

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA

INSTITUTO DE INGENIERÍA
MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS E INGENIERÍA



“NIVEL ÓPTICO DE UN MICROSCOPIO DE FUERZA
ATÓMICA: OPERACIÓN EN AIRE Y EN LÍQUIDO”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA
JESÚS RIGOBERTO HERRERA GARCÍA

DIRECTORA
DRA. GUADALUPE LYDIA ÁLVAREZ CAMACHO

MEXICALI, BAJA CALIFORNIA

AGOSTO DE 2011

ÍNDICE

| | |
|--|----|
| RESUMEN..... | 4 |
| Capítulo 1 | |
| 1. INTRODUCCIÓN..... | 6 |
| 1.1- Componentes básicos de un AFM..... | 8 |
| 1.1.1- La ménsula..... | 8 |
| 1.1.2- Las unidades de barrido..... | 10 |
| 1.1.3- El sistema de nivel óptico..... | 11 |
| 1.1.4- Equipo electrónico..... | 12 |
| 1.2- La naturaleza de las fuerzas de interacción..... | 12 |
| 1.3- Planteamiento del problema..... | 15 |
| 1.4- Objetivo | 16 |
| 1.5- Justificación..... | 16 |
| 1.6- Antecedentes..... | 17 |
| Capítulo 2 | |
| 2. MATERIALES Y MÉTODOS | |
| 2.1- Metodología..... | 19 |
| 2.2- Condiciones de frontera de campos eléctricos..... | 19 |
| 2.3- Ondas planas..... | 23 |
| 2.4- Ecuaciones de Fresnel..... | 24 |
| 2.5- Absorción..... | 27 |
| 2.6- Geometría de la cabeza del microscopio de fuerza atómica..... | 28 |
| 2.7- Materiales en celda líquida..... | 31 |
| 2.7.1- BK7..... | 31 |
| 2.7.2- Solución acuosa..... | 32 |
| Capítulo 3 | |
| 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN | |
| 3.1- Observaciones..... | 34 |
| 3.2- Análisis de absorción..... | 37 |

| | |
|--|----|
| 3.3- Dirección de la reflexión..... | 38 |
| 3.4- Transmitancia..... | 51 |
| 3.5- Medición de la intensidad del haz en aire | 56 |
| 3.6- Medición de la intensidad del haz en celda líquida..... | 58 |

Capítulo 4

| | |
|----------------------|----|
| 4. CONCLUSIONES..... | 63 |
| 5. BIBLIOGRAFÍA..... | 66 |

RESUMEN

La técnica de microscopía de fuerza atómica es utilizada ampliamente en los centros de investigación que trabajan con síntesis y caracterización de materiales novedosos. En el microscopio de fuerza atómica (AFM) se miden las interacciones entre una punta y la muestra mediante la deflexión de una ménsula. Indispensable para el funcionamiento adecuado del microscopio es el alineamiento, que consiste en dirigir un láser sobre la ménsula en la que se refleja para llegar a un fotodetector y así medir su deflexión. A pesar de los grandes avances que ha tenido esta microscopía en los últimos años, aún existen problemas relacionados con los materiales con los que el microscopio está diseñado. El microscopio con el que se cuenta en el Instituto de Ingeniería tiene la opción de celda líquida, que permite trabajar con muestras cuando requieren sumergirse en alguna solución acuosa. Cuando se emplea la opción de celda líquida el alineamiento se complica considerablemente. Mediante esta investigación se pretende analizar la influencia que tienen en esto la absorción, transmisión y reflexión de la luz del haz láser. Se espera que los resultados proporcionen criterios útiles que auxilien al usuario durante el alineamiento en líquido.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN

Un microscopio es el instrumento que nos permite ver detalles de objetos diminutos que a simple vista no se pueden observar. El tamaño de los objetos más pequeños que podemos ver en un microscopio está dado por su resolución, definida como la distinción o separación menor que puede apreciarse entre dos puntos próximos en el espacio. Se pueden observar desde bacterias y células hasta moléculas e incluso átomos [1].

Los microscopios se han convertido en una herramienta indispensable en la investigación actual principalmente en el diseño, caracterización y síntesis de materiales novedosos. Los primeros microscopios que se emplearon fueron fabricados con lentes que desvían los rayos de luz y con ellos se observaron células [2].

Mediante el criterio de Abbe-Rayleigh mostrado en la Ecuación (1) puede obtenerse la resolución del instrumento de acuerdo a la longitud de onda de la radiación electromagnética del sistema

$$R \approx \frac{\lambda}{2}$$

----- (1) -----

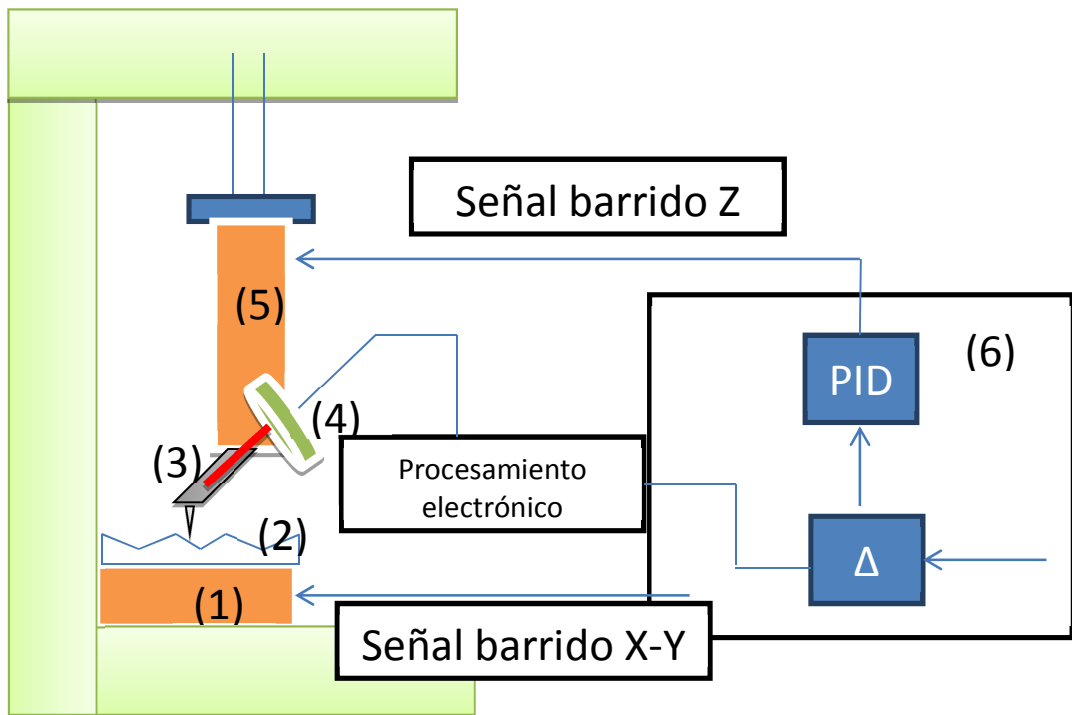
donde R es la resolución dada en nanómetros y λ es la longitud de onda de la radiación que utiliza el instrumento. En el microscopio óptico que emplea luz visible en el rango de los 400 nm-700nm, la resolución máxima es de 200 nm. Para mejorar la resolución se diseñaron algunos microscopios que emplean luz ultravioleta con longitud de onda entre los 400 y 15 nm, por lo que poseen una resolución máxima de 7.5 nm.

En la búsqueda de mejor resolución se inventó el microscopio electrónico de transmisión que emplea un haz de electrones acelerados con una longitud de onda de 10 a 0.1 nm. de acuerdo a la Ecuación (2) donde E es la energía del fotón, h la constante de Planck, c la velocidad de la luz y λ la longitud de onda. Se puede obtener una resolución máxima de 0.05 nm. En este microscopio el haz se enfoca mediante campos electromagnéticos controlados por bobinas y capacitores.

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

----- (2) -----

En 1986 a partir del surgimiento de nuevas tecnologías se desarrollaron las microscopías de barrido por sonda en las que se mide la interacción entre la muestra y una sonda. El microscopio de barrido por tunelaje (STM por sus siglas en inglés) se utiliza exclusivamente en muestras conductoras y semiconductoras midiendo la corriente de tunelaje generada entre la muestra y la sonda. El microscopio de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés, ver Figura 1) muestra mayor versatilidad debido a que abarca también muestras no conductoras midiendo interacciones mecánicas punta-muestra. Mediante el AFM se pueden estudiar propiedades mecánicas, térmicas, eléctricas y magnéticas y es útil para conocer la topografía de la muestra. Los elementos principales de un AFM son mostrados en la Figura 1.



(1) Unidad de barrido XY, **(2)** Muestra, **(3)** Menciónula, **(4)** Fotodetector, **(5)** Unidad de barrido Z, **(6)** Unidad de control electrónico

Figura 1: Componentes básicos del microscopio de fuerza atómica.

I.1 Componentes básicos de un AFM

I.1.1 La ménsula.- La mejor forma de describir la ménsula es recurrir a una estructura arquitectónica como la mostrada en la Figura 2 en la que un extremo se encuentra sostenido mientras el otro queda libre y es conocida como voladizo.



Figura 2: Estructura en voladizo.

[El titular de los derechos de autor de este trabajo, lo libera al dominio público. Esto aplica en todo el mundo. Él o ella conceden a cualquiera el derecho a usar esta obra para cualquier propósito, sin condiciones, salvo que dichas condiciones sean requeridas por la ley]

La ménsula de un AFM es un voladizo micromaquinado que en uno de sus extremos tiene a la punta que interactúa con la muestra mientras que el otro extremo se encuentra fijo. La interacción se ve reflejada en las deflexiones que sufre debido a fuerzas de atracción y repulsión. La Figura 3 muestra la deflexión de una ménsula.

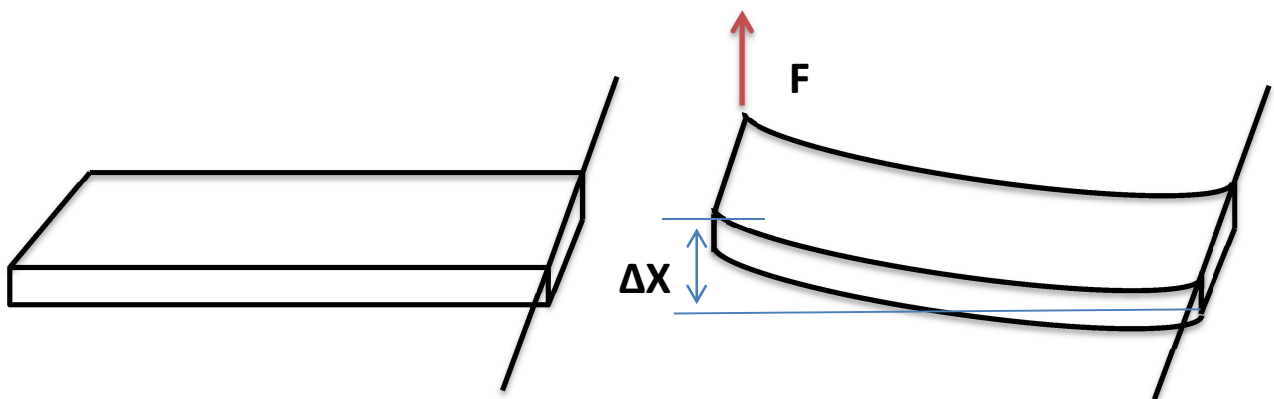


Figura 3: Deflexión de la ménsula provocada por una fuerza

El análisis de deflexión de la ménsula se puede efectuar mediante una aproximación a la Ley de Hooke definida matemáticamente en la Ecuación (3), que modela la elongación Δx de un resorte cuando experimenta una fuerza F :

$$F = -k\Delta x$$

----- (3) -----

donde k es la constante elástica, en el AFM indica que tanto se va a doblar la ménsula de acuerdo a la fuerza que experimenta. Existen ménsulas fabricadas con geometrías y materiales que permiten mayor versatilidad para abarcar una amplia gama de muestras ya que pueden tener una mejor respuesta a las fuerzas que experimentan. La constante de resorte típica de las ménsulas está en el orden de 0.01-1 N/m y las fuerzas de interacción en el orden de los nN y los μ N. La geometría, los materiales y el diseño de la ménsula juegan un papel importante en el desempeño y funcionamiento adecuado del microscopio.

Las puntas muy duras pueden penetrar las muestras cuando éstas son suaves, por lo que pueden dañarse y aportar información errónea que lleve a una imagen imprecisa. Las muestras biológicas son suaves por lo que se requieren sondas especializadas para su análisis. Generalmente dichas sondas tienen geometría triangular y tradicionalmente se fabrican de Si_3N_4 . Pueden utilizarse en distintos modos incluso bajo el agua [3].

Idealmente la punta debe ser un átomo. Existen artefactos relacionados con la geometría de la punta como el mostrado en la Figura 4, donde se observa que una sonda ideal debe ser lo más fina posible. Por lo tanto, hay esfuerzos en marcha para el diseño y manufactura de sondas con los extremos afilados [4].

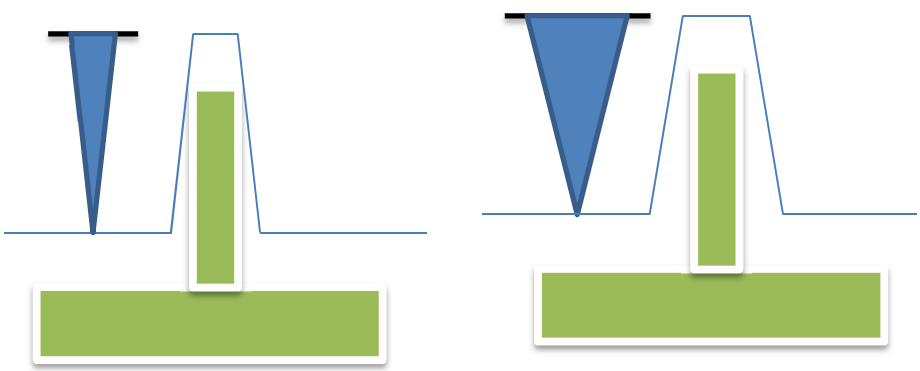


Figura 4: Artefacto provocado por la geometría de la punta

Con la finalidad de favorecer al sistema óptico y a la detección de fuerzas eléctricas son depositados en las ménsulas recubrimientos metálicos para incrementar su reflectividad óptica y conductividad eléctrica.

También se fabrican ménsulas con recubrimientos ferromagnéticos y son usadas en la microscopía de fuerza magnética [4]. Desafortunadamente el recubrimiento puede hacer que el ápice de la punta sea menos afilado y provocar artefactos. Hay líneas de investigación encaminadas al diseño de ménsulas para AFM con recubrimientos piezoeléctricos que presentan un campo eléctrico en respuesta a una tensión mecánica y viceversa (Ver Figura 5). La implementación de los piezoeléctricos pudiera mejorar el sistema de microscopía de fuerza atómica considerablemente.

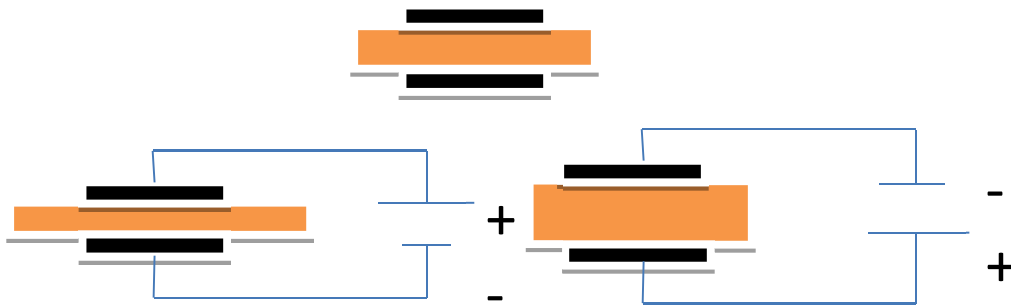


Figura 5: Campo eléctrico al aplicar una tensión mecánica a un piezoeléctrico.

La aplicación de ménsulas fabricadas con piezoeléctricos para la auto-actuación y detección de las interacciones punta-muestra pudiera eliminar la detección óptica ya que a través del campo eléctrico que provocará la deflexión de la ménsula se puede obtener la señal eléctrica necesaria para la formación de la imagen y para la realimentación del sistema.

I.1.2 Las unidades de barrido.- Se encargan del desplazamiento de la muestra o de la sonda empleando piezoeléctricos que permiten pasos con precisión en el orden de los micrómetros. Algunos microscopios manejan el desplazamiento (x, y) mediante una plataforma y el (z) en otra unidad (Ver Figura 1 (1) y (5)). Existen otros que mediante una sola unidad efectúan los movimientos en las tres direcciones.

Debido a la naturaleza policristalina de los piezoeléctricos el movimiento de las unidades de barrido reales se desvía de la dependencia lineal con el voltaje aplicado. Además, el movimiento a lo largo de los diferentes ejes no es completamente independiente. Por lo tanto,

un diseño cuidadoso, una construcción precisa y la calibración son objetivos importantes que deben ser tomados en cuenta durante la manufactura de las unidades de barrido y su uso. Estos esfuerzos permitirán a las unidades de barrido reales aproximarse a un desempeño deseable [5].

I.1.3 El sistema de nivel óptico. La interacción punta-muestra provoca la deflexión de la ménsula debido a fuerzas mecánicas y se mide mediante un sistema de nivel óptico como el que se observa en la Figura 6, en el que un láser se hace incidir sobre el dorso de la ménsula en la que se refleja para llegar finalmente a un fotodetector de cuatro cuadrantes. La luz que llega al fotodetector es convertida a señal eléctrica para ser procesada, amplificada y realimentada al sistema. La mayoría de los microscopios comerciales emplean el sistema de nivel óptico para medir las interacciones.

El láser del sistema tiene una longitud de onda de 670 nm y una potencia de 5 mW.

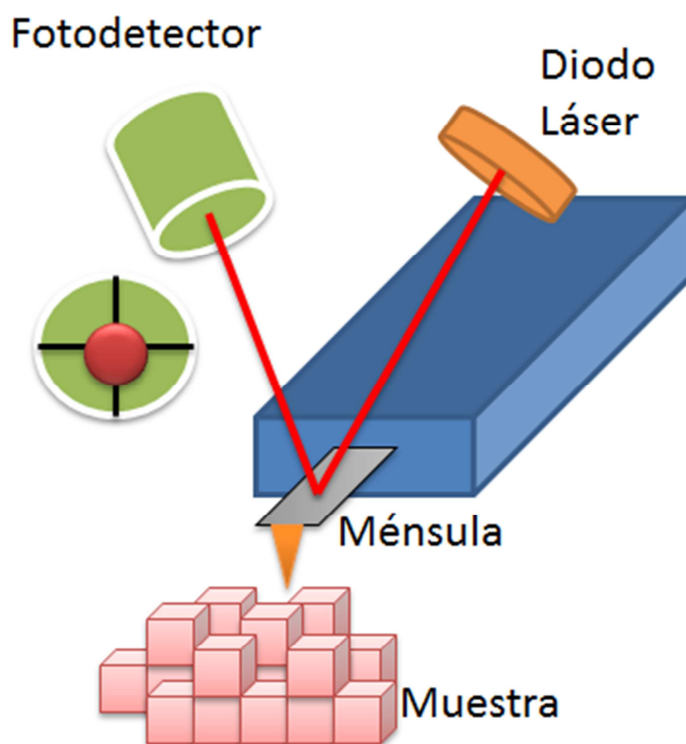


Figura 6: Componentes del sistema óptico

El nivel óptico proporciona la medida de la intensidad de la luz que incide en el fotodetector. Su detección para mediciones de fuerzas de interacción ha sido ampliamente utilizada en la Física y resultó adecuada para mediciones de la deflexión del cantiléver en los

microscopios de fuerza atómica comerciales. Esta técnica tiene problemas relacionados con el uso de la luz, tales como interferencia parásita en el confinamiento ménsula-muestra, calentamiento de la ménsula y la muestra debido al haz láser, así como los que resultan de su interacción con los medios acuosos empleados en celda líquida como pueden ser las pérdidas por absorción [6].

I.1.4 Equipo electrónico.- El AFM requiere de un conjunto de componentes electrónicos que administren la información obtenida para la realimentación, el control de las unidades de barrido, la formación y procesamiento de imágenes. El microscopio con el que cuenta actualmente el Instituto de Ingeniería tiene para ello una Unidad de Interfaz Electrónica (EIU, por sus siglas en inglés).

La obtención de imágenes de la superficie de una muestra es realizada por la detección de la fuerza punta-muestra en un área completa mediante un barrido efectuado por las unidades piezoeléctricas.

Para conservar la fuerza punta-muestra a un nivel constante se emplea un control realimentado durante el barrido. La señal de error, la cual es usada para el control realimentado es amplificada para generar imágenes de altura que muestran la topografía de la superficie.

Una de las limitaciones del AFM es el prolongado tiempo de obtención de la imagen que puede llegar a ser de varios minutos.

I.2 La naturaleza de las fuerzas de interacción

La magnitud y dirección de las fuerzas de interacción punta-muestra en el AFM están relacionadas con la separación que existe entre la punta y la muestra y se pueden definir mediante el diagrama de potencial de Lennard-Jones que se muestra en la Figura 7, donde se muestra la energía de interacción en función de la distancia interatómica. Para un potencial de Lennard-Jones, la fuerza está dada por la Ecuación (4).

$$\mathbf{F} = 4\epsilon \left(12 \frac{\sigma^{12}}{r^{13}} - 6 \frac{\sigma^6}{r^7} \right) \hat{\mathbf{r}}$$

----- (4) -----

donde ϵ es la profundidad del pozo de potencial, σ es la distancia finita en la que el potencial entre las partículas es cero y r es la distancia entre las partículas. El potencial se encuentra en un mínimo para $r_{min} = 2^{1/6}\sigma$.

De acuerdo a dicha ecuación podemos dividir la curva en dos secciones de interés, de las cuales se derivan los modos de operación en los que puede trabajar el AFM. El intervalo 1 se emplea en el modo de contacto y se puede observar que la distancia entre el ápice de la punta y la muestra es pequeña. El modo de contacto se caracteriza por que la fuerza de interacción es de repulsión. Cuando la distancia que existe entre la sonda y la muestra está en el intervalo 2 se dice que el microscopio opera en modo de no contacto y se caracteriza por fuerzas de atracción. Un modo dinámico se deriva del cambio intermitente entre el modo de contacto y no contacto.

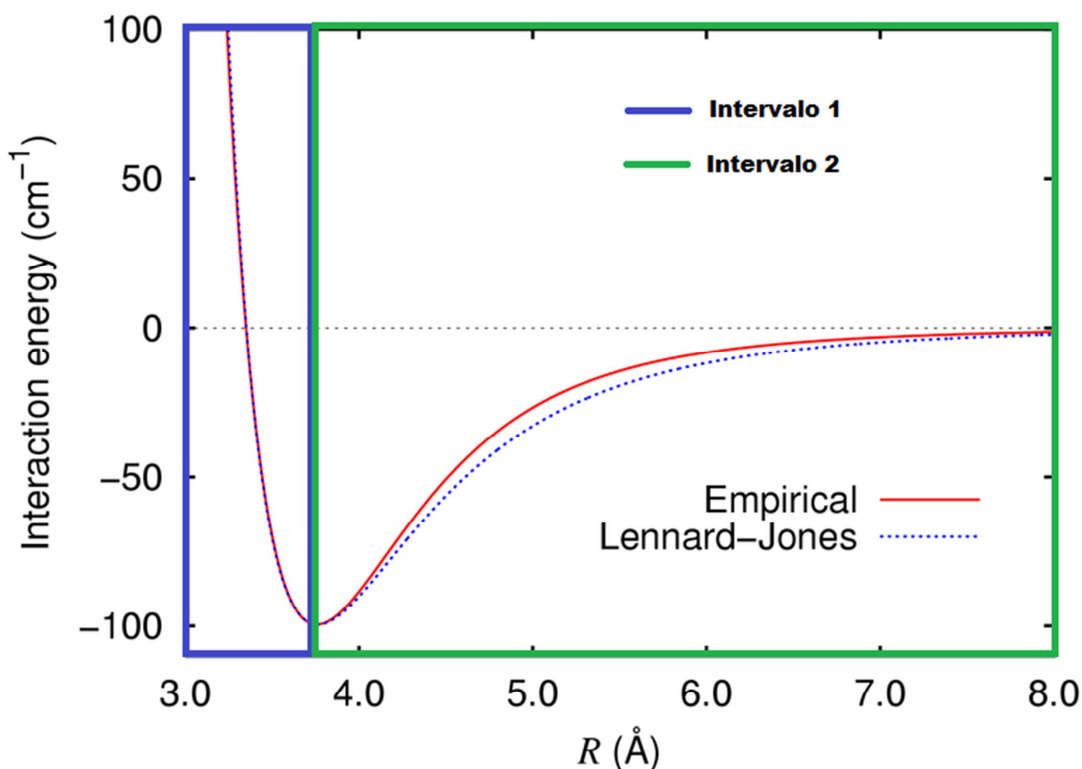


Figura 7: Potencial de Lennard-Jones

En uno de los modos dinámicos se hace oscilar la ménsula a una frecuencia cercana a la de su resonancia. Cuando la punta interactúa con la muestra, las fuerzas modifican su amplitud, frecuencia y fase; y son estos cambios los que nos proporcionan la información sobre las propiedades de la muestra. En una muestra heterogénea la interacción de la punta con los materiales de diferentes propiedades mecánicas será distinta y se puede confundir fácilmente con topografía, si no se tienen las precauciones debidas.

Al analizar la imagen de una muestra debe de considerarse que lo que se está observando es la interacción que se dio entre la punta y la muestra que generalmente muestra su topografía. Sin embargo un análisis diferente se debe dar a las muestras heterogéneas debido a que las fuerzas de interacción son distintas para cada material. La Figura 8 muestra como resultaría la imagen del AFM de una muestra plana heterogénea. Se le debe dar la interpretación adecuada a la imagen obtenida, para ello se debe tener conocimiento previo sobre las características de la muestra.

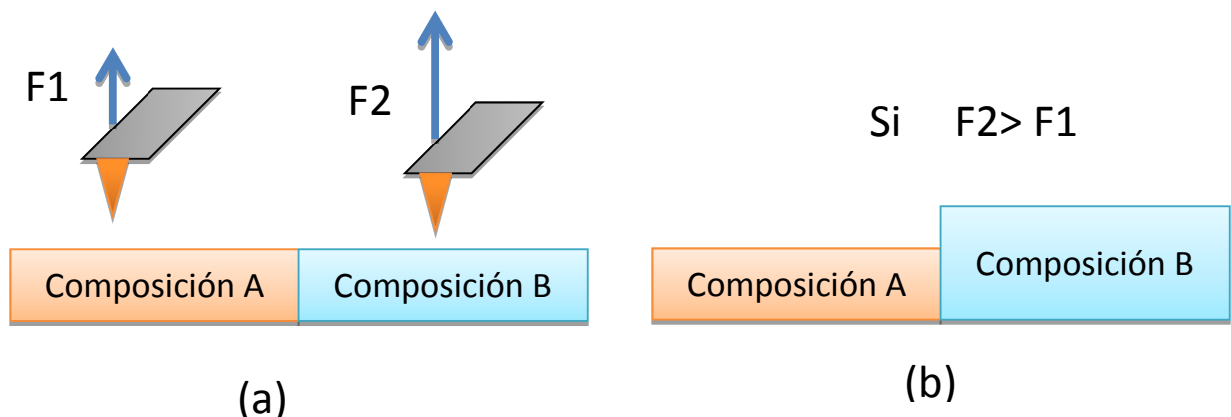


Figura 8: (a) Fuerza de interacción punta-muestra plana, (b) Imagen de error que formará un AFM

El microscopio puede operar en modo de altura constante o fuerza constante. Cuando opera en modo de altura constante la imagen se forma de acuerdo a las fuerzas que afectan a la ménsula conforme se realiza el barrido. En modo de fuerza constante la unidad de barrido en Z se desplaza hasta que sea detectada una fuerza específica a cada paso y la imagen se forma a partir de la señal de error generada o sea del desplazamiento en Z necesario para provocar la fuerza constante establecida.

El modo de contacto intermitente es un modo dinámico, donde la ménsula se hace oscilar a su frecuencia de resonancia, lo que permite que la punta no esté en contacto continuo con la muestra sino de forma intermitente.

Al elegir el modo de operación el equipo electrónico varía la distancia de separación punta-muestra para encontrarnos en el régimen de fuerza de repulsión o de atracción. Las unidades de barrido empiezan a desplazar la muestra para abarcar un área completa y de acuerdo a su topografía y composición habrá una deflexión de la ménsula por las fuerzas de interacción, el sistema de nivel óptico se encarga de registrar dichas deflexiones.

El controlador que se encarga de desplazar la sonda para mantener la fuerza constante debe ser lo más eficiente posible para evitar errores relacionados con la velocidad de barrido. Existen líneas de investigación que buscan sistemas de control eficientes. El microscopio comercial con el que se cuenta en el Instituto de Ingeniería posee un controlador PID.

De acuerdo a las características de la muestra se buscan los parámetros adecuados para obtener una buena imagen. Entre los principales parámetros se encuentran las características de la sonda como: el material, la rigidez, recubrimientos, constante de resorte y fabricación; así como el modo de operación, la velocidad de barrido y el tamaño de barrido. Incluso se pueden trabajar muestras que requieran condiciones especiales de temperatura o ambientes acuosos. Para trabajar en dichas condiciones algunos microscopios cuentan con equipos adicionales [15-20].

Para obtener imágenes en fluidos, el AFM del Instituto de Ingeniería tiene la opción de celda líquida, básicamente una nueva unidad similar a la convencional con un material que permite sumergir la cabeza en líquido.

Las aplicaciones de la microscopía están en todas las áreas científicas y tecnológicas, principalmente cuando es importante conocer la topografía de la superficie y su composición. Algunas aplicaciones específicas están en la caracterización de películas de SiO_2 , fabricación de transistores de efecto de campo, nanomaquinado y nanomanipulación, visualización de nanoestructuras, análisis de películas orgánicas, observación de bacterias, visualización del crecimiento y la división celular, observación de nanoanillos autoensamblados y muchas otras aplicaciones [9-16].

I.3 Planteamiento del Problema

Cuando se va a utilizar el microscopio, hay dos procedimientos rigurosos esenciales para su correcto funcionamiento: la alineación y la calibración. La alineación del AFM consiste en dirigir adecuadamente al haz láser, primero hacia la ménsula y después al fotodetector buscando que éste reciba la máxima cantidad de luz posible. Para un usuario novato el procedimiento de alineación puede ser complicado debido a que se desconoce la trayectoria completa que sigue el láser y las desviaciones y fenómenos que le afectan.

La alineación se complica cuando requerimos que la muestra se observe en solución acuosa o en cualquier líquido, debido a los fenómenos de refracción, reflexión, transmisión y absorción que se presentan cuando la luz pasa de un medio a otro.

I.4 Objetivo

El objetivo de este trabajo es investigar cuáles son las razones por las que el alineamiento en celda líquida es más complicado que el alineamiento en aire. Una vez encontradas estas razones, la información se utilizará para facilitar el alineamiento en celda líquida.

I.5 Justificación

La técnica de microscopía de fuerza atómica no tiene restricciones para obtener imágenes en diferentes ambientes, tales como vacío, aire e incluso líquidos. No es necesario cubrir la muestra con una capa metálica como se hace en el Microscopio de Barrido por Tunelaje o emplear vacío como en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés).

Hay un gran número de estudios de muestras biológicas en líquido empleando modo de contacto, pero estas pueden indentarse debido al proceso. Los modos dinámicos resultan más efectivos para dichas muestras. Entre los principales retos que tiene la microscopía de fuerza atómica se encuentran la mejora de sensibilidad de fuerza, eliminación de picos espurios que se observan en el espectro de oscilación y la obtención de imágenes a alta resolución de una muestra cuando existen variaciones grandes de altura.

Existen avances en la técnica de microscopía de fuerza atómica empleando celda líquida tales como la introducción de un sistema de control Q y la obtención de imágenes con alta resolución.

Se esperan otros avances específicos tales como: formación de imágenes a altas velocidades en frecuencia modulada, mapeo de densidad de carga en líquidos, ya que las interacciones en moléculas biológicas son usualmente debidas a fuerzas electrostáticas, un mapeo de densidad de carga local puede ser una herramienta poderosa para el estudio de funciones biológicas [2].

Como puede observarse la mejora de la técnica permite mayor versatilidad en el análisis de muestras por lo que un estudio meticuloso del sistema de nivel óptico es necesario como base para poder mejorar la técnica e incluso para dar al usuario una visión más completa que le permita interpretar adecuadamente las imágenes obtenidas, así como para un mejor diseño de sus experimentos incluyendo preparación de muestra y selección de materiales.

I.6 Antecedentes

La búsqueda por mejorar la técnica de la microscopía de fuerza atómica no ha cesado desde su aparición en 1986. Se desarrollaron nuevos sistemas de control, se logró resolución molecular y más tarde resolución atómica. Novedosas sondas con diversas características están siendo empleadas actualmente, además se ha logrado una mejora considerable en la eficiencia de los modos dinámicos.

Se puso especial interés en analizar las muestras *in vivo*, por ello la aparición de la celda líquida y la introducción de otros aditamentos y equipos desarrollados en los mismos centros de investigación.

La formación de imágenes en el AFM a altas velocidades permite observar el comportamiento dinámico de nanoestructuras inmersas en un medio líquido y no perder de vista sucesos que ocurren en tiempos cortos. Algunos investigadores analizaron las distorsiones provocadas por las altas velocidades de barrido en medios acuosos. Encontraron la fuerza neta contemplado distintos líquidos tales como (Agua, etanol y 2-Propanol), analizando la fuerza de la ménsula con el líquido y de la punta con la superficie de la muestra [20-21].

Otros investigadores desarrollaron un alineamiento automático empleando un manipulador robótico para auxiliar a los usuarios en dos rigurosas tareas: la de bajar la sonda y alinear el sistema [18].

Existe especial interés en analizar muestras a diferentes temperaturas. Para ello algunos investigadores diseñaron una unidad de enfriamiento y calentamiento para la muestra y el equipo. Su sistema no afecta el funcionamiento adecuado del AFM por las altas temperaturas [11].

Todas estas innovaciones añadidas a la microscopía de fuerza atómica han fortalecido la técnica y han aportado sustancialmente a la ciencia, al desarrollo de nuevos materiales y a la implementación de éstos en dispositivos.

CAPÍTULO 2

MATERIALES Y MÉTODOS

II.1 Metodología

Para estudiar el nivel óptico en el AFM se deben analizar la absorción, reflexión y transmisión de la luz cuando pasa de un medio dieléctrico a otro, lo que permitirá encontrar los parámetros que controlan la intensidad luminosa que llega al fotodetector.

Algunas sustancias pueden absorber cantidades considerables de luz, por lo que es importante analizar la absorción en el sistema de celda líquida para descartar que sea nuestro problema.

La dirección en que la luz del láser se transmite es también relevante debido a que si no se encuentra en una trayectoria que esté al alcance del fotodetector, no habrá posibilidad de alineamiento. La cantidad de luz transmitida también es relevante, ya que si la intensidad de la luz que llega al fotodetector es muy baja, la operación del microscopio tampoco será posible.

Para trabajar con estos fenómenos se realizará un análisis vectorial. La propagación del haz, el campo eléctrico y los vectores normales a los planos de reflexión se modelarán mediante vectores variables. Un programa en Matlab se utiliza para calcular los vectores de salida, utilizando la física de la reflexión en interfaces dieléctricas y metálicas.

Se efectuarán experimentos de medición de la recepción de la señal en el fotodetector tanto en aire como en agua destilada modificando la inclinación de la ménsula mediante un ajuste mecánico que posee.

Finalmente se obtendrán conclusiones que ayuden a determinar la razón por la que el alineamiento en líquido es más difícil que en aire y se buscarán criterios para auxiliar al usuario en el alineamiento adecuado del microscopio.

II.2 Condiciones de frontera de los campos eléctricos

Cuando una onda electromagnética incide sobre una interfaz se debe esperar encontrar los fenómenos de reflexión, transmisión y absorción. La luz que emite el diodo láser de un AFM es afectada por dichos fenómenos y tienen gran efecto en la detección de una intensidad de señal óptima para la medición de fuerzas.

La aplicación de las condiciones de frontera es necesaria en el análisis de campos electromagnéticos que aunado al estudio de propagación de ondas permite entender las Leyes de Snell y las ecuaciones de Fresnel. [5-8]

En el sistema de celda líquida se emplean sustancias acuosas con distintas propiedades eléctricas. El parámetro que indica como se ve afectado un material en presencia de un campo eléctrico es su permitividad eléctrica, y es de suma importancia en el análisis de refracción del haz.

En la operación del AFM en celda líquida, la luz traspasa dos dieléctricos distintos y se refleja en la ménsula. Por ello se estudian las condiciones de frontera en una interfaz dieléctrico- dieléctrico y en una dieléctrico-metal.

Las Figuras 9 y 10 muestran la interfaz ($Z=0$) entre dos medios dieléctricos (ϵ_1, ϵ_2) y las componentes de los campos eléctricos tangenciales a dicha interfaz. Para el análisis se emplea una trayectoria cerrada rectangular y una superficie cilíndrica.

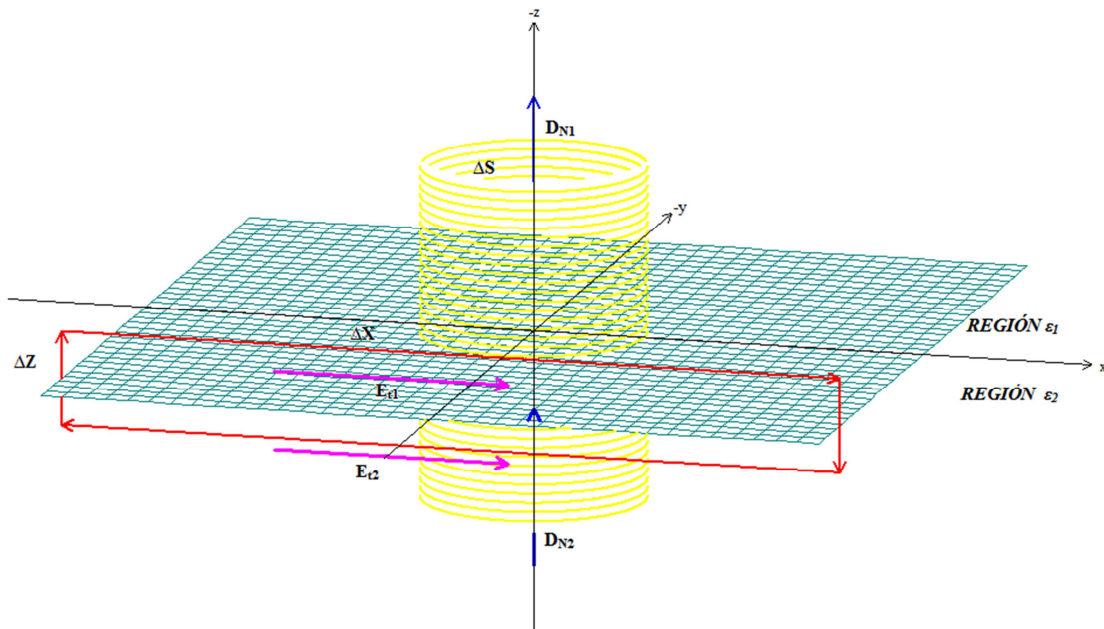


Figura 9: Condiciones de frontera para un sistema dieléctrico-dieléctrico

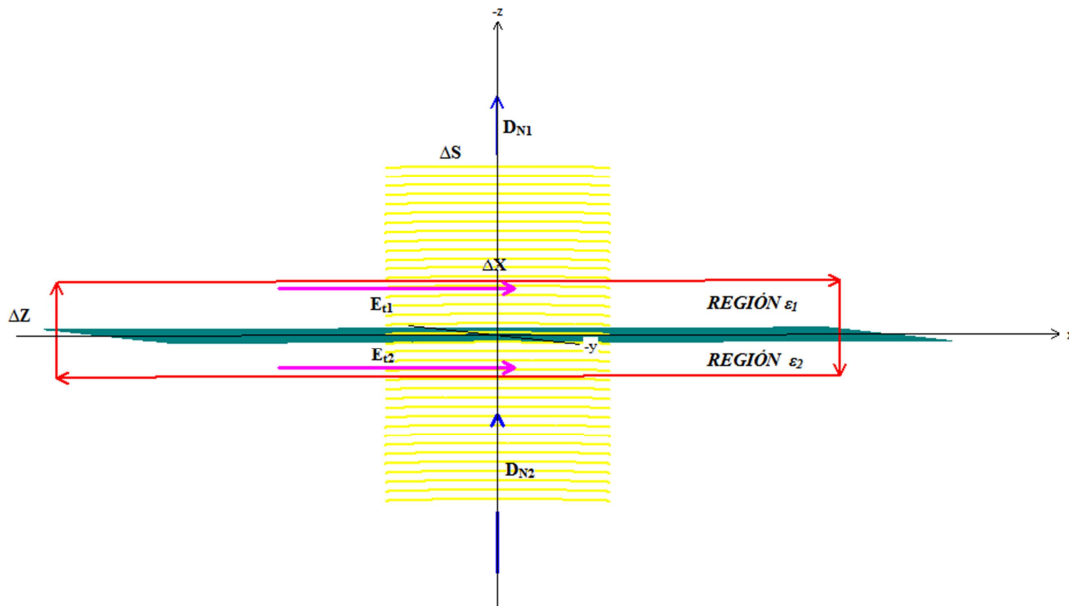


Figura 10: Sección transversal de la figura anterior.

El potencial a través de una trayectoria cerrada está dado por

$$\oint \mathbf{E} \cdot d\mathbf{L} = 0$$

----- (5) -----

De lo cual se puede demostrar que

$$E_{t1} = E_{t2}$$

----- (6) -----

La ley de Gauss para una superficie cilíndrica está definida por

$$\oint \mathbf{D} \cdot d\mathbf{S} = Q$$

De lo cual se puede demostrar que

$$\rho_s = [D_{N1} - D_{N2}]$$

----- (7) -----

donde ρ_s es la carga por unidad de superficie en la interfaz. Si es poco probable que existan cargas libres, se puede considerar que $\rho_s = 0$; en este caso $D_{N1} = D_{N2}$ o bien $\epsilon_1 E_{N1} = \epsilon_2 E_{N2}$

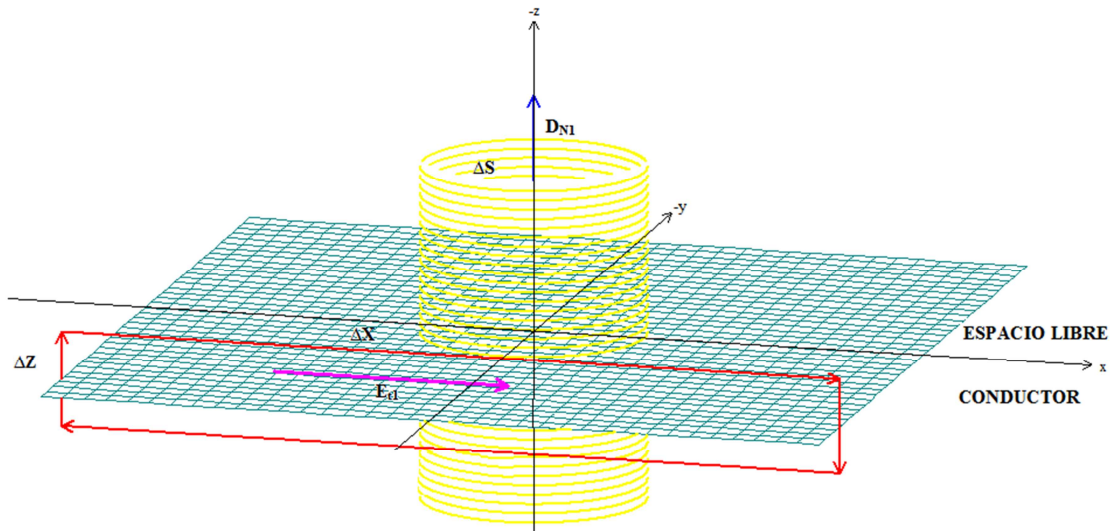


Figura 11: Condiciones de frontera para un sistema dieléctrico-metal

El caso de la interfaz entre un dieléctrico y un metal es diferente (Ver Figura 11), ya que para un conductor perfecto el campo eléctrico en el interior debe ser cero. Esto se debe a que si existiesen cargas en su interior éstas se desplazarían por la fuerza de repulsión hacia la superficie, por lo que la única carga posible es superficial. Otra forma de analizarlo es mediante la ley de Ohm si las condiciones son estáticas, esto es sin flujos de cargas se considera que el campo en el interior es cero.

A partir de esto y con las integrales respectivas se obtendrá el valor de E_{t1} y de D_{N1} . Utilizando la integral de línea en una trayectoria rectangular cerrada:

$$\oint \mathbf{E} \cdot d\mathbf{L} = 0$$

----- (8) -----

De donde se puede derivar que:

$$E_{t1} = 0$$

----- (9) -----

Utilizando la ley de Gauss para la superficie cilíndrica

$$\oint \mathbf{D} \cdot d\mathbf{S} = Q$$

Se puede demostrar que

$$D_{N1} = \rho_s$$

----- (10) -----

II.3 Ondas planas

Para modelar el haz se utilizarán ondas planas que se representan matemáticamente de la siguiente forma

$$\mathbf{E} = E_0 e^{j(\boldsymbol{\beta} \cdot \mathbf{r} - \omega t + \gamma)} \mathbf{a}_E$$

----- (11) -----

donde $\boldsymbol{\beta}$ es la constante de propagación y su magnitud es

$$\beta = \frac{\omega}{c} \sqrt{\epsilon\mu}$$

----- (12) -----

y \mathbf{r} es un vector de posición. Una onda plana es representada en la Figura 12 [1-5].

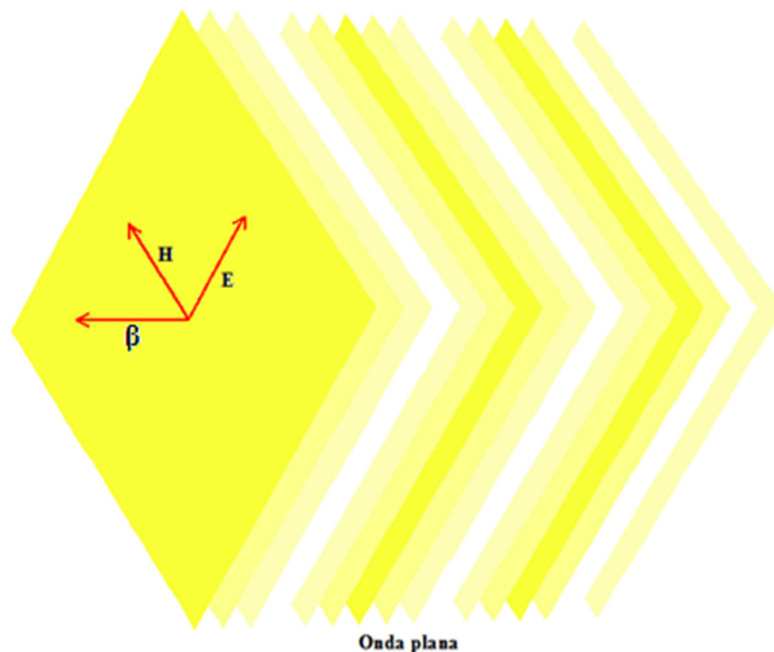


Figura 12: Representación de una onda con frente de onda plano

II.4. Ecuaciones de Fresnel

Aplicando las condiciones de frontera se calculan los coeficientes para la polarización perpendicular en la que el campo eléctrico es perpendicular al plano de incidencia, como se muestra en la Figura (13).

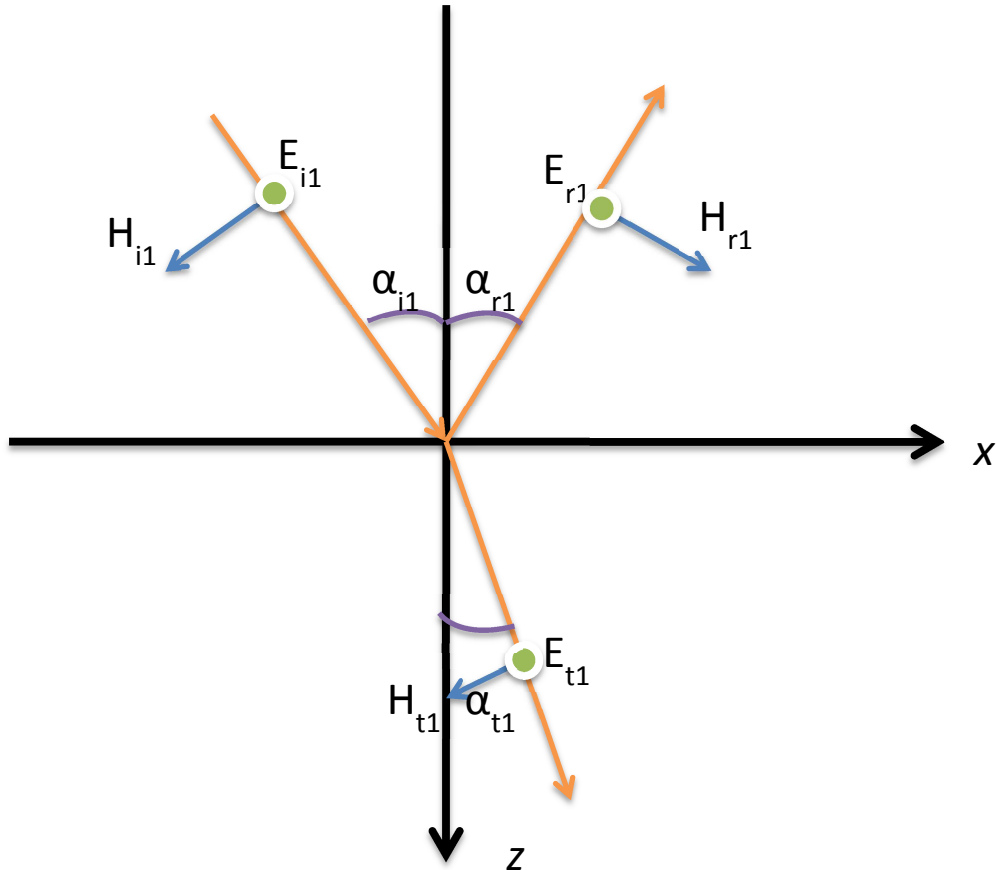


Figura 13: Vectores de la onda electromagnética en polarización perpendicular.

Los coeficientes de Fresnel permiten calcular cuantitativamente la señal reflejada y transmitida. La Ecuación (13) pertenece al coeficiente de transmisión y la Ecuación (14) al de reflexión para polarización perpendicular.

$$T^{1,2} = \frac{2\eta_2[\cos\alpha_{i1}]}{\eta_2[\cos\alpha_{i1}] + \eta_1[\cos\alpha_{t1}]}$$

----- (13) -----

$$\Gamma^{1,2} = \frac{\eta_2\cos\alpha_{i1} - \eta_1\cos\alpha_{t1}}{\eta_2\cos\alpha_{i1} + \eta_1\cos\alpha_{t1}}$$

----- (14) -----

Donde η_1 y η_2 son las impedancias intrínsecas de los medios dieléctricos.

Si el campo eléctrico se encuentra en el plano de incidencia la onda existe en polarización paralela (Ver Figura 14). Los coeficientes de transmisión y reflexión se calculan empleando las Ecuaciones (15) y (16) respectivamente.

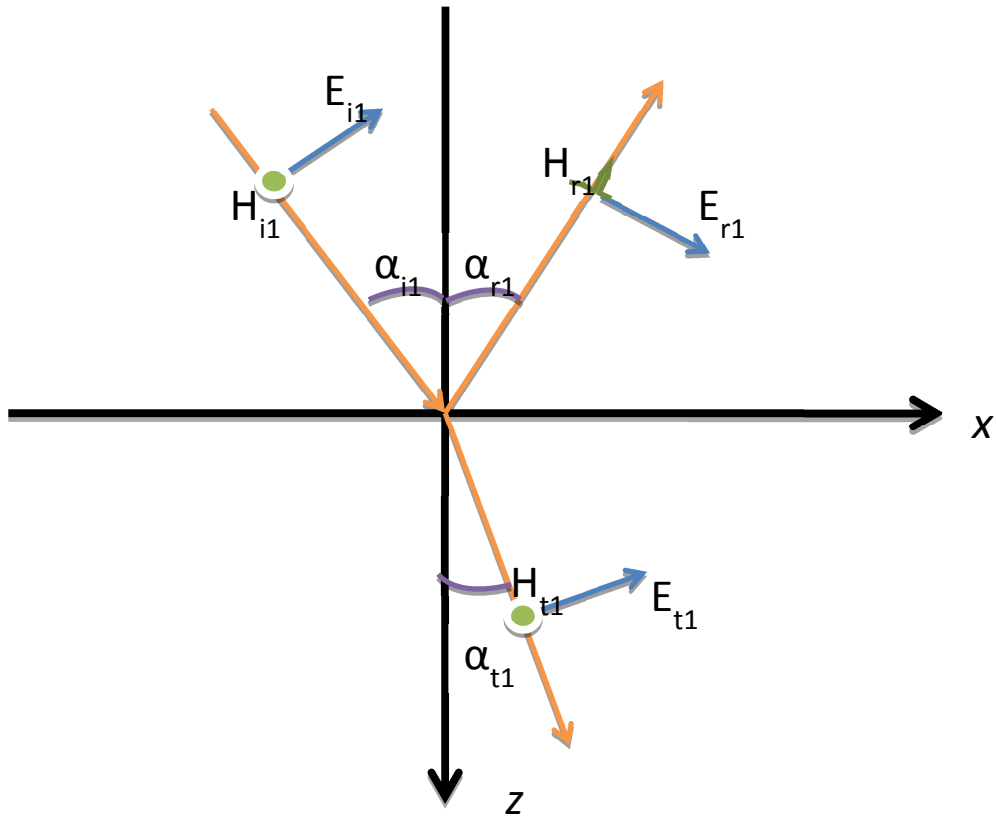


Figura 14: Vectores de la onda electromagnética en polarización paralela

$$T^{1,2} = \frac{2\eta_2[\cos\alpha_{i1}]}{\eta_1[\cos\alpha_{i1}] + \eta_2[\cos\alpha_{t1}]}$$

----- (15) -----

$$\Gamma^{1,2} = \frac{\eta_2\cos\alpha_{t1} - \eta_1\cos\alpha_{i1}}{\eta_2\cos\alpha_{t1} + \eta_1\cos\alpha_{i1}}$$

----- (16) -----

Para el cálculo de los coeficientes de Fresnel es necesario conocer las permitividades de cada uno de los dieléctricos. La Tabla 1 muestra las permitividades relativas de los materiales que pueden estar involucrados en el sistema de detección del nivel óptico.

| Material | ϵ_r |
|-----------------|--------------|
| Aire | 1.0005 |
| Alcohol etílico | 25 |
| Vidrio BK7 | 2.288 |
| Agua destilada | 80 |

Tabla 1: Valores de permitividades de materiales

Hasta ahora se han mencionado los fenómenos de reflexión y transmisión considerando que la luz del haz láser se encuentra polarizada de forma paralela (campo eléctrico en el plano de incidencia) o perpendicular (campo eléctrico normal al plano de incidencia).

Sin embargo, desconocemos la polarización del láser por lo que se tendrá que descomponer el vector de campo eléctrico para poder asignar cada componente a sus respectivos coeficientes (Ver Figura 15).

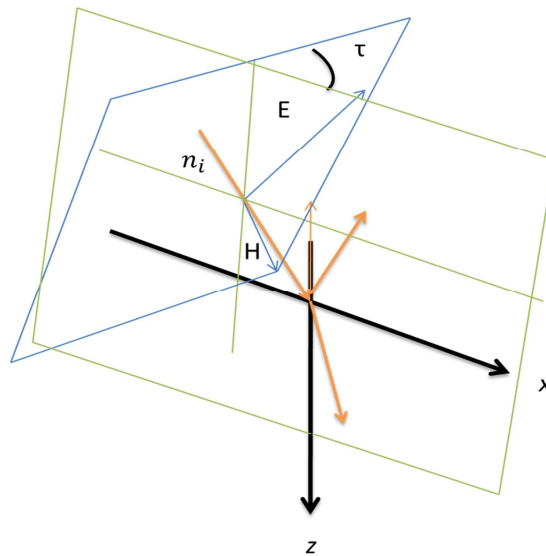


Figura 15: Campo eléctrico con componente perpendicular y paralela

II.5. Absorción

Los materiales absorben energía del láser y se puede calcular mediante la Ley de Lambert-Beer. La onda del campo eléctrico considerando la absorción se define en la Ecuación (17)

$$E = E_0 e^{-\frac{4\pi}{\lambda} n_i z} e^{2j\left(\frac{2\pi}{\lambda} n_r z - \omega t\right)}$$

----- (17) -----

donde la absorbancia se define como

$$A = \alpha z$$

----- (18) -----

donde z la trayectoria óptica y α es el coeficiente de absorción, que se calcula como

$$\alpha = \frac{4\pi n_i \omega}{\lambda}$$

----- (19) -----

La Figura 16 muestra la absorción del agua para un intervalo de longitudes de onda. El láser que emplea el AFM tiene una longitud de onda de 670 nanómetros por lo que el coeficiente de absorción es aproximadamente 0.5 /m.

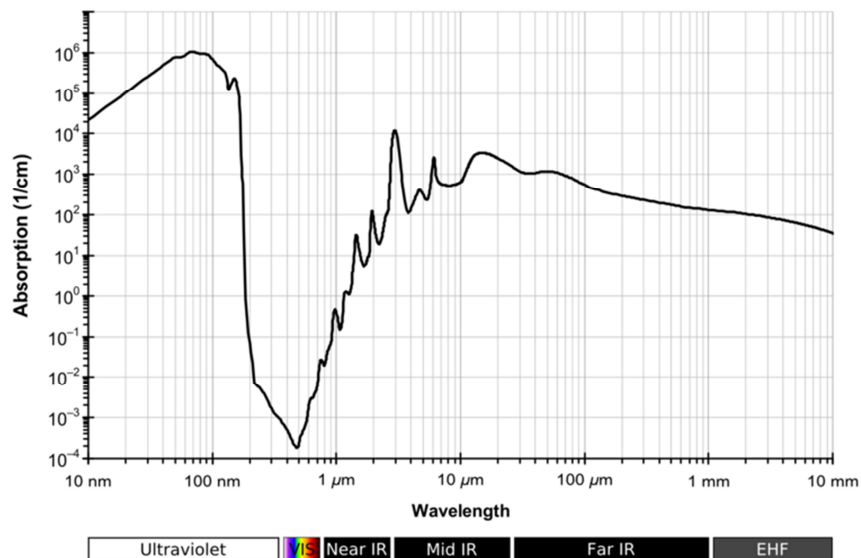


Figura 16: Coeficiente de absorción del agua para diferentes longitudes de onda [Este trabajo está licenciado por Creative Commons Attribution, compartido bajo la misma licencia 3.0]

II.6. Geometría de la cabeza del microscopio de fuerza atómica

La geometría de la cabeza define en gran parte a los ángulos de incidencia, los cuales influyen considerablemente en una adecuada recepción de señal en el fotodetector, demostrado en las ecuaciones de Fresnel. La Figura 17 muestra la unidad que es recorrida por el láser determinando su trayectoria. Mediante variables se marcan las dimensiones consideradas relevantes para encontrar el valor de los ángulos de incidencia.

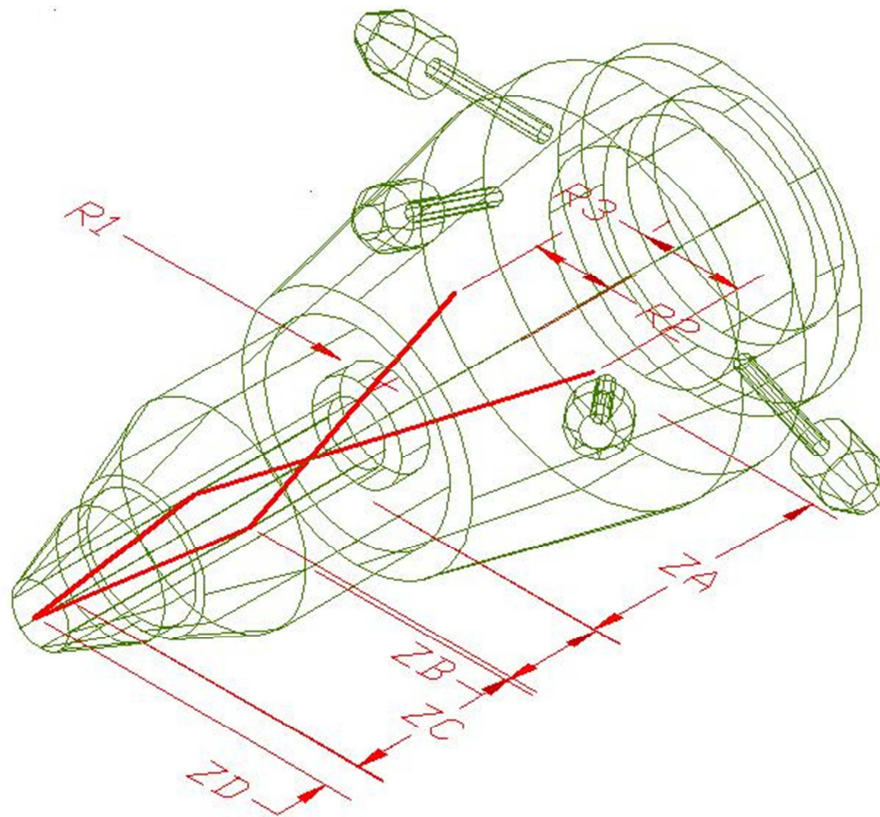


Figura 17: Cabeza del microscopio de fuerza atómica con las acotaciones de sus dimensiones.

En la Figura 18 se muestra una vista frontal del microscopio.

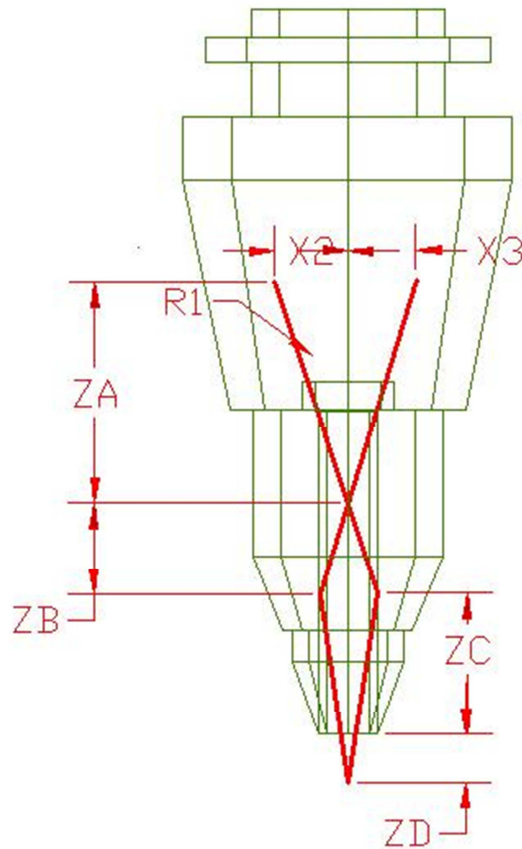


Figura 13: Imagen frontal de la cabeza del AFM

La Figura 19 muestra el trayecto del láser a través de los materiales dieléctricos. Es importante para el análisis las dimensiones de cada material. Se desconoce la óptica que existe en el interior de la cabeza del AFM por lo que el estudio inicia con el vector que incide en el vidrio BK7. Sin embargo, la investigación no pierde relevancia ya que la mayoría de los problemas en el alineamiento se originan en la parte inferior de la cabeza.

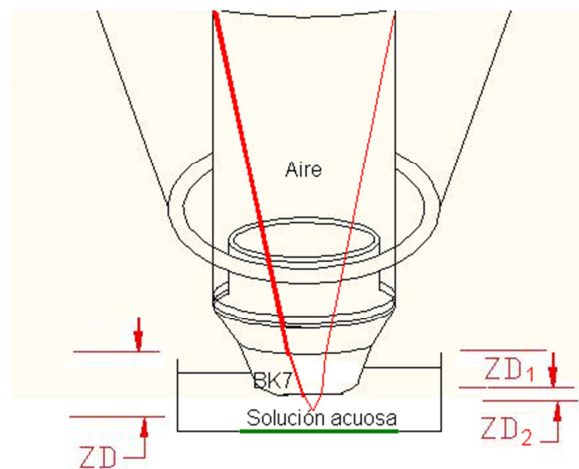


Figura 14: Vidrio BK7 y solución acuosa en el AFM

Otras vistas de la cabeza del AFM son mostradas en la Figura 20. Su diseño debe ser preciso para lograr una trayectoria óptima para el láser.

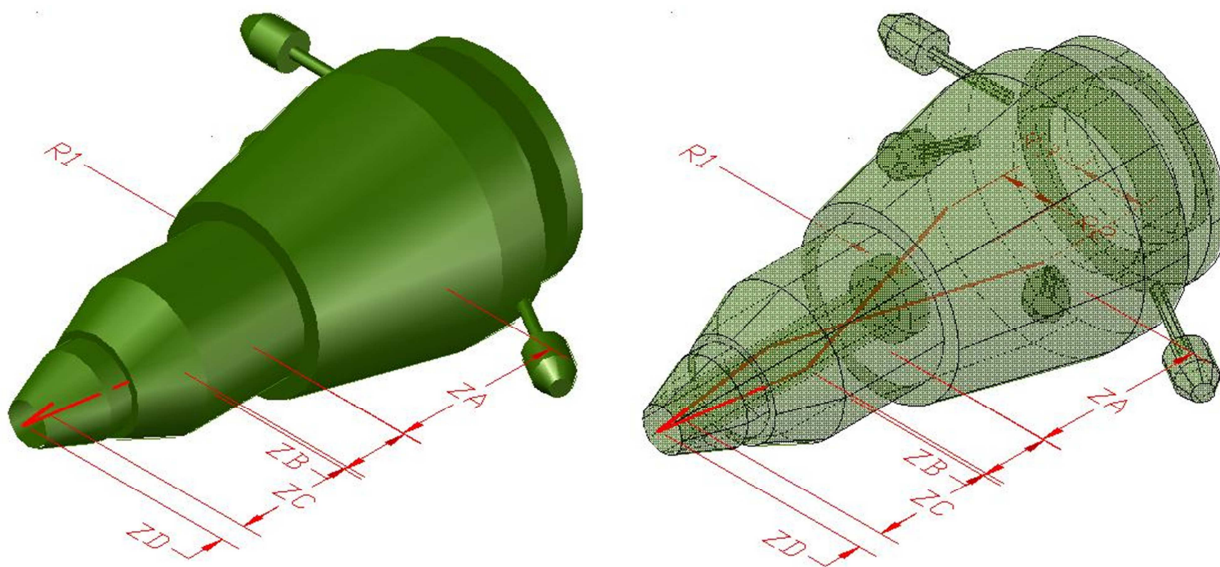


Figura 20: Vistas de la cabeza del AFM

II.7. Materiales en celda líquida

Se pueden observar en la Figura 21 el ángulo α_i y el α_o . El primero es el de incidencia en el vidrio BK7 y el segundo es el transmitido cuando el haz viene de regreso.

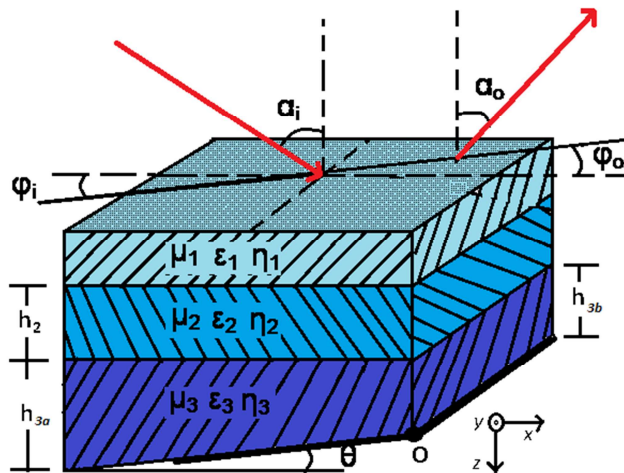


Figura 21: Medios dieléctricos por los que se propaga el haz

Cada uno de los medios dieléctricos posee cierta permitividad ϵ , permeabilidad μ e índice de refracción n . El primer dieléctrico es aire, el segundo es un vidrio conocido como BK7 y el tercero depende del medio en el que requiere estar la muestra, por lo general una solución acuosa.

El ángulo θ es la inclinación del cantiléver que se logra mediante un ajuste mecánico incorporado cerca de la sonda.

II.7.1 BK7

El BK7 es un vidrio óptico de boro silicato con pérdidas mínimas por absorción. Se caracteriza por una alta homogeneidad y sus buenas propiedades físicas y químicas que favorecen su uso en el rango visible e infrarrojo. Muchas de las ventanas, lentes, prismas que son usadas en sistemas ópticos o comunicación óptica son hechas de vidrio BK7.

Propiedades del BK7

- Intervalo de transmisión: 330 nm~2100 nm
- Coeficiente de expansión térmica: $7.5 \times 10^{-6} /K$

- Densidad: 2.51 g/cm³

II.7.2 Solución acuosa (Agua destilada)

En esta etapa se aproxima el cantiléver a un metal perfecto. Mediante las condiciones de frontera en una interfaz dieléctrico-metal se llega a los resultados de la Ecuación (20), que indica un coeficiente de transmisión 0 y uno de reflexión -1. La Figura 22 muestra el plano de incidencia, los vectores de propagación, el ángulo de incidencia y el de reflexión en el líquido.

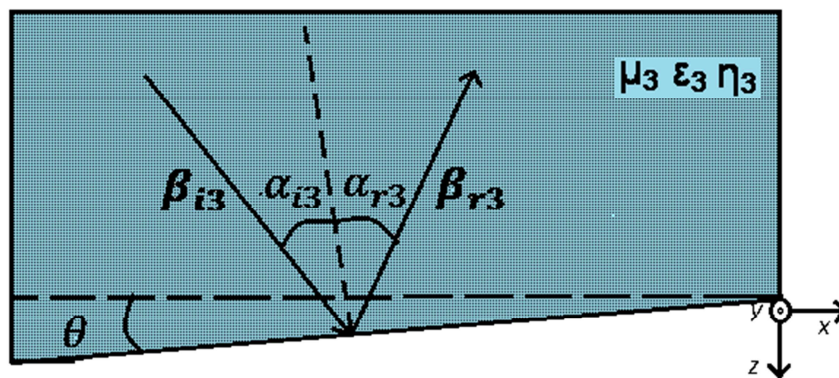


Figura 22: Interfaz definida por la solución en la que debe estar inmersa la muestra para trabajar in situ.

$$\Gamma^3 = -1 \text{ y } T^3 = 0$$

----- (20) -----

Para obtener el vector de propagación del haz reflejado (β_{r3}) se debe cambiar el signo de la componente normal al plano del vector (β_{i3}).

CAPÍTULO 3

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

III.1. Observaciones

Al momento de operar el microscopio de fuerza atómica podemos ver que cuando el láser se dirige hacia la ménsula una parte se refleja en cada interfaz de dieléctrico a dieléctrico. Debido a esto, reflexiones no requeridas se encontrarán en el microscopio en diferentes direcciones a lo largo de la unidad láser.

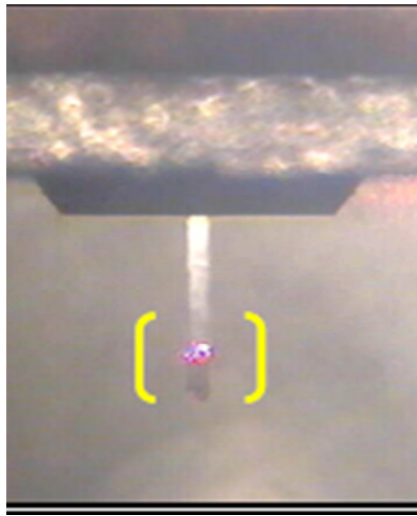
El sistema de AFM cuenta con una cámara que nos permite ver una imagen ampliada de la ménsula. Es de gran ayuda para posicionar el láser en la región adecuada.

En la Figura 23 pareciera que cierta señal se refleja en la ménsula. Sin embargo el láser posiblemente se ha reflejado en el interior del tubo por el que viaja antes de llegar al vidrio BK7. Se puede estar seguro de ello porque al fotodetector no llega luz.

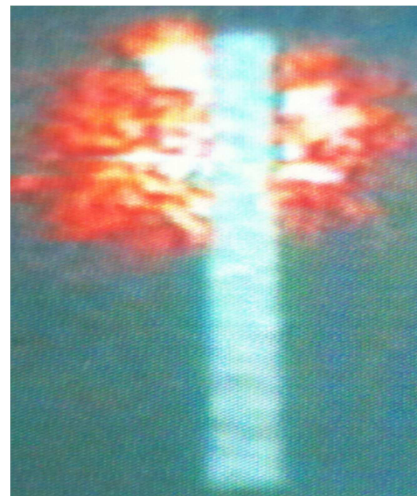


Figura 23: Aparente reflexión en la ménsula.

La Figura 24a muestra cómo debe reflejarse el spot sobre la ménsula. En la Figura 24b pareciera que también hay reflexión, sin embargo el gran tamaño de la mancha indica que solo es una reflexión antes de llegar a la ménsula.



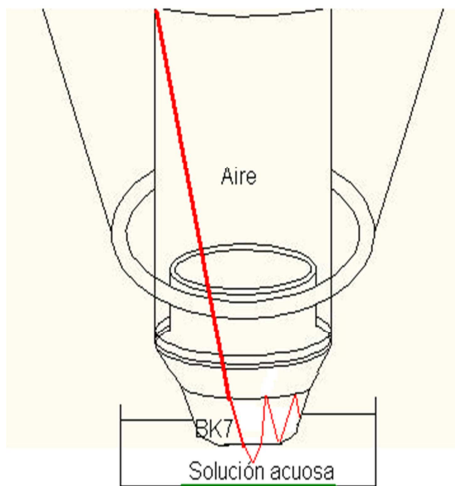
(a)



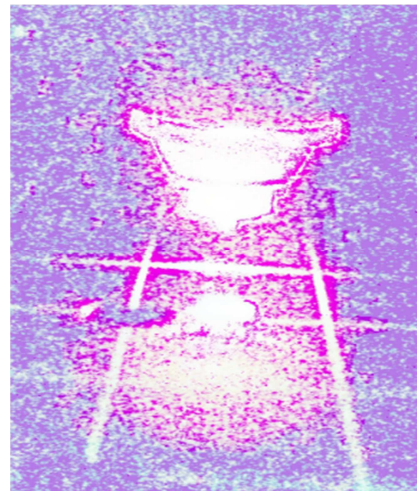
(b)

Figura 24: (a) Reflexión adecuada sobre la ménsula. [Fotografía extraída de QScope manual] (b) Aparente spot de reflexión sobre la ménsula

En la Figura 25 se puede observar una imagen tomada con una cámara de 2 megapíxeles empleando la función de visión nocturna. Se aprecia cómo es que la mayoría de la señal se refleja en la punta de la cabeza. Esto se logra a una dirección determinada del láser. Posiblemente la dirección con la que se ha dirigido ha provocado altas reflexiones.



(a)



(b)

Figura 25: Alta reflexión en la sonda.

En la Figura 26 el tamaño del spot que se observa sobre la ménsula hace pensar al usuario que se encuentra en la dirección del láser adecuada. Sin embargo, esa pequeña mancha es solo parte de la más grande, indicando que el láser tiene una reflexión no deseada.

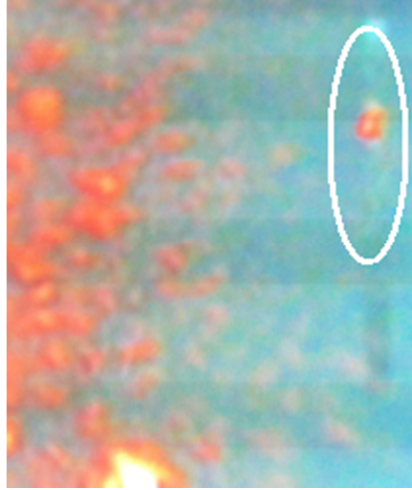


Figura 26: Aparente spot de reflexión sobre la ménsula.

Estas dificultades para alinear correctamente el láser sobre la ménsula hacen necesario un análisis más exhaustivo de lo que está ocurriendo.

Cuando el microscopio se alinea en agua, el proceso de alineamiento se vuelve más difícil. Para poder determinar la razón de esto, analizaremos una por una las tres posibilidades mencionadas en II.1.

III.2 Análisis de absorción

La primera posibilidad por la que el alineamiento en líquido se dificulta es que la luz del láser esté siendo absorbida por el agua. El análisis se describe a continuación.

De acuerdo a la Ecuación (18) se requiere conocer la trayectoria óptica y el coeficiente de absorción para encontrar la absorbancia del sistema. Debido a que se considera que el vidrio BK7 no tiene pérdidas por absorción la ecuación de la trayectoria óptica se basa solamente en el agua destilada. El coeficiente se puede obtener a partir de la Figura 16 y la trayectoria óptica se calcula mediante la Ecuación (21)

$$z = \frac{h}{[n_s \cdot n_z]} + \frac{h}{[n'_s \cdot -n_z]}$$

----- (21) -----

donde h es la altura del líquido en el que se encuentra sumergida la muestra.

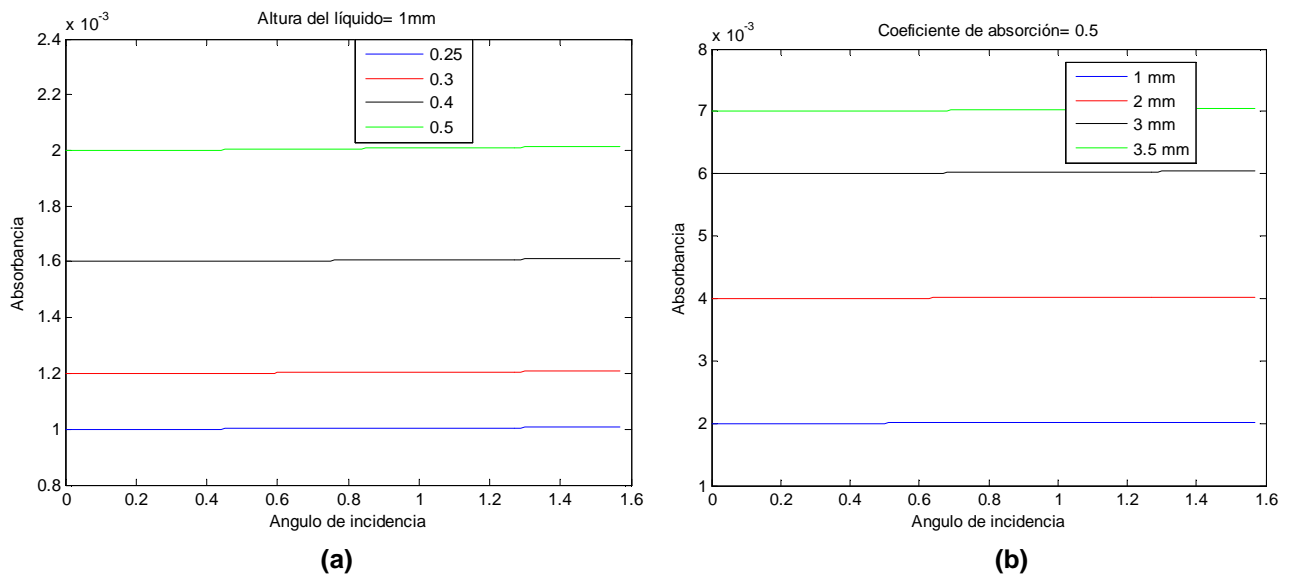


Figura 27: (a) Absorbancia para diferentes coeficientes de absorción, (b) Absorbancia para diferentes alturas de líquido

En la Figura 27 puede observarse que las absorbancias para cualquier ángulo de incidencia son próximas a cero. Esto indica que la absorción es mínima y que por tanto, no deberíamos esperar pérdidas en la intensidad del láser cuando se trabaja en agua destilada. En caso de operación en otros líquidos más absorbentes esto podría ser un problema, pero en agua destilada no lo es.

III.3 Dirección de la reflexión

La segunda posibilidad es que el láser no esté siendo dirigido en la dirección correcta. Para determinar esto se elabora un análisis vectorial de la trayectoria del láser en base a las desviaciones debidas a la refracción y reflexión en los medios. En la Figura 28 se observan los vectores de incidencia y los transmitidos, así como los planos de reflexión en la interfaz aire-BK7 y BK7-agua que tienen su vector normal en la dirección z.

El vector \hat{n}_{air} , es el vector unitario en la dirección de incidencia original. El vector \hat{n}_{BK7} es el vector unitario transmitido por la interfaz aire/BK7 y que incide sobre el agua. El vector \hat{n}_s es el vector transmitido por la interfaz BK7/agua y que incide sobre la ménsula.

La inclinación de la ménsula se toma en cuenta a través del vector \hat{n}_m , que es normal a su superficie. El vector \hat{n}'_s es el vector unitario en la dirección del haz reflejado por la ménsula. El vector \hat{n}'_{BK7} es el vector transmitido por la interfaz agua/BK7 y que incide en el aire. El vector \hat{n}'_{air} , es el vector unitario del haz que sale del sistema y debe dirigirse al fotodetector.

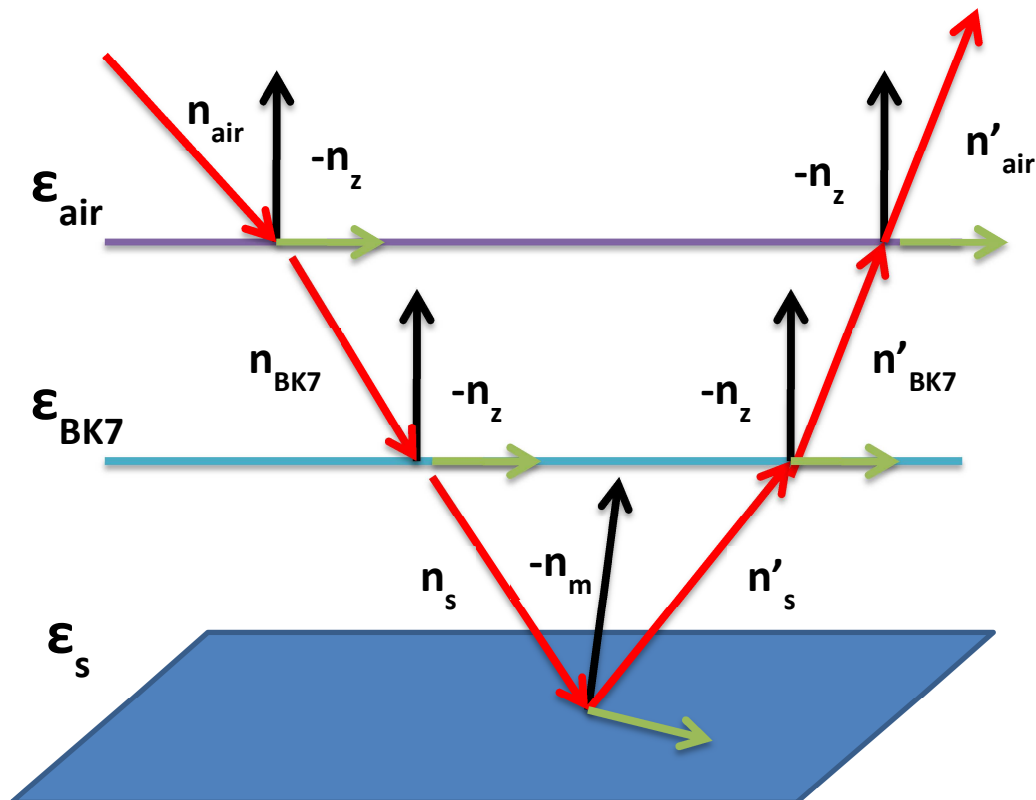


Figura 28: Vectores de propagación y normales a los planos de reflexión

Usando la ley de Snell y su transitividad, \hat{n}_s se puede calcular a partir del \hat{n}_{air} como

$$\hat{n}_s = \left[\frac{\sqrt{\epsilon_{air}}}{\sqrt{\epsilon_s}} [\hat{n}_{air} - [\hat{n}_{air} \cdot \hat{n}_z] \hat{n}_z] \right] + \sqrt{1 - \left[\frac{\epsilon_{air}}{\epsilon_s} [1 - (\hat{n}_{air} \cdot \hat{n}_z)^2] \right]} \hat{n}_z$$

----- (22) -----

Utilizando la ley de reflexión especular, el vector reflejado por la ménsula \hat{n}'_s se puede calcular a partir del vector de incidencia en la ménsula \hat{n}_s como

$$\hat{n}'_s = \hat{n}_s - 2(\hat{n}_s \cdot \hat{n}_m) \hat{n}_m$$

----- (23) -----

Y finalmente usando de nuevo la ley de Snell y su transitividad, el vector \hat{n}'_{air} se calcula empleando \hat{n}'_s como:

$$\hat{n}'_{air} = \left[\frac{\sqrt{\epsilon_s}}{\sqrt{\epsilon_{air}}} [\hat{n}'_s - [\hat{n}'_s \cdot \hat{n}_z] \hat{n}_z] \right] + \sqrt{1 - \left[\frac{\epsilon_s}{\epsilon_{air}} [1 - (\hat{n}'_s \cdot \hat{n}_z)^2] \right]} \hat{n}_z$$

----- (24) -----

Los vectores se relacionan con los ángulos de la siguiente forma:

$$\mathbf{n}_{air} = \sin\theta \mathbf{a}_x + \cos\theta \mathbf{a}_z$$

----- (25) -----

$$\mathbf{n}_m = \sin\theta' \cos\varphi' \mathbf{a}_x + \sin\varphi' \mathbf{a}_y + \cos\theta' \cos\varphi' \mathbf{a}_z$$

----- (26) -----

$$\mathbf{n}'_{air} = \sin\theta'' \cos\varphi'' \mathbf{a}_x + \sin\varphi'' \mathbf{a}_y - \cos\theta'' \cos\varphi'' \mathbf{a}_z$$

----- (27) -----

Utilizando Matlab 7.10, fue posible calcular \hat{n}'_{air} en función de \hat{n}_m y de \hat{n}_{air} , o lo que es lo mismo, θ'' en función de θ , θ' y φ .

El ángulo de salida θ'' es uno de los parámetros más importantes ya que nos indicará la dirección en la que saldrá el láser o incluso si no saldrá. Este ángulo puede calcularse a partir de \hat{n}'_{air} como

$$\theta'' = \text{sen}^{-1}[1 - (n'_{air} \cdot n_z)^2]$$

----- (28) -----

El ángulo θ' está relacionado con la componente de \hat{n}_m paralela al plano de incidencia. El ángulo φ' está relacionado con la componente en el eje y del vector \hat{n}_m .

De acuerdo a la Figura 29 para un ángulo $\theta' = 0^\circ$ se tiene un intervalo de $[0, \pi/2]$ donde alinear no debería ser un problema. Para $\theta' = 1^\circ$ existe un intervalo de lo que podríamos llamar “reflexión inversa” que abarca el intervalo $[0, 0.3]$ radianes; la característica de este intervalo es que la señal es dirigida en sentido opuesto al deseado, lo que presentará un problema al momento de alinear. Para $\theta' = -1^\circ$ se tiene incluso reflexión total interna en el intervalo $[0.75, \pi/2]$ radianes por lo que no llegará señal al fotodetector. Para $\theta' = 4^\circ$ se tienen ambos fenómenos reflexión inversa y reflexión total por lo cual no existe ningún valor de θ' para el cual el alineamiento pudiera ser exitoso. Para el caso de $\theta' = -4^\circ$ se tiene reflexión total interna para cualquier valor de θ y de nuevo, el alineamiento no sería posible.

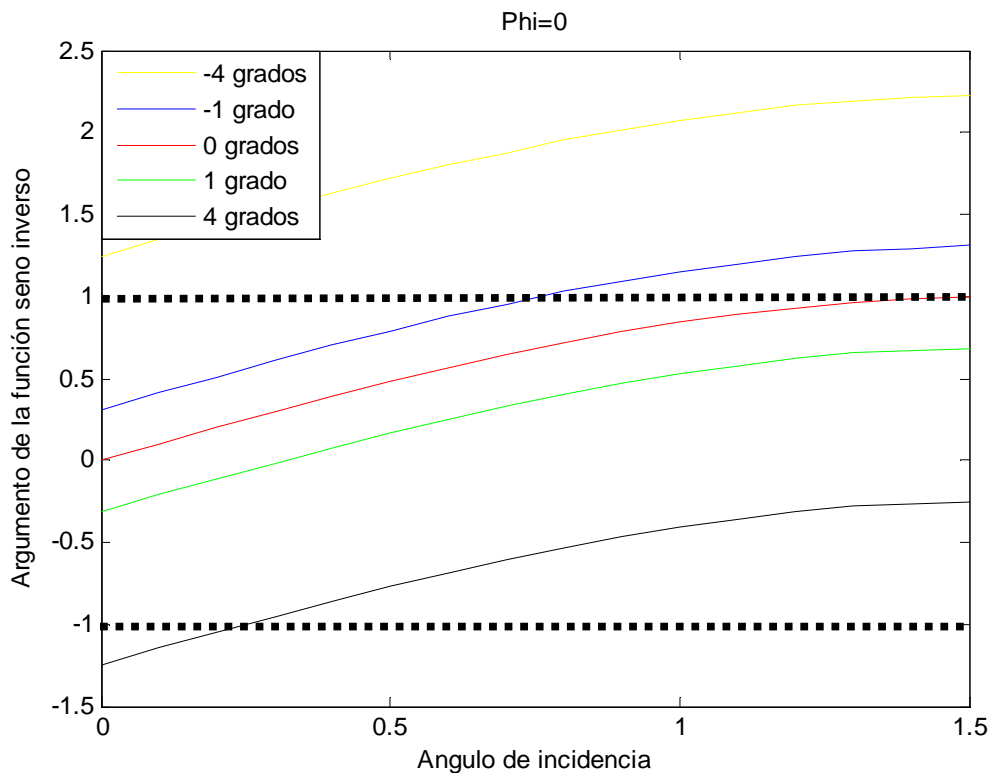


Figura 29: Gráfico para diferentes vectores n_m , modificando θ' y considerando $\phi'=0$

La Figura 30 muestra visualmente la dirección del haz de salida \hat{n}'_{air} con los vectores rojos en función de los vectores de incidencia \hat{n}_{air} marcados con color azul. La reflexión total se visualiza cuando los vectores son horizontales, la reflexión inversa si los vectores se inclinan a la izquierda y la reflexión directa que es la adecuada para el alineamiento se representa con los vectores inclinados a la derecha.

Se aprecia como para $\theta' = -4^\circ$ no hay vectores de salida. Si $\theta' = -1^\circ$ existen ángulos de incidencia que permitirán un posible alineamiento. Para $\theta' = 0^\circ$ y $\theta' = 1^\circ$ lograr un alineamiento resultará más sencillo debido a que el intervalo de ángulos de incidencia θ es más grande.

En los modos dinámicos el ángulo θ' de la ménsula se modifica intermitentemente, si el ángulo es del orden de magnitud que el utilizado en estos análisis, se esperaría que en celda líquida ocurriera inestabilidad en la recepción de señal por el fotodetector debida a la desviación brusca que sufrirá el haz de salida.

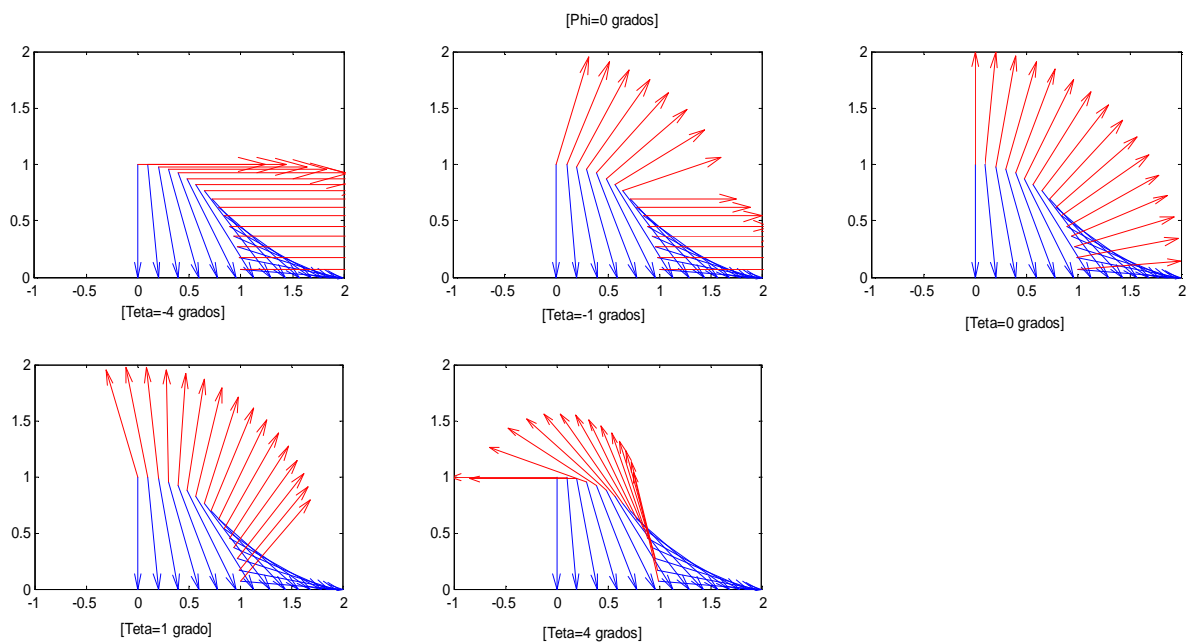


Figura 30: Vectores n_{air} y n'_{air} , modificando θ' y considerando $\phi'=0$

El análisis anterior supone $\varphi' = 0^\circ$, esto es, que el vector normal a la ménsula, \hat{n}_m se encuentra en el plano de incidencia. Esta suposición no está justificada, de modo que analizaremos lo que ocurre cuando el ángulo φ' también varía.

Si $\varphi' = \pm 1^\circ$ el intervalo para un posible alineamiento se reduce con respecto al caso $\varphi' = 0^\circ$. Para $\theta' = -4^\circ$ el alineamiento no es posible por reflexión total interna. Si $\theta' = -1^\circ$ es posible un alineamiento en el intervalo de incidencia de $[0, 0.7]$ radianes aproximadamente. El intervalo de alineamiento para $\theta' = 1^\circ$ es de $[0, \pi/2]$, para un ángulo $\theta' = 4^\circ$ no se podrá alinear el microscopio por reflexión total e inversa. En cualquier caso, el alineamiento se dificulta al pasar de $\varphi' = 0^\circ$ a $\varphi' = \pm 1^\circ$.

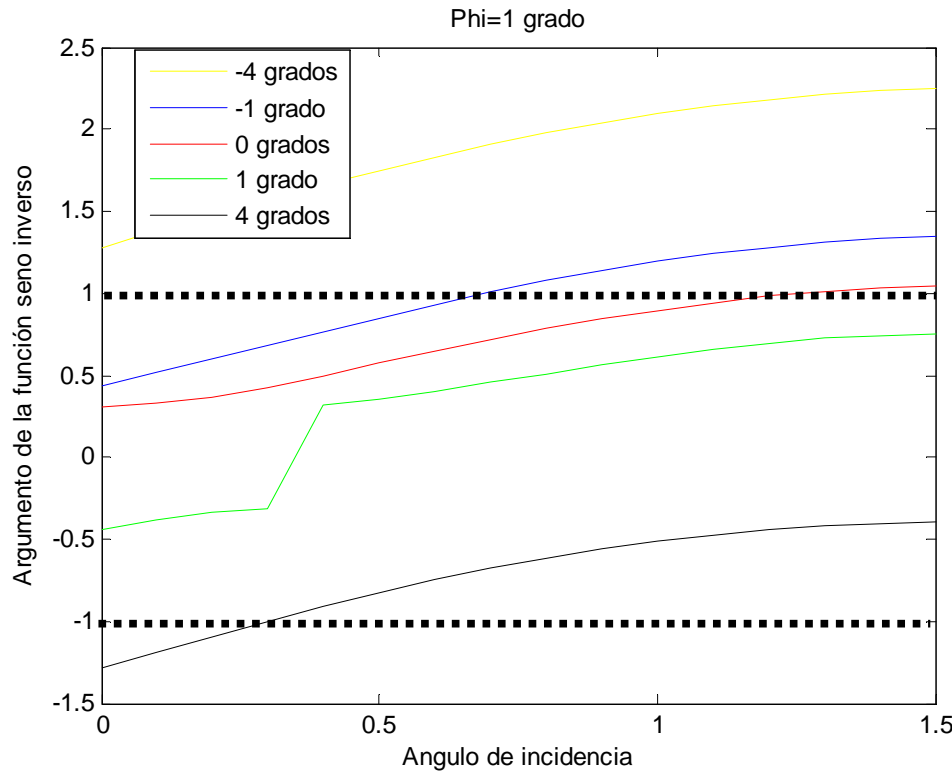


Figura 31: Gráfico para diferentes vectores n_m , modificando θ' y considerando $\varphi'=1$

En la Figura 32 se observan los vectores para $\varphi' = 1^\circ$. En la programación para un ángulo $\varphi' = -1^\circ$ los resultados son idénticos que para 1° . Se aprecia en la figura que para $\theta' = 0^\circ$ no existe reflexión inversa pero si reflexión total. Si $\theta' = 1^\circ$ hay reflexión inversa pero no total interna.

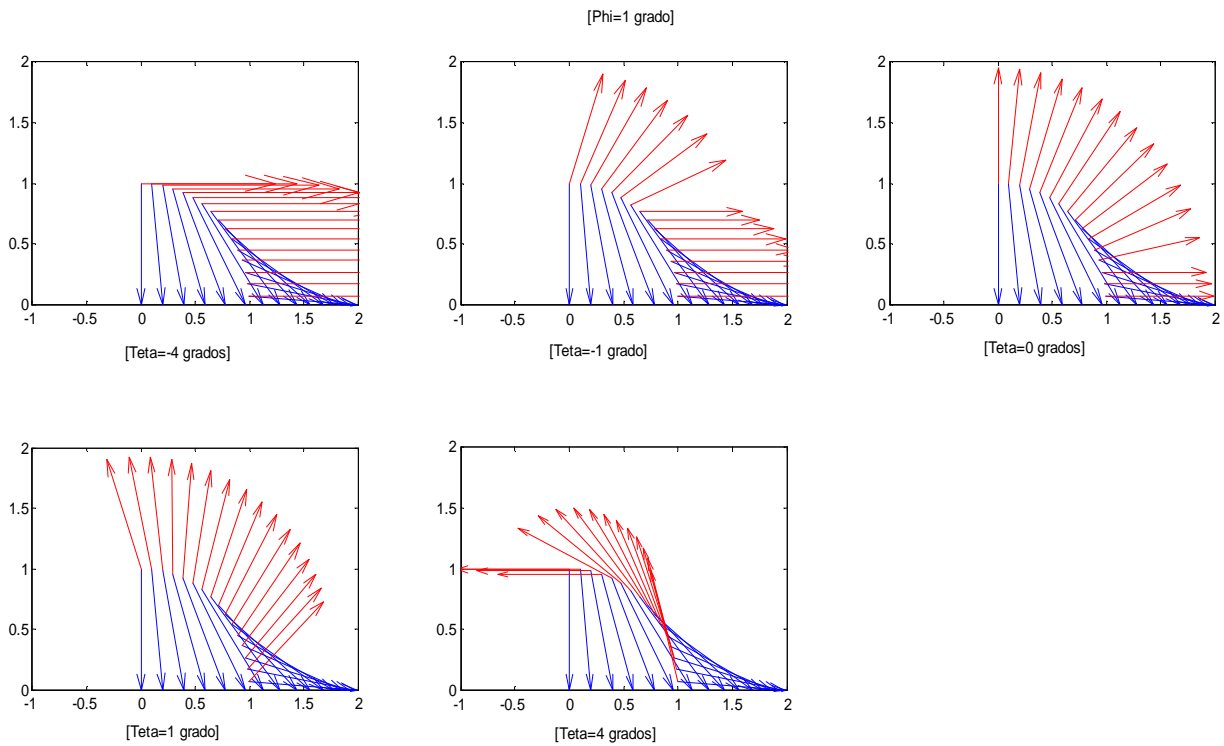


Figura 32: Vectores n_{air} y n'_{air} , modificando θ' y considerando $\varphi'=1$

De acuerdo a las Figuras 33 y 34 para $\varphi' = 2^\circ$ se tendrán intervalos de alineamiento para $\theta' = \{-1^\circ, 0^\circ, 1^\circ\}$. Para $\theta' = \{-4^\circ, 4^\circ\}$ no será posible alinear el microscopio. Esta situación es peor que aquella para $\theta' = 1^\circ$, a pesar de que la diferencia es solo de 1° .

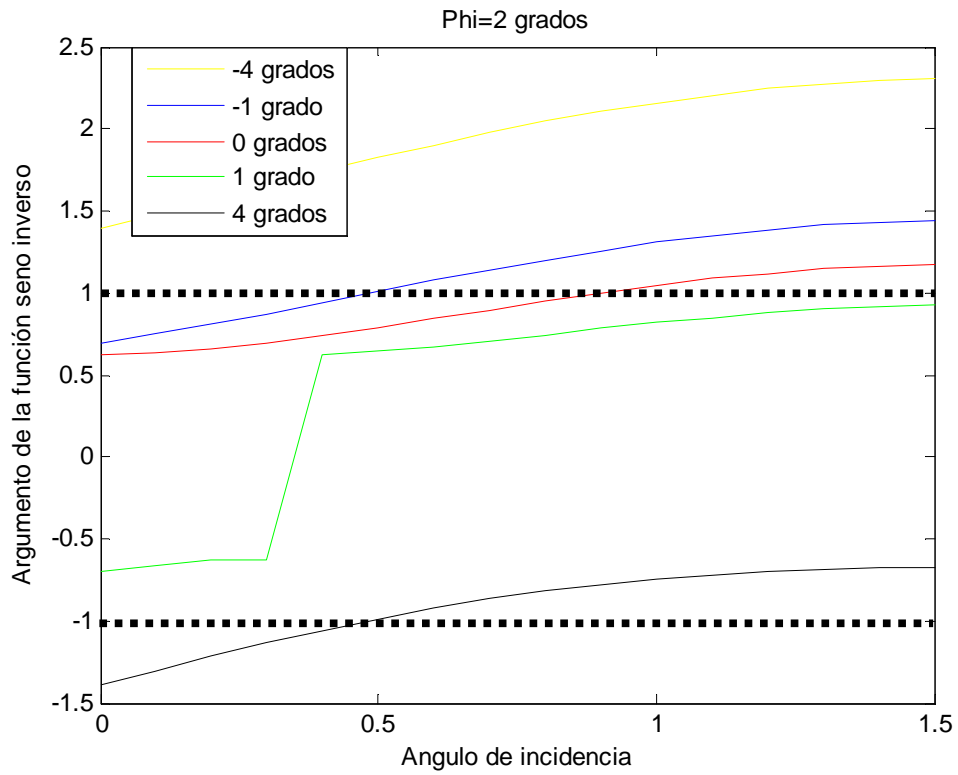


Figura 33: Gráfico para diferentes vectores n_m , modificando θ' y considerando $\varphi'=2$

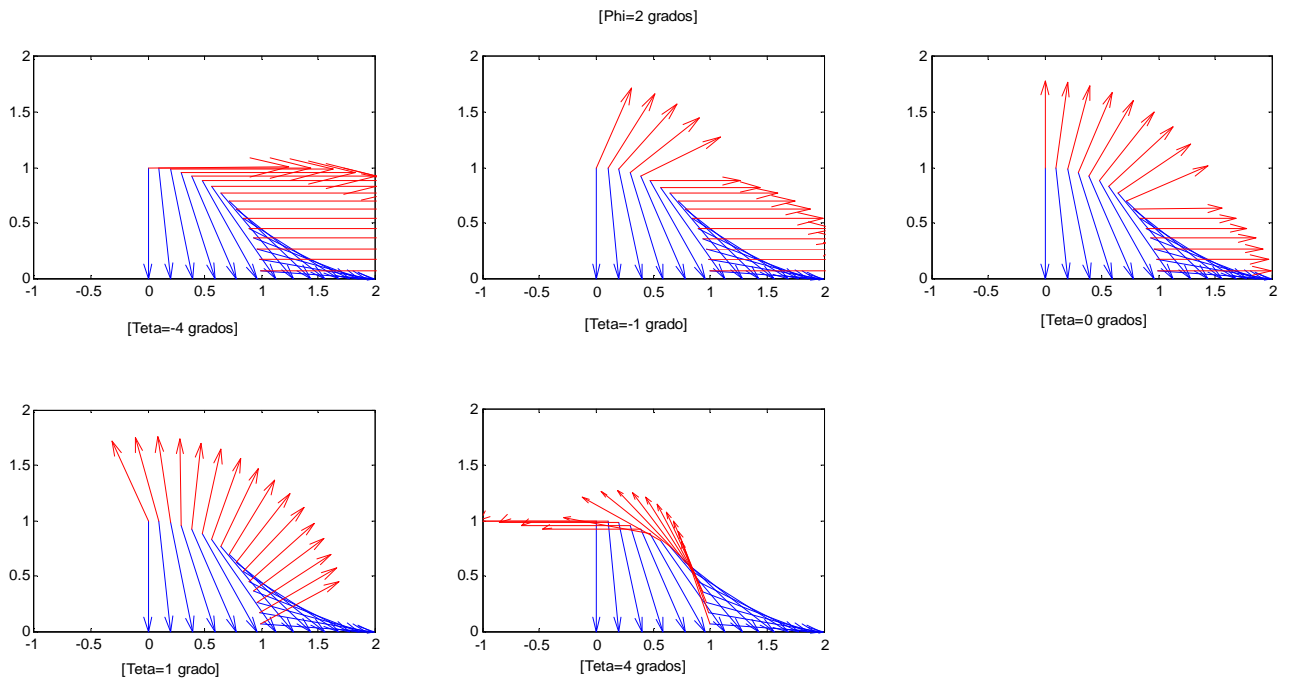


Figura 34: Vectores n_{air} y n'_{air} , modificando θ' y considerando $\phi'=2$

En la Figura 35 se puede observar que cuando $\varphi' = 4^\circ$ existe reflexión total interna para cualquier valor de θ en el intervalo $[0, \pi/2]$ y para $\theta' = \{-4^\circ, -1^\circ, 0^\circ, 1^\circ, 4^\circ\}$. En la Figura 36 los vectores están todos horizontales indicando la reflexión total.

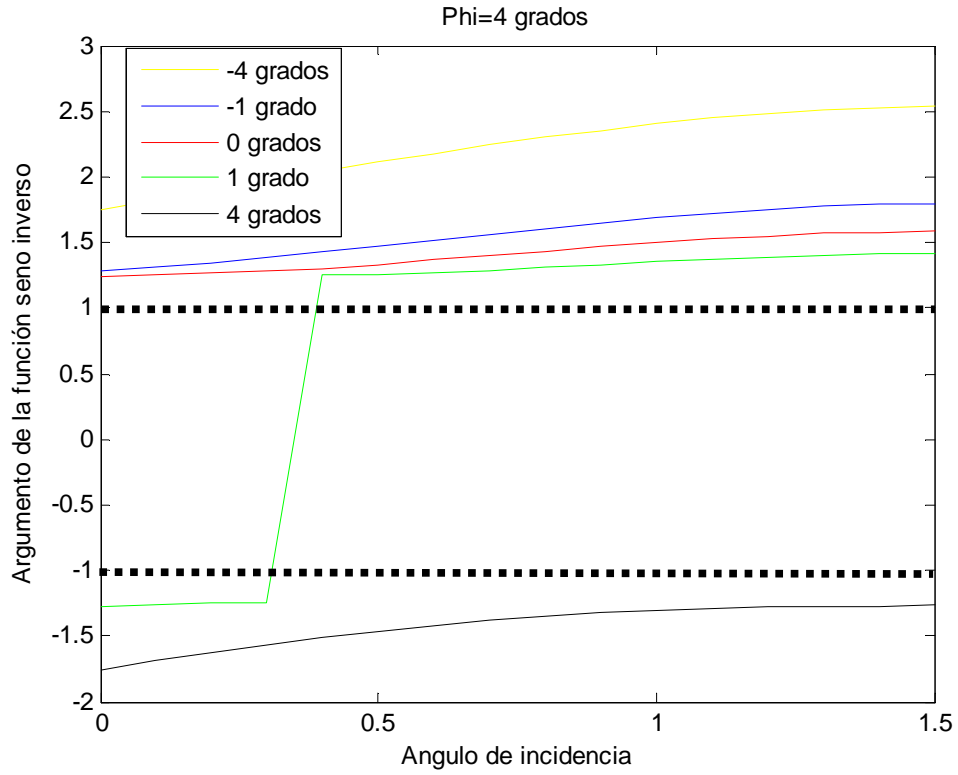


Figura 35: Gráfico para diferentes vectores n_m , modificando θ' y considerando $\varphi'=4$

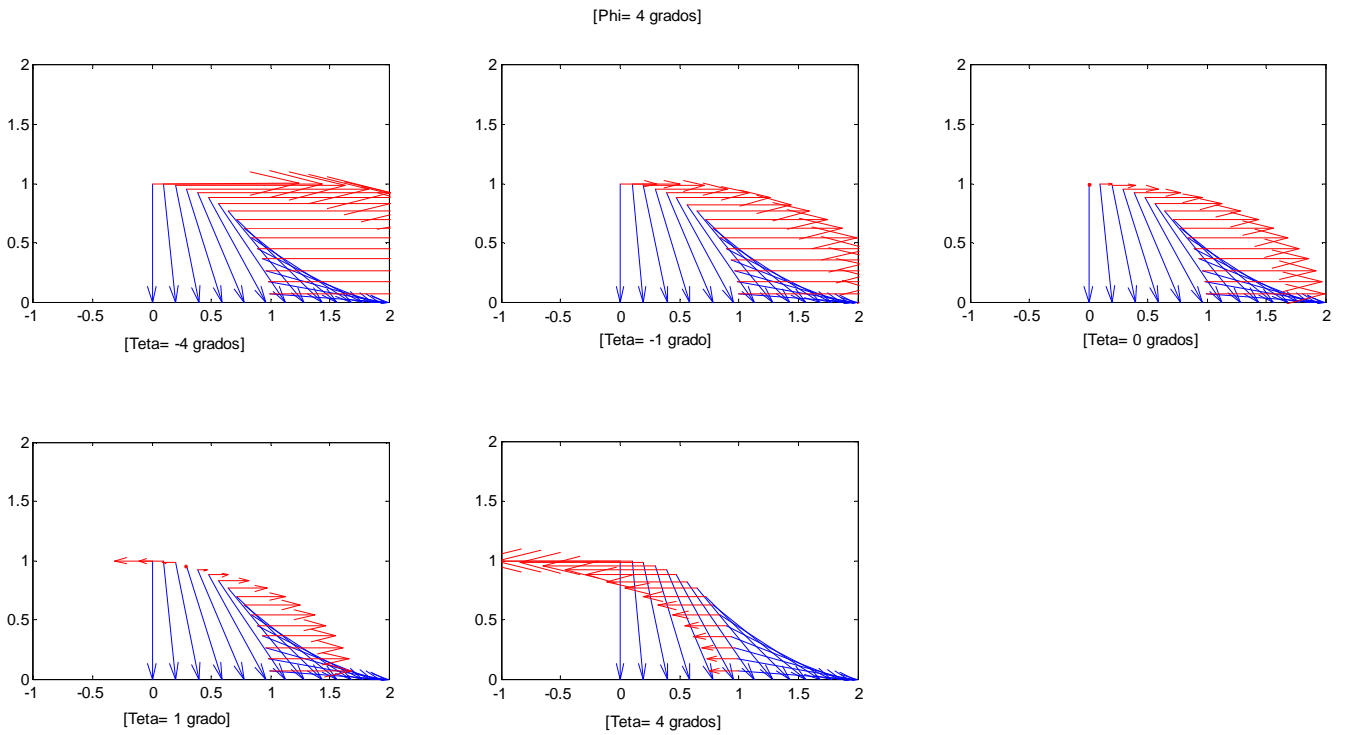


Figura 36: Vectores n_{air} y n'_{air} , modificando θ' y considerando $\phi'=4$

La alta permitividad del agua destilada es un factor que favorece la reflexión total interna en intervalos muy amplios. Las Figuras 37 y 38 muestran cual sería el caso si el agua se reemplazara con un dieléctrico con permitividad de 2.5. Puede apreciarse como el margen para lograr un alineamiento es considerablemente mayor que para el caso del agua destilada. Algunos líquidos como el alcohol étílico poseen permitividades inferiores a las del agua destilada por lo que podríamos esperar que el problema de reflexión total fuera menor en estos casos.

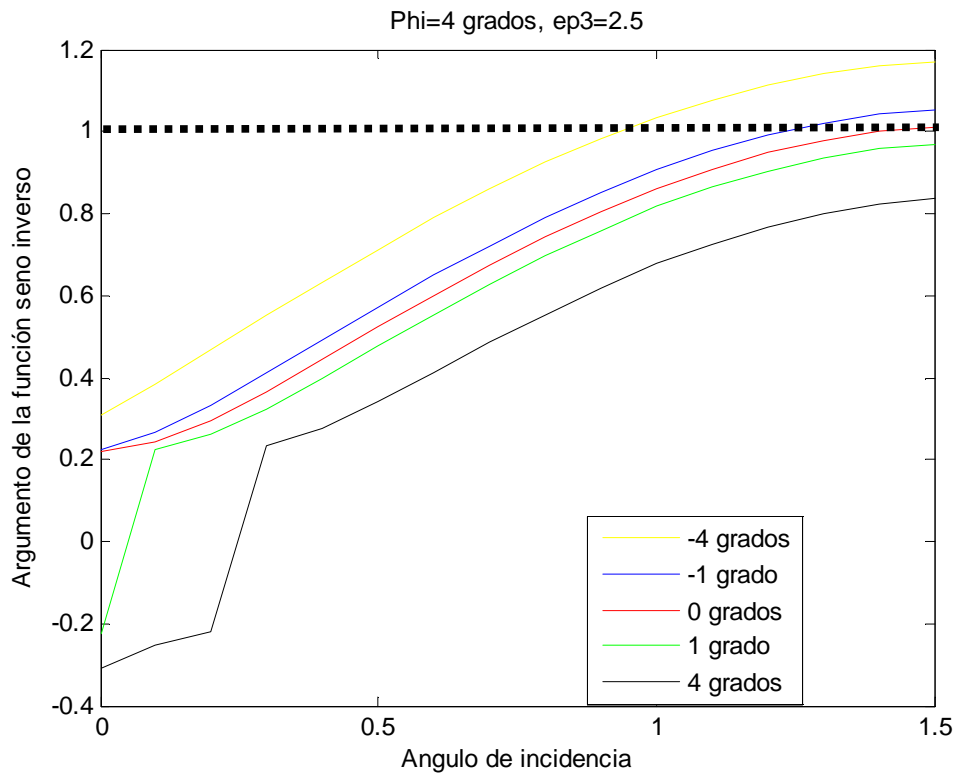


Figura 37: Gráfico para diferentes vectores n_m , modificando θ' y considerando $\phi'=4$

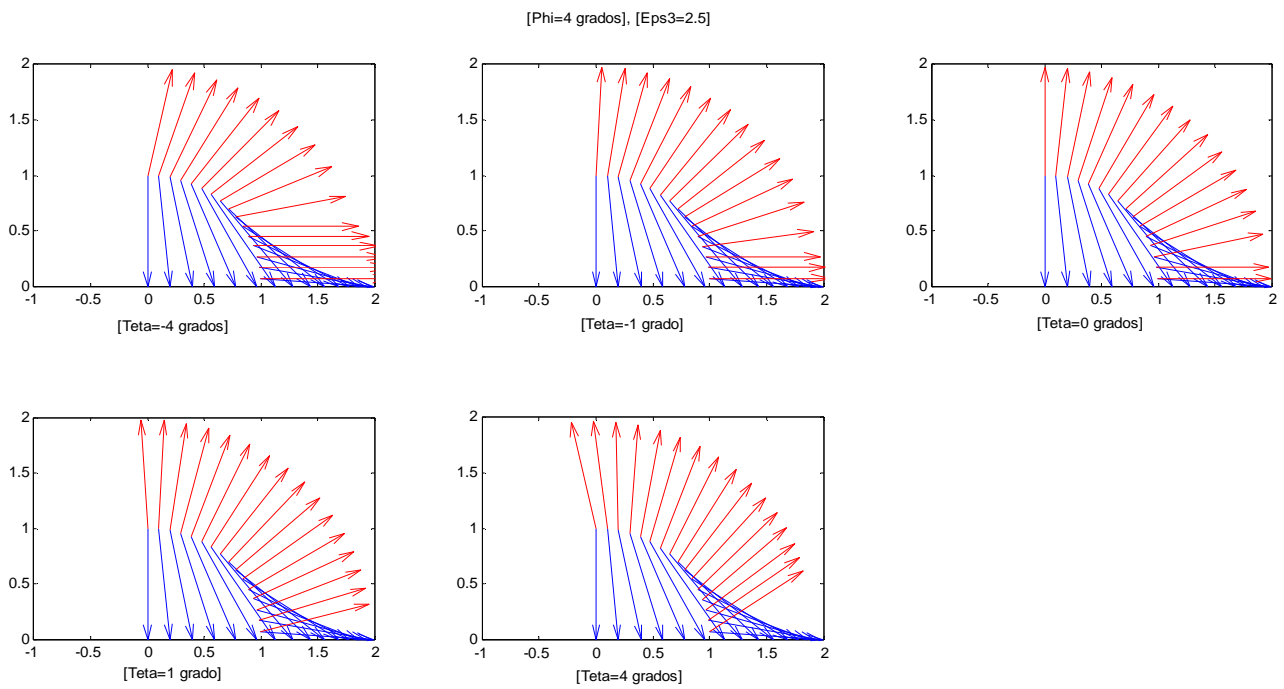


Figura 38: Vectores n_{air} y n'_{air} , modificando θ' y considerando $\phi'=4$

Es difícil determinar cuáles son los verdaderos ángulos de inclinación de la ménsula y si de verdad son del orden de magnitud utilizado en este análisis. En caso de que los ángulos fueran menores que 1° , la reflexión total no debería ocurrir. La situación de un alineamiento que no puede llevarse a cabo debido a reflexión total debería poder identificarse por el hecho de que no existe haz que incida sobre el fotodetector. Sin embargo, un haz mal dirigido en el interior de la cabeza del microscopio resultaría en una situación similar.

Determinar si es la posibilidad de reflexión total una de las razones por las que el alineamiento en líquido resulta tan complicado, es difícil. Sin embargo, nuestro análisis demuestra que es una posibilidad real que debe tomarse en cuenta.

III.4. Transmitancia

La última posibilidad que se analizó fue que la señal que llega al fotodetector fuera reducida en intensidad debido a las reflexiones en los diferentes medios. La operación en agua destilada introduce dos nuevas interfaces y cada una de ellas refleja parte de la luz láser, alejándola de la ménsula. El análisis se presenta a continuación.

El campo eléctrico incidente E_i se considera de magnitud unitaria y se define de acuerdo a la Ecuación (29), donde θ es el mismo ángulo utilizado en \hat{n}_{air} y τ es un ángulo que determina la polarización.

$$E_i = \sin\theta\cos\tau a_x + \sin\tau a_y - \cos\theta\cos\tau a_z$$

----- (29) -----

El campo eléctrico incidente se separa en componente paralela y perpendicular, ya que los coeficientes de Fresnel son distintos para ambas. Hasta el momento de incidir en la ménsula, el plano de incidencia no cambia por lo que los coeficientes de Fresnel pueden utilizarse en secuencia para cada polarización.

Después de que el láser se refleja en la ménsula, el nuevo plano de incidencia está determinado por la normal a la ménsula \hat{n}_m y el vector de incidencia \hat{n}'_s . Debe obtenerse la resultante del campo eléctrico y volver a separarse en sus componentes paralela y normal a este nuevo plano de incidencia. A partir de ahí, el plano de incidencia no volverá a cambiar y los coeficientes de Fresnel pueden volverse a usar en secuencia.

Los coeficientes de Fresnel pueden utilizarse para determinar los campos eléctricos en cada uno de los medios, pero si lo que se quiere es una medida de la energía transmitida, debe usarse la ecuación (30)

$$Transmitancia = \frac{|E_{out}|^2}{|E_{in}|^2} * \frac{\sqrt{\epsilon_2}\cos\alpha_t}{\sqrt{\epsilon_1}\cos\alpha_i}$$

----- (30) -----

donde $|E_{in}|$ es la magnitud del campo eléctrico incidente y $|E_{out}|$ es la magnitud del campo eléctrico transmitido [9].

En la operación en aire consideramos las interfaces aire-BK7 y BK7-aire. En la operación en agua se tienen las interfaces aire-BK7 y BK7-agua destilada. Para obtener la transmitancia total se multiplican las transmitancias en cada interfaz, incluyendo las del haz de salida.

La Figura 39 muestra la transmitancia total cuando la ménsula se encuentra en el plano $z=0$, para operación en aire y en agua destilada. Cuando se opera en aire puede observarse que la transmitancia es aproximadamente del 85% para pequeños ángulos de incidencia (incidencia normal) pero que se reduce hasta cero para ángulos grandes (incidencia tangencial). La transmitancia para 45° no es muy diferente de aquélla para 0° y de hecho el intervalo cuasi-constante se extiende hasta aproximadamente 1 radián ($\approx 57^\circ$).

La transmitancia para operación en agua es de poco más del 20%. Esta es una gran reducción sobre el caso de operación en aire. Debe esperarse que la señal de salida del láser cuando la operación sea en agua sea la cuarta parte de aquélla para operación en aire, por lo que será más probable que la señal de salida se reduzca por debajo de los límites apropiados de operación.

Un instrumento diseñado para operar en agua, debería tomar esto en cuenta e instalar un láser de cuatro veces más intensidad. Sin embargo, un instrumento que no fue diseñado para operar en agua y al que se le ha hecho una adaptación probablemente cargue con este problema, puesto que la operación nunca podrá ser igual que en el caso del alineamiento en aire.

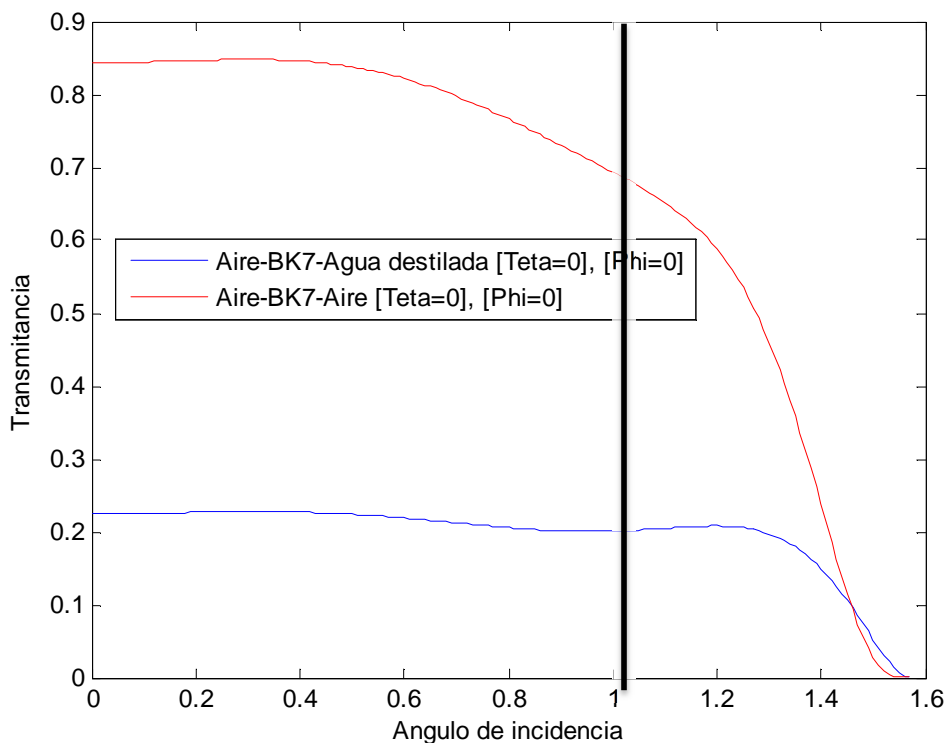


Figura 39: Transmitancia para $\tau=0$ grados

En la Figura 40 se analiza lo que ocurre cuando la ménsula presenta una inclinación. Para operación en aire, la transmitancia no cambia significativamente. La transmitancia no cambia tampoco cuando el ángulo θ' pasa de positivo a negativo. Sin embargo, para operación en agua, el signo de θ si es muy significativo y cuando es negativo la transmitancia cambia mucho con respecto al caso $\theta' = 0^\circ$, reduciéndose a partir de ángulos del orden de 1.2 radianes ($\approx 68.7^\circ$).

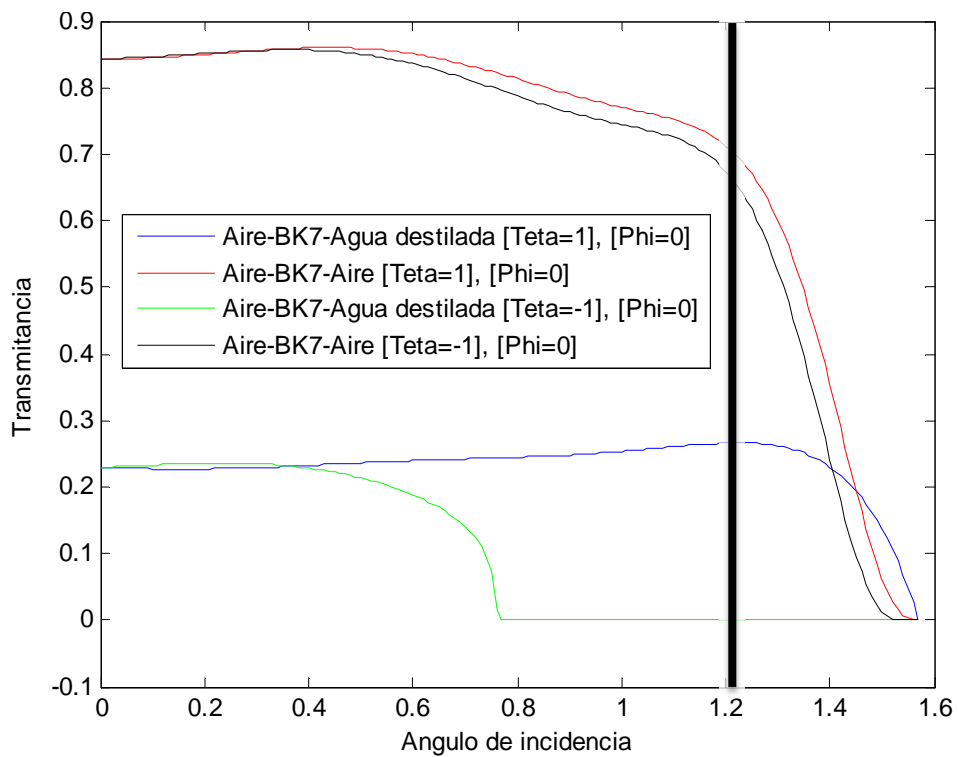


Figura 40: Transmitancia para $\tau = 0$ grados

En la Figura 41 la inclinación de la ménsula es mucho mayor y para θ negativo puede verse que la transmitancia para operación en aire empieza a modificarse y a reducirse a ángulos menores. Este es el mismo efecto encontrado para operación en agua, pero mucho menos pronunciado. En el caso de operación en agua, la transmitancia se reduce al extremo de llegar al intervalo de reflexión total.

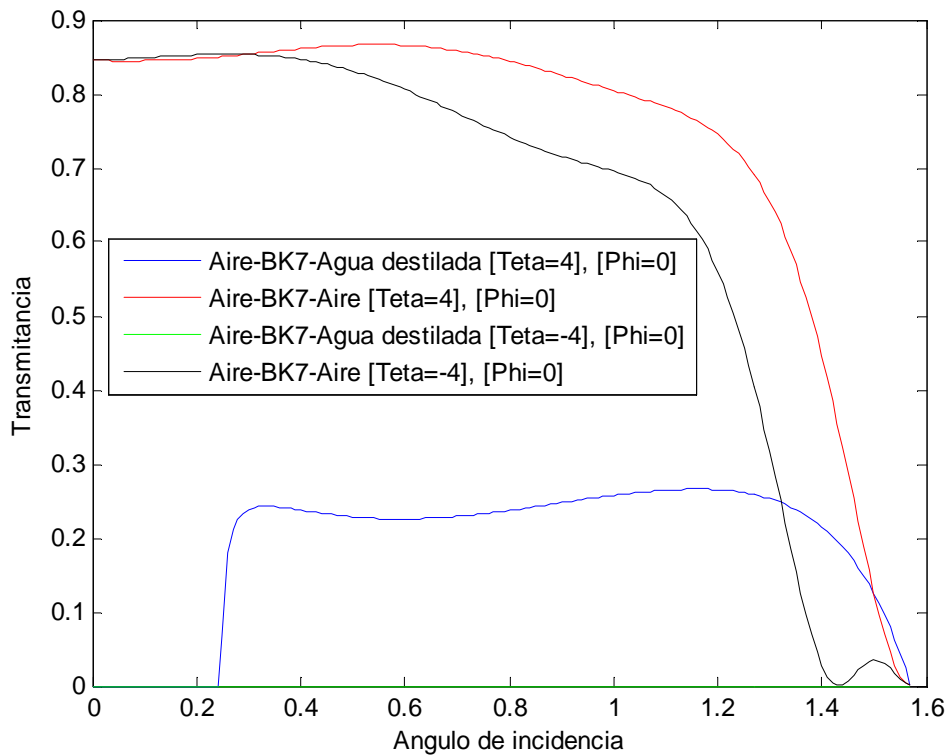


Figura 41: Transmitancia para $\tau = 0$ grados

Las Figuras 42 y 43 muestran un caso similar a la Figura 41 pero más extremo, en donde para operación en agua ya no existe transmisión puesto que alcanzamos el intervalo de reflexión total. Este resultado coincide con lo obtenido en III.3 donde las inclinaciones de la ménsula causaban este tipo de intervalos donde la señal desaparecía.

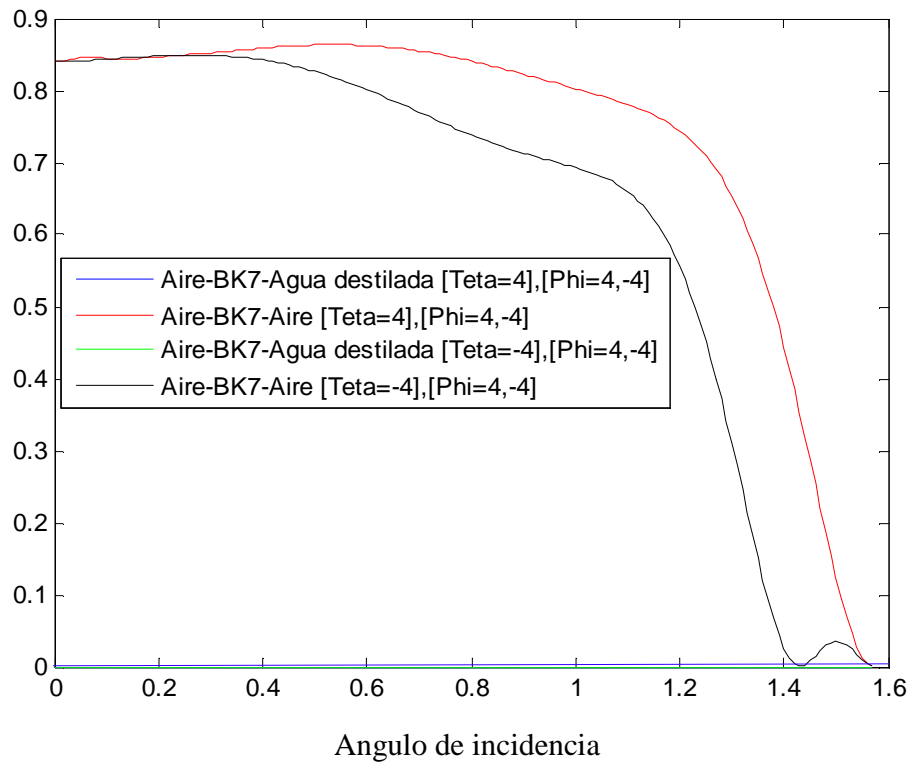


Figura 42: Transmitancia para $\tau = 0$ grados

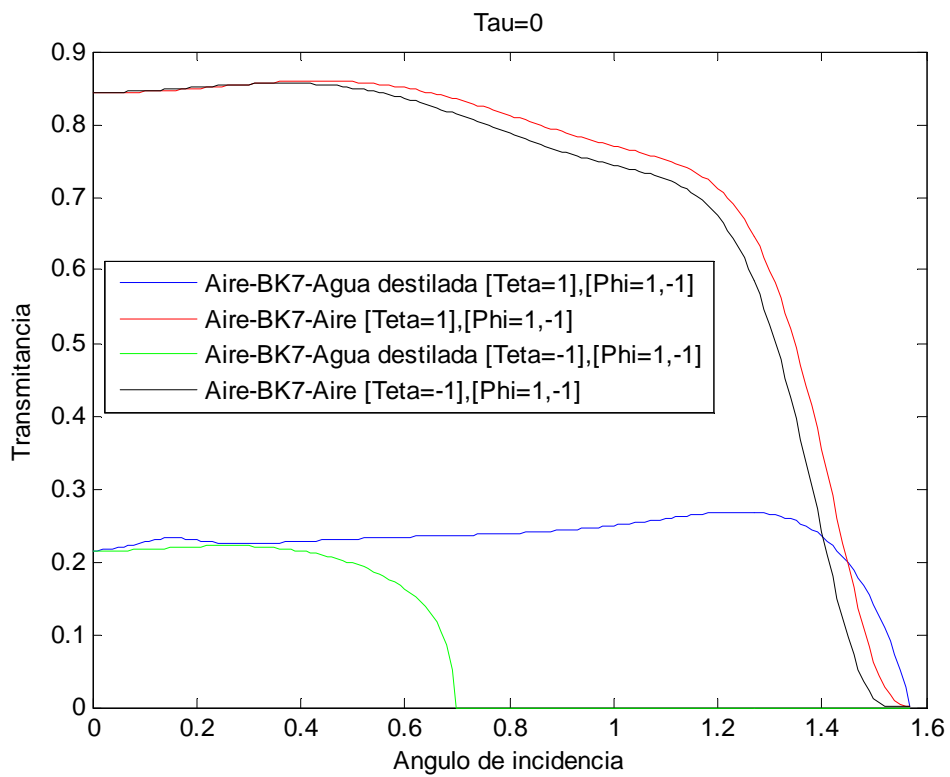


Figura 43: Transmitancia para $\tau = 0$ grados

No hubo diferencias significativas en los resultados para $\tau = [0, \pi/2]$ radianes, por lo que parece ser que la polarización del láser no influye en la transmitancia. Esto probablemente se debe a que los coeficientes de Fresnel para ambas polarizaciones son muy similares para los parámetros utilizados en este análisis.

III.5. Medición de la intensidad del haz en aire

El análisis matemático sugiere que el ángulo de inclinación de la ménsula tiene gran influencia en el redireccionamiento del haz. El sistema tiene un ajuste mecánico que permite inclinar la ménsula y así tener una herramienta más para redirigir el láser. Esto sería equivalente a variar θ' y φ' .

El mecanismo se puede observar en la Figura 44. La inclinación hacia arriba se ha considerado un ángulo positivo y hacia abajo negativo. La estimación del ángulo se hizo empleando un transportador.

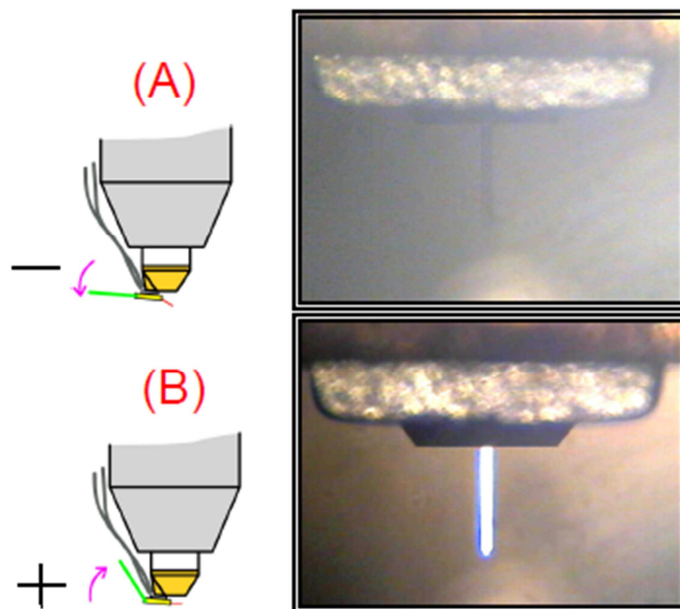


Figura 44: Mecanismo de ajuste de inclinación incorporado en la sonda. [Fotografía extraída de QScope manual]

Los datos de intensidad de la luz los arroja el software en un blanco que se muestra en la Figura 45. Se pueden observar tres zonas de colores, indicando con el color verde que tenemos una buena intensidad. Las Figuras 46 y 47 muestran la intensidad óptica detectado. Se puede apreciar que con una inclinación aproximada de 40 y -35 grados se obtiene la señal óptica óptima.

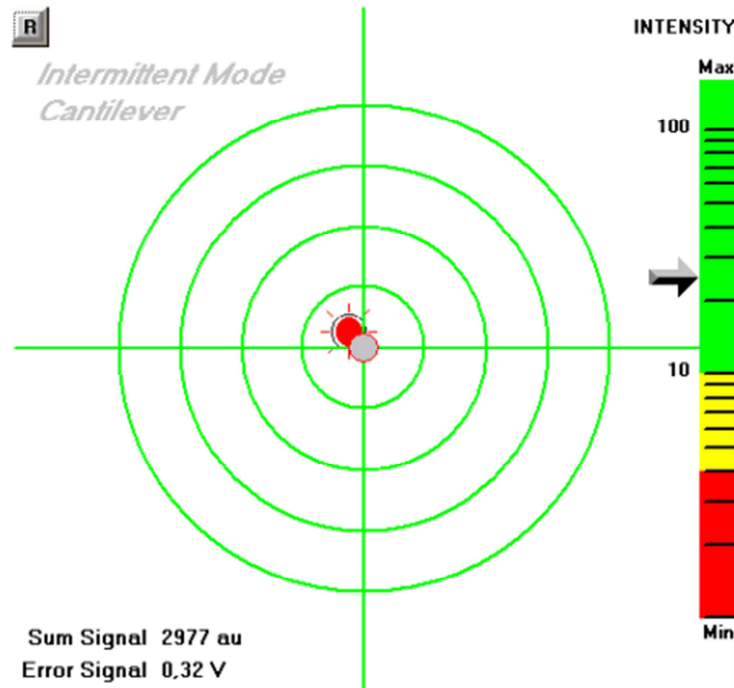


Figura 45: Blanco proporcionado por el software del AFM indicando la intensidad de luz en el fotodetector

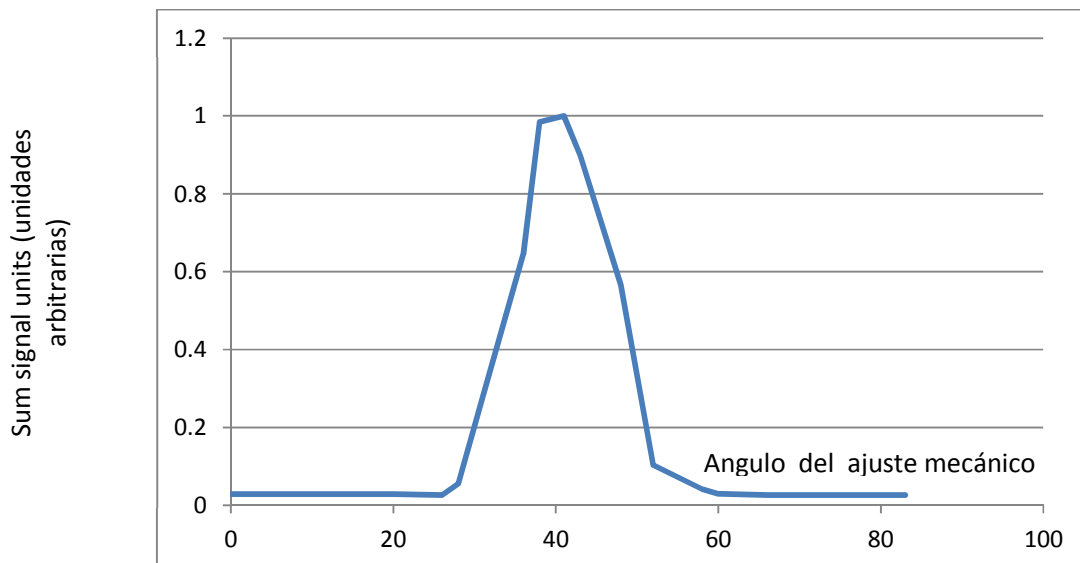


Figura 46: Angulo del ajuste vs Intensidad para ángulos positivos

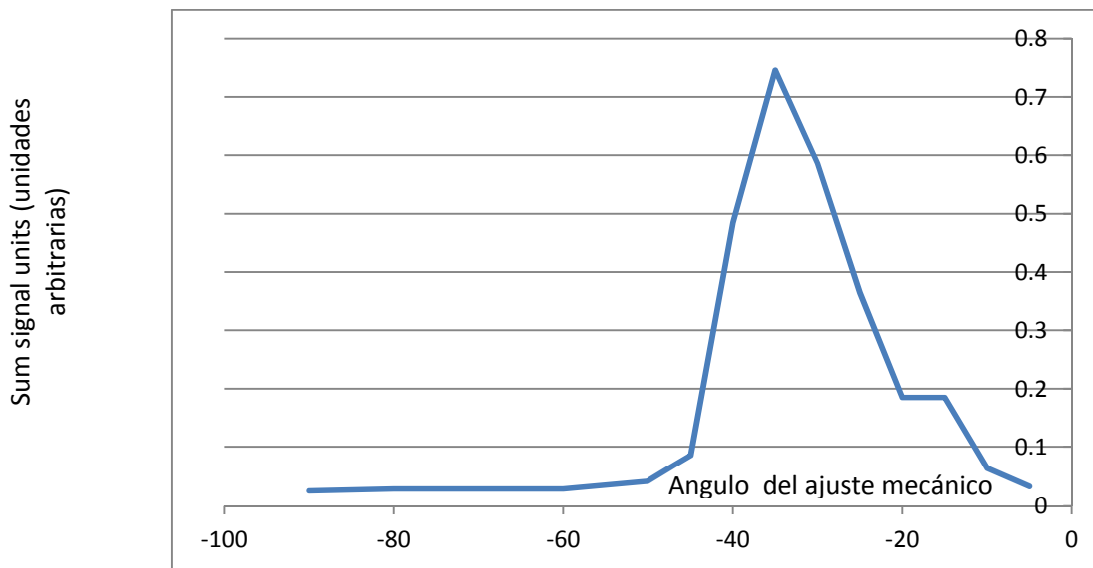


Figura 47: Angulo del ajuste vs Intensidad para ángulos negativos

III.6 Medición de la intensidad del haz en celda líquida.

La alineación se hace primero en aire. La intensidad se observa en el blanco en la Figura 48a. Al introducir la sonda en agua destilada la intensidad detectada es prácticamente nula (Ver Figura 48b). Esto debido a la desviación que sufre por el cambio de medio.

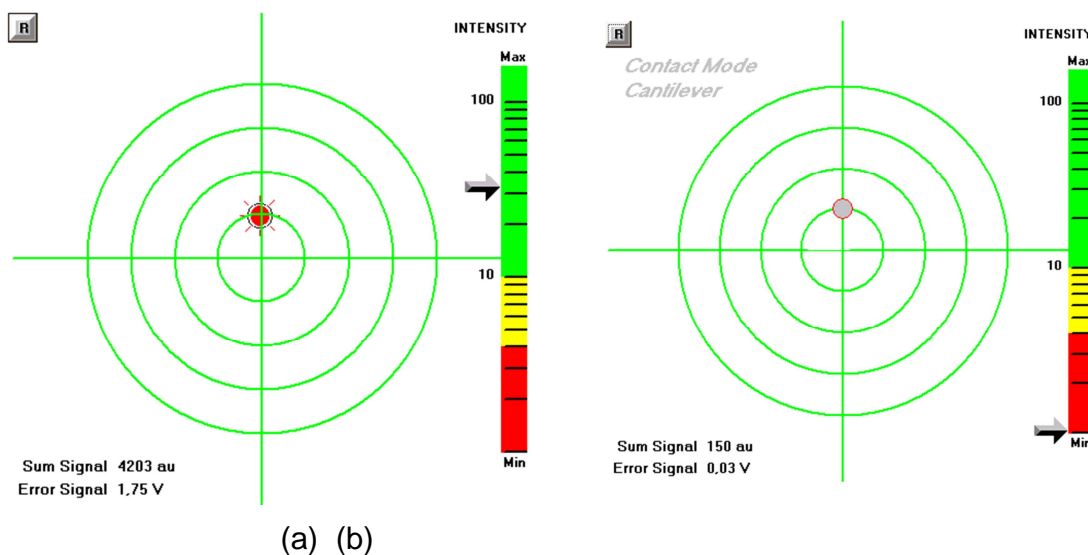


Figura 48: (a) Intensidad en aire (b) Intensidad inmediatamente después de sumergir la sonda en agua destilada.

Al mover los botones para redirigir al láser se vuelve a recibir señal en el fotodetector. Sin embargo, no se puede lograr igualar la intensidad lograda en aire, esto debido al aumento de pérdidas de energía asociadas al medio acuoso.

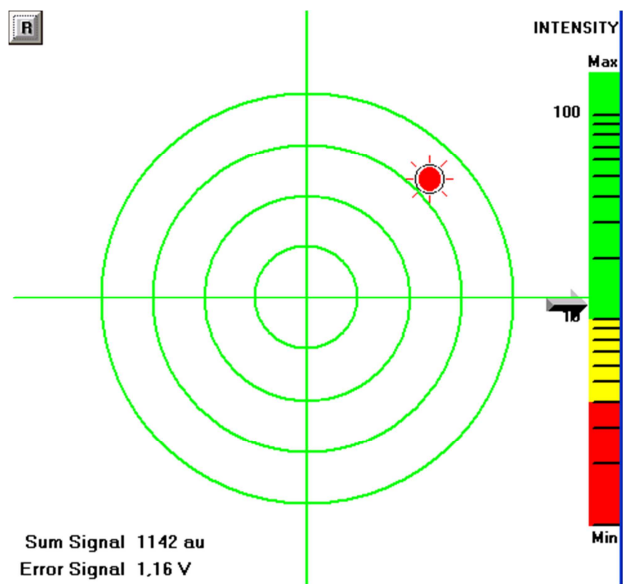


Figura 49: Señal después del reajuste en el láser

Se mide la intensidad del haz en el fotodetector en celda líquida variando el ángulo del ajuste mecánico. Se puede observar en la Figura 50 que el nivel detectado es menor comparado con la opción convencional. Además el ajuste que permite la máxima señal es de 60 grados aproximadamente.

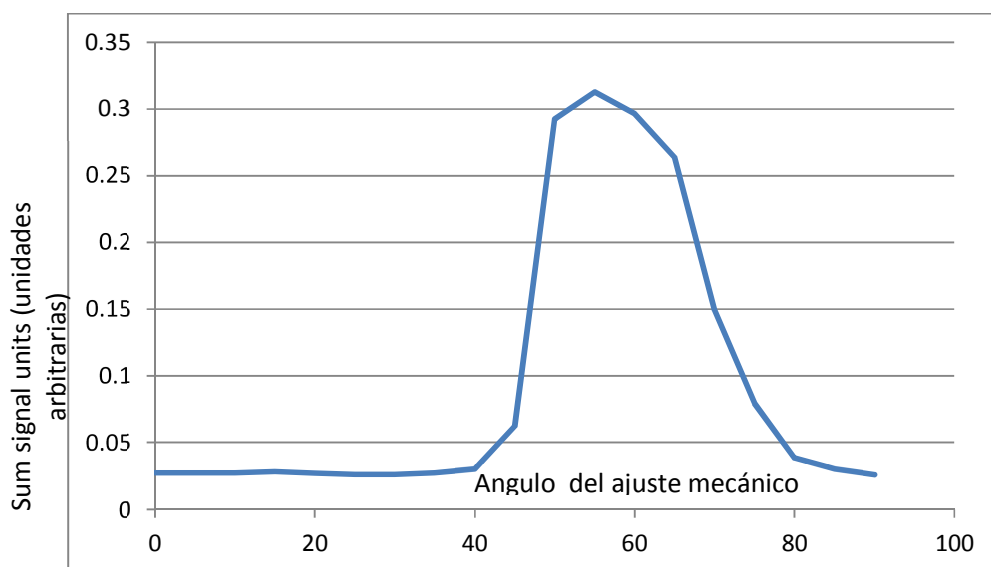
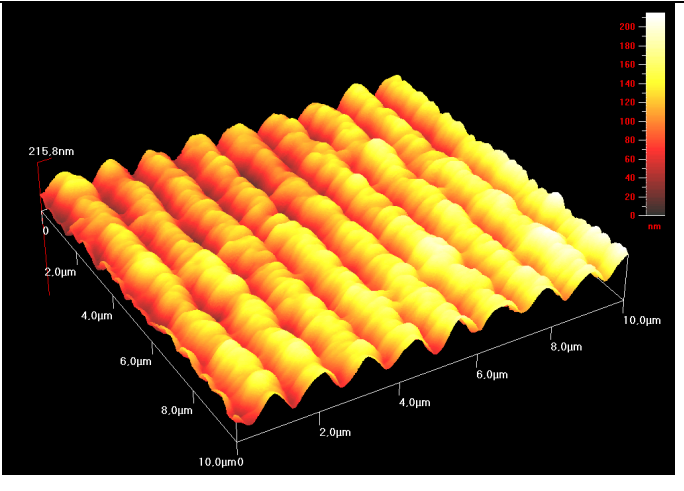
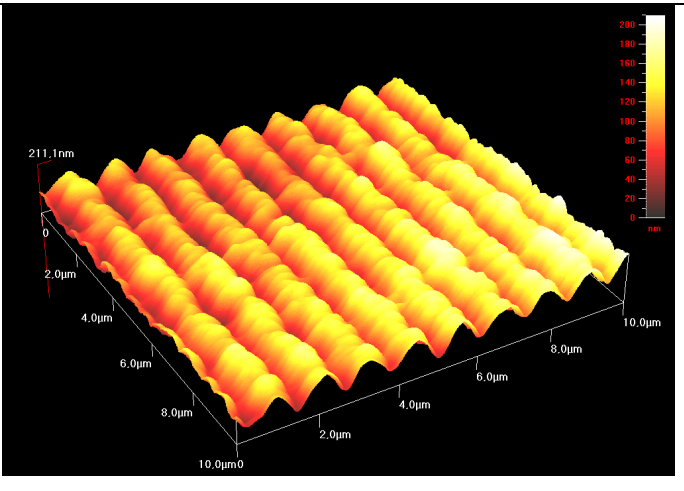


Figura 50: Angulo de ajuste vs. Intensidad de señal en celda líquida

El cambio de ángulo al cual se obtiene la señal máxima es consistente con los resultados del análisis en III.3, ya que la dirección del haz de salida se modifica enormemente cuando se introduce el líquido. Sin embargo, esto no puede analizarse a mayor detalle puesto que el ángulo del ajuste mecánico en las Figuras 49 y 50 no puede identificarse con los ángulos utilizados en el análisis. Lo que sí puede compararse es la disminución en la señal cuando el microscopio opera en líquido.

Obtención de imágenes con diferentes intensidades de señal detectadas por el fotodetector

| Intensidad | Imagen |
|---|--|
| <p align="center">Verde</p> <p><i>Sum signal</i> : 4001 unidades arbitrarias <i>Error signal</i>: 1.72 V Resolución 600 Frecuencia de barrido 2 Hz</p> |  |
| <p align="center">Amarilla alta</p> <p><i>Sum signal</i> : 487 unidades arbitrarias <i>Error signal</i>: 0.20 V Resolución 600 Frecuencia de barrido 2 Hz</p> |  |

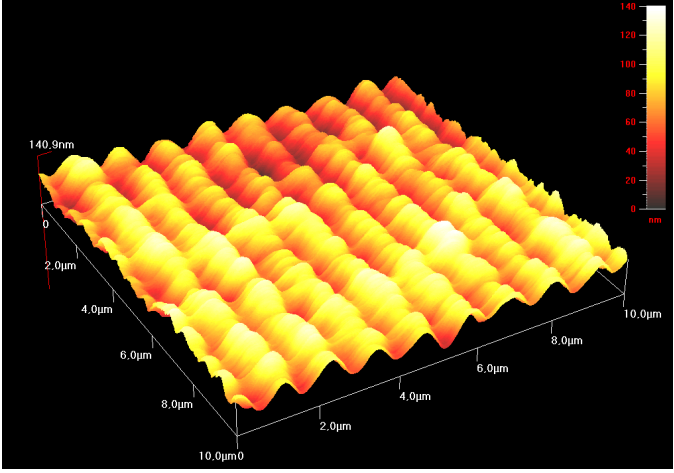
| | |
|--|--|
| <p style="text-align: center;">Amarilla baja</p> <p><i>Sum signal</i> : 278 unidades arbitrarias <i>Error signal</i>: 0.13 V Resolución 600 Frecuencia de barrido 2 Hz</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Rojo</p> | <p style="text-align: center;">No se pudo efectuar el enlace</p> |

Tabla 2: Imágenes de la rejilla de calibración empleando diferentes intensidades de señal detectadas por el fotodetector.

Al utilizar la intensidad en la zona roja (198 unidades arbitrarias) no se efectuó el enlace, por lo que no se puede utilizar el microscopio.

La Figura 51 muestra la imagen de la rejilla de calibración tomada en celda líquida. Puede compararse con la Figura 52 que es la imagen de la rejilla en la misma zona pero en aire.

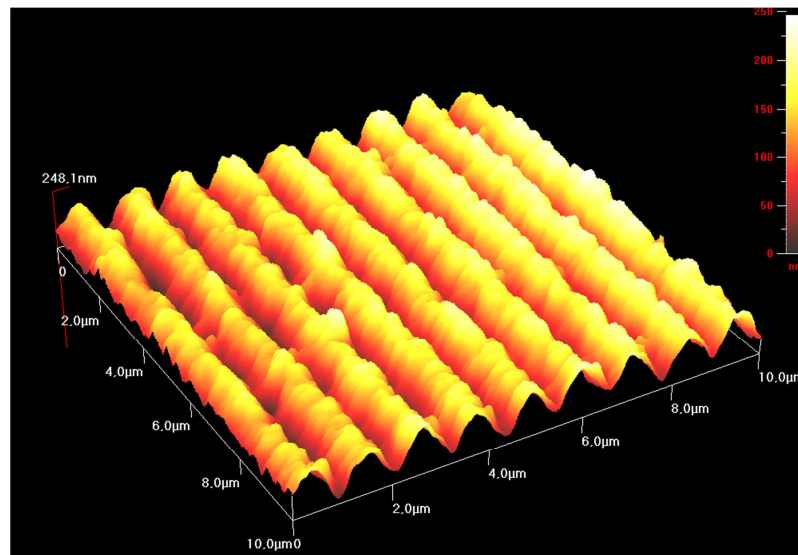


Figura 51: Imagen de la rejilla de calibración en celda líquida.

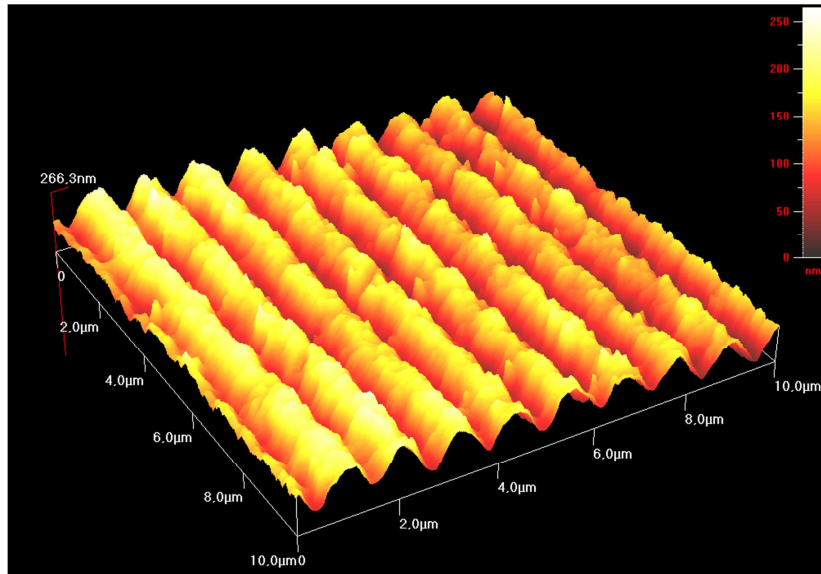


Figura 52: Imagen de la rejilla de calibración en aire.

CAPÍTULO 4

CONCLUSIONES

IV. CONCLUSIONES

Para identificar el problema en el alineamiento del microscopio en líquido se propusieron como hipótesis las pérdidas asociadas a la reflexión, transmisión y absorción de la luz.

Algunos líquidos absorben una porción importante de luz, por lo que se pensó que éste podría ser el problema. Sin embargo, al analizar la absorción se encontró que, el coeficiente de absorción en agua destilada no es suficiente para causar pérdidas significativas en la señal y por tanto, esta no es la razón de que el alineamiento del microscopio se complique para operación en agua. En los análisis, puede suponerse sin perder precisión que las absorbancias en todos los medios son cero.

Otra de las posibilidades era que no existiera un haz de salida adecuado debido a la reflexión total interna o a desviaciones que alejarán al haz del fotodetector. La dirección del láser de salida depende en gran medida tanto del ángulo del haz incidente como de la inclinación de la ménsula. El análisis realizado demuestra que existen muchas situaciones en donde el haz podría dirigirse en sentido contrario al requerido ("reflexión inversa"), o donde existe reflexión total. Estas situaciones se incrementan cuando la ménsula se aleja de una posición paralela a la superficie del BK7 y del agua.

La posibilidad de reflexión inversa y de reflexión total existe cuando las inclinaciones de la ménsula son mayores a 1° . Sin embargo, es difícil determinar las verdaderas inclinaciones que sufre la ménsula en operación. Puede sospecharse de un haz mal dirigido cuando la señal detectada es inexistente, esto es, cuando el indicador marca en rojo.

Finalmente, la reducción de la señal transmitida debido a las dos nuevas interfaces introducidas por el líquido es evidente. El análisis predice una reducción de aproximadamente el 25% cuando se opera en líquido con respecto a la operación en aire y este resultado es similar en orden de magnitud al encontrado en el experimento, que es de 30%.

Esta reducción de la señal transmitida es suficiente para provocar problemas de alineamiento ya que el indicador no marcará los valores más altos en la zona verde y llegará mucho más fácilmente a la zona amarilla o a la roja, por lo que se puede complicar la operación del microscopio o poner en riesgo la calidad de la imagen.

Aunque en un sistema arbitrario, que use un líquido indeterminado y donde la operación del cantiléver involucre ángulos de inclinación relativamente grandes, los tres factores deberían ser considerados; en el sistema de Quesant podemos determinar que el problema principal que dificulta el alineamiento es la reducción de la transmitancia causada por el líquido.

BIBLIOGRAFIA

V. BIBLIOGRAFIA

1. Wiesendanger Roland, "Scanning probe microscopy and spectroscopy, Methods and Applications", Cambridge, United Kingdom, 1998
2. Morita S., " Roadmap of scanning probe microscopy ", Springer, U. S.A, 2007
3. Constant A. J. Putman, Kees O. Van der Werf, Bart G. De Grooth, Niek F. Van Hulst and Jave Greve, Tapping mode atomic force microscopy in liquid, University of Twente, Department of Applied Physics, Enschede, The Netherlands, 1994, American Institute of Physics
4. Magonov. N. Sergeiv, "Visualization of nanostructures with atomic force microscopy", Springer, 2005
5. Alonso Marcelo," Física volumen II, campos y ondas" Editorial Pearson, México, 1998
6. Hecht Zajac, "Óptica", Addison Wesley, E.U.A, 1986
7. Balanis, "Advanced engineering electromagnetics", 1989, John Wiley and Sons Inc, USA
8. Krauss John, "Electromagnetismo", Mc. Graw Hill, México 1986
9. Klein Miles, "Optics" Second edition, United States of America, 1986
10. Younghum Kim, Inhee Choi, Sung Koo Kang, Jeongjin Lee, Fast heating stage for open liquid-cell atomic force microscopy, Department of Chemical Engineering, Kwangwoon University, Seoul, Korea, 2006, American Insitute of Physics
11. Hiroshi Muramatsu, Norio Chiba, Katsunori Homma, Kunio Nakajima, Near-field optical microscopy in liquids, Research Laboratory for Advanced Technology, Japan, 1995, American Institute of Physics.
12. M.J. Doktycz, C.J. Sullivan, P.R. Hoyt, D.A. Pelletier, S. Wu, D.P. Allison, AFM imaging of bacteria in liquid media immobilized on gelatin coated mica surfaces, Oak Ridge National Laboratory, Life Sciences Division, Tennessee, Knoxville, USA, 2003, Elsevier.
13. A.G. Onaran, F.L. Degertekin, A fluid cell with integrated acoustic radiation pressure actuator for atomic force microscopy, G. W. Woodruff School of Mechanical Engineering, Atlanta, Georgia, USA, 2005, American Institute of Physics
14. Abdelhamind Maali, Cedric Hurth, Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids, Centre de Physique Moleculaire Optique et Hertzienne, Universite Bordeaux, 2005, American Institute of Physics

15. J-Luis Menchaca, Hector Flores, Frederic Cuisinier, Elias Perez, Self- assembled polyelectrolyte nanorings observed by liquid-cell AFM, Instituto de Física, Universidad Autónoma de San Luis Potosi, Mexico, 2003, Journal of physics: condensed matter
16. G. Schitter, F. Allgower, A Stemmer, A new control strategy for high-speed atomic force microscopy, Nanotechnology Group, Swiss Federal Institute of Technology, Switzerland, 2004, Institute of physics publishing
17. Shao-Kang Hung, Chia-Feng Tsai, Yu-Po Hsu, Dai-Jie Tzou, Meng-Hu Lin, Automatic Probe Alignment for Atomic Force Microscope, Department of Electrical Engineering National Taiwan University, Taipei, Taiwan, 2005, Proceedings of the 2005 IEEE, International Conference on Mechatronics.
18. Antonio Cricenti, Renato Generosi, A Petri cell modified for atomic force microscopy suitable to investigate biological samples in liquid, Instituto di Struttura della Materia del consiglio Nazionale delle Ricerche, Frascati, Italy, 1997, Rev. Sci. Instrum
19. Ramin Motamedi, Paula M. Wood-Adams, Influence of fluid cell design on the response of AFM microcantilevers in liquid media, Center for Applied Reserch on Polymers and Composites, Quebec, Canada, 2008, Sensors
20. Inhee Choi, Younghun Kim, Jong Ho Kim, Young In Yang, Jeongjin Lee, Suseung Lee, Surin Hong, Jongheop Yi, fast image scanning method in liquid-AFM without image distortion, School of Chemical and Biological Engineering, Seoul, Corea, 2008, IOP