

Litografía de rayado con el AFM

Alba Meza Escamilla

Escuela Superior de Física y Matemáticas

IPN

México D.F., a 7 de Diciembre del 2007

Para mis padres Abraham y Josefina
por quienes soy.

Agradecimientos

A la Dra. Gabriela Rueda Morales por la dirección de esta tesis y por el apoyo brindado.

A mi esposo y gran amigo Gustavo por su ayuda y su gran amor.

Y a todos mis hermanos por su apoyo.

Índice general

1. Introducción	1
1.1. Antecedentes históricos	1
1.2. Litografía	5
1.3. Objetivo y descripción del siguiente trabajo	6
2. Desarrollo experimental	7
2.1. Preparación de sustratos	7
2.1.1. Deposito de películas delgadas de oro en los portaobjetos	9
2.2. Litografía de rayado	11
2.3. Técnicas de caracterización	13
2.3.1. Microscopio de fuerza atómica (MFA)	13
2.3.2. Microscopio electrónico de barrido (MEB)	20
3. Resultados	22
4. Conclusiones y Perspectivas.	35

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes históricos

Hasta la llegada de la edad moderna, la humanidad mostró, escaso interés por aquellos objetos de tamaño inferior a lo que la vista podía discernir. Desde el siglo XVI se comienza a indagar de forma sistemática en la constitución de la naturaleza, buscando su organización a escalas más pequeñas. En este contexto, la aparición de los microscopios ópticos propuso una auténtica revolución que permitió un avance significativo de la ciencia. Sin embargo el poder de resolución de la Microscopía Óptica limitaba la exploración directa de aquellos objetos con dimensiones inferiores a la micra ($1 \times 10^{-6}m$). Era necesario dar un paso más si se deseaba ahondar en el conocimiento de la constitución de todo lo que nos rodea.

Sin embargo, el paso de micro a nano implica manipular átomos y moléculas para disponerlos de forma que puedan realizar funciones específicas. Esta posibilidad fue vislumbrada por R. P. Feynman quien afirmó que la manipulación atómica no violaba ninguna ley física y que solo era necesario disponer de las herramientas adecuadas.[1]

Dichas herramientas no habían sido inventadas; fue necesario que el tiempo pasara para poner a prueba las afirmaciones de Feynman.

¿Cómo son esas herramientas, capaces de ver y manipular la materia a escala atómica? A principio de los años 1980 los investigadores de IBM, H. Rohrer y G. Binnig dieron a conocer el microscopio de efecto túnel (*STM, Scanning Tunneling Microscope*) que además permitió por primera vez observar superficies con resolución atómica. Esta herramienta ha sido la an-

tesora de otro grupo de herramientas, los microscopios de proximidad (*SPM, Scanning probe microscopy*), que permiten medir de forma precisa otras propiedades (fuerzas electrostáticas o magnéticas, intensidad luminosa, etc) a escala nanométrica. Además, estas nuevas herramientas permiten manipular en ciertas condiciones la posición de átomos y moléculas sobre una superficie.

En un sentido mucho más amplio, la nanotecnología es una combinación de técnicas de muy diversa procedencia cuya finalidad es la investigación y desarrollo tecnológico a nivel atómico, molecular y supramolecular destinados a proporcionar entendimiento fundamental de los fenómenos y los materiales en la nanoescala ($1 - 100nm$) y poder crear y usar estructuras, dispositivos y sistemas con nuevas propiedades y funciones originadas por el particular comportamiento de la materia cuando su tamaño deja de considerarse macroscópico.

El control de la fabricación a escala atómica y molecular de dispositivos electrónicos, muestras biológicas, semiconductores como chips microprocesadores, memorias digitales, etc. todo esto precisa de nuevas tecnologías que permitan trabajar de forma fiable, precisa y reproducible en la nanoescala. Muchas de estas tecnologías se están perfilando en la actualidad en los laboratorios de investigación y por lo tanto, no han demostrado aún su total potencial. A su vez, existe un vasto conocimiento de técnicas ya existentes que han demostrado gran potencial en la microescala. Muchas de estas tecnologías que ya han demostrado su valía en la industria también son susceptibles de mejora, permitiendo su aplicación en la nanoescala. Por lo tanto, estamos en una etapa de exploración donde surgen visiones contrapuestas sobre como abordar la manipulación/fabricación en la nanoescala. Hacer predicciones sobre el impacto social de cualquier avance tecnológico es arriesgado. Además, un tema como la nanotecnología es una fuente de recursos inagotable para los especialistas que se dedican a la divulgación científica. Quizás el primer impacto social de este tema haya sido el mediático. En pocos años lo “nano” a pasado de ser un tema inexistente a ser objeto de extensos reportajes en revistas de divulgación científica. Sin embargo, cuando hablamos de las implicaciones sociales, nos vemos rebasados por la capacidad de nanotecnología para generar aplicaciones, dispositivos, aparatos novedosos, que introduzcan verdaderos cambios en los hábitos de las personas. El propio carácter multidisciplinar de la nanotecnología determina que la relación de posibles aplicaciones sea muy larga pero podemos enumerar algunos aspectos que describen la repercusión social de esta rama: La nanotecnología determinará el diseño de procesos pro-

ductivos de forma optimizada y eficiente, de tal manera que la cantidad de materia prima será mínima, permitiendo ahorros considerables en materiales estratégicos. Además, dispositivos de base nanotecnológica permitirán mejorar el filtrado de partículas contaminantes de agua y aire. De esta manera se consolidarán métodos de producción de menor impacto medioambiental, donde se ahorrén materias primas y recursos energéticos. La revolución en el sector de las tecnologías de la información mantendrá su vigor debido a la existencia de procesadores, memorias y periféricos más rápidos, diminutos, sofisticados y baratos. Esta implantación masiva de nanosistemas dedicados a la adquisición, análisis y transmisión de datos seguirá profundizando la revolución que ha supuesto la llegada de la “sociedad digital”. En este contexto podemos citar el uso de nanotubos de carbono como posibles elementos interconectores (metálicos o rectificadores) entre elementos activos de los circuitos. Esta rama se enfocará a la creación de nuevos materiales, de excelentes prestaciones mecánicas y menor peso; aunque también se podrán optimizar en ellos otras propiedades como el aislamiento térmico, la conductividad eléctrica, etc. Estos nuevos materiales permitirán desarrollar vehículos de transporte de superficie, aéreos y espaciales más ligeros. Entre los materiales que serán desarrollados sobre base nanotecnológica destacan aquellos dedicados al almacenamiento energético, a fabricación de celdas solares más eficientes, etc.

Entre los materiales más avanzados podemos citar aquellos basados en nanotubos de carbono, con resistencia a tracción mejor que la del acero, pero muchísimo más ligeras. La nanotecnología va a permitir desarrollar a corto plazo nanosensores que se producirán de forma masiva y tendrán un bajo costo. Estos sensores se reincorporarán a nuestra vida cotidiana en miles de aplicaciones. Las redes de “nanosensores” permitirán un control en tiempo real de la calidad del agua y la atmósfera, podrán controlar las condiciones medioambientales en viviendas, oficinas y fábricas, etc. Los nanosensores tendrán un fuerte impacto en medicina, mejorando las técnicas de diagnóstico en tiempo real; gracias a la monitorización de decenas de variables de forma fiable, rápida y barata. También relacionado con medicina existe una línea poderosa para construir dispositivos nanométricos capaces de liberar fármacos específicos de forma local allí donde reside el problema a tratar. Dichas nanomáquinas serán el producto de una combinación de sensores (de origen nanoelectrónico o biológico), estructuras donde se albergará el fármaco (cavidades basadas en materiales porosos, sistemas que emulen membranas celulares, etc.) y un propulsor (es decir nanomotores basados en ejemplos que

la naturaleza ya nos ofrece como la kinesina, los fabulosos nanomotores rotatorios de las membranas, etc.). Por lo mencionado anteriormente podemos afirmar que nos encontramos ante un nuevo paradigma científico de carácter multidisciplinar, donde química, ingeniería, biología, física, medicina, ciencia de materiales, y computación convergen, sin que esto signifique que tengamos que abandonar las perspectivas de partida. Lo que sí se hace imprescindible es establecer enlaces entre las comunidades científicas, buscar puntos de encuentro y promover la existencia de grupos multidisciplinarios donde se fragüen soluciones imaginativas a los problemas que se plantean en nanoescala. Los gobiernos de las naciones desarrolladas y los consorcios industriales ya han visto el potencial de la nanotecnología como fuerza que impulsará la siguiente revolución industrial. De esta manera, se han invertido importantes sumas de dinero en los distintos sistemas científicos para crear centros de referencia, formar técnicos y científicos en esta disciplina.

1.2. Litografía

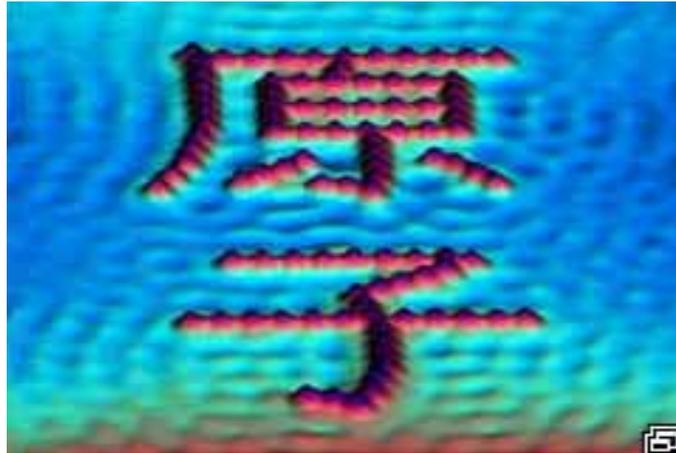


Figura 1.1: Átomos de hierro formando la palabra “átomo” en chino. La imagen se obtuvo con el microscopio de efecto túnel (Scanning Tunneling Microscope), inventado por Gerd Binnig y Heinrich Rohrer en 1980 [2]

La litografía es un procedimiento de impresión. Etimológicamente, la palabra litografía viene de los términos griegos lithos piedra, y graphe dibujo.

La nanolitografía o litografía a escala nanométrica se refiere a la fabricación de microestructuras con un tamaño de escala del orden de nanómetros. Esto implica la existencia de patrones litografiados en los que, al menos, una de sus dimensiones longitudinales es del tamaño de átomos individuales y aproximadamente del orden de 10 nm, como se muestra en la figura 1.1.

Un método común de la nanolitografía que es usado particularmente en la creación de microchips, se conoce como fotolitografía. Esta técnica es un método en el cual la superficie entera es dibujada en un solo momento (como se obtiene una fotografía). Sin embargo esta técnica se encuentra limitada en el tamaño de los trazos, porque si la longitud de onda de luz usada se hace demasiado pequeña la lente absorbe simplemente la luz en su totalidad.

Una tecnología que permite tamaños más pequeños es la litografía con un haz de electrones. Se usa el haz de electrones para dibujar patrones nanométricos increíblemente pequeños donde pueden ser alcanzadas escalas del orden de 20 nm.

Esta tecnología es mucho más costosa y ocupa mucho más tiempo que la anterior, ya que un trabajo que tomaría cinco minutos usando la fotolitografía; tomará más de cinco horas usando la litografía con el haz de electrones. Otras técnicas de la nanolitografía incluyen el Dip-pen en el cual una pequeña punta es utilizada para depositar moléculas en una superficie como si fuera una pluma de escritura. El Dip-pen puede alcanzar tamaños muy pequeños pero no puede ir abajo de 40 nm. Las nuevas tecnologías de la nanolitografía se están investigando y desarrollando constantemente conduciendo a posibles tamaños de trazos más pequeños.

1.3. Objetivo y descripción del siguiente trabajo

El objetivo de éste trabajo es desarrollar una técnica de litografía de rayado con un Microscopio de Fuerza Atómica (MFA) convencional el cual no incluye accesorios, ni software de litografía; es de la marca Park Scientific Instruments Autoprobe CP. Para que sirva como base para posteriormente desarrollar dispositivos electrónicos nanométricos.

La técnica de rayado usando el MFA consiste en dos pasos: En el primero se hace uso del software que maneja el MFA para acercar la punta lo mas posible a la muestra, una vez que el software detiene la punta, el siguiente paso consiste en bajar semiautomáticamente la punta para obligar a que toque la muestra y se pueda rayar sobre la película. La profundidad de los trazos depende de la penetración de la punta. Usando el software es posible obtener trazos de segmentos de líneas, ya sea horizontales, verticales y diagonales que al combinarlos y colocarlos en la posición adecuada pueden generar trazos y patrones (por ejemplo: letras, rayas, figuras, etc.).

Este trabajo se compone de cuatro capítulos. En el capítulo I se presenta la introducción. En el capítulo II describimos el desarrollo de la técnica de rayado con el MFA. En el capítulo III se presentan y analizan los resultados obtenidos. Finalmente en el capítulo IV se presentan las conclusiones y potencialidades de este trabajo.

Capítulo 2

Desarrollo experimental

Para el proceso de rayado seguimos los siguientes pasos:

1. Preparación de substratos.
2. Deposito de películas delgadas de oro en los portaobjetos.
3. Litografía de rayado (forma de rayar con el MFA).
4. Caracterización del rayado.

2.1. Preparación de substratos

Típicamente la profundidad de los rayados es muy pequeña ($75,2 \text{ \AA}$ a 379 \AA) por lo que es indispensable contar con una superficie uniforme, para evitar que cuando se raye el trazo sea discontinuo debido a la separación de la punta con la superficie. En este trabajo la superficie a rayar es una película delgada de oro depositada sobre vidrio portaobjetos.

Por tanto se lavaran los portaobjetos con el siguiente procedimiento antes de depositar la película de oro (99% puro):

1. Con agua destilada, jabón antiseptico en polvo y una esponja, se talla cada uno de los portaobjetos y se enjuagan, colocándolos en un recipiente lleno de agua destilada. (ver figura 2.1)



Figura 2.1: Tina de ultrasonido con los portaobjetos en agua destilada.

2. Se ponen en un baño ultrasónico (ver figura 2.2) durante cinco minutos, se cambia el agua y se repite el procedimiento.
 3. Ahora se cambia el agua destilada por alcohol y se hace el mismo procedimiento anterior.
 4. Posteriormente se sacan del alcohol uno por uno de los portaobjetos con unas pinzas, cuidando de no tocarlos con las manos y los secándolos con gas nitrógeno, teniendo la precaución de que no queden manchados y colocándolos en un recipiente donde queden separados y tapados para evitar que se ensucien.
-



Figura 2.2: Tina de ultrasonido con los portaobjetos en alcohol.

2.1.1. Deposito de películas delgadas de oro en los portaobjetos

La razón de usar películas de oro se debe a que es un material ductil y conductor. La primera propiedad nos ayuda para realizar el rayado sin dañar la punta del MFA y la segunda para mediciones con el MEB.

El depósito de oro se realiza en una evaporadora marca Edwards al vacío (ver figura 2.3).

1. Cuando se tienen los portaobjetos limpios, se acomodan sobre un soporte (ver figura 2.4) y se colocan dentro de la evaporadora.

El trozo pequeño de oro es colocado dentro de la evaporadora en un filamento que se encuentra localizado bajo los portaobjetos.

2. Cerramos la evaporadora cuidando que no se muevan el oro y los portaobjetos, se pone a trabajar la evaporadora teniendo un vacío de 10^{-5}
-

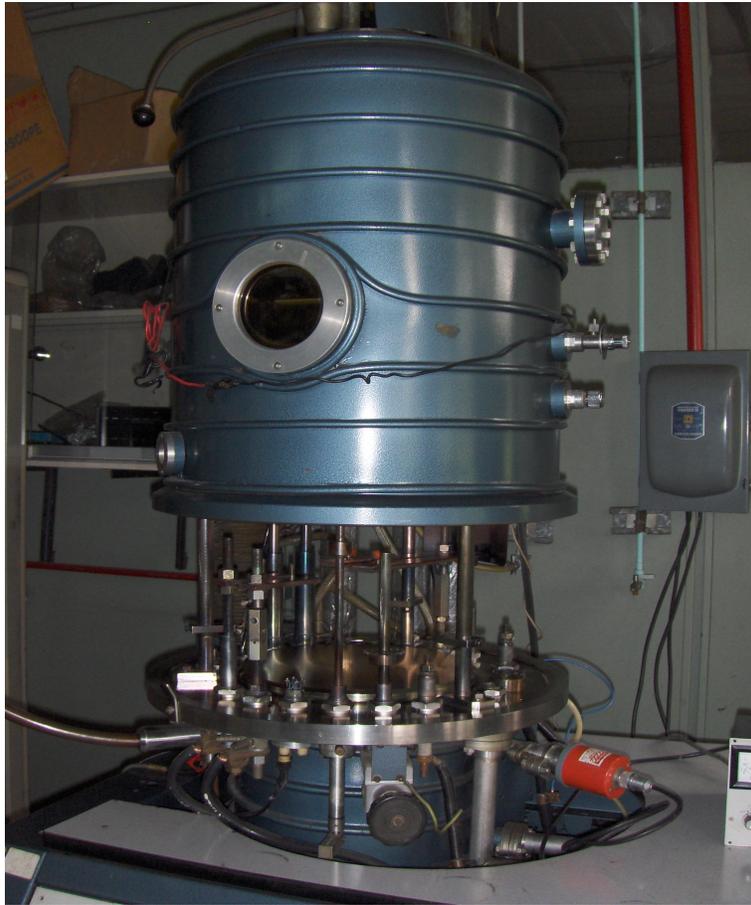


Figura 2.3: Evaporadora preparada con el trozo de oro y los portaobjetos.

a 10^{-6} *torrs* y una corriente de 24 a 23 *A.*, después de estos preparativos la evaporación tardara de 15 a 20 *min* para un espesor del deposito de oro en los portaobjetos de aproximadamente 20 *micras*.

3. Después de que el oro se depositó en los portaobjetos, los sacamos colocándolos en un recipiente donde queden separados tapándolos bien.

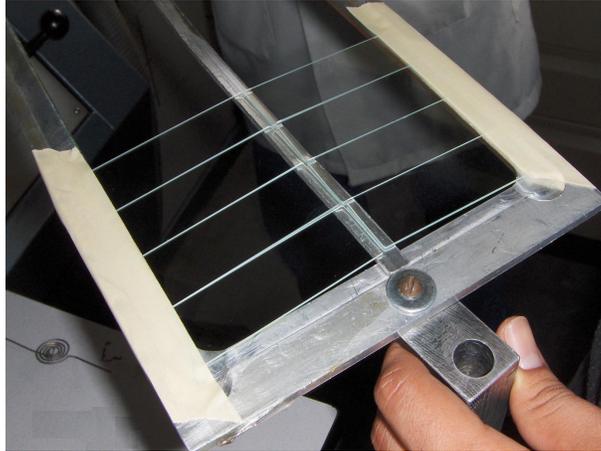


Figura 2.4: Portaobjetos colocados en un soporte que se introducirá en la cámara de vacío de la evaporadora.

2.2. Litografía de rayado

Como el microscopio de fuerza atómica (MFA) no incluye accesorio ni software de litografía la técnica de rayado consiste en:

1. Activar el MFA, colocando la película de oro como la muestra a medir.
2. Ponemos las condiciones normales de barrido para que baje la punta hacia la muestra, esto es ajustar el laser para que la señal A-B este entre 100 y -100.
3. Ya que bajó la punta, se coloca en el lugar que se desea rayar.
4. Para lograr el rayado se requiere bajar más la punta hasta que toque la superficie que se desea rayar, esto se realiza de manera semiautomática obligando a que toque la muestra y verificamos que ya este rayando en la pantalla del microscopio óptico.

El MFA cuenta con un microscopio óptico que a su vez cuenta con una cámara para poder proyectar lo que se observa en una pantalla de T.V. (ver figura 2.5)

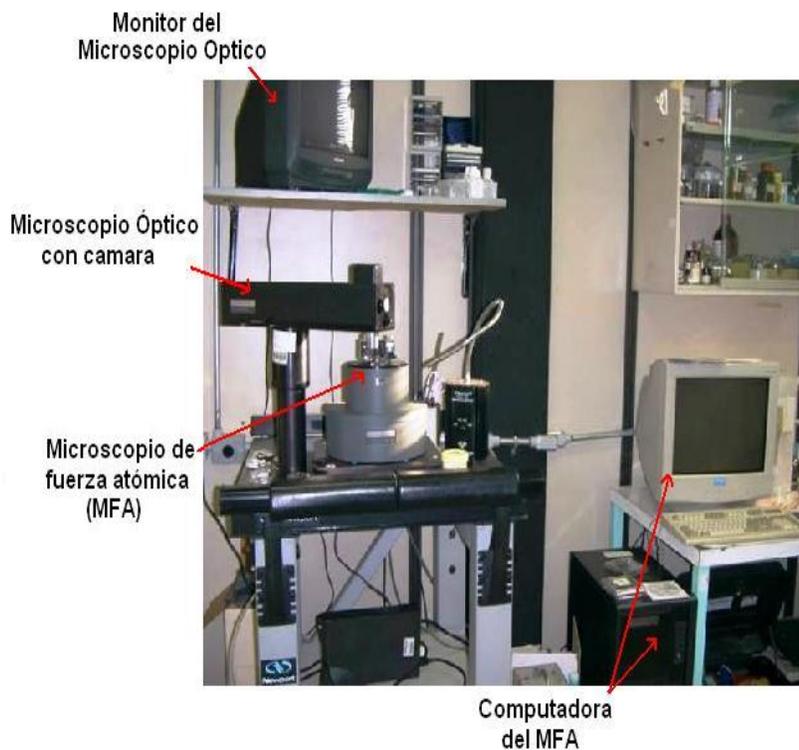


Figura 2.5: Fotografía del microscopio de fuerza atómica

Usando el software es posible obtener trazos de segmentos de líneas ya sea horizontales, verticales y diagonales, que al combinar y colocar en la posición adecuada pueden generar patrones y a partir de ello letras, por ejemplo la figura 2.6.

El grosor de los rayados depende de la penetración de la punta en la película y es aproximadamente de 75.2 \AA a 379 \AA . Un diagrama de la punta se muestra en la figura 2.7.



Figura 2.6: Palabra IPN realizada con el MFA

2.3. Técnicas de caracterización

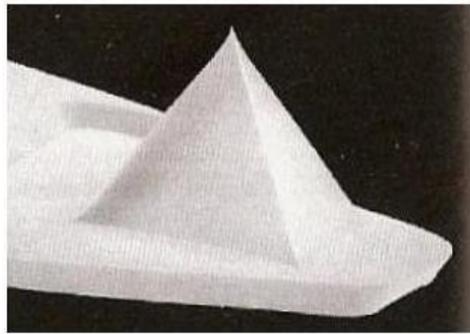
2.3.1. Microscopio de fuerza atómica (MFA)

La topografía de las películas se analizó con un microscopio AutoProbe CP Park Scientific. Utilizamos la cabeza de AFM/STM con puntas microlevers $2\mu\text{m}$, modelo No. APML-OGAU. En la Figura 2.7 se muestran las características y especificaciones de la punta de nitruro de silicio y en la figura 2.8 las del cantiliver (ver fig.2.9 para el funcionamiento del cantiliver).

Se realizaron varios barridos de los rayados de los cuales se escogieron las mejores imágenes. Para la observación por MFA de los rayados no se necesita tratamiento alguno.

Los valores típicos de los parámetros de medición son los siguientes:

Velocidad de barrido:	2 Hz
Fuerza:	150 - 250 nN
Ganancia:	0.1 - 0.2



Especificaciones de la punta

Altura de la punta (h): $2.5 \mu\text{m} - 3.5 \mu\text{m}$
 Angulo frontal (α): $35^\circ \pm 2^\circ$
 Angulo posterior (β): $35^\circ \pm 2^\circ$
 Angulo lateral (θ): $35^\circ \pm 2^\circ$
 TSB Nominal: $4 \mu\text{m}$
 TSB Rango: $3 \mu\text{m} - 5.5 \mu\text{m}$

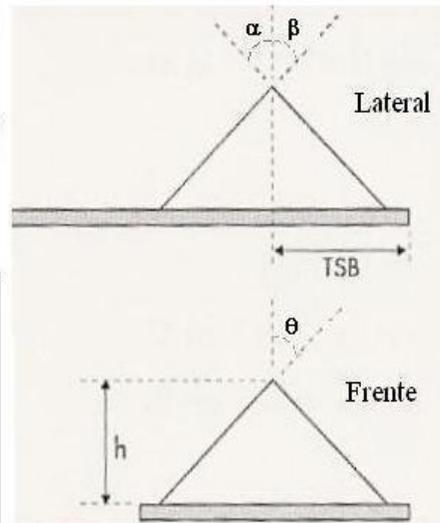


Figura 2.7: Características y especificaciones de la punta de nitruro de silicio.

Tamaño de imagen: 256 x 256 pixeles
 Scanmaster: Activado

Con el Microscopio de Fuerza Atómica (MFA), se hacen caracterizaciones de la topografía de la superficie de una gran variedad de materiales. El MFA puede ser usado para el estudio de aislantes y semiconductores así como también conductores eléctricos. Un MFA en general funciona expuesto al ambiente, sin embargo también puede ser utilizado inmerso en líquidos o al vacío sin grandes diferencias en su funcionamiento general. Para monitorear la deflexión del cantiliver se usa un láser (He-Ne con una potencia de $0,5 \text{ mW}$ y una longitud de onda de $632,8 \text{ nm}$), el cual llega a un espejo (ver figura 2.9) y luego se refleja al cantiliver (al final de este se encuentra localizada una punta de prueba de nitruro de silicio), y a su vez a un detector PSDP. Dicho detector manda la señal al piezoeléctrico donde se encuentra localizada la muestra subiéndola y bajándola para mantener constante la deflexión del cantiliver, el piezoeléctrico realiza barridos cuadrados cubriendo las coordenadas x y y

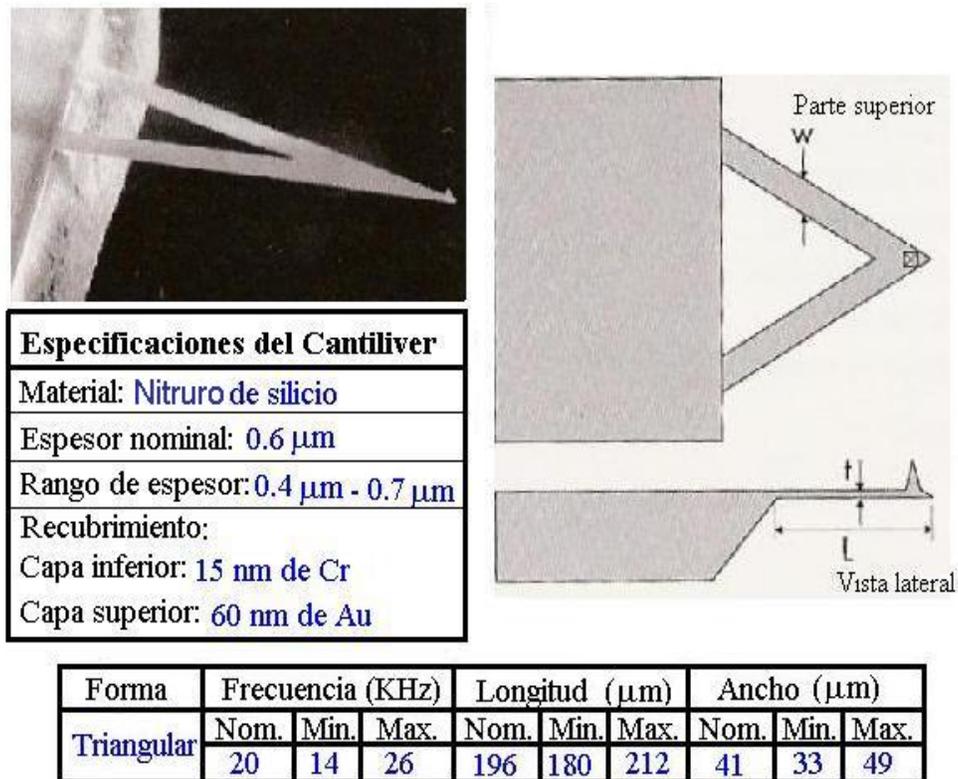


Figura 2.8: Características y especificaciones del cantiliver.

y al subir y bajar genera la coordenada z obteniendo así imágenes en $3D$. El piezoeléctrico se encuentra conectado a un software el cual convierte las señales eléctricas medidas en imágenes.

Debido a que la fuerza entre dos átomos puede ser atractiva o repulsiva según la distancia a la que se encuentren, existen por lo menos dos modos de medición del MFA, el de contacto y el de no-contacto.

En la (figura 2.10) se muestra el modo de contacto y el de no-contacto.

- *El modo de contacto:* La punta esta muy próxima a la muestra (fuerza

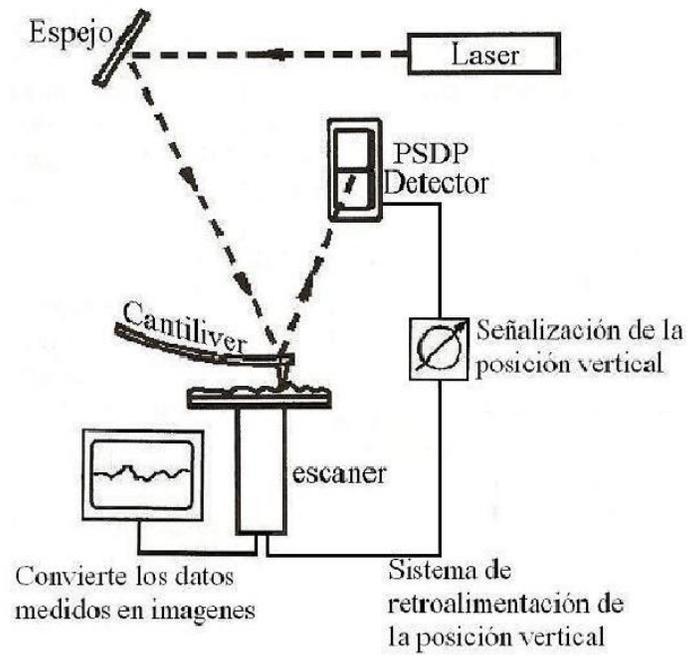


Figura 2.9: Esquema de detección del rayo laser.

repulsiva; $10^{-6} - 10^{-9} N$) mientras se efectúa el barrido. (También se puede hacer a fuerza constante o a altura constante.)

- *Modo de no-contacto*: El cantiliver se mantiene a distancias de 10 hasta cientos de angstroms donde las fuerzas son atractivas (fuerza débil atractiva: $10^{-9} - 10^{-12} N$).

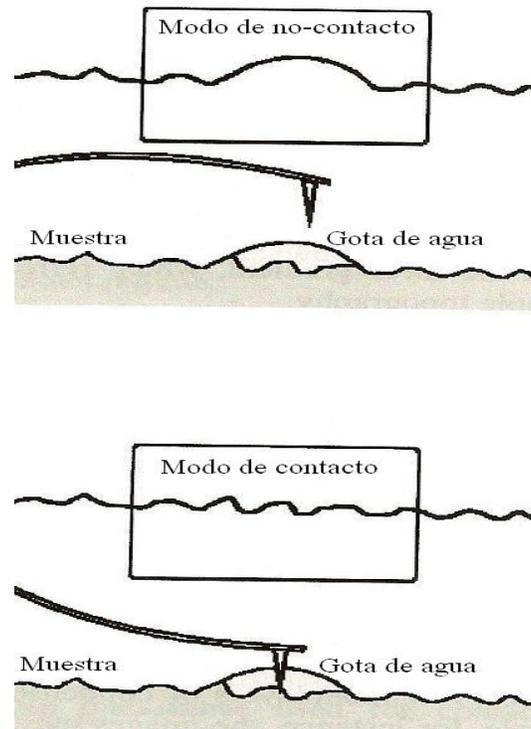


Figura 2.10: Imagenes de contacto y no-contacto de una superficie con una gota de agua.

Para la caracterización de las muestras usamos el método de contacto.

Modo de contacto.

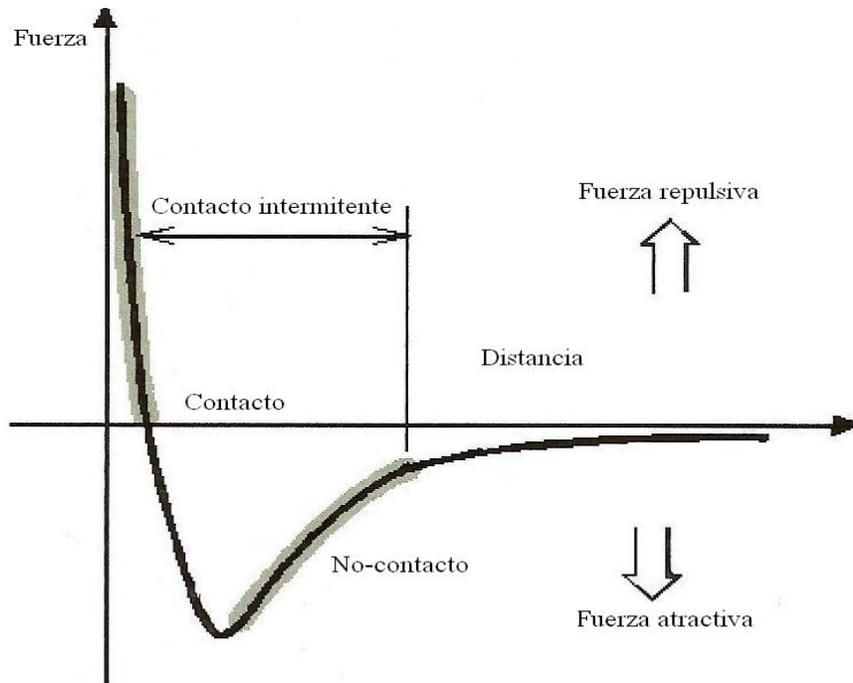


Figura 2.11: Fuerza interatómica vs distancia de la curva.

En el lado derecho de la curva de la figura 2.11, los átomos son separados por una larga distancia. Cuando la fuerza total de Van der Waals llega a ser positiva (repulsiva), los átomos están en contacto. Además de la fuerza repulsiva de Van der Waals descrita anteriormente existen otras dos fuerzas que están generalmente presentes durante la operación de contacto del MFA: Una fuerza de capilaridad ejercida por una delgada capa de agua presente a causa del medio ambiente y otra por la fuerza ejercida por el mismo cantiliver. Entre más esté en contacto la punta con la muestra, la fuerza capilar puede ser constante porque la distancia entre ellos es casi despreciable. La fuerza total que ejerce la punta sobre la muestra es la suma de la capilaridad más la fuerza del cantiliver y debe ser balanceada por la fuerza repulsiva de Van

der Waals por el contacto del MFA.(figura 2.11)

En el diagrama mostrado en la figura 2.9 un rayo láser se dirige atrás del cantiliver y se refleja a una posición sensitiva de un fotodetector (PSFD). El cambio de posición en el detector da como resultado que el sistema puede detectar sub-angstroms en el movimiento vertical del cantiliver-punta. Otro método de detección de deflexión del cantiliver depende de interferencias ópticas. Una técnica particularmente elegante es fabricar un material piezoresistivo al cantiliver tal que su deflexión puede ser producida eléctricamente. Desde el MFA se detecta la deflexión del cantiliver la cual puede generar los datos topográficos seleccionados por los siguientes modos de operación:

- *Modo de altura constante:* La variación espacial de la deflexión del cantiliver puede ser usada directamente para generar la topografía de los datos seleccionados.
- *Modo de fuerza constante:* La deflexión del cantiliver puede ser usada como entrada de realimentación del circuito que se mueve en el escaner de arriba hacia abajo en el eje Z , respondiendo a la topografía por mantener la deflexión del cantiliver constante. En este caso la imagen es generada desde el movimiento del barrido. Con la deflexión constante del cantiliver la fuerza total aplicada a la muestra es constante.

En el modo de fuerza constante la velocidad de barrido es limitada por el tiempo de respuesta de la realimentación del circuito, pero la fuerza total ejercida sobre la muestra por la punta esta bien controlada. Este modo es generalmente preferido para más aplicaciones. El modo de altura constante es frecuentemente usado para tomar imágenes a escala atómica de superficies atómicamente planas, donde las deflexiones del cantiliver y sus variaciones en fuerzas aplicadas es pequeña.

2.3.2. Microscopio electrónico de barrido (MEB)

La microscopía electrónica de barrido (MEB), se utilizó para obtener imágenes del rayado que no se observaba con la pantalla del CCD del MFA. Las muestras obtenidas fueron observadas y analizadas con un microscopio FEI, modelo Sirion, con cañón de emisión de campo FEG - SEM de la ESFM - IPN.

El microscopio electrónico de barrido (ver figura 2.12), fue inventado en el año 1981 por Ernst Ruska, Gerd Binnig y Heinrich Rohrer, permitiendo una aproximación profunda al mundo atómico, su resolución esta entre 3 y 20 nm dependiendo del microscopio. Para el MEB la muestra debe ser conductora. El microscopio electrónico de barrido crea una imagen amplia de la superficie de un objeto y explora la superficie de la imagen punto por punto. Su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones, de forma parecida al barrido de un haz de electrones por la pantalla de televisión. Los electrones del haz pueden dispersarse de la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones perdidos y los secundarios son recogidos y contados por un dispositivo electrónico situado a los lados del espécimen. Cada punto leído de la muestra corresponde a un píxel en un monitor de televisión. Cuanto mayor sea el número de electrones contados por el dispositivo, mayor será el brillo del píxel en la pantalla. A medida de que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor. El MEB puede ampliar los objetos 200.000 veces o más, además otorga la posibilidad de una visión tridimensional del objeto observado. La microscopía electrónica de barrido es una técnica instrumental que encuentra una gran cantidad de aplicaciones en diversos campos de la ciencia y la tecnología. El equipo está capacitado para obtener buenas imágenes y sus aplicaciones son muy numerosas tanto en la ciencia de materiales, como en ciencia biomédica. Dentro de la ciencia de materiales destacan las aplicaciones en metalurgia, petrología, minerología, materiales de construcción, materiales cerámicos tradicionales avanzados, electrónica, fractografía, estudio de superficies y composición elemental de sólidos en general. Además de ser aplicable en la botánica, en el estudio de cultivos celulares, en dermatología, en odontología y biomateriales, en hermatología, inmunología, y en el estudio de la morfología de preparaciones biomédicas en general.



Figura 2.12: Imagen del microscopio electrónico de barrido (MEB)

Capítulo 3

Resultados

La motivación de este trabajo es contribuir al desarrollo de cualquier dispositivo cada vez mas pequeño, realizando litografía con un MFA convencional. Como se dijo anteriormente el grosor de los trazos depende de la penetración de la punta en la película de oro.

Cuando se empezó a rayar con el MFA nos dimos cuenta que para hacer letras era difícil seguir los trazos por la dificultad de subir y bajar la punta y no alcanzar a ver el rayado, por consiguiente se empezó a hacer líneas ya que estas eran mas sencillas de trazar y así también lograr dar un límite para el trazo en estas condiciones, para esto se tuvieron que hacer muchos rayados y a continuación mostramos una selección de los más representativos.

El primer resultado de escritura que se obtuvo fue la palabra IPN usando las puntas microlevers $2\ \mu m$. (ver figura 3.1)



Figura 3.1: Fotografía de microscopía óptica tomada directamente de la pantalla del microscopio óptico con una cámara digital (palabra IPN), aunque no se conocen los aumentos la altura de la letra es de entre 25 y $29\ \mu m$ y de un ancho de entre 24 y $27\ \mu m$.

En la figura 3.2 se observa la topografía de las siglas IPN tomada con el MFA con un barrido de $100 \mu m$. Las letras miden entre 25 y $29 \mu m$ de altura, y grosores de línea que van de $0,7$ a $3,0 \mu m$, teniendo el rayado una profundidad de entre 92 a 182 \AA aproximadamente.

Para tomar medidas de longitud y ancho de línea, es necesario usar el software correspondiente en el cual se elige una línea ya sea horizontal o vertical, que muestra el barrido con su respectiva altura que define la topografía del rayado.

Se puede ver en las gráficas de la figura 3.2 los indicadores (líneas verticales con un cero arriba) que son las que nos ayudan a limitar la distancia a medir, en esta gráfica localizamos el rayado por medio de un máximo eso nos indica que estamos tomando la medida del rayado como se observa en la figura.

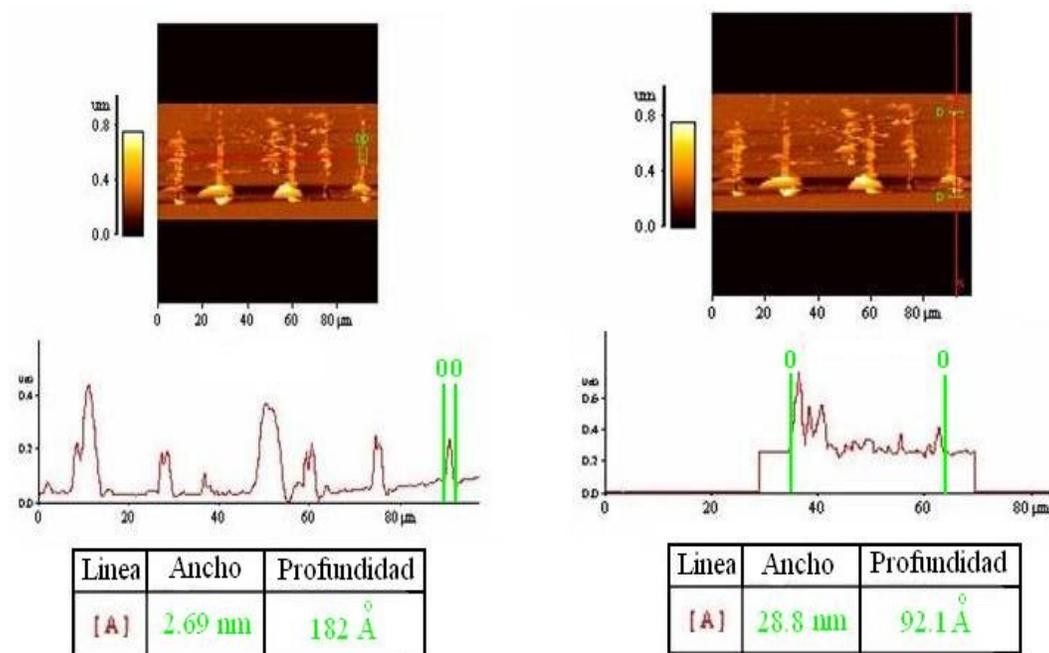


Figura 3.2: Escaneo de la palabra IPN medida con el software, lo ancho de una línea que forma la letra N es de $2,69 \mu m$ y lo alto de esta misma letra es de $28,8 \mu m$, en el eje Y se muestra la altura del rayado y en el eje X el ancho del rayado .

Analizando la imagen de la figura 3.3 se puede observar que al rayar se levanta el oro haciendo un hueco con bordes a su alrededor; por consiguiente las mediciones de los rayados se hicieron de dos formas distintas: con bordes y sin bordes.

En la figura 3.3 se puede observar como se realizan las mediciones con bordes y sin bordes con ayuda de las gráficas. Se puede ver claramente como es que al rayar se forma un hueco y levanta el oro a las orillas.

La razón de realizar las medidas con bordes es porque eso es lo que observamos realmente con el microscopio óptico.

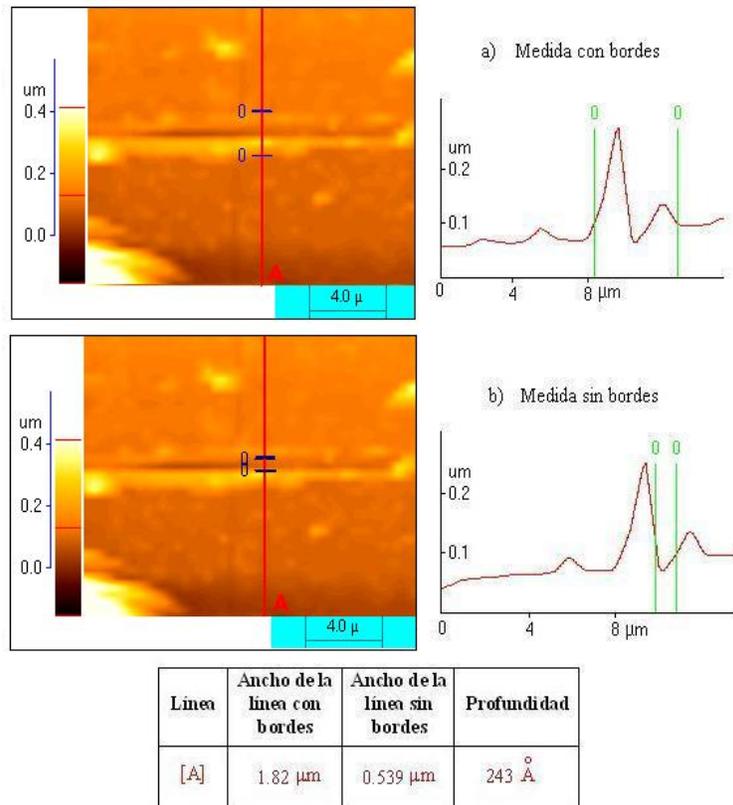


Figura 3.3: Se ve en la imagen el hueco del rayado con la película de oro a su lado formando unos bordes alrededor del rayado, las gráficas muestran las mediciones con bordes y sin bordes.

En la imagen de la figura 3.4 se puede estimar que la medida de la palabra HOLA es de aproximadamente $120 \mu m$. Las letras miden de 75 a $70 \mu m$ de altura, entre 25 y $35 \mu m$ de ancho y grosores de línea que van de $0,7$ a $1,2 \mu m$.

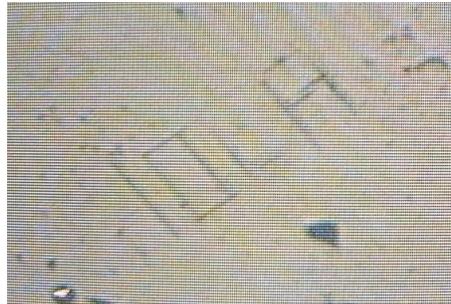


Figura 3.4: Fotografía de microscopía óptica tomada directamente de la pantalla del microscopio óptico (palabra HOLA).

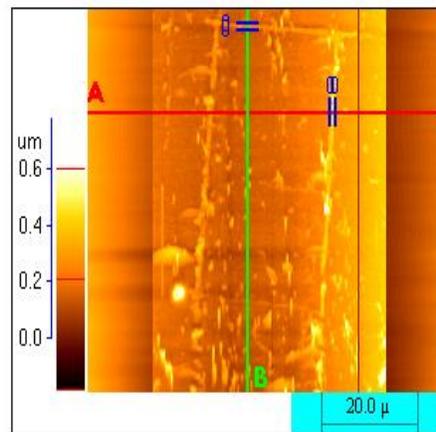


Figura 3.5: Barrido de MFA de la letra O de la palabra HOLA (medidas en la tabla 3.1).

Las medidas de la letra N son aproximadamente de 0,7 a 1,5 μm y de una profundidad de 36 a 194 Å , como se ve en la figura 3.6.

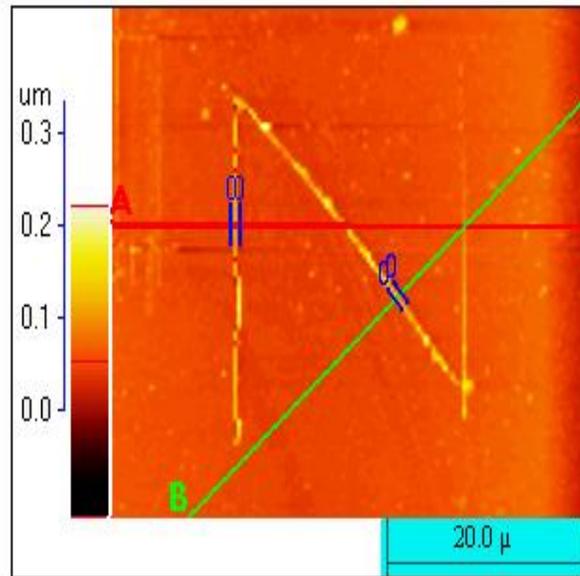


Figura 3.6: Barrido de MFA de la letra N, medida con el software.

En las palabras IPN, HOLA y algunas otras, nos dimos cuenta de la dificultad de manejar el software para formar palabras. Como nuestro interés es lograr hacer cada vez más pequeños dichos trazos, dejaremos de formar palabras y empezaremos a hacer líneas. Las medidas más representativas se muestran de la 3.7 a la 3.15.

En las figuras 3.13 Línea B y 3.14 las líneas no son visibles en la pantalla del microscopio óptico, solo podemos registrar el rayado escaneando donde está la línea con el MFA y medir directamente con el software.

A continuación se muestran las figuras de los rayados más representativos y en la tabla 3.1 se resumen las medidas de estas.

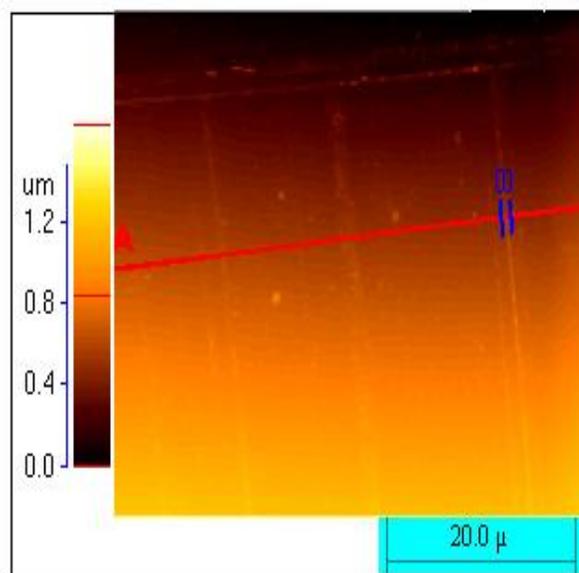


Figura 3.7: Barrido de MFA del rayado de línea sobre la película de oro.

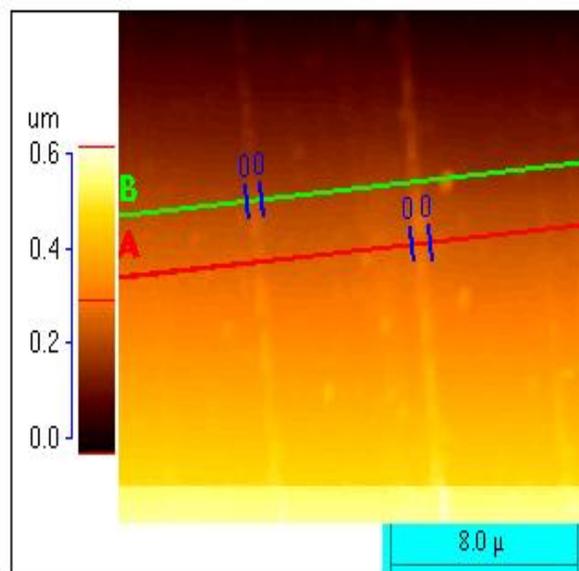


Figura 3.8: Barrido de MFA de los rayados de líneas sobre la película de oro.

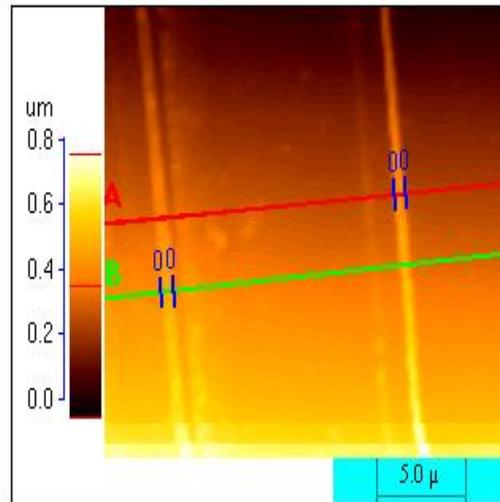


Figura 3.9: Acercamiento del barrido de MFA del rayado de líneas sobre la película de oro.

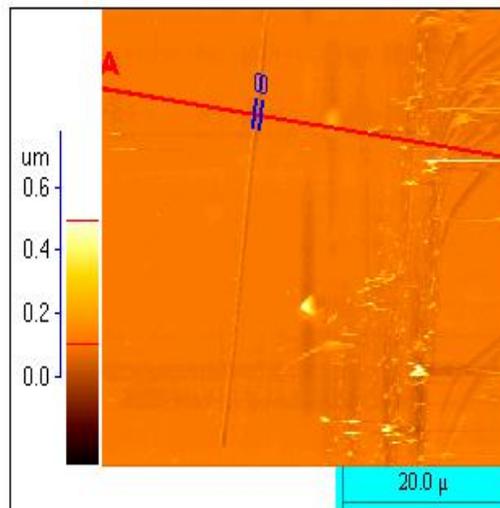


Figura 3.10: Barrido de MFA del rayado de línea sobre película de oro.

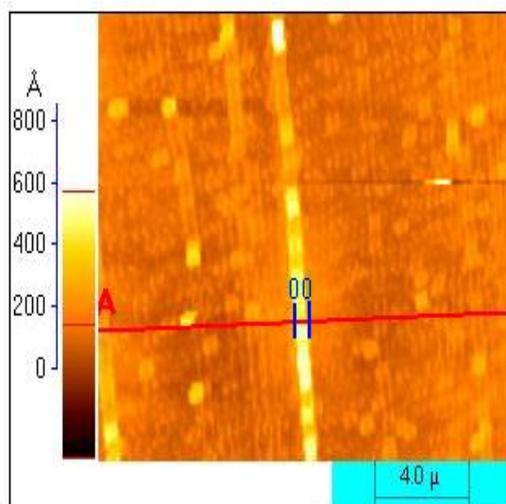


Figura 3.11: Acercamiento del barrido de MFA del rayado de línea sobre la película de oro.

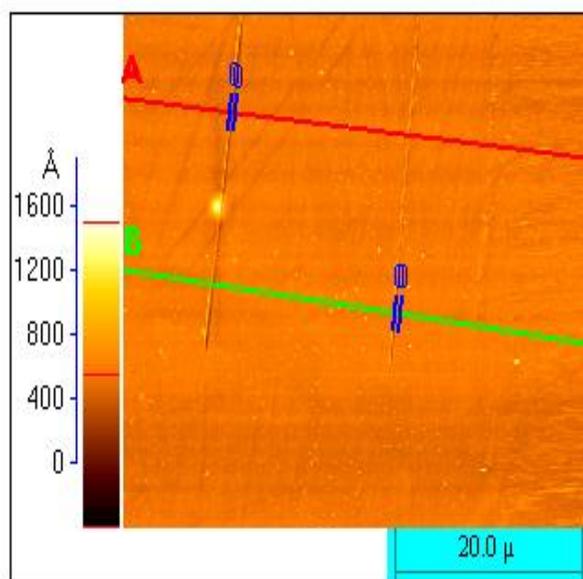


Figura 3.12: Barrido de MFA del rayado de línea sobre la película de oro.

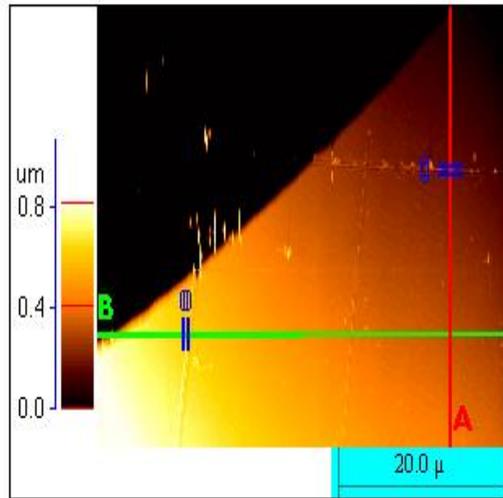


Figura 3.13: Barrido de MFA del Rayado de línea sobre la película de oro, la línea B no es percibida por la pantalla del microscopio óptico.

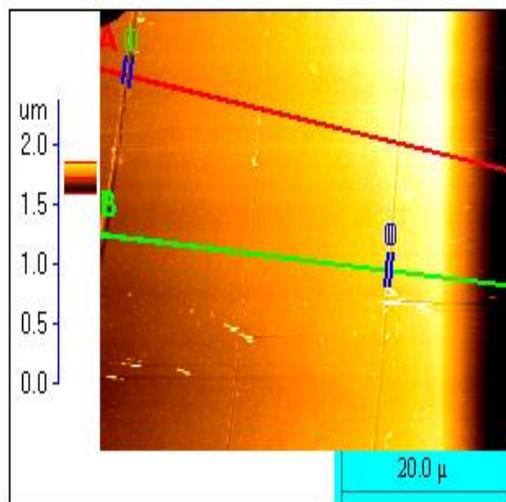


Figura 3.14: Barrido de MFA del rayado de líneas sobre la película de oro, no percibidas por la pantalla del microscopio óptico y captadas con el escaner.



Figura 3.15: Rayado con el microscopio de fuerza atómica y escaneado con el microscopio electrónico de barrido.

A continuación se muestra la tabla donde se recopila la información de las medidas de los diferentes rayados representados en las figuras que van de la 3.5 a la 3.14.

Nombre		Ancho de la línea con bordes	Ancho de la línea sin bordes	Profundidad	Forma del rayado
Figura 3.5	Línea A	878nm	398nm	226Å	Vertical
Letra O	Línea B	878nm	333nm	206Å	Horizontal
Figura 3.6	Línea A	1180nm	772nm	379Å	Vertical
Letra N	Línea B	784nm	396nm	152Å	Vertical
	Línea C	877nm	390nm	83,4Å	Diagonal
Figura 3.7	Línea A	784nm	489nm	364Å	Vertical
Figura 3.8	Línea A	785nm	460nm	323Å	Vertical
	Línea B	630nm	437nm	156Å	Vertical
Figura 3.9	Línea A	627nm	273nm	113Å	Vertical
	Línea B	709nm	312nm	235Å	Vertical
Figura 3.10	Línea A	620nm	391nm	265Å	Vertical
Figura 3.11	Línea A	741nm	414nm	266Å	Vertical
Figura 3.12	Línea A	588nm	391nm	342Å	Vertical
	Línea B	585nm	270nm	201Å	Vertical
Figura 3.13	Línea A	802nm	371nm	349Å	Horizontal
	Línea B	588nm	248nm	102Å	Vertical
Figura 3.14	Línea A	478nm	210nm	81Å	Vertical
	Línea B	588nm	247nm	75,2Å	Vertical

Tabla 3.1: Recopilación de las medidas realizadas de las figuras 3.5 a la 3.14

Nombre	Ancho de la línea con bordes	Ancho de la línea sin bordes	Forma del rayado
Figura 3.15 Medida c/MEB	0,16μm	0,053μm	Vertical

Tabla 3.2: Medidas directas del rayado con AFM de la imagen obtenida con el MEB.

Las líneas que se pueden observar con el microscopio óptico incluyen el borde de oro. Como se observa en la tabla 3.1 van del orden de 478 nm a 1181 nm .

Por otro lado, lo que realmente hace el rayado son huecos, la tabla 3.1 presenta lo que medimos y nombramos como ancho de línea sin borde. Se puede observar que la mayoría de los rayados son verticales debido a la dificultad visual para localizarlos al cambiar la posición del rayado, por lo que de aquí en adelante hablaremos de los verticales.

Como mencionamos anteriormente el ancho y la profundidad están relacionados como se ve en la tabla 3.1.

Desafortunadamente la penetración del rayado no es tan controlada como nos gustaría debido al procedimiento del rayado.

Intentando afinar el ancho de línea, se realizaron rayados que no eran observados con el microscopio óptico, como se muestra en las figuras 3.13 línea B, 3.14 y 3.15. Para caracterizar estos rayados fue necesario rastrear con barridos MFA la zona y de esta manera se localizaron los rayados mostrados en estas figuras. El rayado de la figura 3.15 no fue localizado con MFA, fue necesario recurrir al MEB.

En la figura 3.15 la línea sin borde tiene un ancho de 53 nm y claramente es la más fina de los rayados realizados, sin embargo la profundidad no se puede medir en esta imagen, pero debido a las características del rayado seguramente la profundidad de la línea es menor a las mostradas en la tabla 3.1.

Por lo tanto con esta técnica de rayado se pueden realizar líneas con grosores (sin bordes) de hasta 53 nm , con la limitante de que no son candidatos a usarse como base para trazos consecutivos debido a que su localización para el rayado con el MFA no es posible (porque no son observables con el microscopio óptico).

De los resultados presentados en la tabla 3.1, podemos decir que el límite mínimo de grosor de la línea con el que se puede hacer trazos consecutivos con esta técnica de rayado con el MFA es de 270 nm .

Capítulo 4

Conclusiones y Perspectivas.

Desde la invención del microscopio de fuerza atómica, se ha empleado principalmente en el estudio de superficies como: topografías, fricción, adherencias y deformaciones. Sin embargo su uso en el área de manipulación y fabricación de materiales a escalas nanométricas y atómicas no ha sido suficientemente explotado. (ejemplo: Scientific American, Nanotubos, February 2005, Scientific American, Double helix, April 2003, etc).

En la recopilación bibliográfica no se encontró ningún resultado en el cual usen la técnica de rayado con el MFA que se presenta en este trabajo. Hay resultados con otras técnicas (por ejemplo: Nanolitografía por oxidación local de películas delgadas de nitruro de titanio usando el MFA que obtuvieron dimensiones de líneas de 618 nm, 418 nm y 280 nm dependiendo de la humedad[3], Dip-Pen que alcanza tamaños muy pequeños pero no abajo de 40 nm, etc).

En el presente trabajo se realizaron rayados finos con litografía de MFA, en este sentido logramos trazos de hasta 53 *nm*, con la limitante de que no son candidatos a usarse como base para trazos consecutivos debido a que no son observables con el microscopio óptico (la figura 3.15 es uno de ellos) y por lo consiguiente no pueden ser utilizados para realizar patrones continuos.

De los resultados presentados en la tabla 3.1 podemos decir que el límite mínimo de grosor de línea con los que se pueden hacer trazos consecutivos con esta técnica es de 270 *nm* y que los trazos mas sencillos de realizar son aquellos que son mayores de 850 *nm* por la facilidad de localizar los trazos y debido a que no es necesario evitar que la punta haga un rayado profundo.

Cabe mencionar algunas de las dificultades que se encontraron al usar esta técnica de rayado:

- Cuando la línea es fina (grosor $< 270 \text{ nm}$), el rayado no se alcanza a apreciar en la pantalla del microscopio óptico por lo que es necesario rastrear con MFA para localizarlo y esto no es siempre posible. Otra posibilidad es observarlo con el MEB (pero resulta un poco complicado cuando no se tiene acceso directo a un equipo como este.).
- Cuando la superficie no es suficientemente uniforme el rayado es discontinuo y se pierde la señal (el rayado no es continuo) y para volver a rayar hay que repetir todo el proceso.
- Para iniciar el rayado es necesario bajar la punta del MFA hasta tocar la superficie. Este proceso es lento y si no se tiene cuidado suficiente se rompe la punta.

A continuación se plantea algunas opciones para mejorar la técnica de rayado:

- Controlar que la superficie donde se raya sea mas uniforme. (por ejemplo: que el espesor de la película sea controlado)
- Continuar practicando para mejorar los rayados y el tiempo. (Encontrar un procedimiento mas seguro para bajar la punta).
- Eliminar los bordes del rayado. (Encontrar un agente capaz de eliminar el borde sin llevarse la película).

La motivación principal de realizar éste trabajo es para que sirva como base para desarrollar dispositivos electrónicos con base en patrones de 200 nm aproximadamente.

Además de que podríamos cambiar el material de la película para diversas aplicaciones, por ejemplo: rayar sobre películas de catalizadores de nanotubos de carbono para generar patrones que pueden ser útiles para emisión de campo o hacer lo opuesto, rayar y depositar catalizadores para crecer nanotubos de carbono y generar patrones de ellos.

Desarrollar un software y su correspondiente interfase para realizar litografía automatizada.

Aunque sabemos que este MFA no fue pensado para escribir, por lo menos no en el sentido convencional que le damos a la palabra litografía, puede convertirse en una rápida solución para manufacturar nanocomponentes desde

microelectrónica a chips ADN, tal vez puede ser una manera de reproducir nanoestructuras masivas.

Esta herramienta es una de las que está contribuyendo a cambiar la manera en que los investigadores interactúan con la materia en pequeña escala y hay que darle un uso más extensivo y provechoso.

Bibliografía

- [1] Pedro A. Serena y Antonio Correia, “Nanotecnología:El motor de la próxima revolución tecnológica”, Apuntes de ciencia y Tecnología No 9, 32, Diciembre (2003)
- [2] Scientific American, Trends in Nanotechnology. April 1996.
- [3] Francisco J. Martínez T., Diego F. Arias M., Alfonso Devia C. “Nanolitografía por oxidación local de películas delgadas de nitruro de titanio usando el microscopio de fuerza atómica”. Revista Colombiana de Física, Vol. 38, No. 1, 2006.
- [4] Gabriela L. Rueda Morales, Tesis, “Efectos de los Parametros de Preparación en Películas de Fullerenos crecidas por C.S.V.T.”, IPN-ESFM, Pag. 16, Enero 1996.
- [5] Rebecca Howland and Lisa Benatar, ”Park Scientific Instruments” 2005.
- [6] http://es.wikipedia.org/wiki/microscopio_electr%C3%B3nico_de_barrido
- [7] http://enciclopedia.us.es/index.php/microscopio_electr%C3%B3nico_de_barrido
- [8] <http://www.biologia.edu.ar/microscopia/meb.htm>
- [9] <http://www.fisicahoy.com/fisicaHoy/nanotecnologia/nano.html>
- [10] <http://www.wisegeek.com/what-is-nanolithography.htm>