

OBTENCIÓN DE IMÁGENES CON RESOLUCIÓN ATÓMICA DE DIFERENTES TIPOS DE SUPERFICIES POR MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA

M. Arroyave, A. Devia
Laboratorio de Física del Plasma¹
Universidad Nacional de Colombia
Sede Manizales

RESUMEN

Se han obtenido imágenes de alta resolución sobre superficies de Mica, HOPG, DLC y TiN; las imágenes han sido posteriormente filtradas, por medio de un software especializado, con lo cual se ha posibilitado reconocer el tipo de reconstrucción atómica para las superficies de DLC y TiN; las superficies de mica y DLC debido a que son ultraplanas han permitido obtener imágenes de resolución atómica muy limpias y se puede reconocer fácilmente el tipo de reconstrucción sin necesidad de filtrado. Los parámetros para la adquisición de las imágenes deben ser ajustados a cada material analizado ya que dependen principalmente de sus características morfológicas.

INTRODUCCIÓN

El desarrollo del microscopio de efecto túnel (STM) en la década de los 80, abrió una enorme gama de posibilidades en técnicas analíticas para el estudio de superficies al nivel atómico. No obstante su limitación para analizar materiales no conductores, el hecho de tomar su configuración básica como principio, facilitó rápida evolución hacia un sistema más flexible y con capacidad para analizar cualquier tipo de muestra, inclusive tejidos orgánicos, como lo es actualmente el microscopio de fuerza atómica (AFM) [1]. En la tecnología actual el AFM es el sistema más económico para lograr resolución atómica sobre cualquier tipo de material y con un mínimo de preparación de muestra; sin embargo existen ciertas limitaciones impuestas sobre todo por las características de las muestras, que dificultan la obtención de imágenes de calidad con resolución espacial atómica, siendo además importante la adecuada elección de los parámetros de medida para cada muestra en particular. En el presente trabajo se discuten aspectos experimentales sobre la obtención de imágenes de alta resolución de diferentes tipos de muestras y se dan a conocer los resultados de aplicar técnicas avanzadas de filtrado a las imágenes atómicas obtenidas [2,3,4].

¹ labplaun@manizales.cetcol.net.co

EXPERIMENTAL

Se han analizado muestras de Mica (variedad Moscovita), High Oriented Pyrolytic Graphite (HOPG), Diamond Like Carbon (DLC) depositado sobre Mica y Nitruro de Titanio (TiN) depositado sobre silicio, ambos por la técnica de plasma en arco pulsado; con un sistema multitarea para microscopia de barrido por sonda Auto Probe CP en modo de Fuerza Atómica en contacto (AFM-C), con sistema piezoelectrico de barrido máximo de $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ y sonda tipo microlever de 200 \AA de diámetro. Las muestras tuvieron una preparación simple basada esencialmente en limpieza con solventes, clivaje con adhesivo y secado. Inicialmente se tomaron imágenes AFM de $1 \times 1 \mu\text{m}$ de área para localizar zonas con baja rugosidad y realizar en estas barridos de $200 \times 200 \text{ \AA}^2$ con adquisición múltiple de la señal topográfica y la señal de fuerza, variando parámetros de obtención de la imagen tales como frecuencia de barrido, fuerza de referencia, ganancia y pendiente; hasta que se observara algún patrón geométrico de reconstrucción en la imagen. Posteriormente con los parámetros adecuados se tomaron imágenes de $60 \times 60 \text{ \AA}^2$, en las que se obtuvo resolución atómica. Las imágenes de resolución atómica obtenidas fueron procesadas con un software especializado, en el cual se aplican algoritmos de filtrado y procesamiento de señal a los datos topográficos y de fuerza.

RESULTADOS Y ANÁLISIS

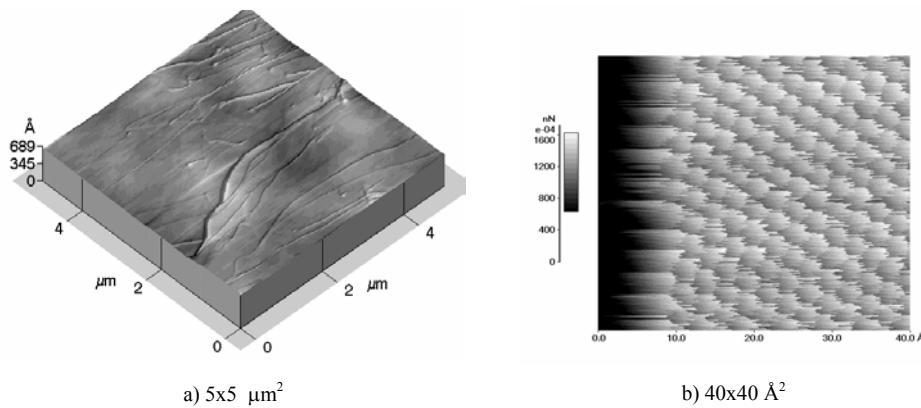


Figura 1. Imágenes AFM tomadas sobre la superficie de HOPG

En la figura 1a se tiene una imagen topográfica de $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ de la superficie de HOPG, en la que se observan escalones propios de su estructura, los cuales tienen algunas capas atómicas de espesor ($h \approx 12 \text{ \AA}$). La figura 1b muestra una imagen a alta resolución (el eje Z es fuerza) en la cual se aprecia a la izquierda un “artefacto” como una banda, debido a comportamiento alineal del sistema de piezo barrido, y después una estructura periódica con simetría hexagonal, que corresponde a la disposición de átomos del material.

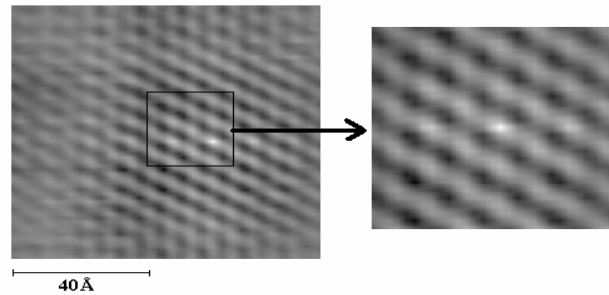


Figura 2. Imagen AFM de HOPG procesada por software.

El proceso de filtrado por software mejora en gran medida la calidad de la imagen (figura 2), y permite reconocer perfectamente el tipo de reconstrucción atómica de la superficie analizada, cuando se hace un zoom sobre lo que podría tomarse como una celda unidad.

En la figura 3a se muestra una imagen de mica en la que se aprecia poco detalle morfológico, característica de este tipo de material y lo que permite obtener buenas imágenes atómicas como la que se ve en la figura 3b. En esta se reconoce una estructura atómica, la franja del extremo izquierdo de la imagen corresponde a la aparición de un artefacto similar al aparecido en la imagen de HOPG, provocado por alinealidad del sistema piezoeléctrico de barrido.

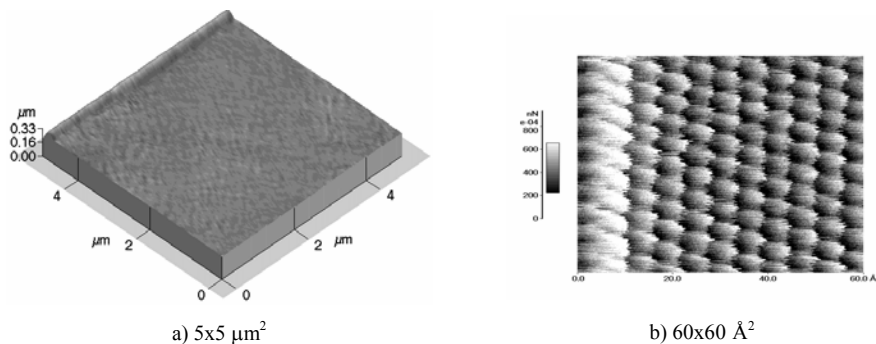


Figura 3. Imágenes AFM tomadas sobre la superficie de Mica.

La herramienta de procesamiento aplicada en la imagen de Mica, permite obtener excelente calidad en las imágenes (figura 4), y de manera sencilla conocer el tipo de reconstrucción atómica. La Mica es un material usualmente utilizado para realizar calibraciones en resolución atómica de sistemas SPM, además facilita la obtención de imágenes de alta resolución, cuando se usa como sustrato para el depósito o soporte de materiales que quieren ser estudiados en escala atómica.

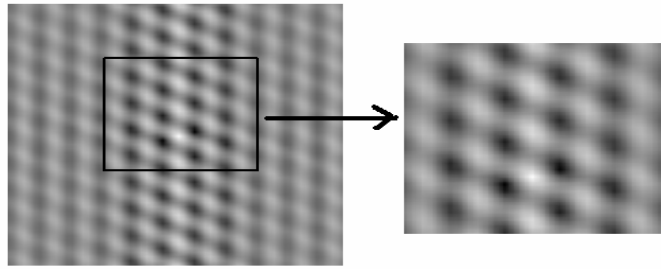


Figura 4. Imagen AFM de Mica procesada por software

Las imágenes mostradas en la figura 5, son un ejemplo de la utilización de mica como sustrato; estas corresponden a un recubrimiento de DLC obtenido a partir de un blanco de HOPG. La figura 5a, muestra una superficie relativamente rugosa y con presencia de formaciones puntiagudas reportadas por otros autores para crecimientos de DLC; la figura 5b corresponde a un barrido a escala atómica de una zona suave del recubrimiento, en la cual se aprecia de manera no muy definida un patrón de reconstrucción atómica.

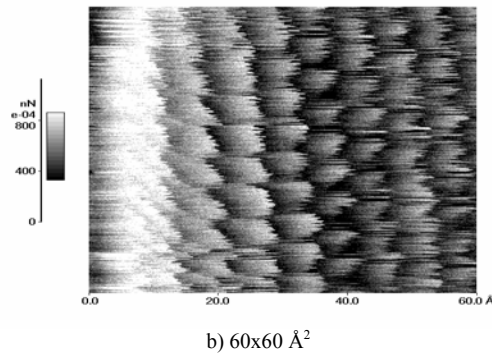
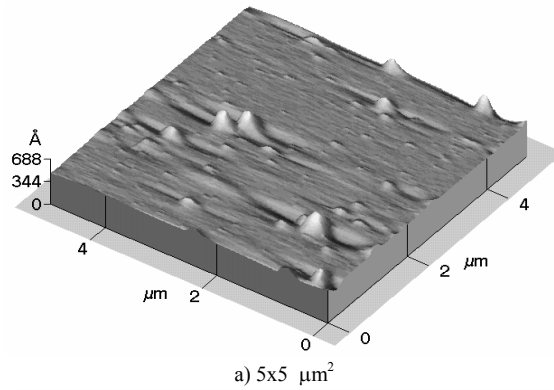


Figura 5. Imágenes AFM tomadas sobre la superficie de DLC.

La herramienta de procesamiento por software en este caso justifica su utilización, ya que permite reconocer un patrón de reconstrucción cúbico de cara centrada (fcc) en la región central de la imagen (figura 6).

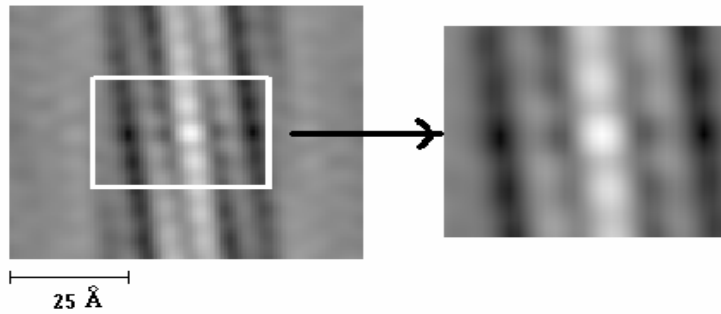


Figura 6. Imagen AFM de DLC procesada por software

El último caso analizado, fueron muestras de Nitruro de Titanio crecidas sobre silicio orientado y pulido. Las imágenes obtenidas a resolución microscópica (figura 7a) muestran morfología poco abrupta y presencia de microgotas metálicas provenientes del cátodo. La imagen 7b es un barrido de resolución atómica para la muestra de TiN, nótese la pobre calidad y la imposibilidad de reconocer algún patrón. No obstante nuevamente la herramienta de filtrado nos permite mejorar la imagen e insinuar una geometría cúbica de reconstrucción como se aprecia el zoom de la imagen mostrado en la figura 8.

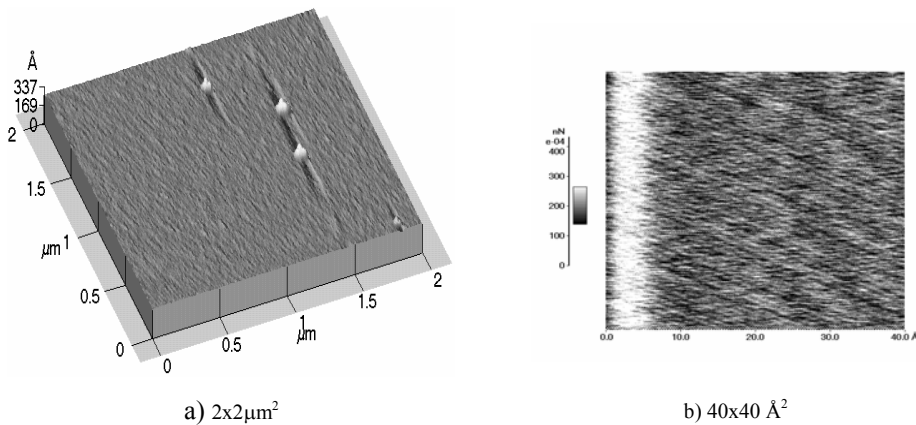


Figura 7. Imágenes AFM tomadas sobre la superficie de Nitruro de Titanio.

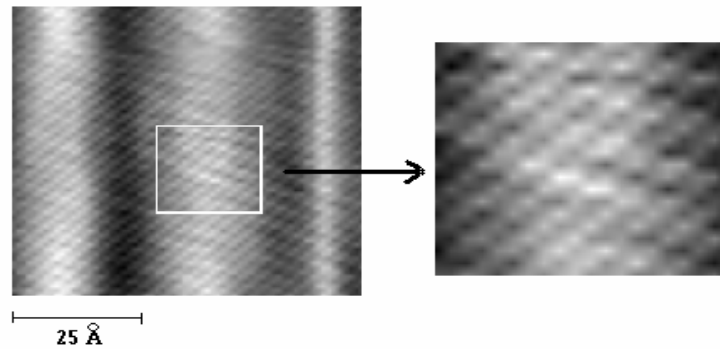


Figura 8. Imagen AFM de TiN procesada por software.

Las imágenes de alta resolución obtenidas, precisaron de cambios permanentes en los parámetros de adquisición, ya que cada material presenta cambios sensibles en las interacciones entre sonda y muestra que afectan la obtención de la imagen con calidad suficiente para reconocer patrones de reconstrucción atómicos en las superficies analizadas; aunque si se observaron tendencias comunes por ejemplo para el parámetro de velocidad de barrido, el cual para todos los casos debió ser mayor a 10 Hz. Así mismo sucedió con la ganancia de realimentación del sistema, que en todos los casos fue necesario establecerse por encima de 0.4.

CONCLUSIONES

Las imágenes de resolución atómica que pueden ser obtenidas por AFM, son de gran ayuda en el entendimiento de la materia a un nivel jamás antes logrado, no obstante, la buena calidad de estas imágenes depende de diversos factores íntimamente ligados a las características de la muestra analizada; la rugosidad por ejemplo afecta demasiado, ya que se convierte en el ruido de fondo para el bajísimo nivel de alturas que debe ser detectada ($< 10\text{Å}$). Los parámetros de adquisición de la imagen también inciden de manera directa, debido a que estos cambian de acuerdo al material analizado. La utilización en muchos casos de software de procesamiento de imágenes, esta justificada en las diversas fuentes de ruido presentes cuando se miden distancias tan pequeñas, es por eso que los sistemas AFM, deben disponer de adecuado aislamiento vibracional, acústico y eléctrico.

REFERENCIAS

- [1]. T. Nakamura, Y. Maeda. Et al. Atomic force observation of plasmid deoxyribose nucleic acid with restriction enzyme. *Journal Vacuum Science Technology. B* 17(2). Marzo/Abril 1.999. Pag 288-293.
- [2]. W. Rivera, J.M. Pérez. Deposición y remoción de nanoestructuras de Oro con el microscopio de tunelamiento cuántico. *Revista Colombiana de Física* No. 2. 1.997. Pág. 463-466.
- [3]. W. Rivera, H. Sandoval, J.M. Pérez. Imágenes atómicas, defectos y artefactos del grafito pirolítico altamente orientado. *Revista UNICAUCA CIENCIA* No. 2. 1.997. Pág. 49-59.
- [4]. A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy. Editada por Thermomicroscopes. 2.000.