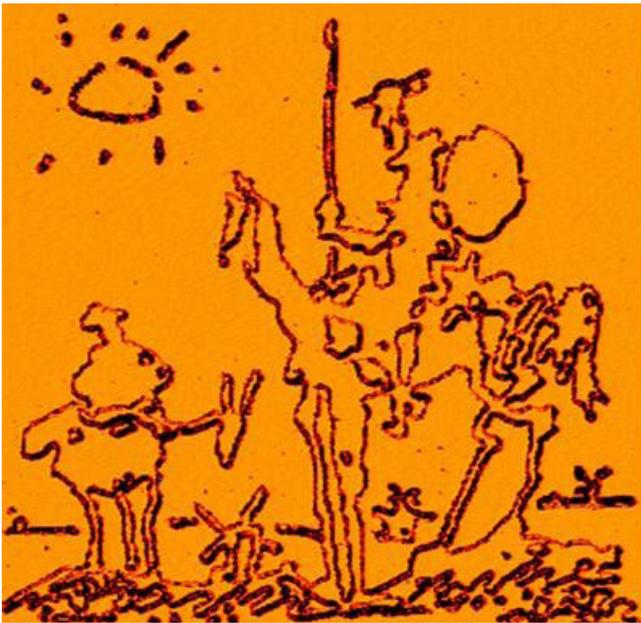


Figura 20

Nanolitografía sobre Policarbonato la que representa una imagen del Quijote de la Mancha junto su escudero Sancho Panza. Litografía de rayado (scratching), imagen escaneada de 5 µm. Imagen tomada con el AFM MFP-3D. Ref [11].

A esta altura, no profundizaremos más sobre las posibilidades que nos ofrece el microscopio Jupiter XR de Oxford Instruments a través de Asylum Research, ya que podríamos estar escribiendo un libro. Nos quedaremos con estos accesorios y técnicas nombradas, e iremos profundizando sobre las técnicas en los siguientes tomos de Ingeniería al Día, quedan muchos experimentos por hacer y cosas por descubrir.

Pero uno de los mensajes que podemos dejar como conclusión, es que la observación es una interpretación de las interacciones que podemos sentir, o mejor dicho que podemos medir e interpretar. Y qué mejor que entender estas interacciones para hacer lo que fuimos explicando a través de este artículo, controlar estas interacciones para poder utilizarlas en nuevas tecnologías y descubrimientos funcionales. Queda mucho por hacer.

Referencias:

- [1] <https://afm.oxinst.com/products/jupiter-family-of-afms/jupiter-xr-afm#>
- [2] <https://www.youtube.com/watch?v=pJ0MtKqTOco>
- [3] https://youtu.be/fivhcWYEtqQ?si=Nbp_ZrtAbIvQziNb
- [4] "Crack Propagation in Bone Captured with In Situ Mechanical Testing During AFM" O. Katsamenis, et. al, University of Southampton.
- [5] https://afm.oxinst.com/products/jupiter-family-of-afms/jupiter-xr-afm#https://afm.oxinst.com/assets/uploads/products/asylum/documents/Nanorack_10MAY2021.pdf
- [6] www.celgard.com
- [7] Brochure Oxford Nanorack
- [8] <https://afm.oxinst.com/assets/uploads/products/asylum/documents/VFM4-DS-22MAR2021.pdf>
- [9] https://afm.oxinst.com/assets/uploads/products/asylum/documents/Orcabrochure_v6.pdf
- [10] https://afm.oxinst.com/assets/uploads/products/asylum/documents/CoolerHeater_v6.pdf
- [11] <https://afm.oxinst.com/afm-gallery/>