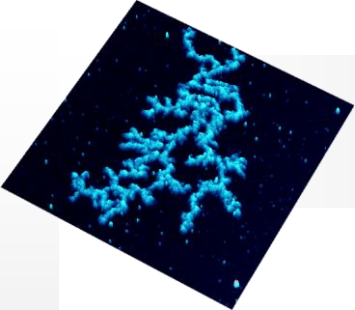




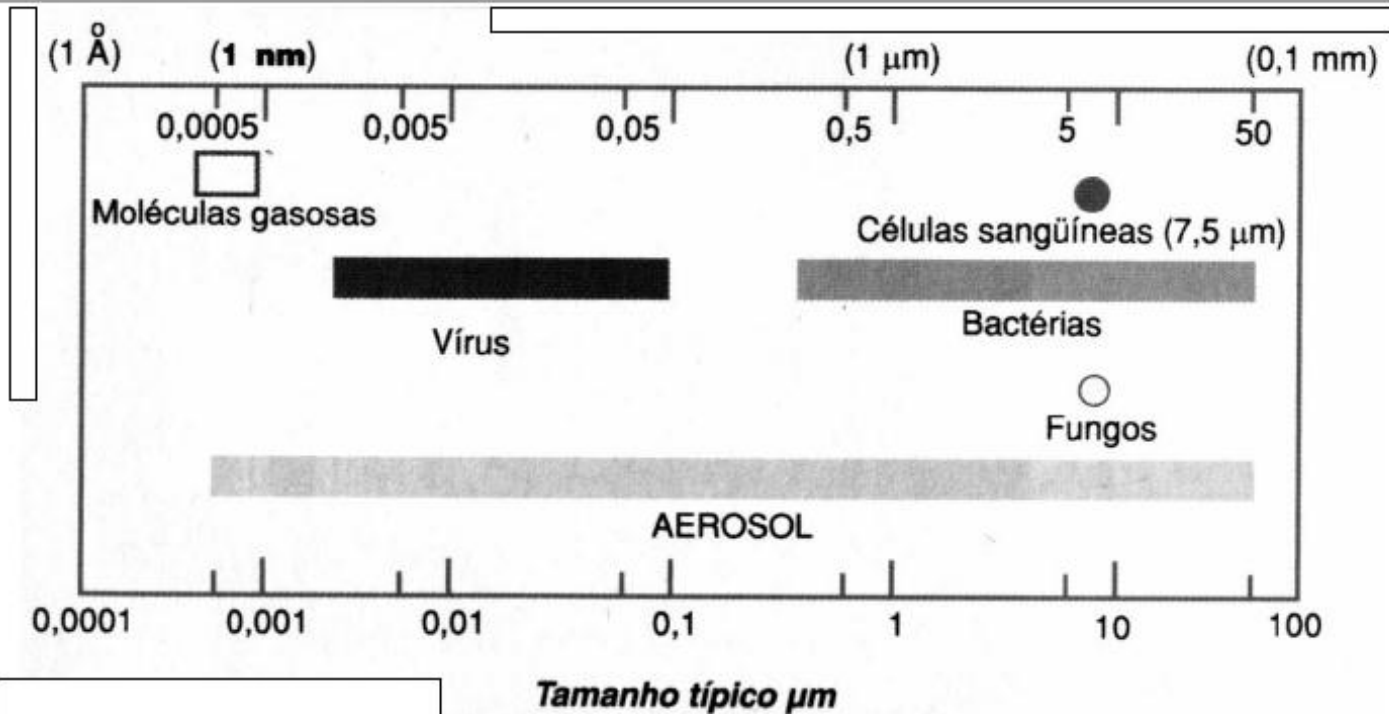
PSI 5838 – 2011
Mariana Pojar

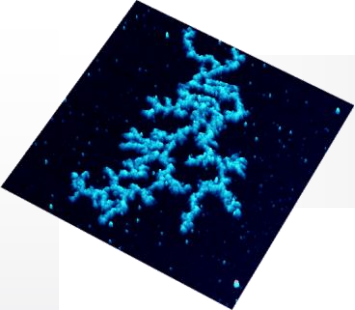
Técnicas de Caracterização: AFM E SPM

Cronograma de Atividades: Aula - 21/09/11



Introdução: Dimensões



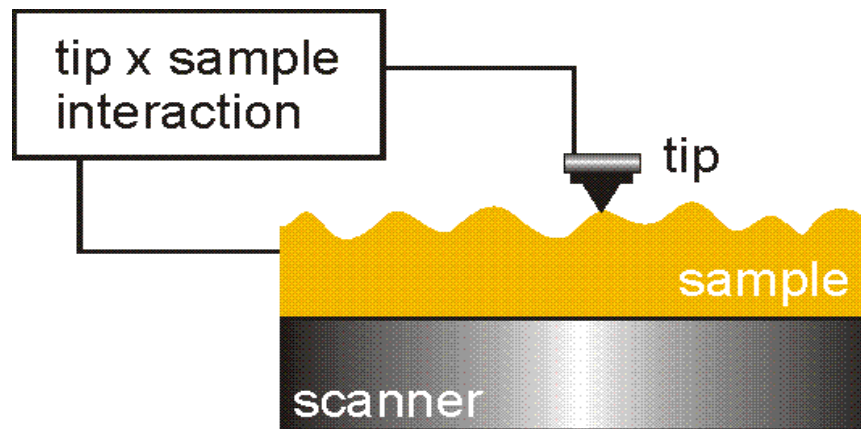


Resolução

O que a vista alcança		
Equipamento	Aumento de imagens	Amostras
Olho humano	1vez	Cristais de neve
Microscópio estereoscópico	7 a 150 vezes	Insetos muito pequenos, peças de relojoaria, algas
Microscópio ótico	60 a 120 vezes	Glóbulos vermelhos do sangue, bactérias, células animais e vegetais
Microscópio eletrônico de varredura	20 a 100000 vezes	Superfície de órgãos animais e vegetais, circuitos impressos, componentes da superfície de metais
Microscópio eletrônico de transmissão	1000 a 500000 vezes	Vírus, moléculas orgânicas grandes, estruturas de células
Microscópio de tunelamento	100 milhões de vezes	Moléculas, átomos de superfície de metais.

O que é um SPM?

- Qualquer microscopia onde uma sonda varre a superfície de uma amostra, e na qual a interação ponta amostra é monitorada é chamada de uma Microscopia de Varredura por Sonda (SCANNING PROBING MICROSCOPY - SPM).



Introdução aos SPMs

- **Scanning Tunneling Microscopy (STM)**

- Scanning Near-field Optical Microscopy (SNOM)

- Scanning Thermal Microscopy (SThM)

- Electrochemical Microscopy (AFM and STM)

- Scanning Force Microscopy (SFM)

- Electric Force Microscopy (EFM)

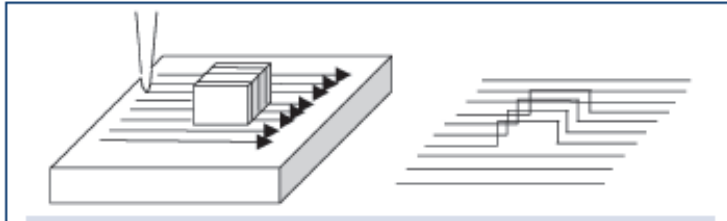
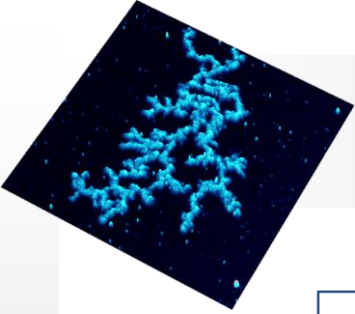
- **Magnetic Force Microscopy (MFM)**

- **Atomic Force Microscopy (AFM)**

- (AFM) Tunneling AFM and Conductive AFM

- Nanoindentation AFM...

Componentes básicos de um SPM

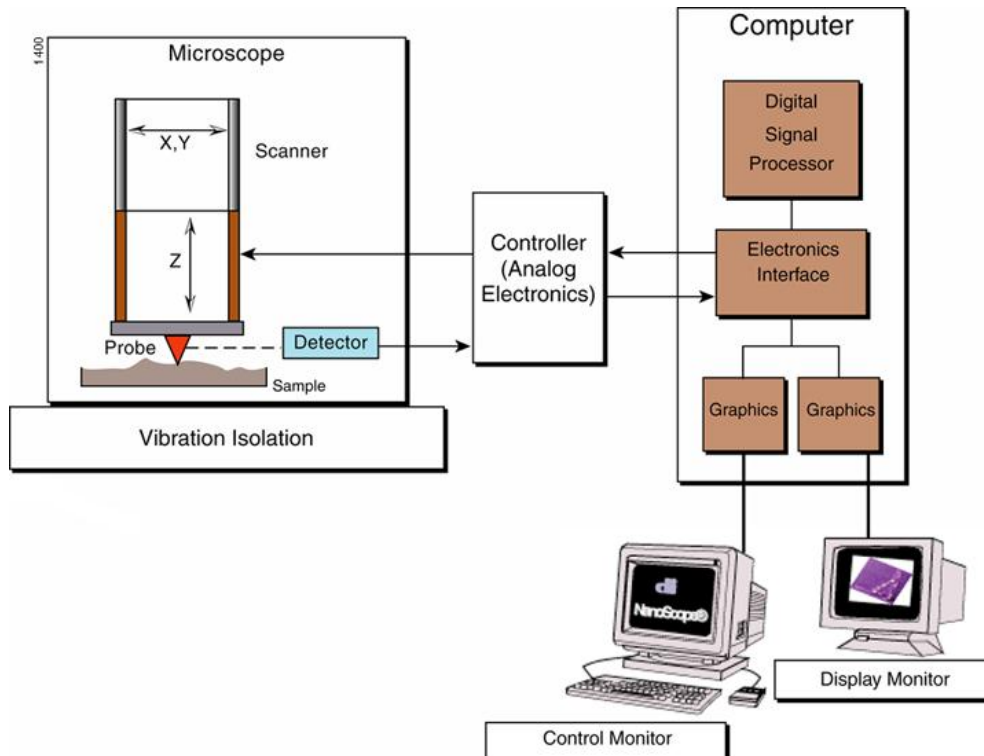


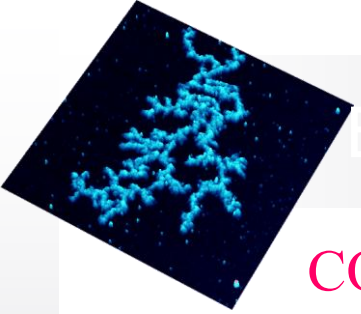
-Interação mecânica entre ponta/amostra;

-Permite que se obtenha um perfil em x-y-z da superfície da amostra (onde por exemplo em um AFM resolução em z de 0,05nm e resolução lateral de 0,2nm).

- As amostras a serem analisadas não necessitam de grandes preparos prévios como em um microscópio eletrônico (condutor/isolante).

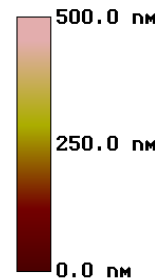
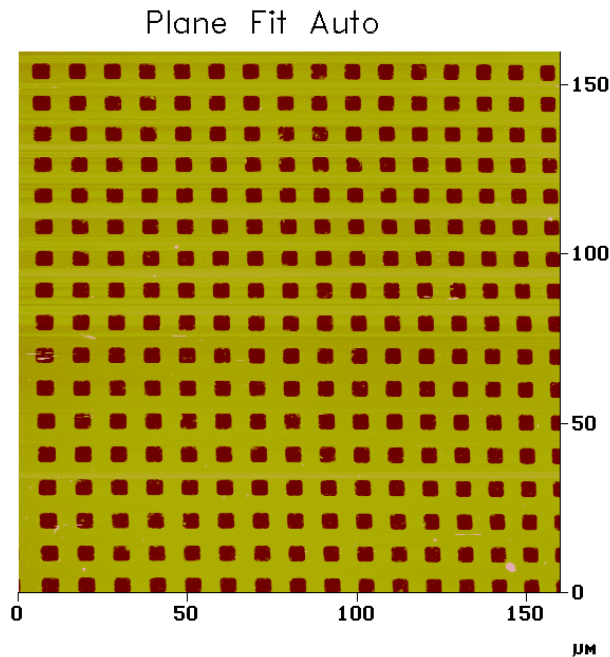
- Permite que se trabalhe em qualquer meio (vácuo, ar e líquido).





Elementos que Caracterizam uma Imagem

COMO GARANTIR A RESOLUÇÃO DESEJADA DURANTE A ANÁLISE DE UMA AMOSTRA? => Área de varredura, pixel, resolução do sistema, trace, retrace, varredura rápida e lenta.



Z scale

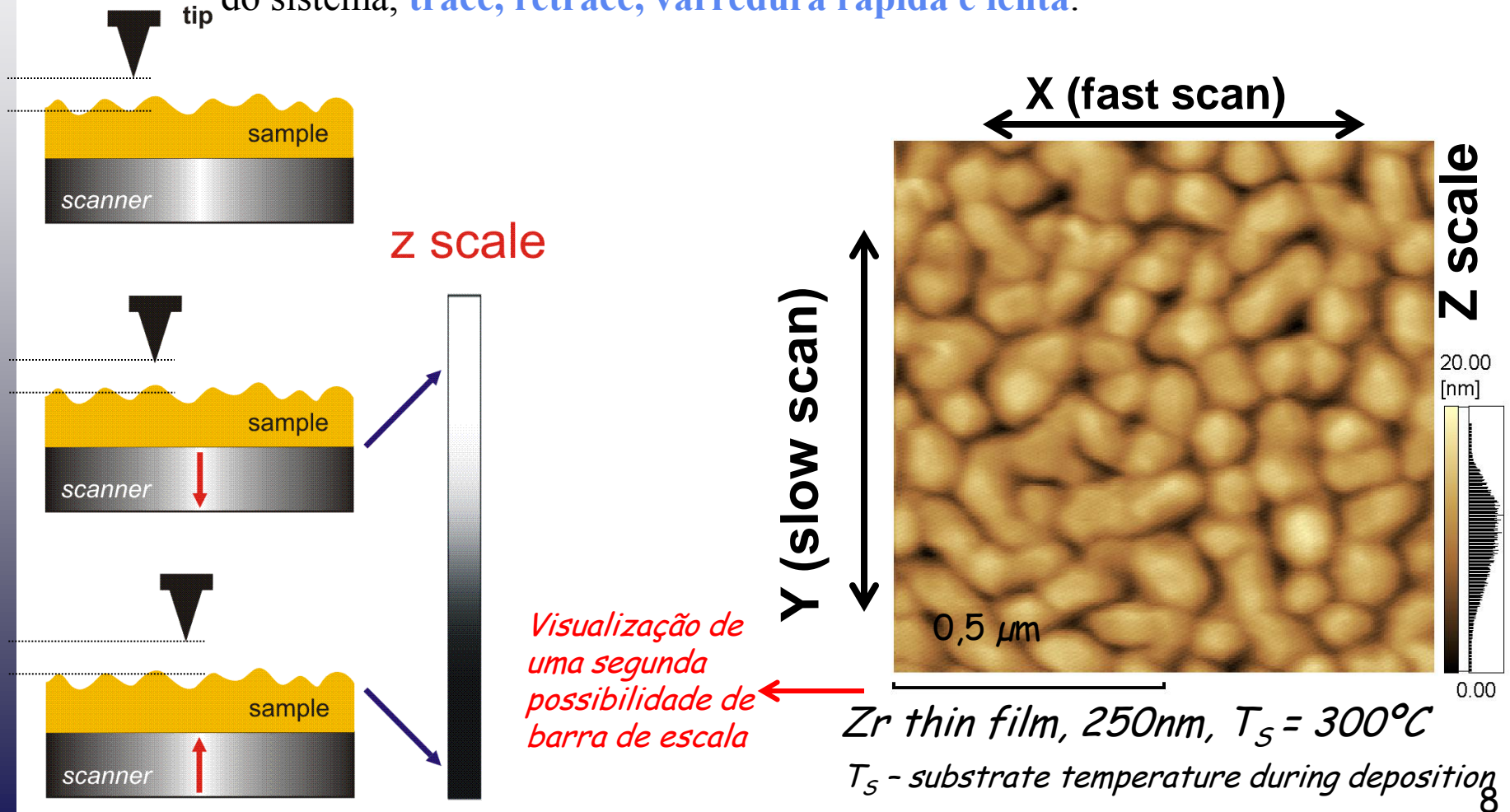
NanoScope	Contact AFM
Scan size	160.0 μm
Setpoint	2.500 V
Scan rate	1.001 Hz
Number of samples	512

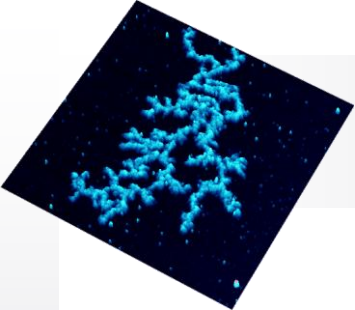
*Qual a resolução dessa imagem?
 $160\mu\text{m}/512\text{pontos} = 0,31\mu\text{m} = 310\text{nm}$*

É possível aumentar o número de pontos, porém isso tomará mais tempo para a aquisição da imagem.

Elementos que Caracterizam uma Imagem

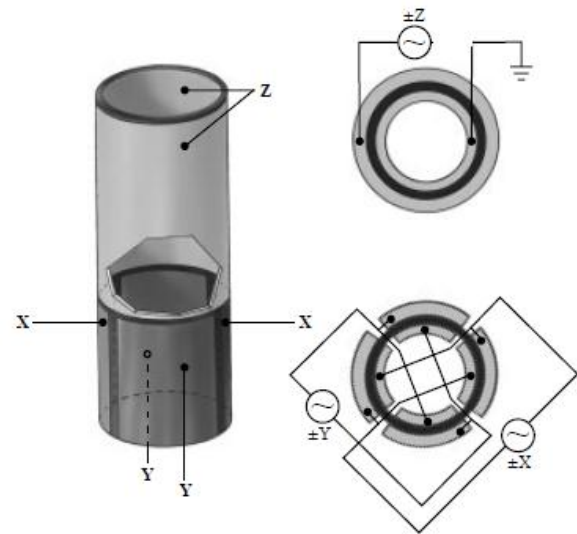
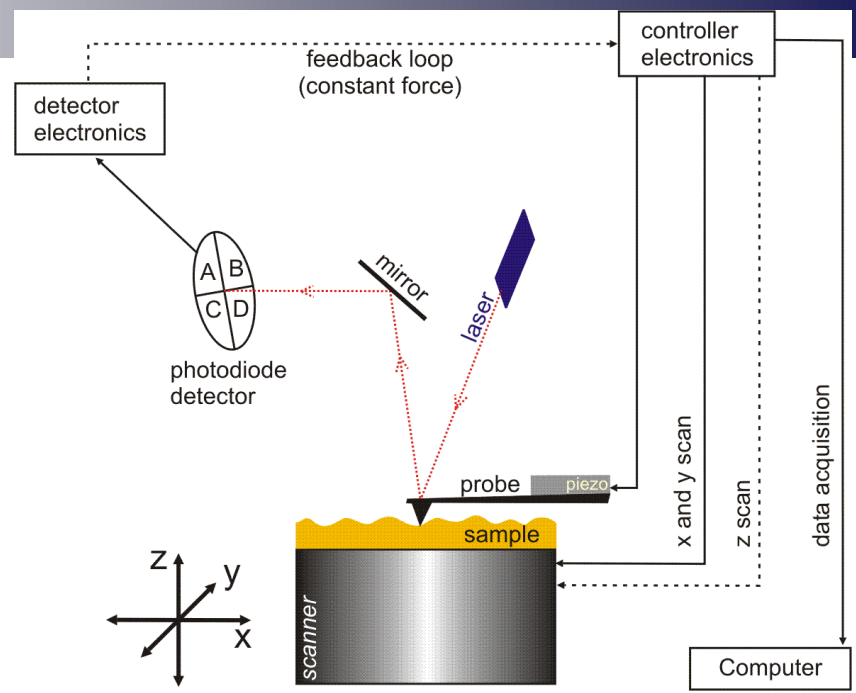
COMO GARANTIR A RESOLUÇÃO DESEJADA DURANTE A ANÁLISE DE UMA AMOSTRA? => Área de varredura, pixel, resolução do sistema, **trace, retrace, varredura rápida e lenta.**

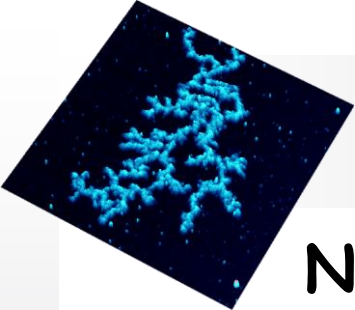




SCANNER

- Material piezoelétrico (se contraem e se expandem com a aplicação de um potencial);
- PZT (titanato de zircônio chumbo);
- Cerâmica policristalina com cada cristal possuindo seu próprio momento de dipolo. Na fabricação todos os dipolos são alinhados;
- Durante a aquisição de uma imagem que se move é o scanner e não a ponta!





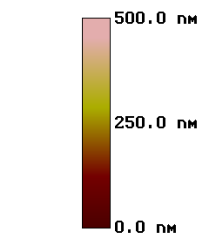
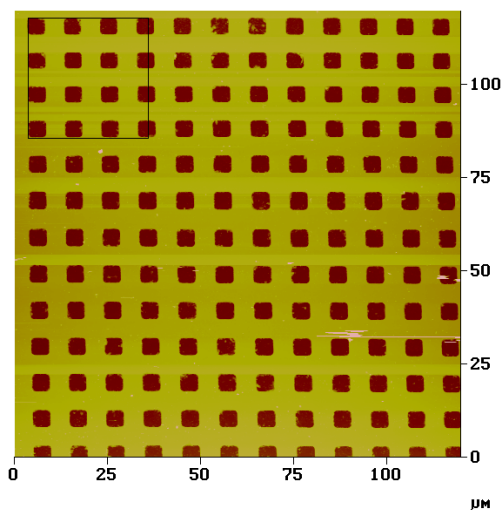
Não Linearidade

- No plano da superfície da amostra faz com que os Pontos não sejam igualmente espaçados;
- No plano z causa erros nas medidas de aturas.

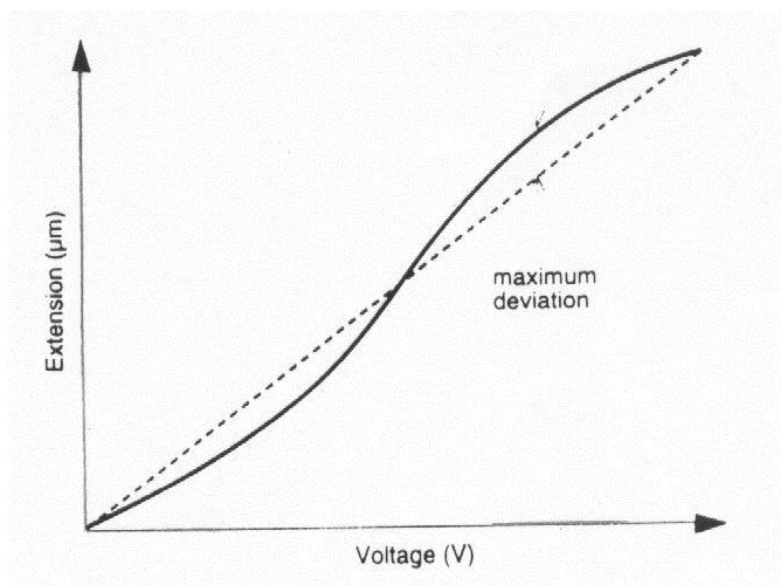
NECESSIDADE DE UMA CALIBRAÇÃO

Zoom&Planefit Zoom Only Clear Execute Undo

Zoom

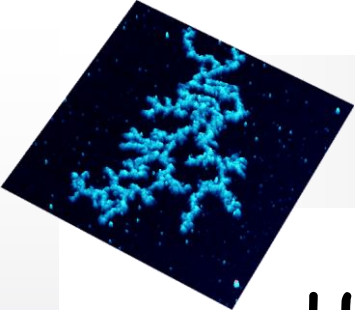


NanoScope Contact AFM
Scan size 120.0 μm
Setpoint 2.500 V
Scan rate 1.001 Hz
Number of samples 512

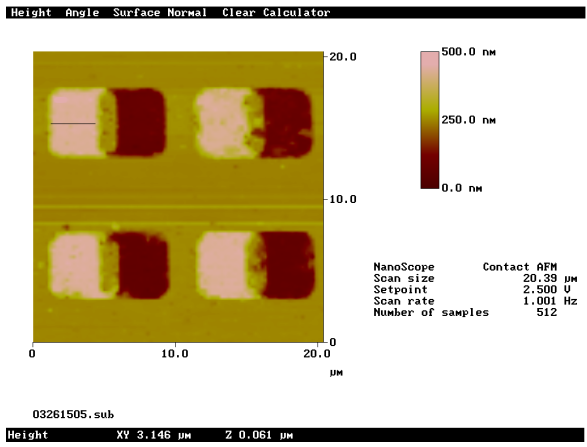
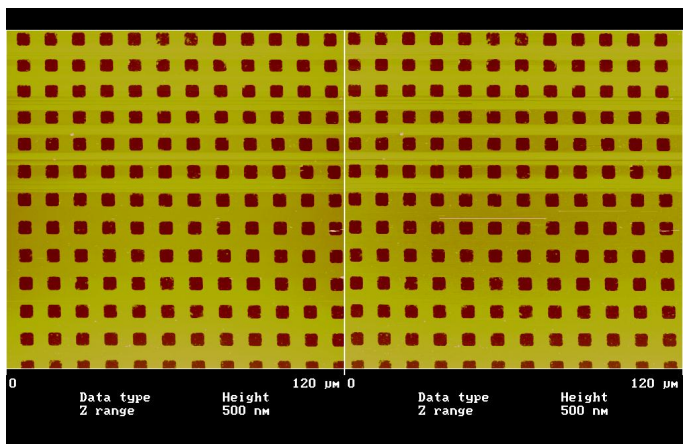
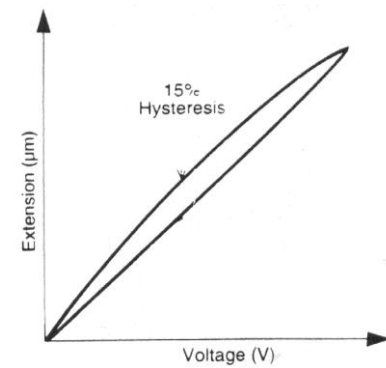


03261501.001

Zoom&Planefit Resize 32.6 μm



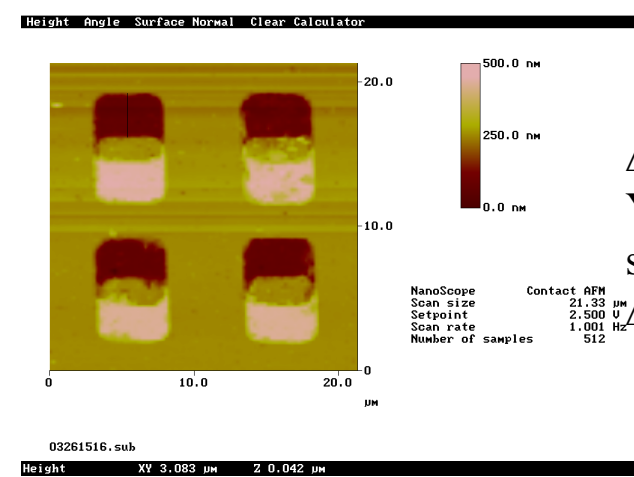
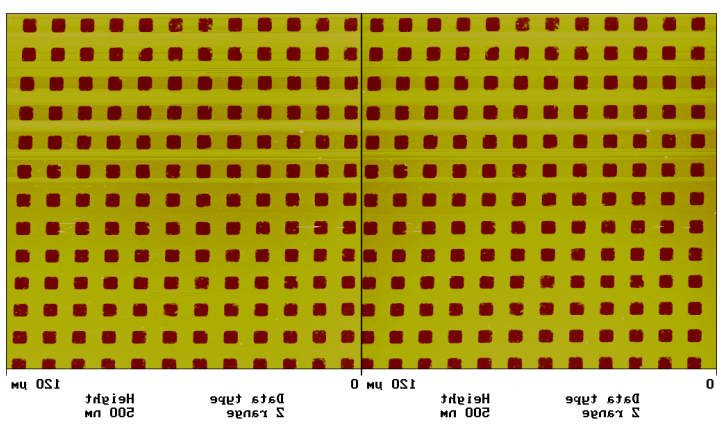
Histerese



$$\Delta X = 3,566 \mu\text{m}$$

$$X_{\text{máx}} = 120 \mu\text{m} \text{ (scan size)}$$

$$\Delta X/X_{\text{max}} = 0,02$$



$$\Delta Y = 3,045 \mu\text{m}$$

$$Y_{\text{máx}} = 120 \mu\text{m} \text{ (scan size)}$$

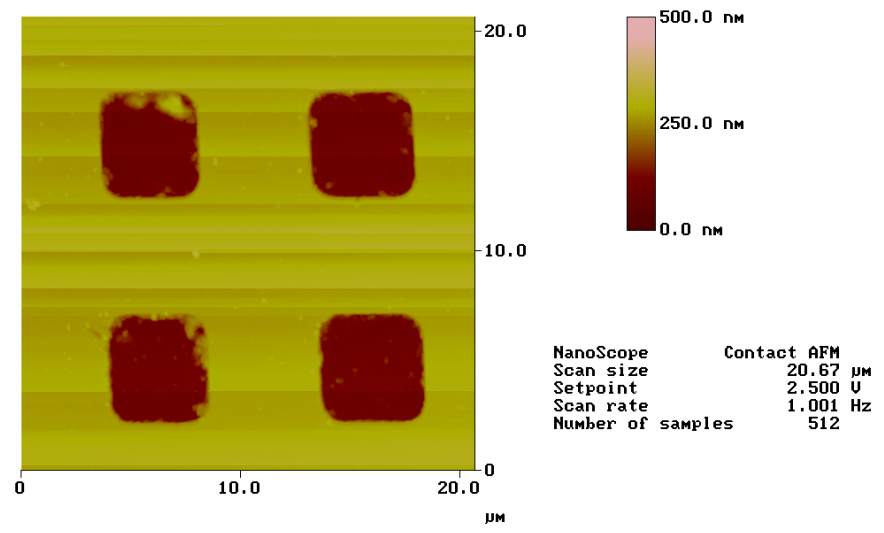
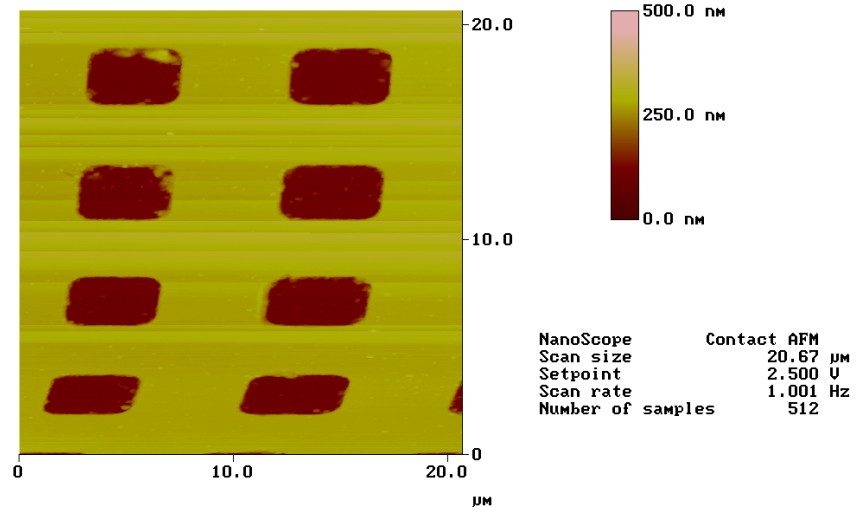
$$\Delta Y/Y_{\text{max}} = 0,025$$

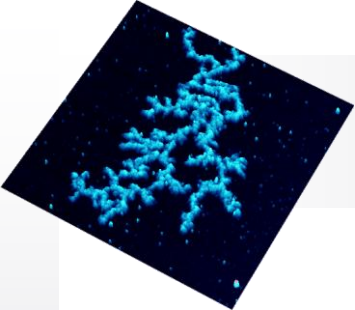


Creep

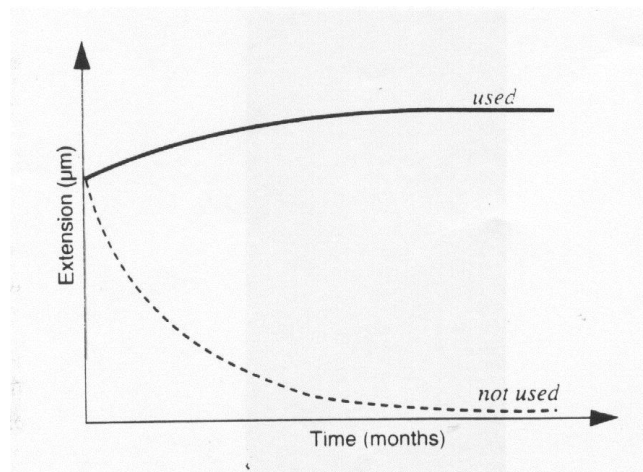
- A mudança abrupta na escala de Voltagem ocorre em dois estágios

1. Em menos de 1ms
2. Escala de tempo maior de minuto (que é o creep).

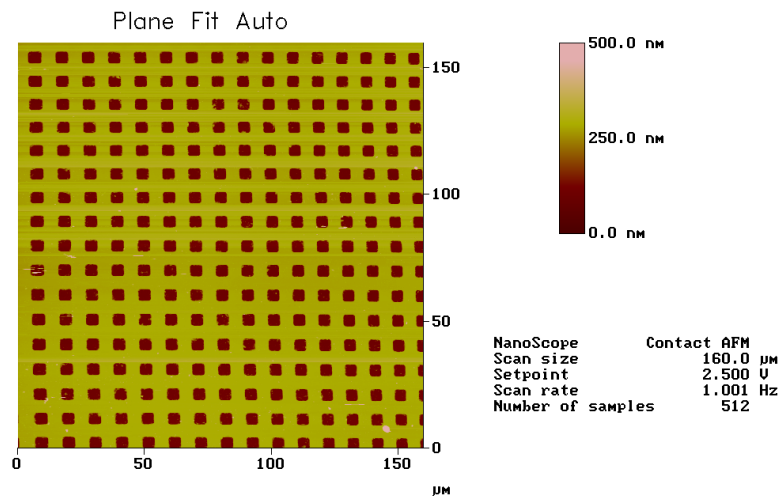
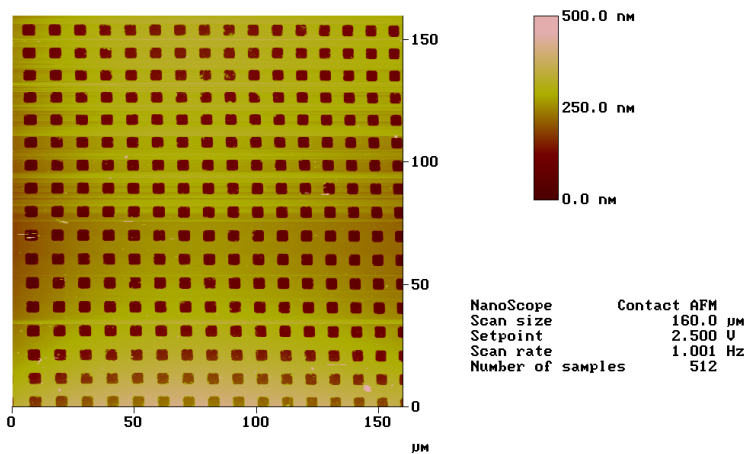


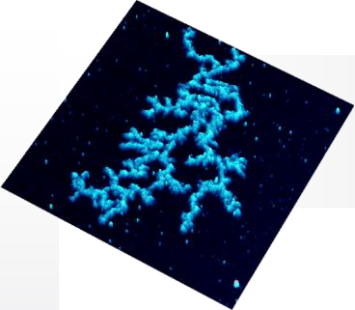


Aging (Envelhecimento)



Cross Coupling



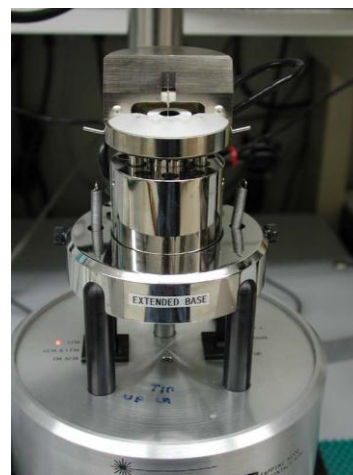
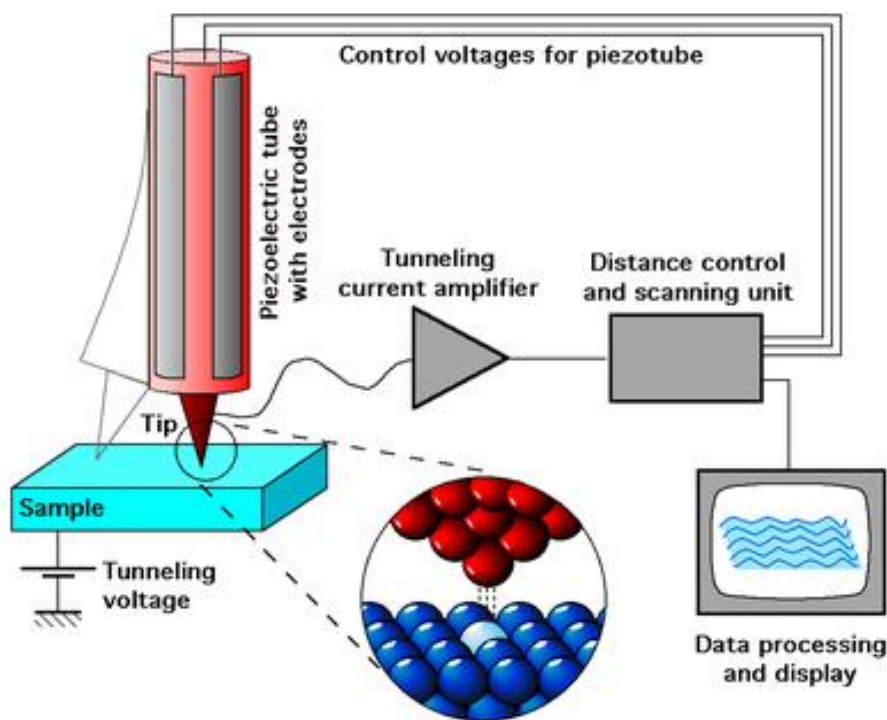


Microscópio de Tunelamento Eletrônico

- Amostra condutora ou semicondutora;
- Aplicação de uma diferença de potencial entre a ponta/amostra;
- A relação entre a tensão aplicada e a corrente de tunelamento é dada por:

$$I_t = V e^{-Cd}$$

I é a corrente de tunelamento;
 V é a diferença de potencial;
 c é uma constante;
 d é a distância ponta e amostra.



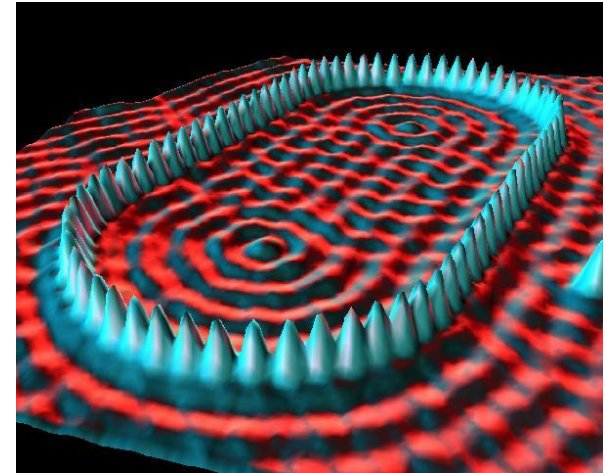
Inventado por Binnig e Rohrer em 1981 na IBM



Rohrer e Binnig: prêmio Nobel pela Invenção

Microscópio de Tunelamento Eletrônico

Quando a ponta varre a superfície da amostra ela passa por pontos de diferentes alturas, gerando uma variação na corrente de tunelamento. Com isso há duas maneiras de obter uma imagem:



Duas maneiras:

Mantendo a corrente de tunelamento constante

Mantendo a altura constante

Armazenando assim a altura
(correção em z)

Armazenando assim a corrente
e o (x,y) correspondente

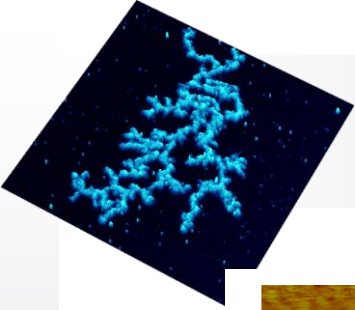
Vantagem: mede superfícies
irregulares

Vantagem: é mais rápido pois não precisa mover o scanner para cima e para baixo

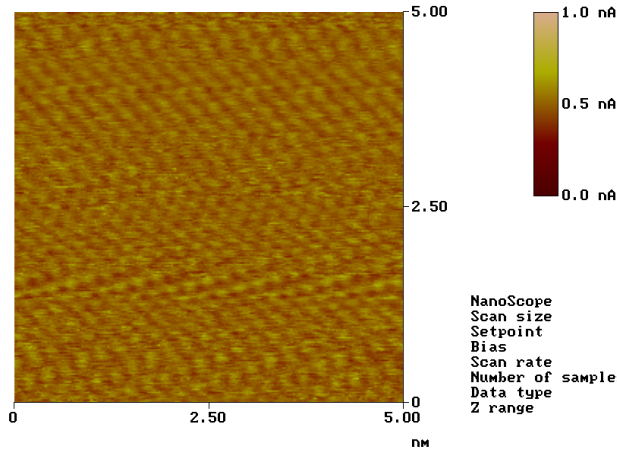
Desvantagem: é mais lento

Desvantagem: utilizado para amostras que não tenham irregularidades com altura maior do que 10Å.

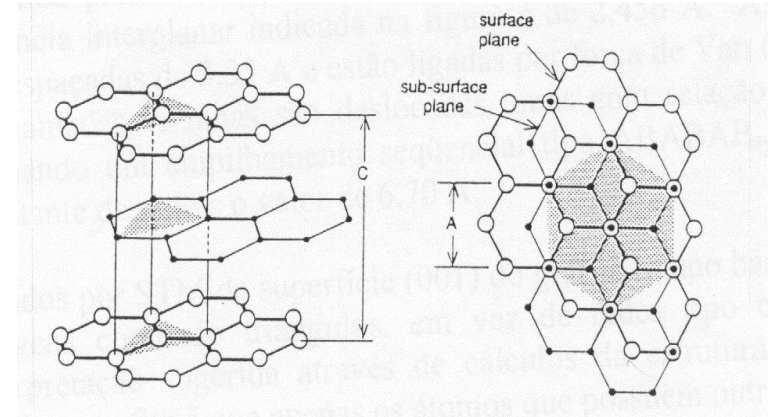
Microscópio de Tunelamento Eletrônico



- amostra de grafite pirolítico - calibração STM por ser bastante inerte;
- estrutura do tipo hcp;

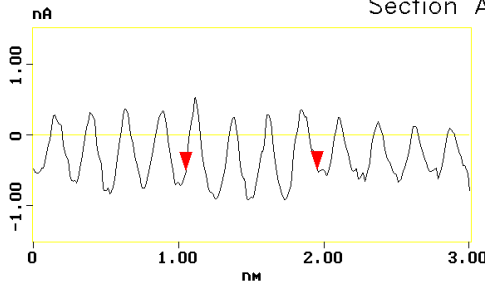


NanoScope
 Scan size 5.000 nm
 Setpoint 1.000 nA
 Bias 200.0 mV
 Scan rate 21.97 Hz
 Number of samples 256
 Data type Current
 Z range 1.000 nA

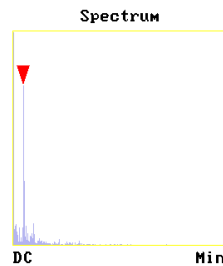
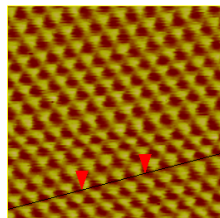


Cursor Marker Spectrum Zoom Center Line Offset Clear

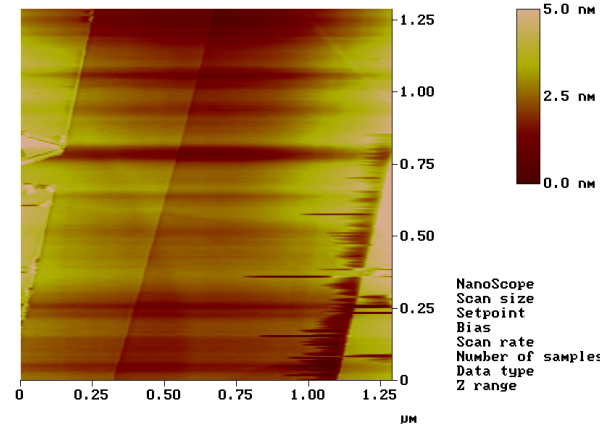
Section Analysis



L 0.904 nm
 RMS 0.433 nA
 lc 0.251 nm
 Ra(lc) 0.137 nA
 Rmax 1.500 nA
 Rz 1.178 nA
 Rz Cnt 8



Surface distance 208113
 Horiz distance(L) 0.904 nm
 Vert distance 0.023 nA
 Angle
 Surface distance
 Horiz distance
 Vert distance
 Angle
 Spectral period 0.251 nm
 Spectral freq 11.998 Hz
 Spectral RMS amp 0.307 nA



NanoScope
 Scan size 1.290 μm
 Setpoint 1.000 nA
 Bias 200.0 mV
 Scan rate 5.086 Hz
 Number of samples 256
 Data type Height
 Z range 5.000 nm

04021500.001

Cursor: fixed Zoom: 2:1 Cen line: Off Offset: Off

Microscópio de Força Atômica

- A amostra pode ser isolante, metal ou semiconductor;
- A sonda é composta por um cantilever no qual está preso uma ponta;
- A imagem é formada pelo sistema de feedback que mantém constante a força de interação entre ponta/amostra;
- As forças de interação defletem o cantilever (Van der Waals).

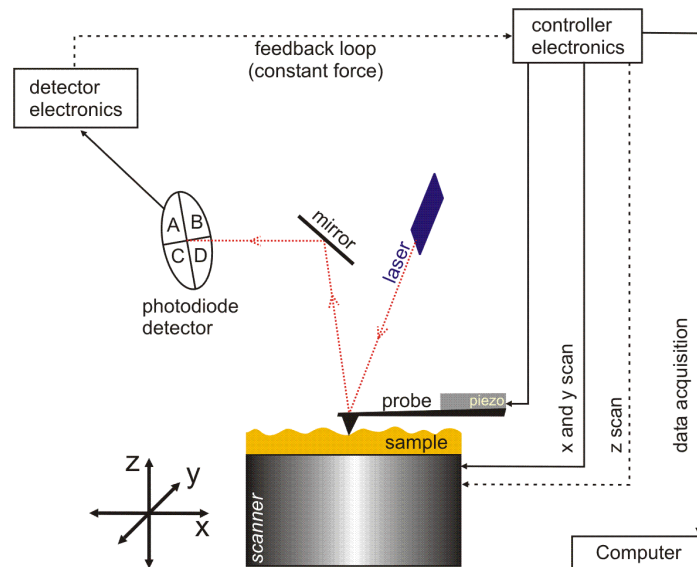
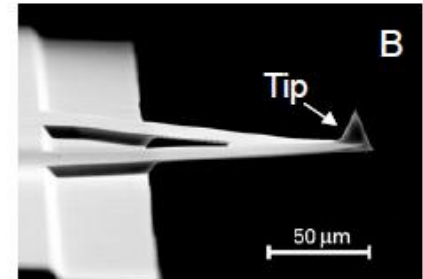


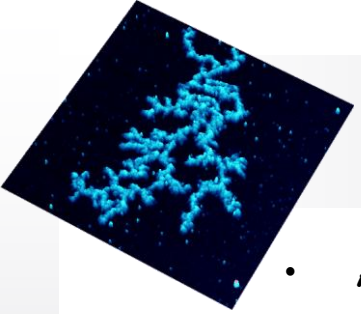
Figure 1. a) Spring depiction of cantilever b) SEM image of triangular SPM cantilever with probe (tip). (Image from [MikroMasch](#))¹

$$F = -k \cdot x$$

F = Force

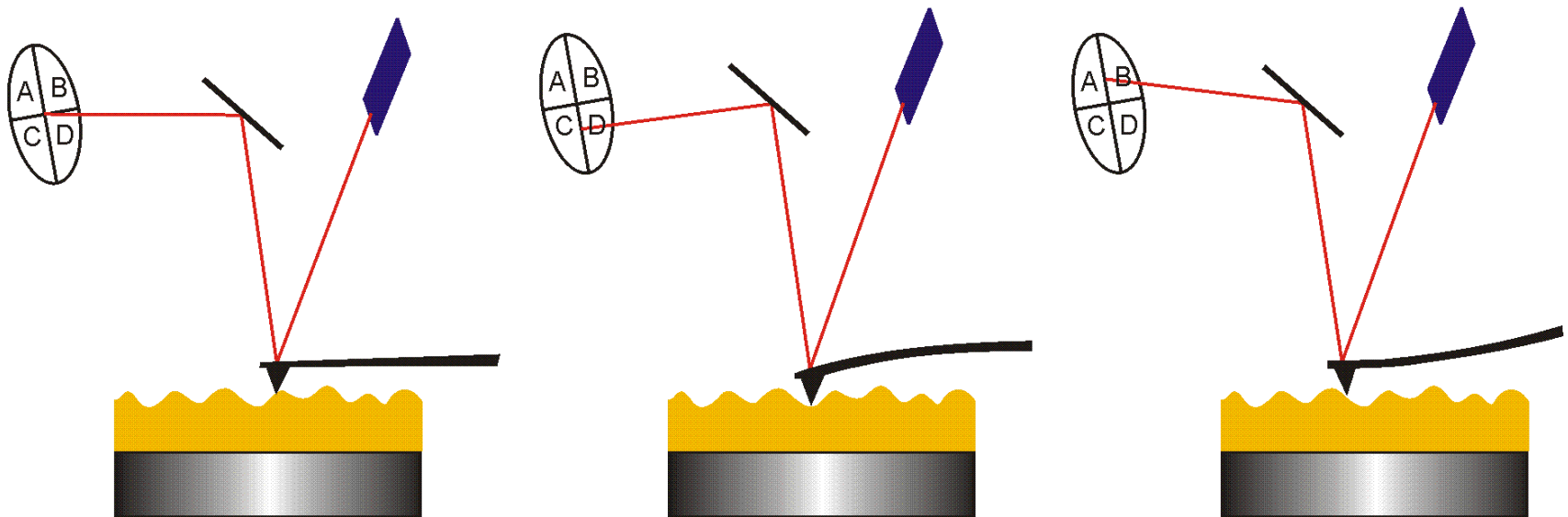
k = spring constant

x = cantilever deflection

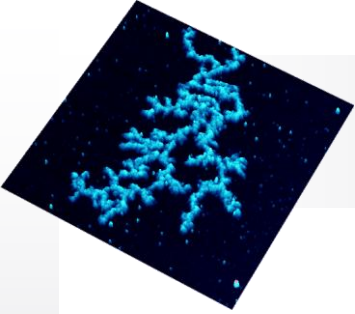


Microscópio de Força Atômica

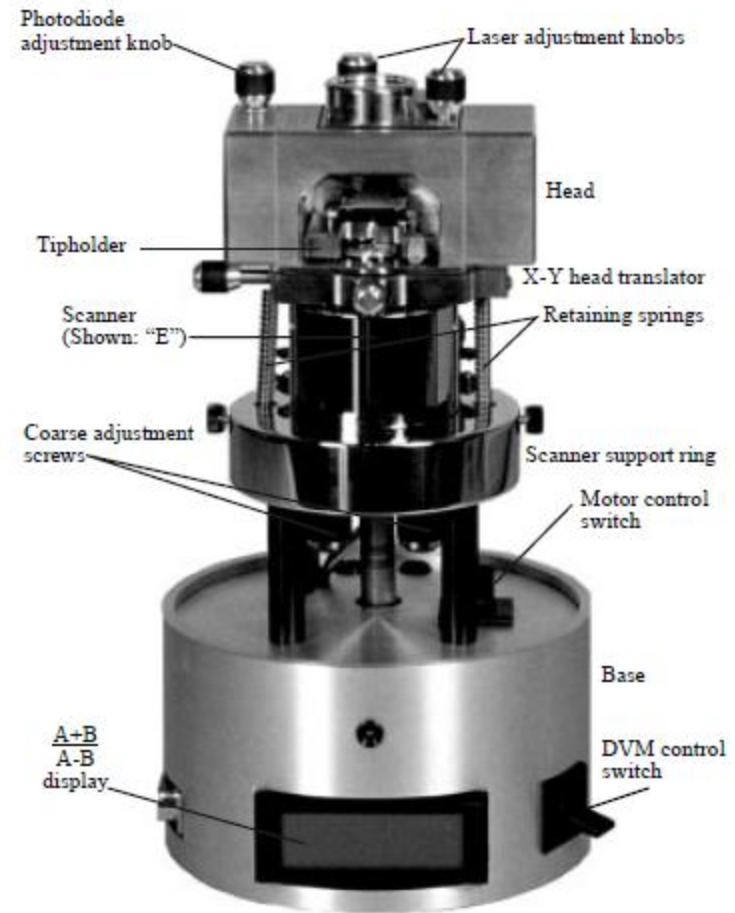
- A monitoração é feita pela luz de um laser que é focada na parte de trás de um cantilever e posteriormente refletida em um fotodetector que é dividido em duas seções.
- O fotodetector mede a deflexão do cantilever enquanto a topografia da amostra é varrida.



Microscópio de Força Atômica

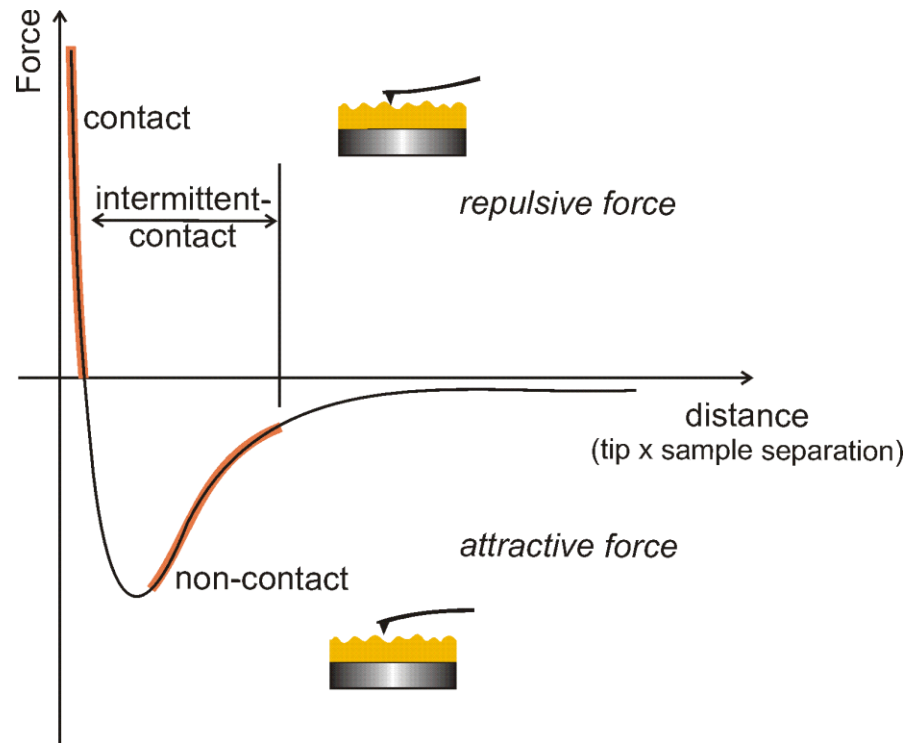


Microscópio Comercial da Digital

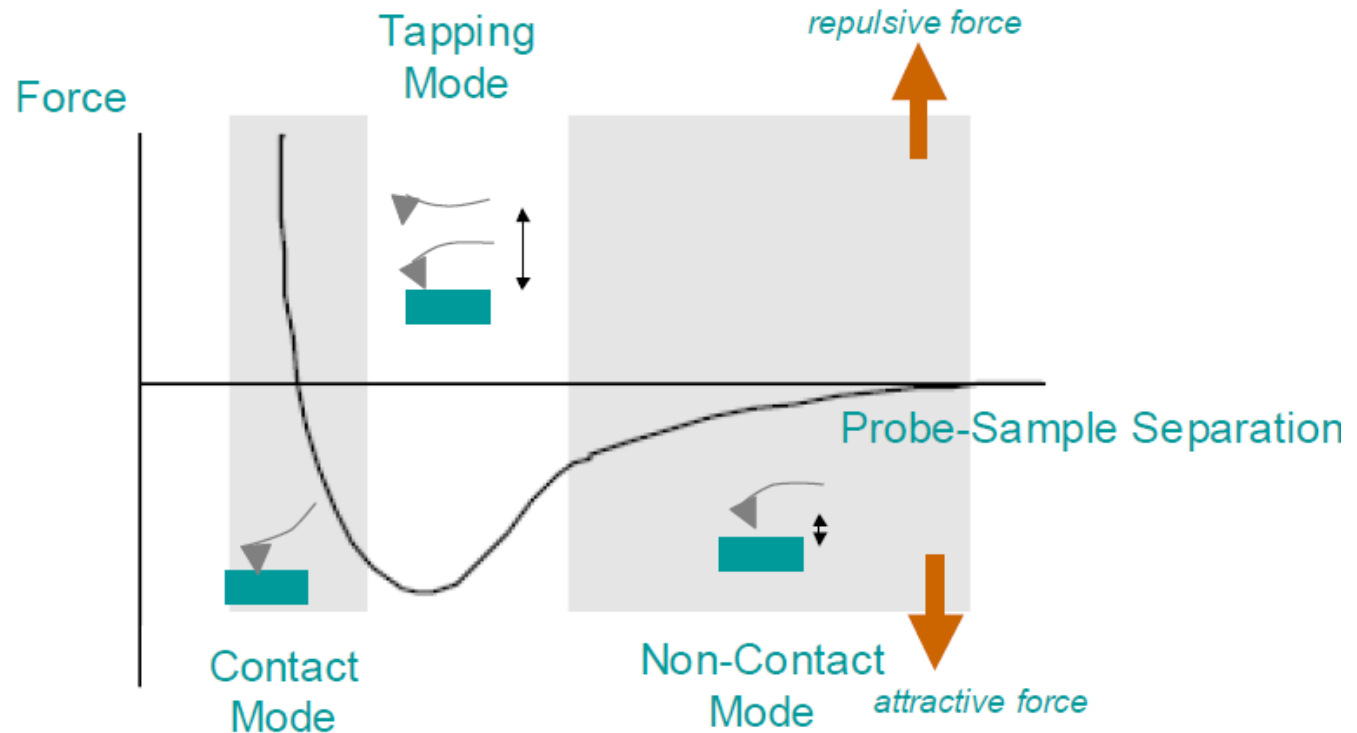


Microscópio de Força Atômica

- Três modos primários de operação:
 - Modo AFM de Contato
 - Modo AFM de Não - Contato
 - Modo AFM de Contato Intermitente



Microscópio de Força Atômica



(1) *Contact AFM*

< 0.5 nm probe-surface separation

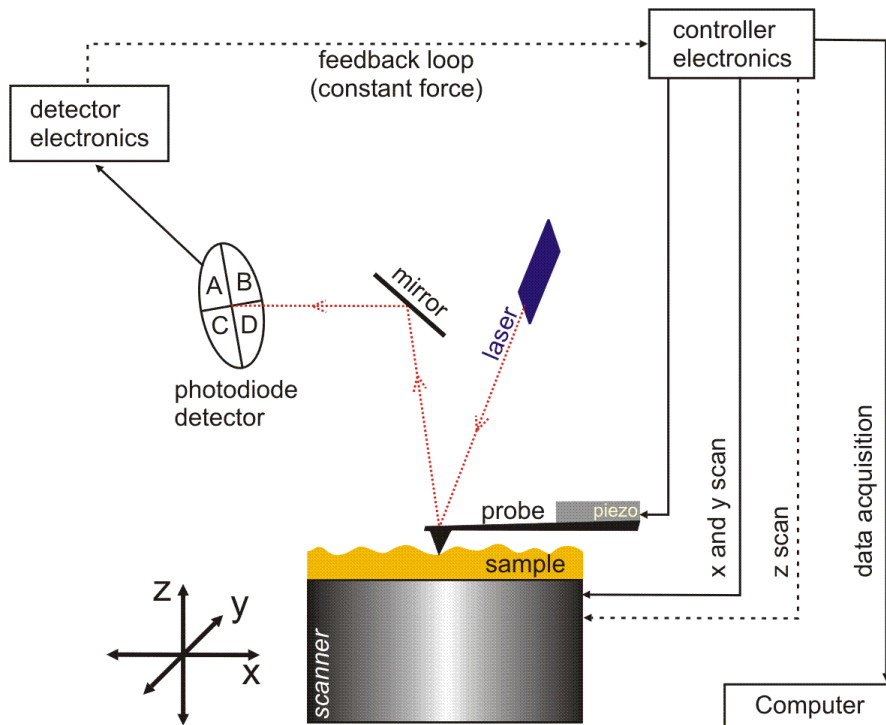
(2) *Intermittent contact (tapping mode AFM)*

0.5-2 nm probe-surface separation

(3) *Non-contact AFM*

0.1-10 nm probe-surface separation

AFM – Modo de Contato

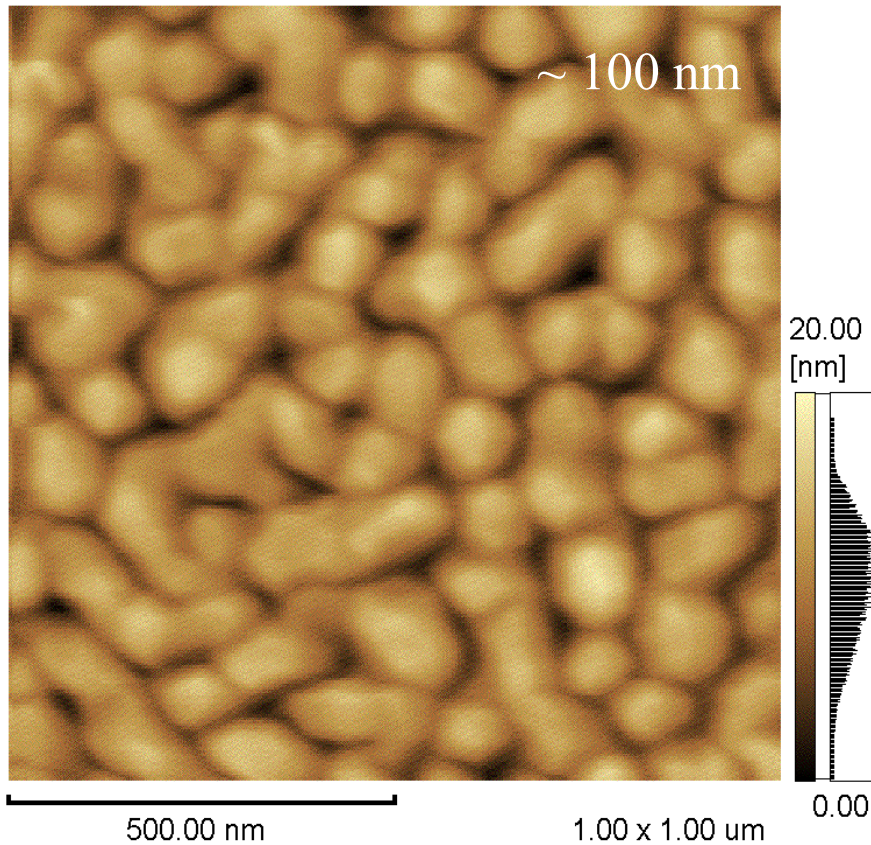


DESVANTAGEM DESSE MODO: acarreta uma FORÇA LATERAL entre a ponta e a amostra inerente ao método que pode causar defeitos na amostra

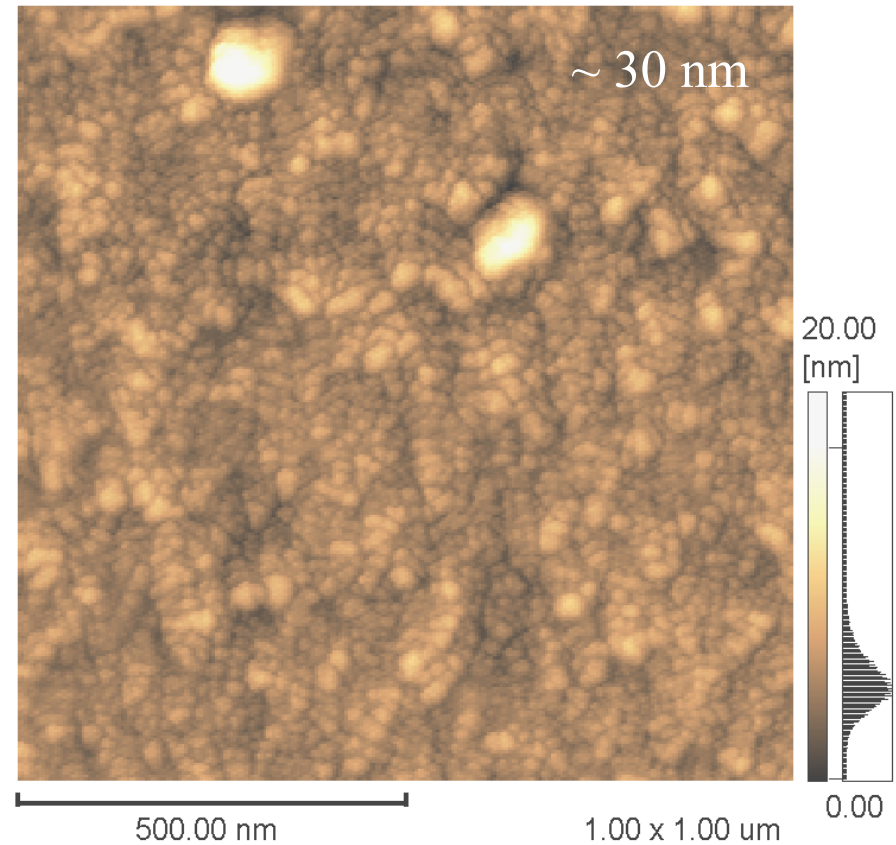
- A ponta fica em contato com a amostra durante a varredura. Nesta modalidade é possível obter resolução atômica!!
- A ponta e a amostra são consideradas em contato quando a força de Van de Waals se torna positiva. Como a inclinação da curva nesta região é bastante acentuada, quando é aumentada a força entre a ponta e a amostra não há uma maior aproximação entre elas, **mas sim obtém-se uma deformação no cantilever.**
- Duas maneiras de operação:
 - *Altura constante* \Rightarrow é armazenada a deflexão do cantilever e o (x,y) correspondente.
 - *Deflexão no cantilever constante (Força Constante)* \Rightarrow armazenado a altura e o (x,y) correspondente.

Exemplos: Modo Contato em Ar

Zr thin film, 250nm, $T_S = 300^\circ\text{C}$

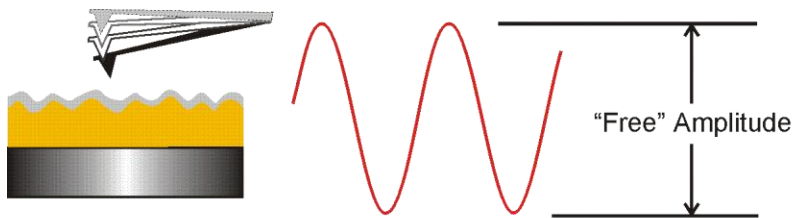
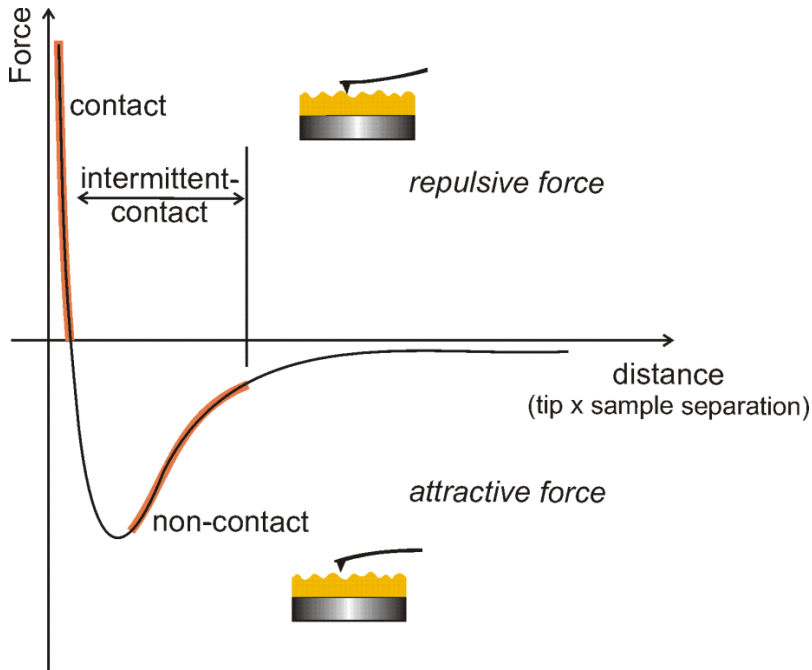


Hf thin film, 150nm, $T_S = 25^\circ\text{C}$



By Eliane F. Chinaglia (University of São Paulo)

AFM – Modo de Não-Contato



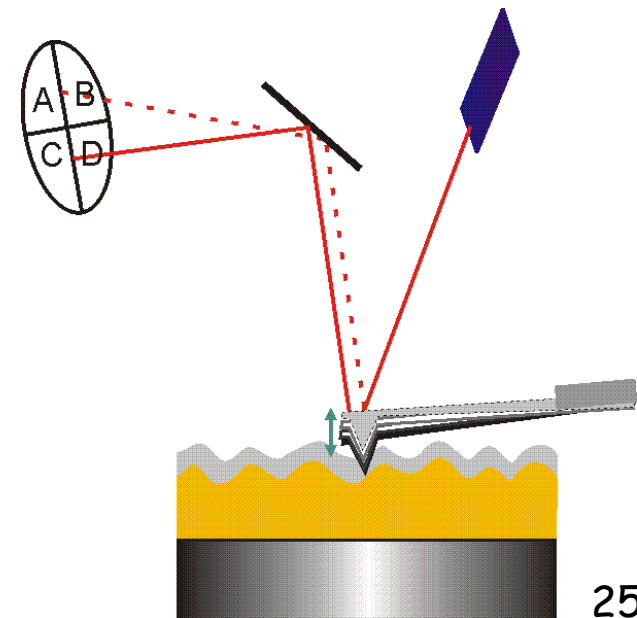
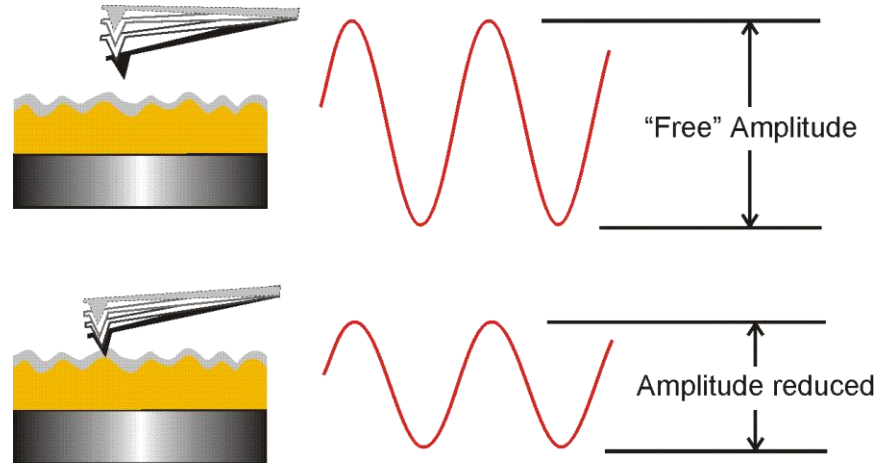
- Modo não contato: o cantilever oscila próximo a superfície da amostra porém sem tocá-la (Van de Waals a força é atrativa).
- Quando a ponta oscilante passa por diferentes alturas, isso acaba gerando uma variação na frequência de oscilação. Essa variação pode ser monitorada de DUAS MANEIRAS:
 - *Amplitude ou fase constante* \Rightarrow subindo ou descendo a ponta oscilante para manter um dos parâmetros constantes.
 - *Frequência constante.*
- DESVANTAGEM DESSE MODO: apresenta resultados de artefatos para varreduras em escalas maiores

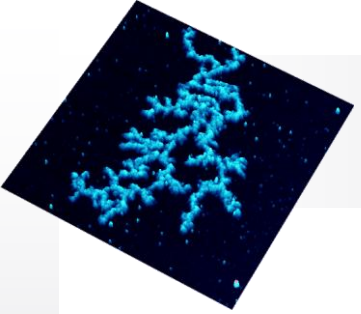
AFM – Modo Tapping Mode

• Modo Contato Intermitente (Modo Dinâmico ou Tapping mode): o cantilever oscila na sua frequência de ressonância **tocando gentilmente** a superfície da amostra a cada ciclo de oscilação.

• Quando a ponta oscilante passa por diferentes alturas, isso acaba gerando uma variação na frequência de oscilação. NESTE CASO O RMS (ROOT MEAN SQUARE) é mantido constante.

⇒ COMO A PONTA TOCA A AMOSTRA NÃO É POSSÍVEL ANALISAR POR FREQUENCIA!!

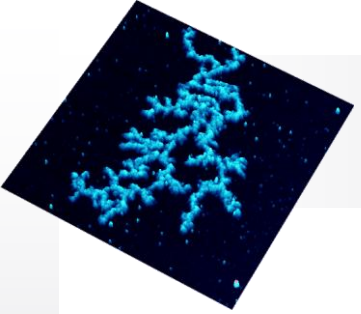




Vantagens do Modo Tapping Mode

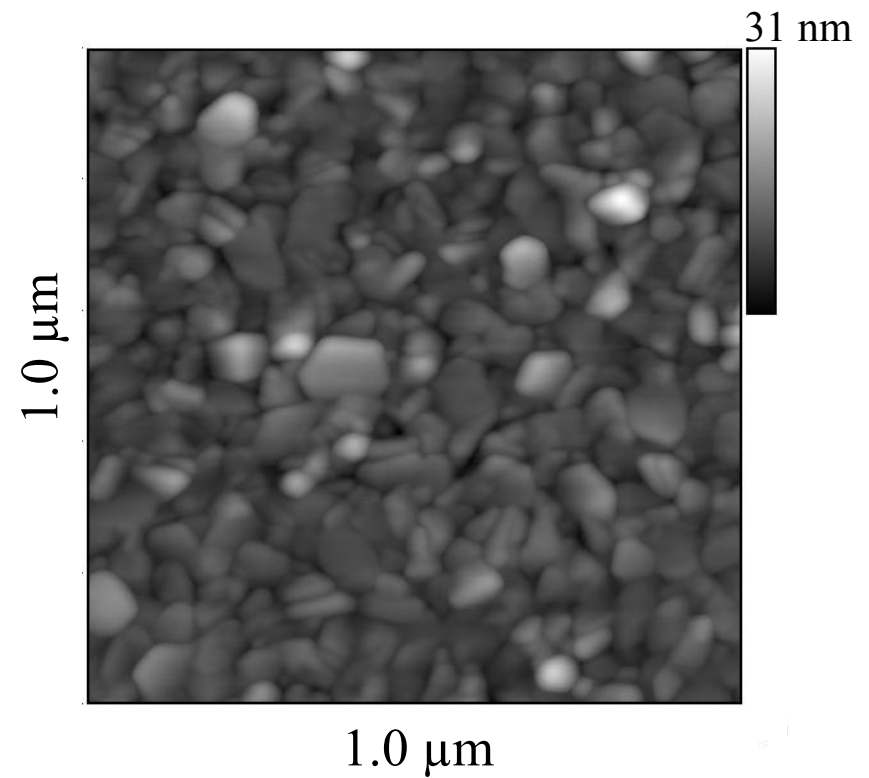
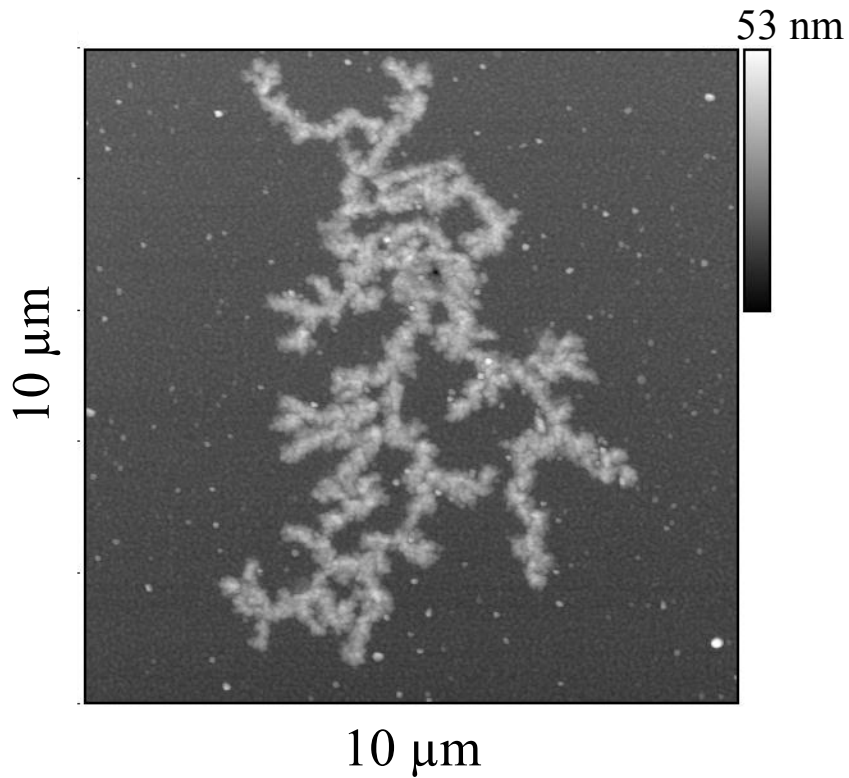
- Acarretam menor danos a amostra quando comparado ao Modo Contato - elimina as forças laterais e de fricção.
- Sobrepõem problemas associados com as forças eletrostáticas.
- Pode ser usado em amostras moles e frágeis e para filmes de baixa adesão.
- Mais efetivo do que o modo não contato para imagear áreas de varreduras largas que podem conter grandes variações na topografia.

Modo de Contato Intermittente - Exemplos



Zr thin film, 120 nm, $T_S = 400^\circ\text{C}$

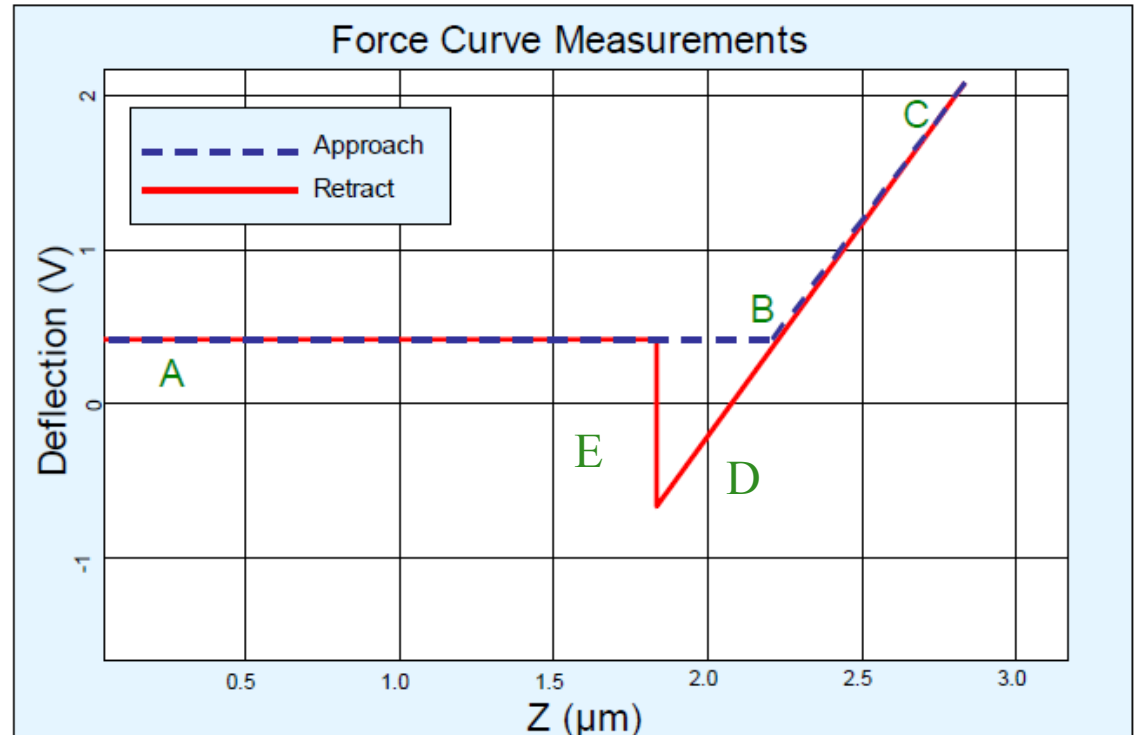
Ti thin film, 145 nm, $T_S = 300^\circ\text{C}$



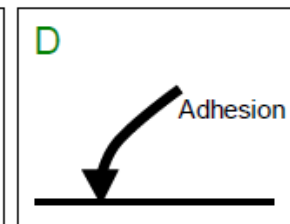
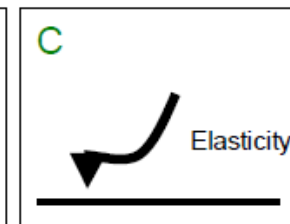
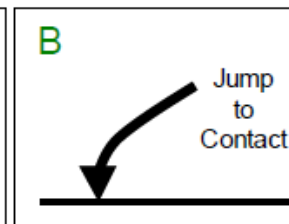
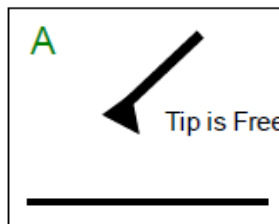
By Eliane F. Chinaglia (University of São Paulo)

Obtenção da Curva de Força

- As curvas de Força de um AFM permitem obter um longo range de forças atrativas e repulsivas entre a ponta e a superfície da amostra dando chance de elucidar propriedades químicas e mecânicas tais como **adesão** e **elasticidade**. **TUDO É FEITO EM UM ÚNICO PONTO DA AMOSTRA.**

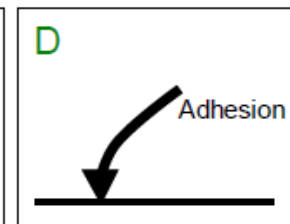
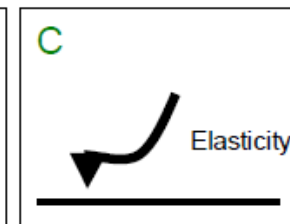
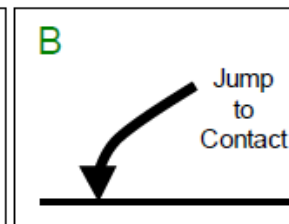
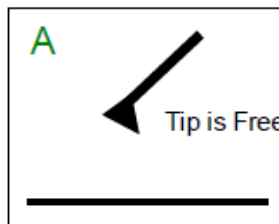
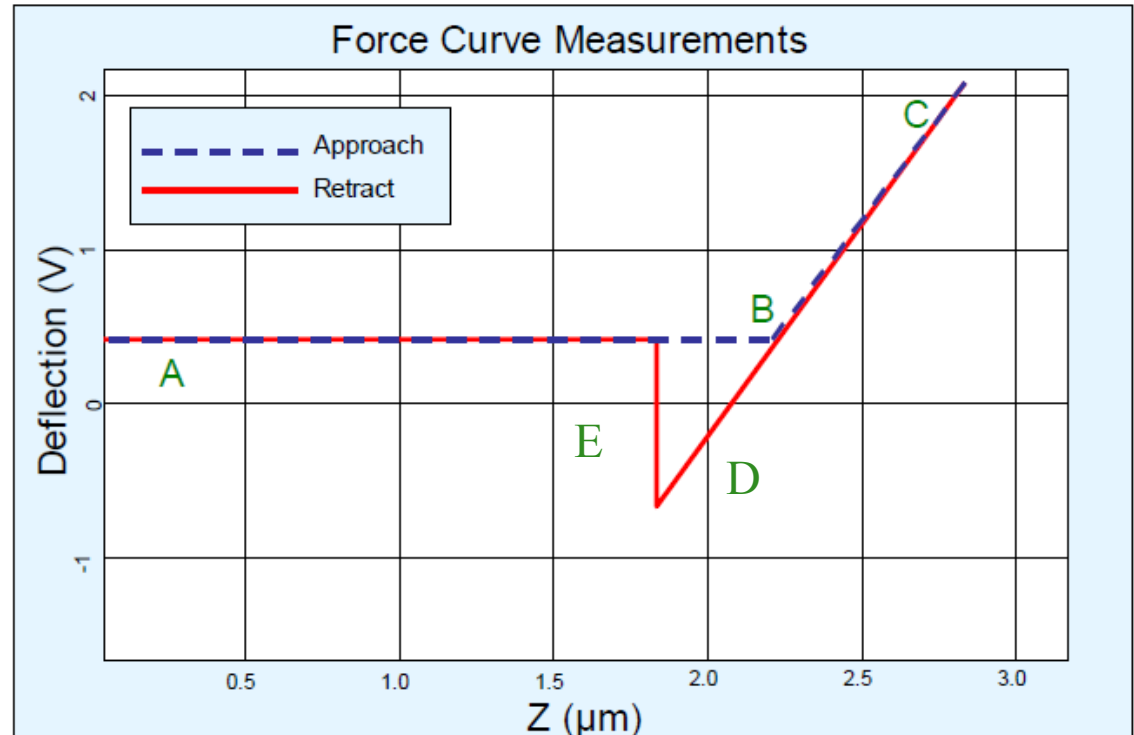


- Experimentalmente é feito aplicando uma onda triangular na voltagem que causará tanto expansão e contração do scanner na direção z.



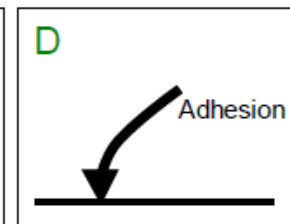
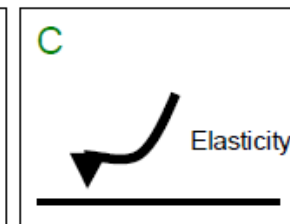
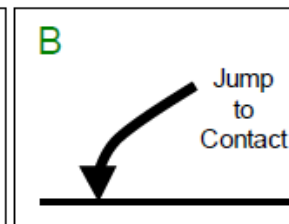
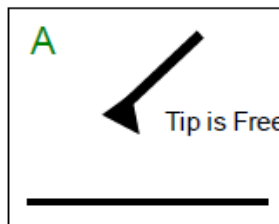
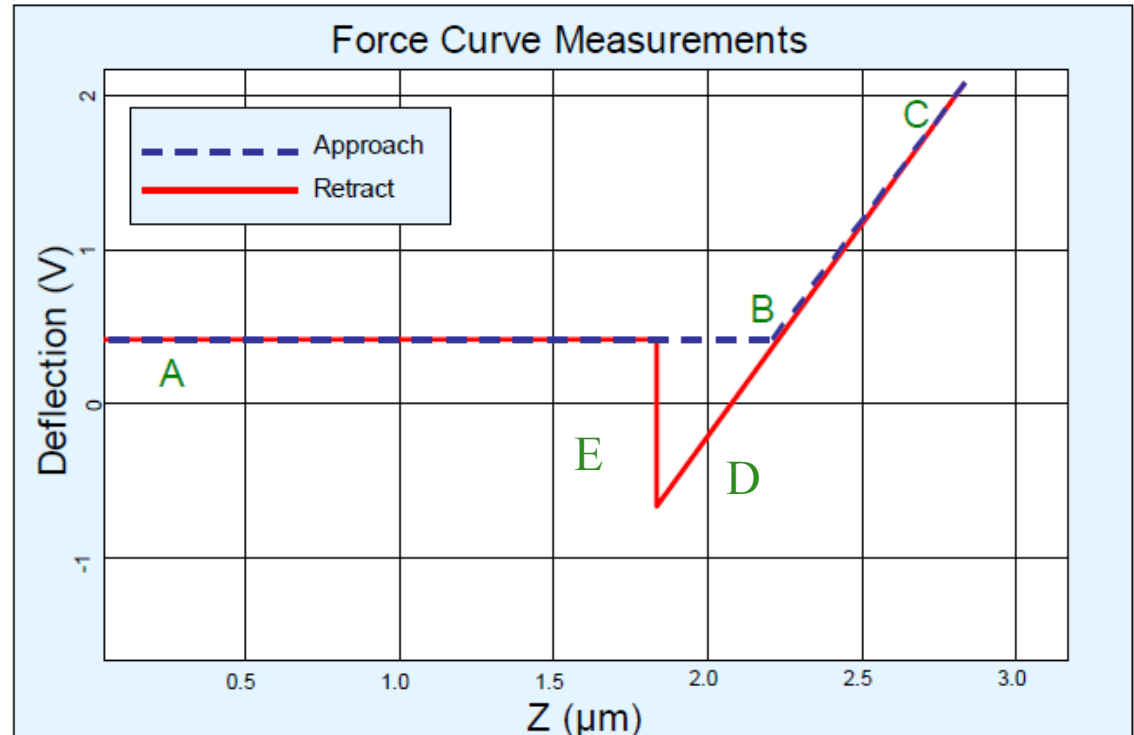
Obtenção da Curva de Força

- No **ponto A** da curva, o cantilever está longe da superfície da amostra e com isso o cantilever não sofre deflexão.
- Quando o cantilever é trazido para perto da superfície, a ponta pode ficar em contato com a superfície (**ponto B**), e o cantilever passará a começar a sentir uma força de interação.



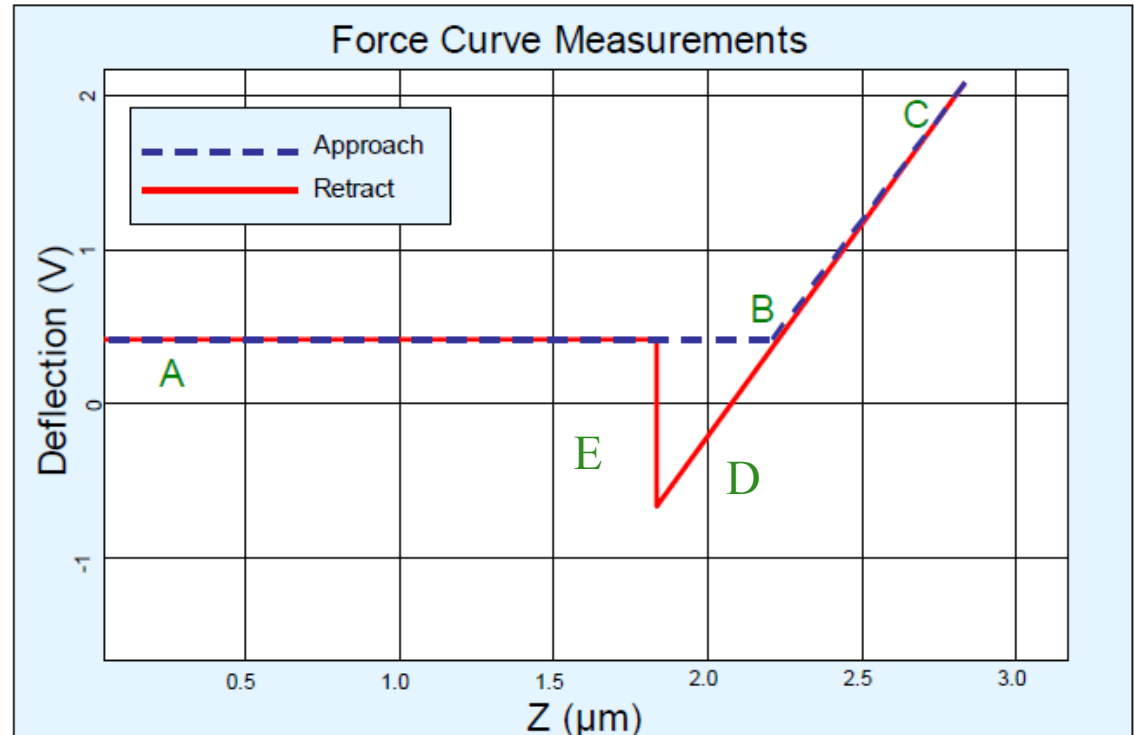
Obtenção da Curva de Força

- Com a ponta em contato com a amostra, a deflexão no cantilever irá aumentar (**ponto C**). Caso o cantilever seja robusto o suficiente, a ponta poderá indentar na superfície da amostra e fornecerá informação sobre a **ELASTICIDADE** do material. A informação é obtida pela inclinação da curva no ponto C.

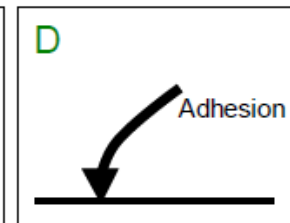
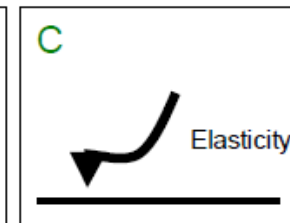
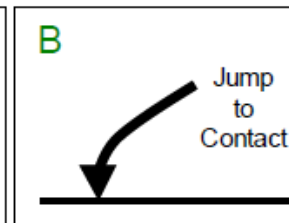
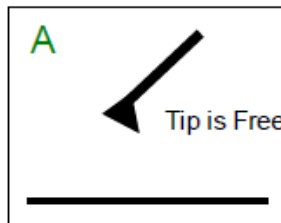


Obtenção da Curva de Força

- Em seguida a voltagem aplicada é invertida para que o cantilever seja afastado da superfície da amostra. Contudo, a força de adesão existente entre os átomos que compõe a ponta e a superfície da amostra farão com que o cantilever continue aderido, e com isso o cantilever sofre deflexão inversa a anterior (**ponto D**).

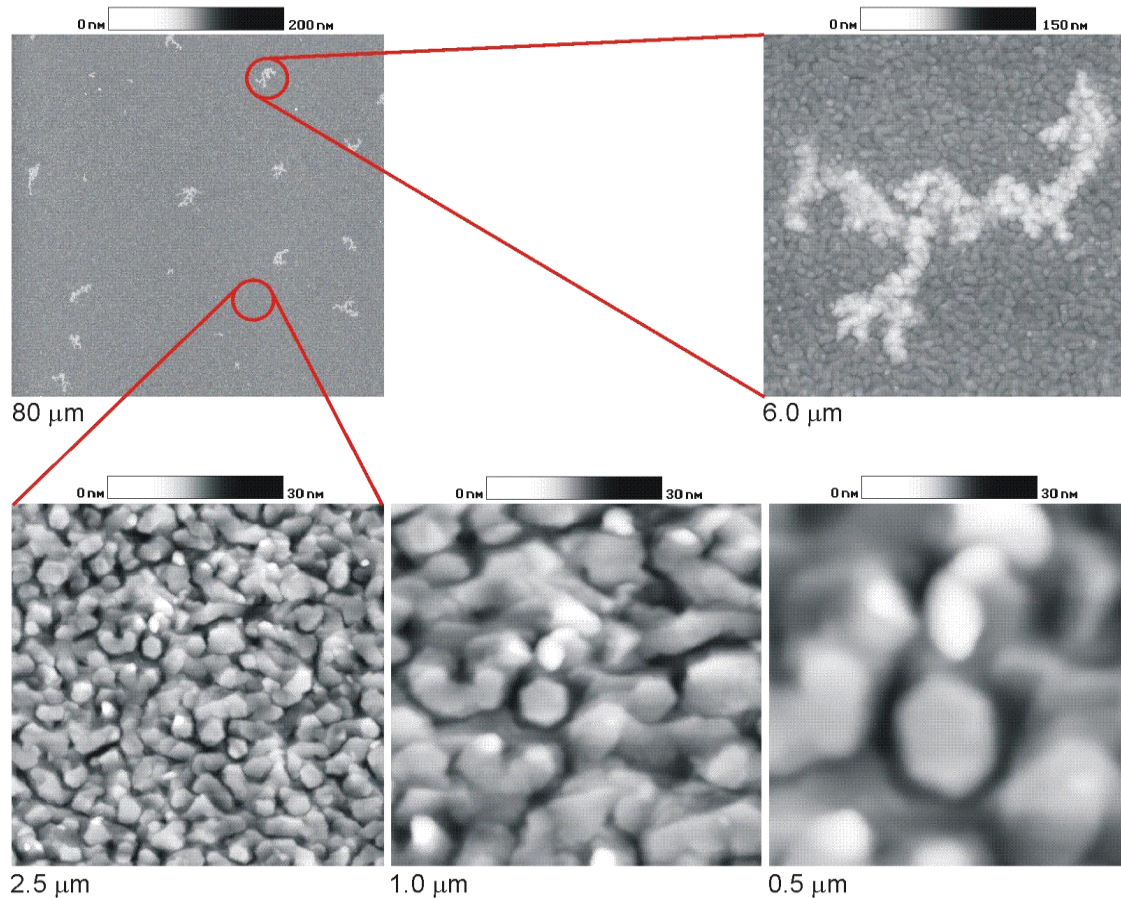


- O ponto chave de medida da curva de força é o **ponto E** no qual a adesão do cantilever com a superfície da amostra é rompida, fornecendo uma medida local da **adesão**.



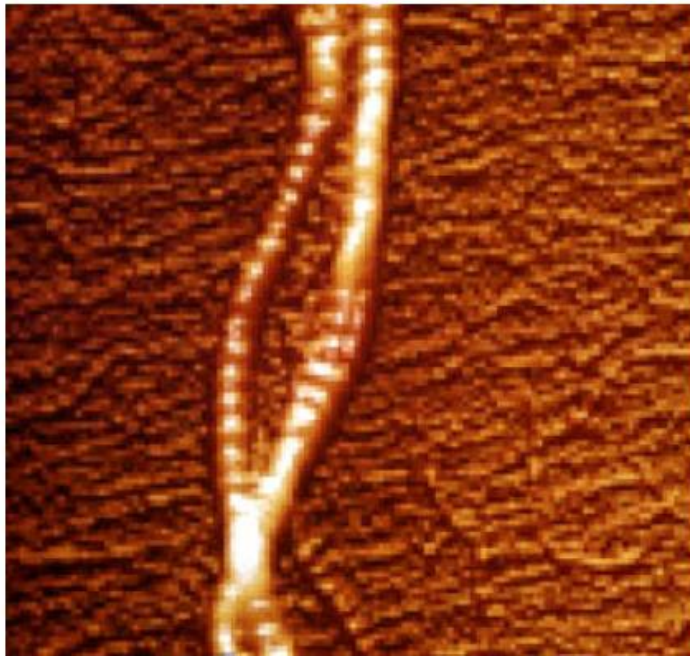
AFM Applications

Surface morphology of a Zr film (120 nm, $T_S = 550^\circ\text{C}$) deposited by DC magnetron sputtering on an SiO_2 substrate.

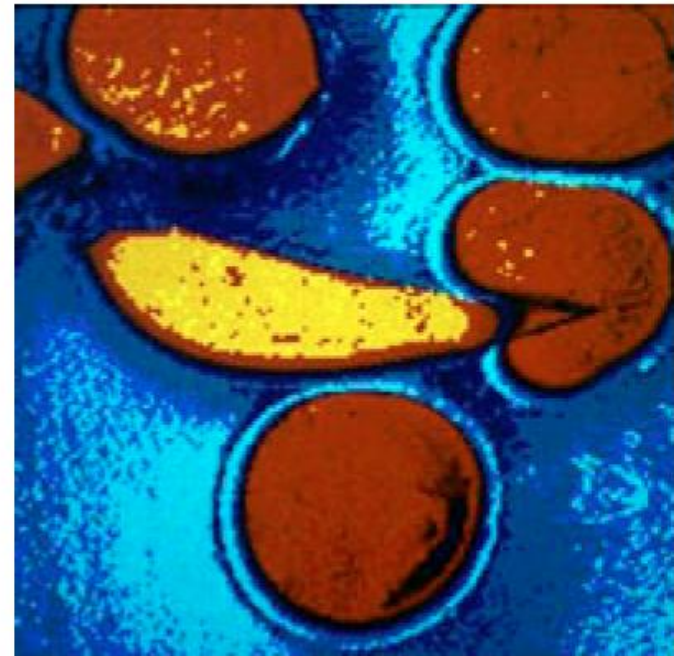


By Eliane F. Chinaglia (University of São Paulo)

AFM – Aplicação em diversas áreas



(a)



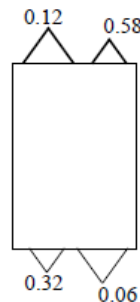
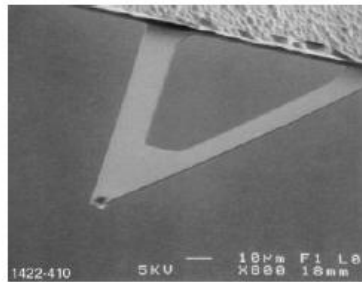
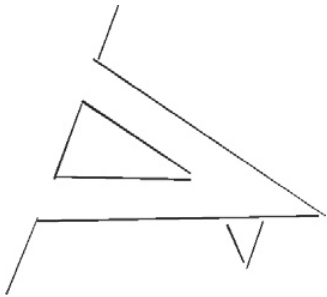
(b)

FIGURE 4. AFM IMAGES ACQUIRED IN THE TAPPINGMODE. (A) A 2 μ m SCAN OF FIBRILLAR COLLAGEN AND (B) NORMAL AND SICKLED HUMAN RED BLOOD CELLS. IMAGES TAKEN WITH A NANOSCOPE SPM (COURTESY OF DIGITAL INSTRUMENTS, SANTA BARBARA, CA).

Pontas de AFM

Os dois materiais mais comumente utilizados na fabricação dos cantilevers e pontas são o SiN e o Si. Esses materiais diferem nas constantes de forças que terão maior ou menor influencia durante a varredura da amostra.

SiN: forma piramidal



Four silicon nitride cantilevers showing spring constants (N/m)^a

Silicon Nitride Probe Characteristics

Spring Constant (k)	0.58, 0.32, 0.12, 0.06 N/m ^a
Nominal Tip Radius of Curvature	20 - 60 nm
Cantilever Lengths	100 & 200 µm
Cantilever Configuration	V-shaped
Reflective Coating	Gold
Sidewall angles	35° on all 4 sides

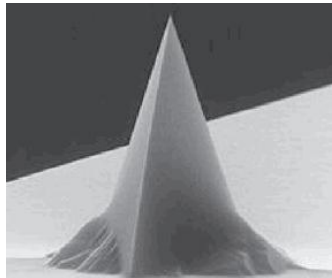
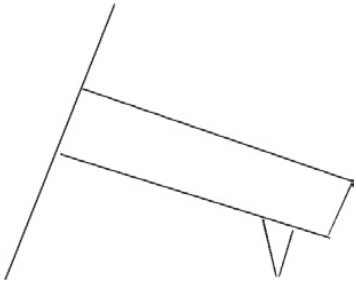
a. Calculated spring constant values are based on the 0.6µm silicon nitride thickness; however, this value can actually vary from 0.4µm to 0.7µm. Thickness is cubed in the spring constant calculation, thus, actual values can vary substantially.

- Utilizadas em varredura em Modo Contato;
- Diversos k que devem ser escolhidos de acordo com a amostra a ser analisada;
- K deve ser menor que o material que compõe a amostra.

Pontas de AFM

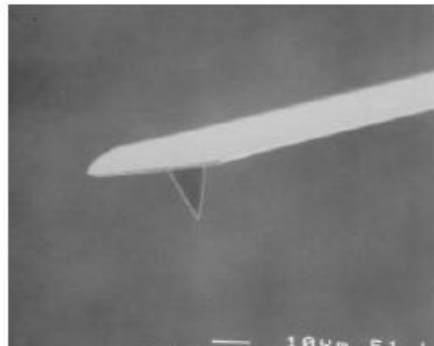
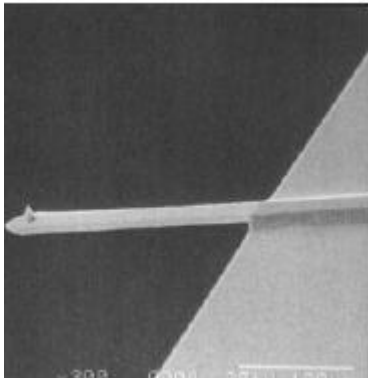
Os dois materiais mais comumente utilizados na fabricação dos cantilevers e pontas são o SiN e o Si. Esses materiais diferem nas constantes de forças que terão maior ou menor influencia durante a varredura da amostra.

Si: forma cônica



TappingMode Etched Silicon Probe (TESP) Characteristics

Spring Constant (k)	20 - 100 N/m
Resonant Frequency	200 - 400 kHz
Nominal Tip Radius of Curvature	5 - 10 nm
Cantilever Length	125 μm
Cantilever Configuration	Single Beam
Reflective Coating	Uncoated, Optional Al Coating



- Utilizadas em varredura em Modo Tapping Mode;
- São pontas muito mais robustas que as de SiN e conseqüentemente acabam tendo um k maior;

Pontas AFM (produção de pontas + finas)

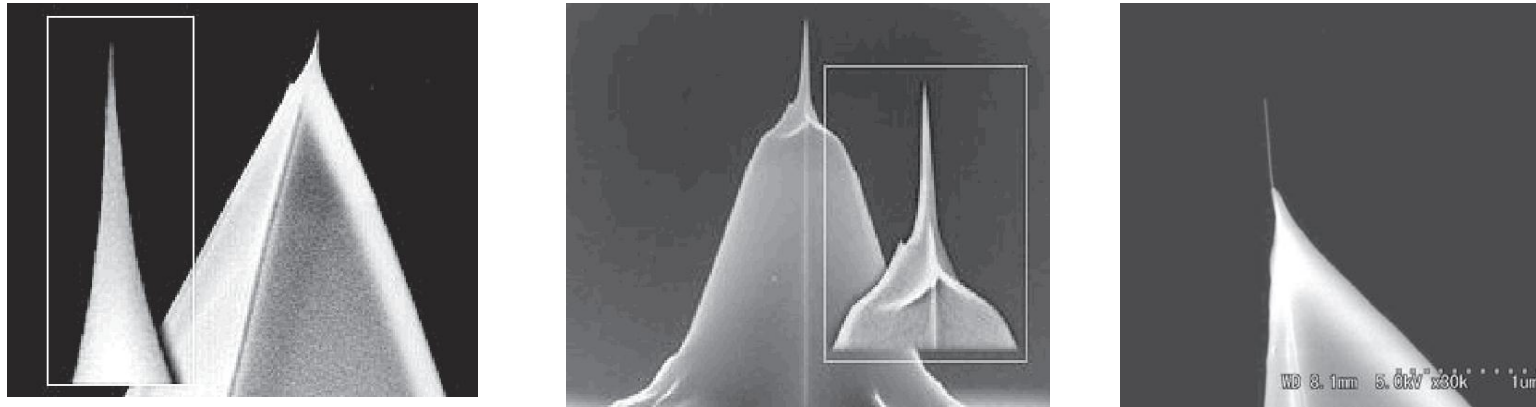


FIGURE 2-39 SEM images of 3 types of sharpened silicon probes. Left: probe sharpened with electrochemical etch. Center: probe sharpened with ion milling. Right: probe sharpened with carbon nanotube.

**Métodos utilizados para
produzir pontas mais finas**

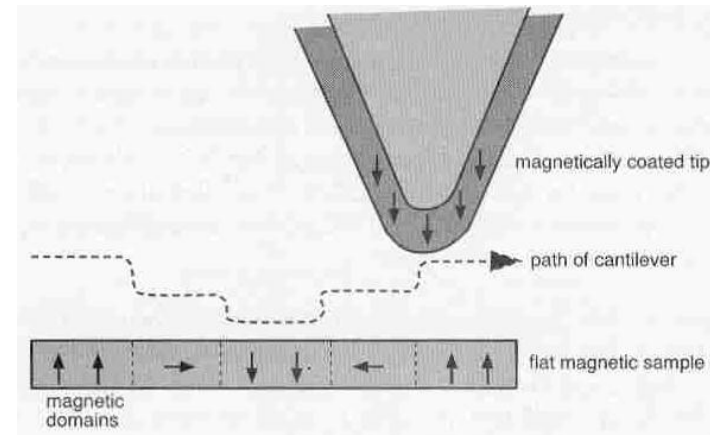
Microscopia de Força Magnética

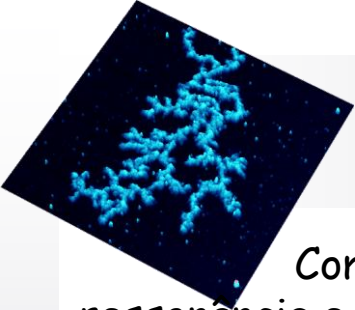
A ponta tem o mesmo modo de operação que a do AFM de não contato, só que a ponta é especial pois é recoberta por um filme de material magnético imantado.

Neste caso, a interação ponta/amostra gera uma força que contribui no movimento oscilatório e que modifica a constante elástica e conseqüentemente a frequência de ressonância:

$$k_f = k - \frac{\partial F_z}{\partial z} \quad w = w_0 \left(1 - \frac{\partial F_z}{2k} \right)$$

onde $\frac{\partial F_z}{\partial z}$ é o gradiente na direção vertical da força de interação entre ponta e amostra e k é a constante elástica do cantilever longe da superfície da amostra.



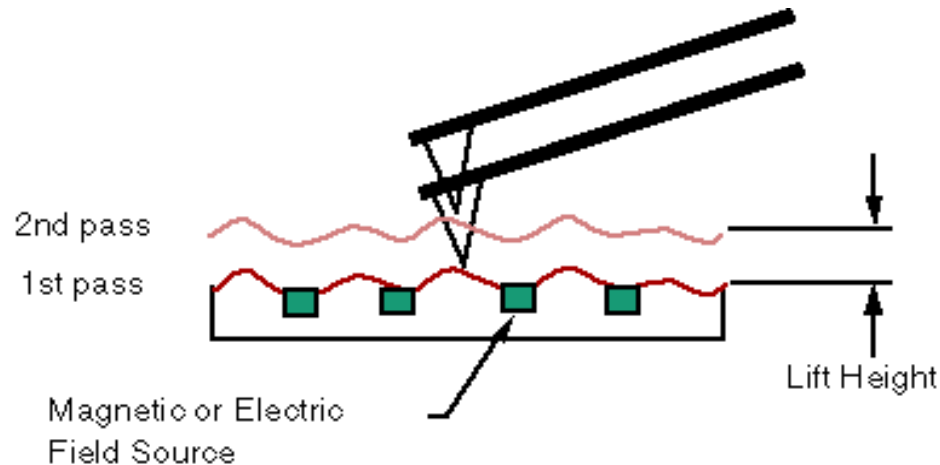


Microscopia de Força Magnética

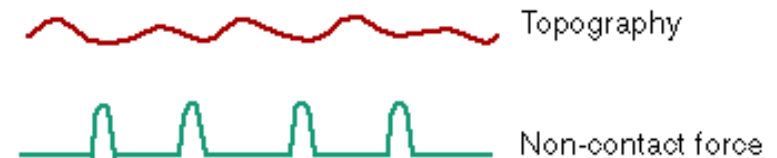
Com isso se a força magnética for atrativa ela irá diminuir a frequência de ressonância e conseqüentemente a ponta irá se afastar da superfície. Se a força magnética for repulsiva ocorre o contrário.

Para que não haja contribuições significativas da morfologia da amostra nas imagens de MFM, é utilizado o **interleave** que basicamente consiste em:

- 1-) Faz-se uma varredura rápida de AFM de não contato ou Tapping Mode para obter a topografia da superfície e retorna (retrace) sem coletar dados.
- 2-) Avança meio pixel na varredura lenta e com uma certa distância fixa da superfície, realiza a tomada do MFM, acompanhando o perfil da amostra obtida inicialmente.



Interleave

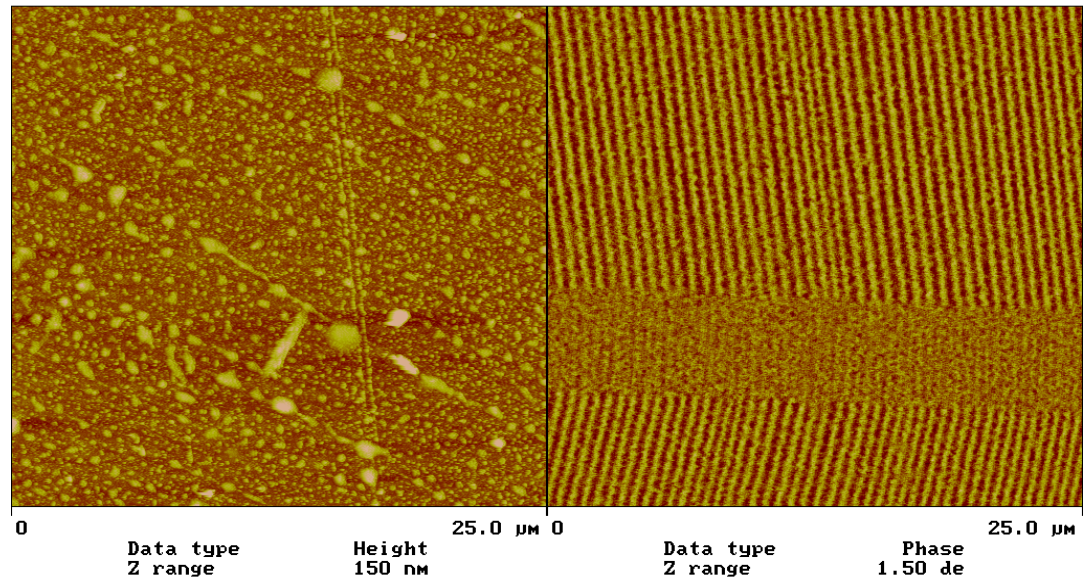


Microscopia de Força Magnética

Durante a varredura a ponta sofre variações na frequência de oscilação devido ao fato de haver diferentes campos sobre a superfície da amostra. Esta variação pode ser feita de três maneiras:

1. detecção por fase
2. detecção por amplitude (pela determinação de RMS de amplitude)
3. pela frequência

Fita magnética de Video cassette:
Tografia em tapping mode (Imagem da esquerda), e de MFM (imagem a direita)



Microscopia de Força Magnética

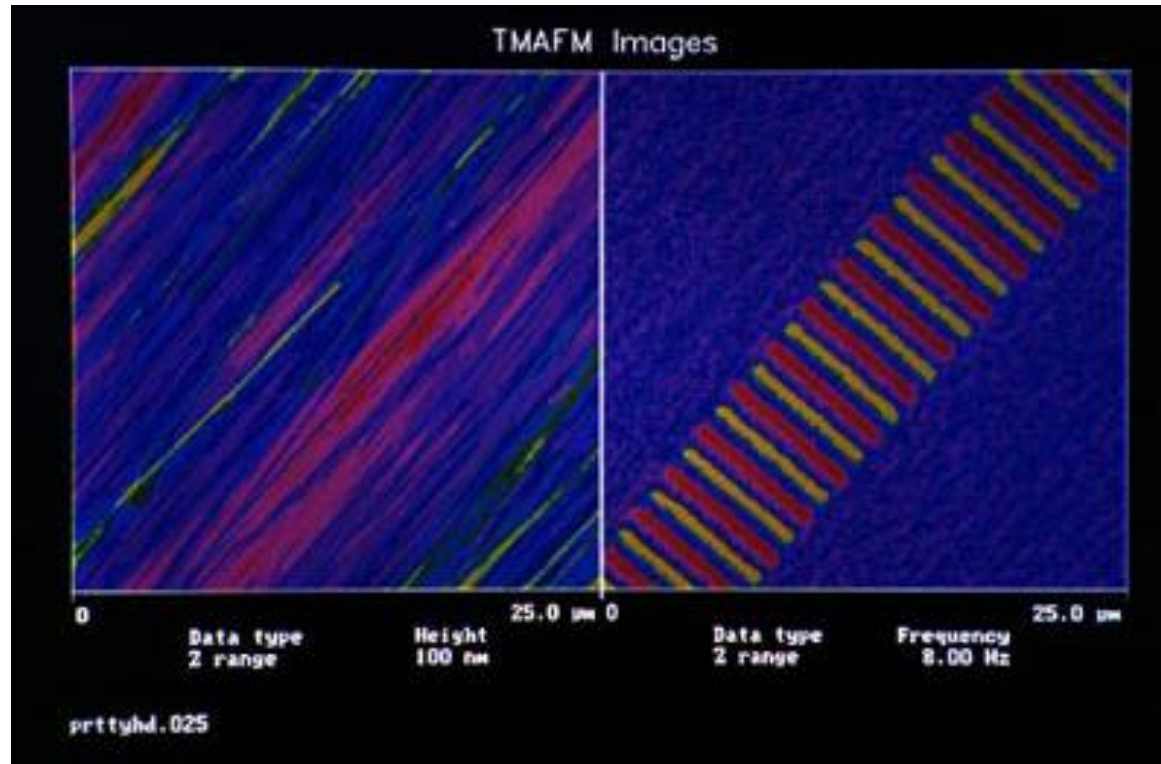
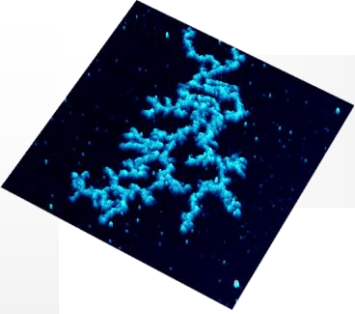
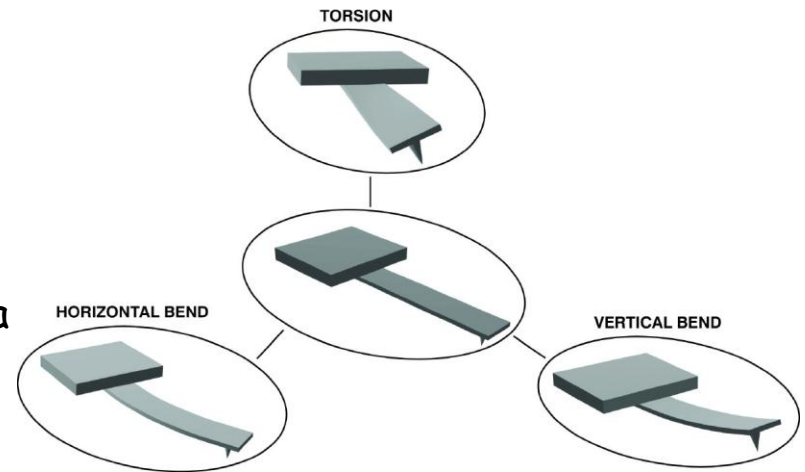


FIGURE 5. AFM IMAGES (25 μm SCANS) OBTAINED USING LIFTMODE AFM. THE IMAGE AT THE LEFT SHOWS THE SURFACE TOPOGRAPHY AND THE IMAGE AT THE RIGHT REVEALS THE CORRESPONDING MAGNETIC FORCE GRADIENT MAP OF A HARD DISK AT THAT SAME POSITION. IMAGES TAKEN WITH A NANOSCOPE SPM (COURTESY OF DIGITAL INSTRUMENTS, SANTA BARBARA, CA).

Microscopia de Força Lateral

O LFM utiliza uma ponta similar ao de AFM de contato, medindo a deflexão lateral do cantilever, no modo de contato. É utilizado para o estudo de superfícies com diferentes coeficientes de atrito e que geram contraste na imagem. Também é utilizado quando se quer ressaltar bordas e protuberâncias.



A deflexão lateral do cantilever é devida ao arrastamento da ponta ao longo da direção de varredura rápida, produzindo uma força paralela à superfície da amostra o que produz um torque no cantilever. **Para regiões com diferentes coeficientes de atrito, a deflexão no cantilever é maior onde o atrito for maior e para regiões com bordas ou cantos, o cantilever será defletido quando encontrar uma elevação ou depressão no perfil da amostra.**

Para diferenciar os dois efeitos descritos, uma imagem no modo AFM de contato deve ser obtida simultaneamente, utilizando o sistema de interleave. Assim, conhecendo a topografia da superfície por AFM de contato, será possível identificar as regiões onde o sinal de LFM se refere a bordas ou protuberâncias da amostra, ou a regiões de diferentes coeficientes de atrito.

Microscopia de Força Lateral

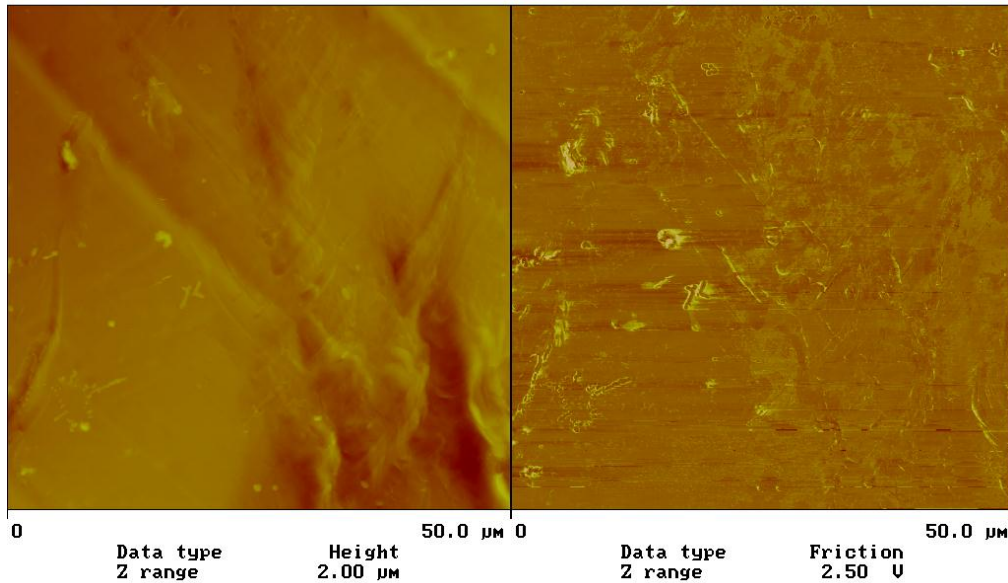
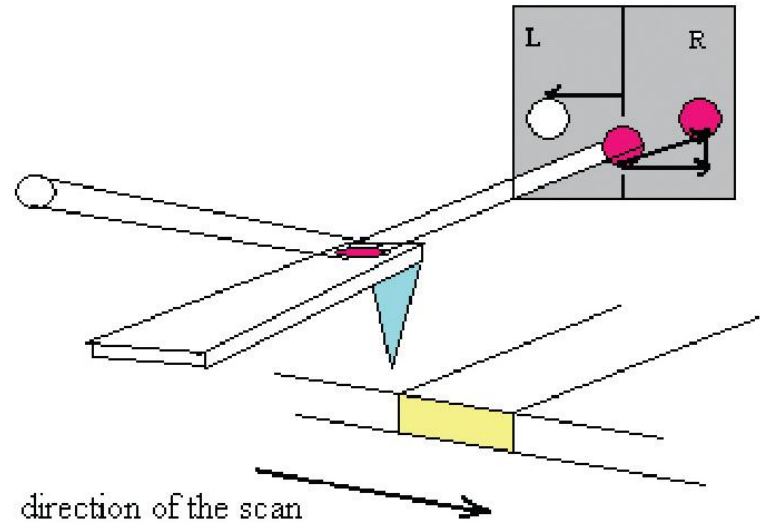
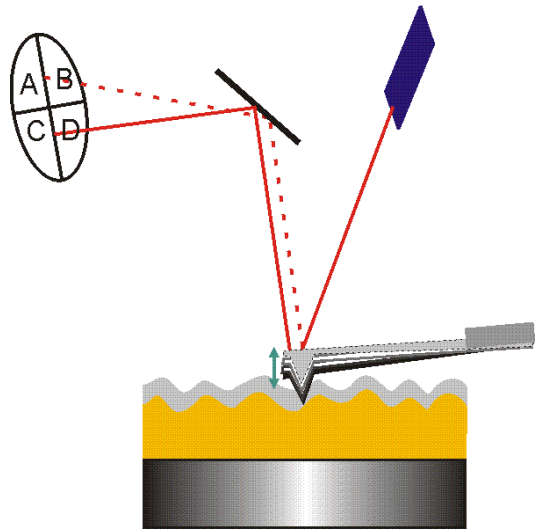
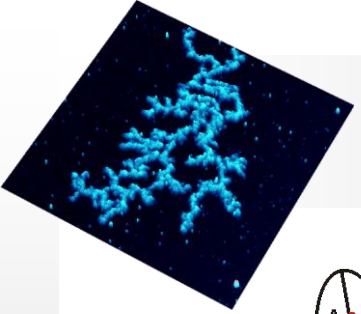


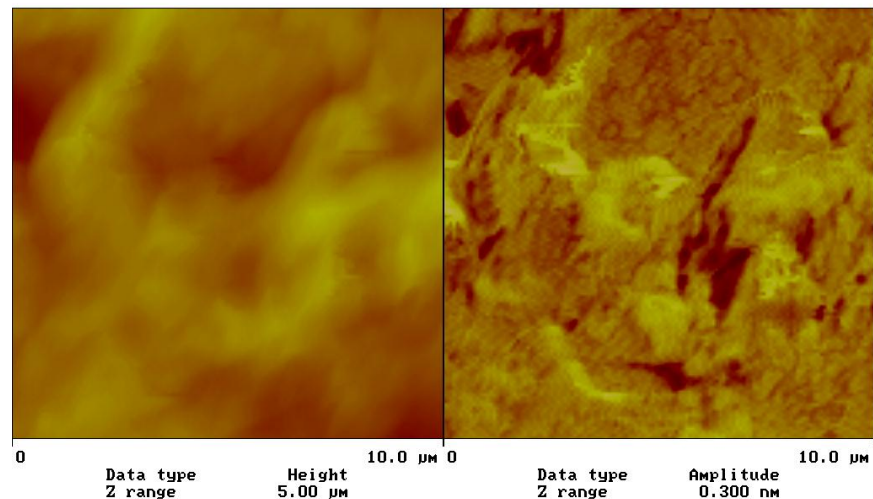
Imagem de LFM de um plástico de divisória de fichário (imagem da direita), juntamente com a imagem topográfica de AFM de contato na mesma região (imagem da esquerda).

Microscopia de Força Modulada

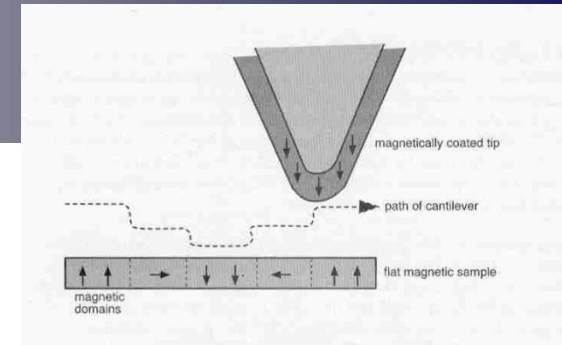
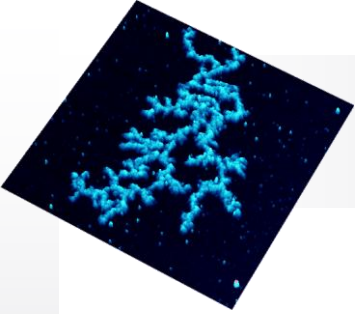
O FMM é uma técnica no qual é possível se obter imagens com contraste ligado à rigidez ou elasticidade local da amostra. É especialmente interessante no estudo de materiais de baixa dureza, onde é possível se obter contraste entre regiões com diferentes elasticidade.

O FMM consiste de uma ponta de AFM que varre a amostra em contato com ela e no qual o cantilever oscila. Se a amostra for muito mole irá permitir que a ponta "penetre" mais na amostra, o que fará que haja uma menor deflexão no cantilever. Se a amostra for dura, a ponta não conseguirá "penetrar" muito nela o que fará com que haja uma maior deflexão no cantilever. Assim, a elasticidade relativa, ao longo da superfície da amostra, é obtida registrando a amplitude da deflexão do cantilever em função da posição da varredura sobre a superfície. As regiões mais claras na amostra serão as de maior elasticidade.

Imagem de FMM da parte de cima de uma borracha (imagem da direita), juntamente com a imagem topográfica de AFM de contato na mesma região (imagem da esquerda).



Outras modalidades SPM



• Electric Force Microscopy (EFM)

- O EFM obtém imagens varrendo a superfície com uma ponta oscilante e utiliza o sistema de interleave que já foi descrito anteriormente.

- No modo EFM, normalmente se aplica uma voltagem entre a ponta e a amostra, o que gera forças atrativas e repulsivas. Essas forças são de natureza elétrica e podem ser devido a cargas acumuladas em regiões condutoras ou cargas confinadas em dielétricos.

- Analogamente ao caso do MFM, uma força elétrica atrativa deverá reduzir a frequência de ressonância, fazendo com que a ponta se afaste da superfície, e uma força elétrica repulsiva deverá aumentar a frequência de ressonância, fazendo com que a ponta se aproxime da superfície.

• Thermal Scanning Microscopy (STM)

-O STM mede a condutividade térmica da amostra ao longo de sua superfície.

-Este modo utiliza um pequeno termopar como sonda para varrer a amostra. Este termopar é aquecido para manter uma diferença de temperatura entre ponta e amostra.

- Quando a ponta se aproxima da amostra, a temperatura dela diminui devido a transferência de calor para amostra.

-Esta transferência de calor gera uma variação de temperatura, na ponta tipo termopar, que pode ser relacionada à condutividade térmica local da amostra.

O Microscópio Óptico de Varredura em Campo Próximo (SNOM)

Microscópio Óptico Convencional: máxima resolução é de $\lambda/2$ (critério de Rayleigh)

Microscópio Óptico de Varredura em Campo Próximo (SNOM):

- Princípio (distância ponta amostra $\ll \lambda$);
- Ondas não propagativas (ondas evanescentes);
- Resolução espacial é dada pelo tamanho da abertura luminosa na extremidade da ponta e pela distância ponta/amostra.

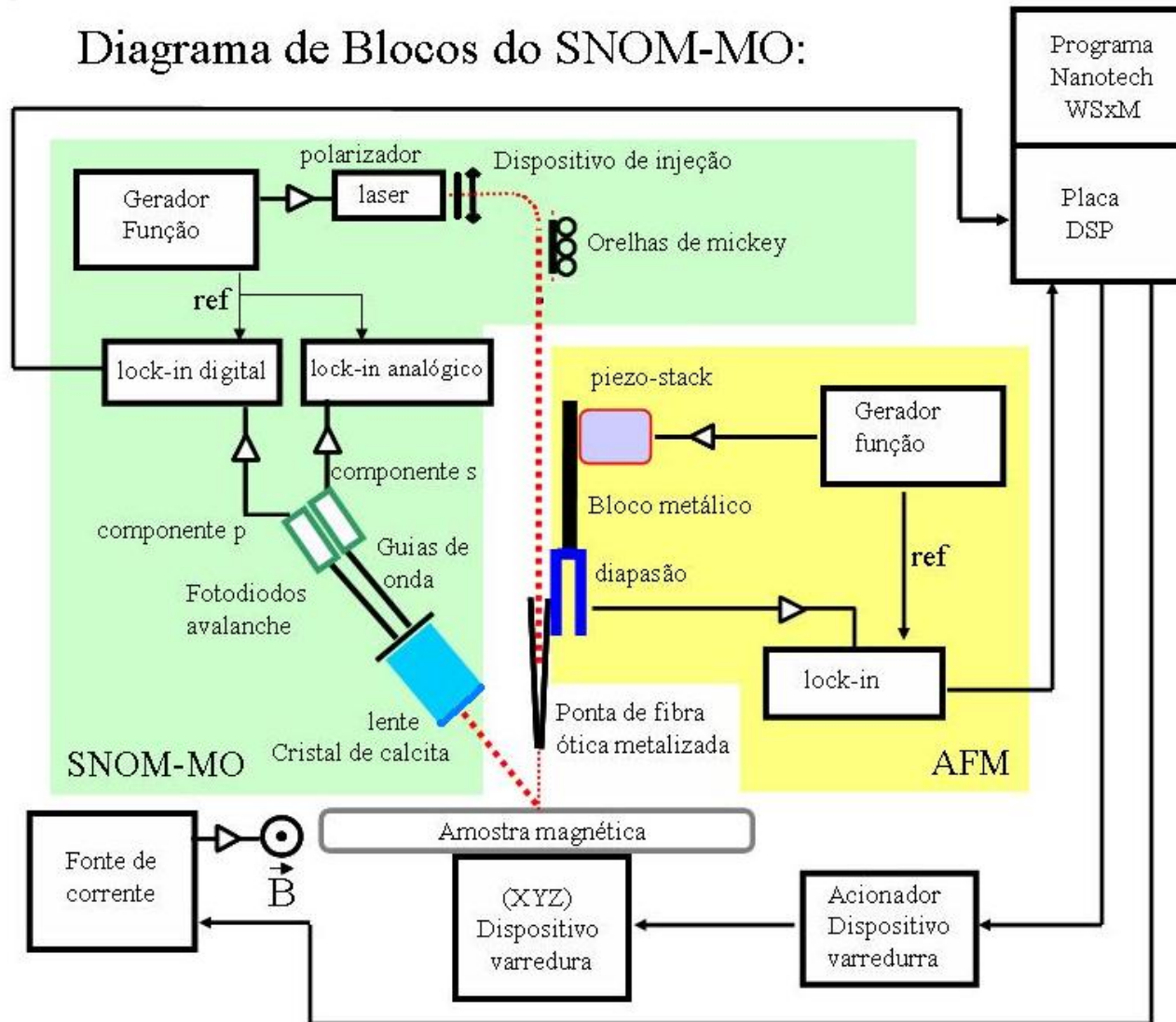


Vantagens da técnica doSNOM:

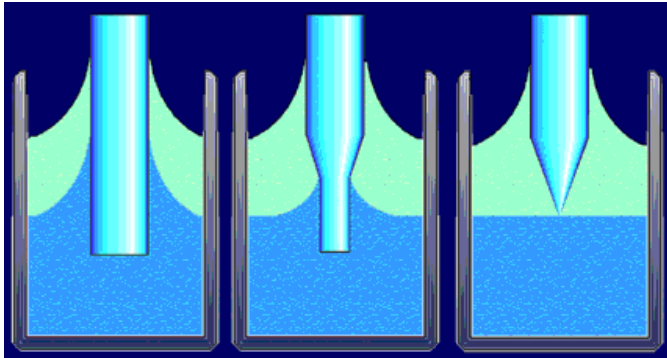
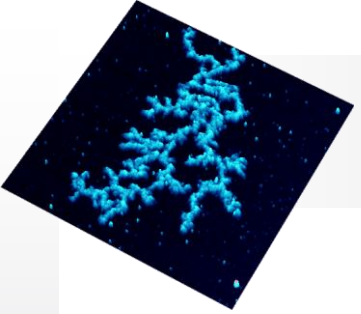
- Alta resolução ($\sim 100\text{nm} \Rightarrow \lambda/6$)
- Baixo custo relativo
- Alta sensibilidade magnética ($\sim 10^{-12}$ emu)

O Microscópio Óptico de Varredura em Campo Próximo (SNOM)

Diagrama de Blocos do SNOM-MO:

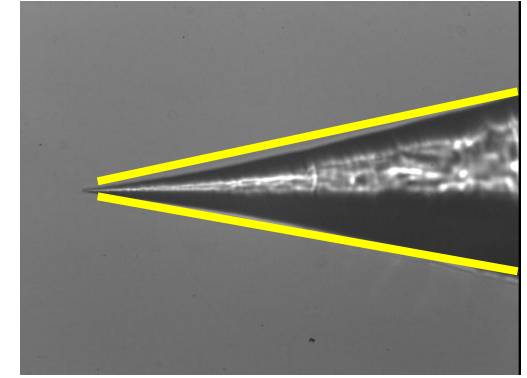
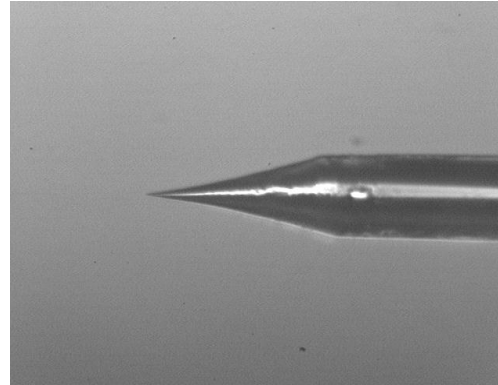


O Microscópio Óptico de Varredura em Campo Próximo (SNOM)

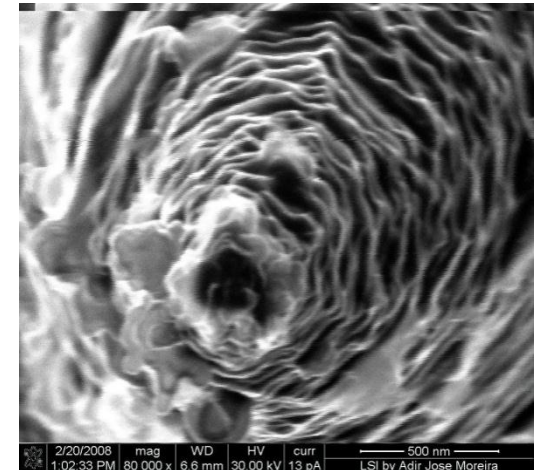
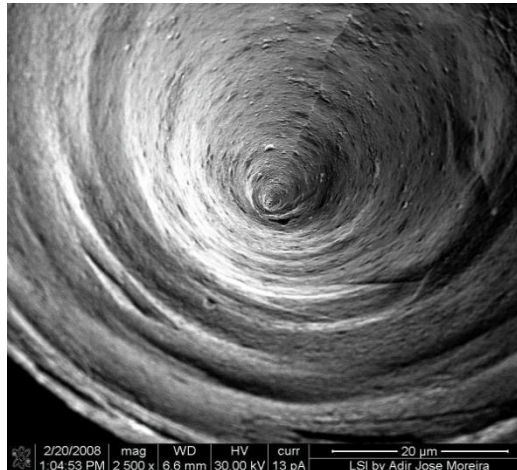


$(\text{NH}_4\text{F}(40\%): \text{HF}(48\%): \text{H}_2\text{O} - 5:1:1)$

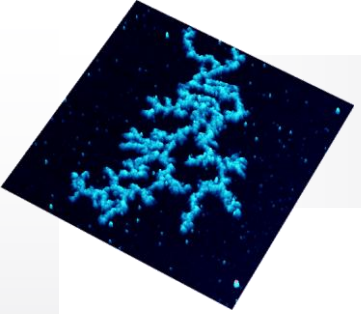
~ 6 horas



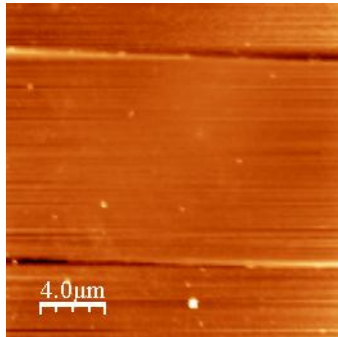
Metalização lateral com Au



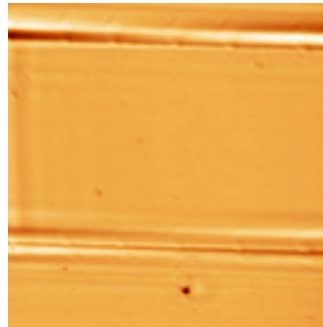
O Microscópio Óptico de Varredura em Campo Próximo (SNOM)



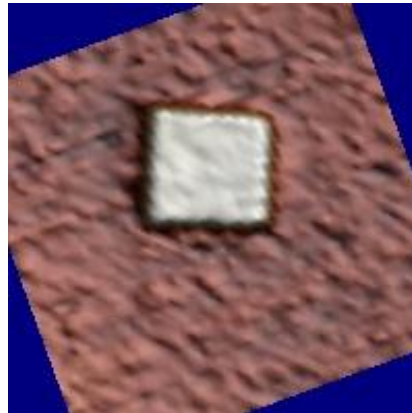
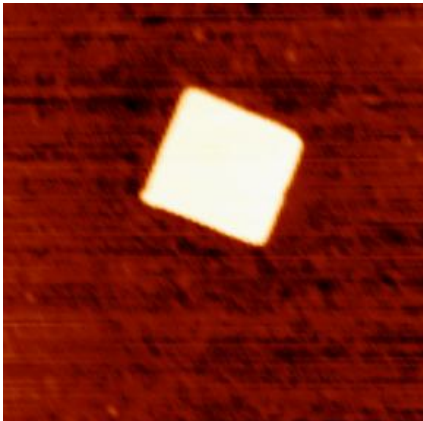
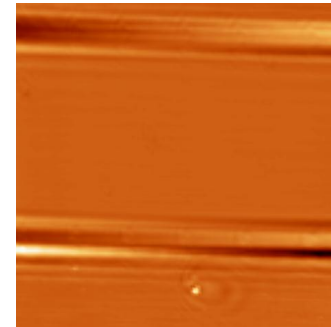
a-) Topográfica



b-) Ótica Kerr Transversal

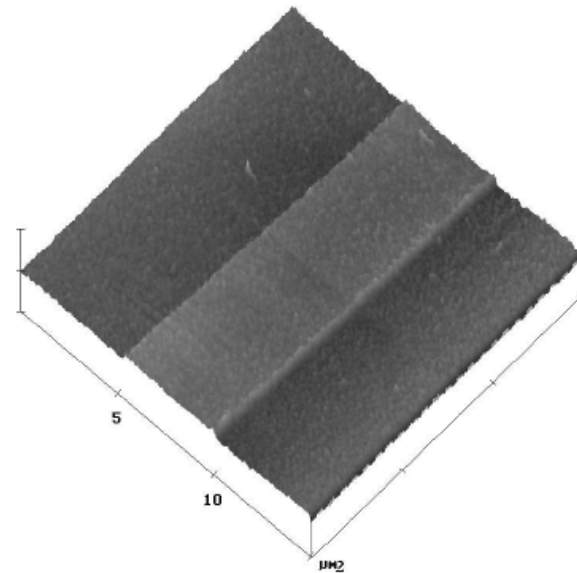
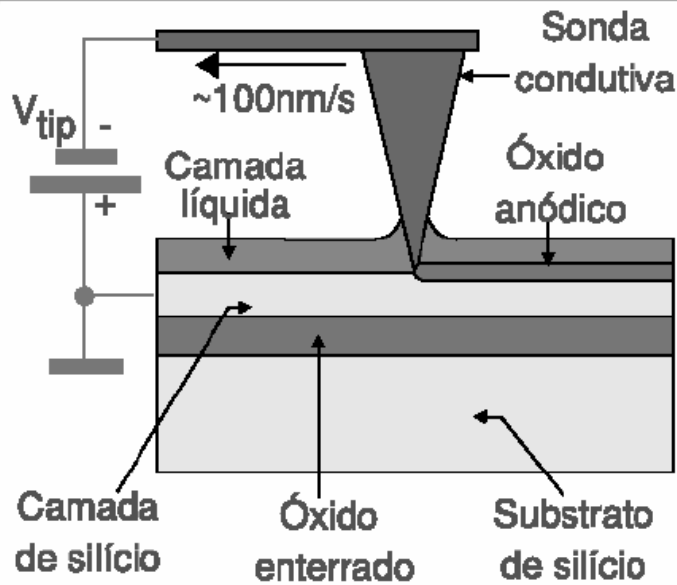


c-) Ótica Kerr Longitudinal



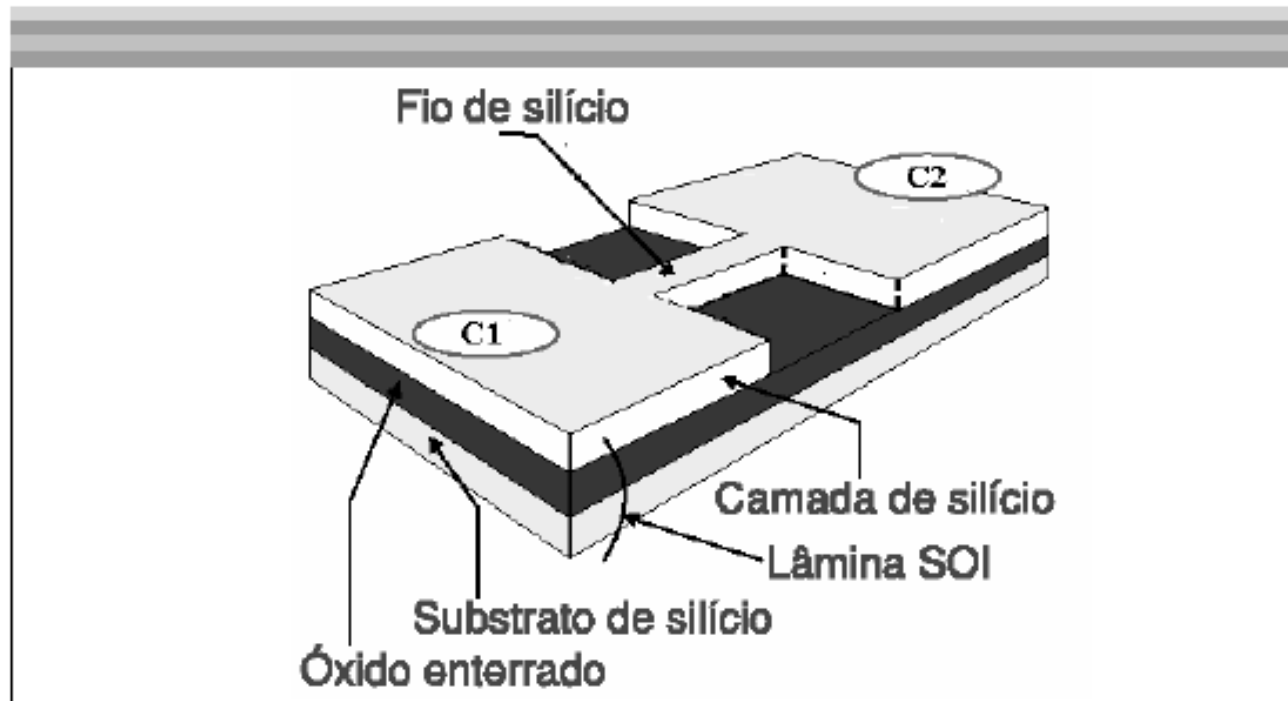
Criação de uma estrutura de óxido de Silício com um AFM

Nanofio de silício: Oxidação Anódica do Si



Criação de uma estrutura de óxido de Silício com um AFM

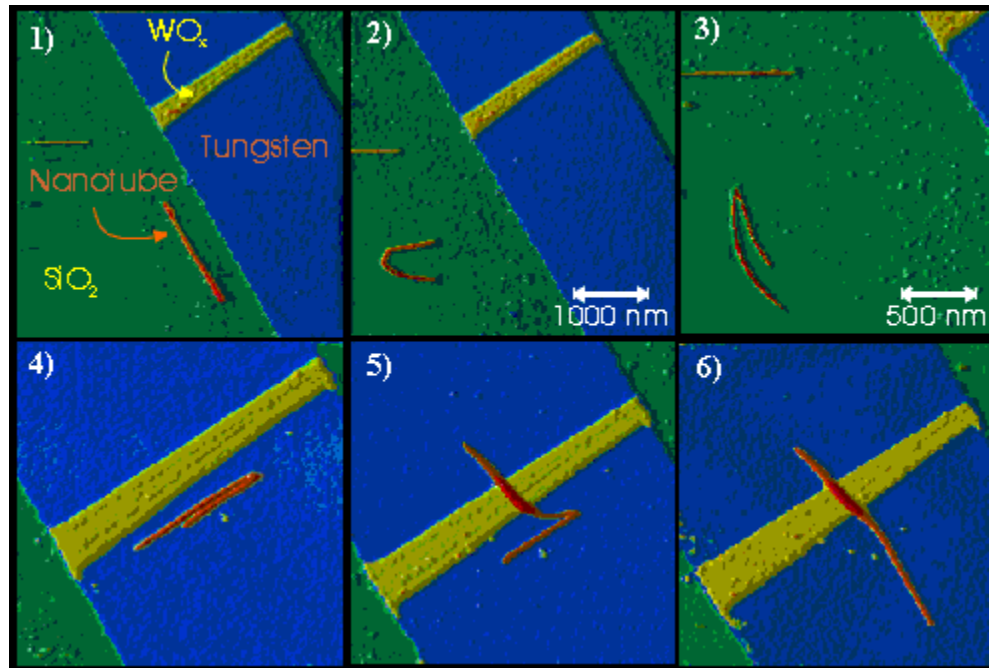
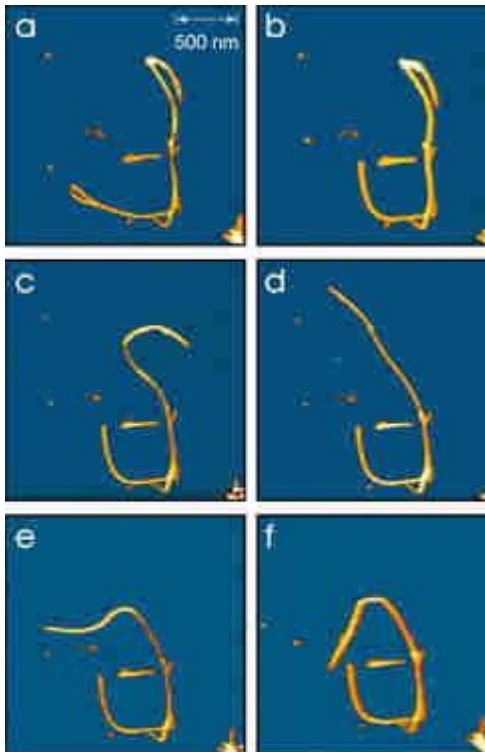
Nanofios de Silício



Nanofios de Silício

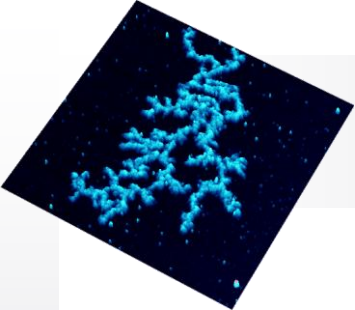
- ◆ **Oxidação anódica localizada do silício.**
- ◆ **Processos de corrosão úmida e seca de silício.**

AFM como instrumento de manipulação de nanoestruturas



Left image: Manipulation of a nanotube on a silicon substrate. The AFM tip is used to create the Greek letter "theta" from a 2.5 micron long nanotube.

Right image: A single nanotube (in red) originally on an insulating substrate (SiO₂, shown in green) is manipulated in a number of steps onto a tungsten film thin wire (in blue), and finally is stretched across an insulating tungsten oxide barrier (in yellow).



Artefatos de Varredura

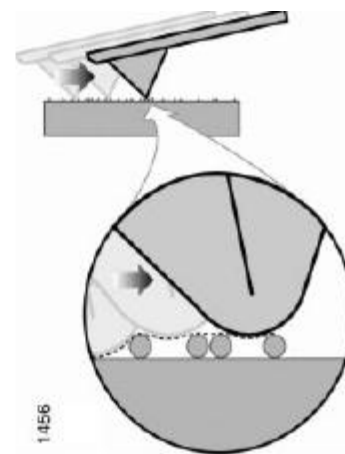
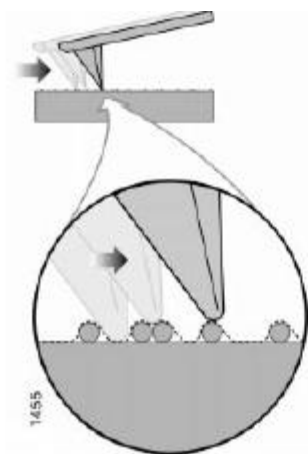
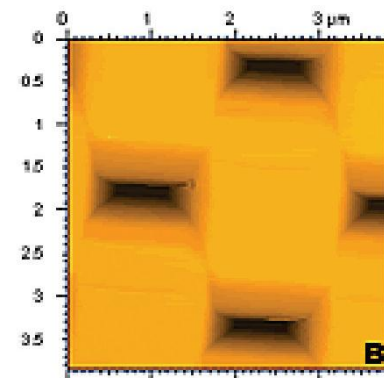
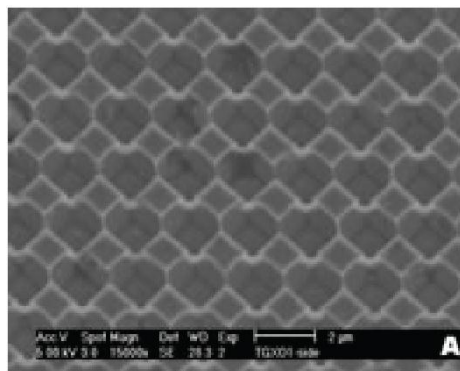
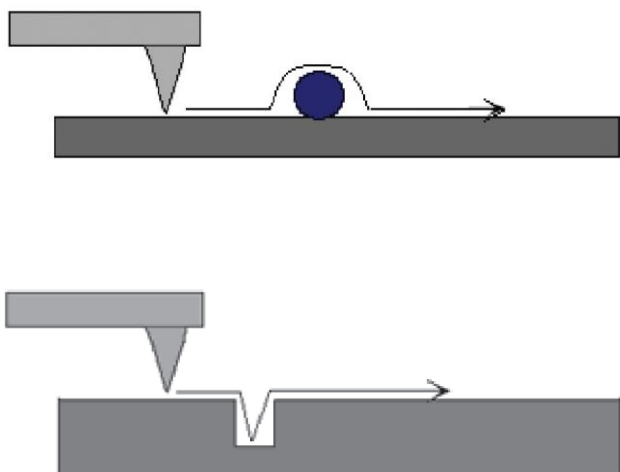
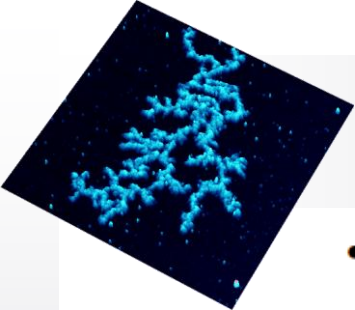


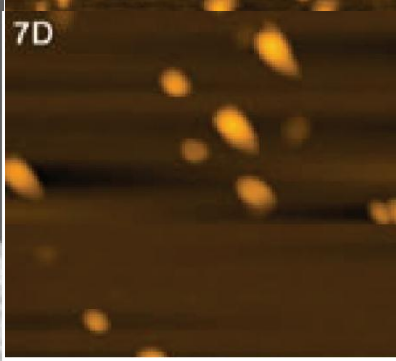
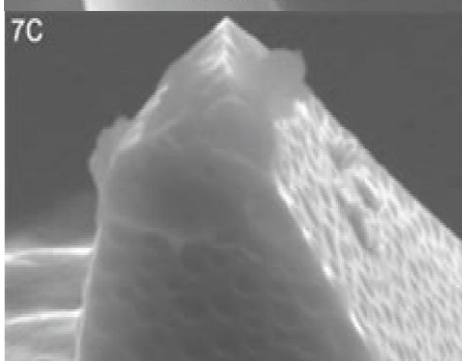
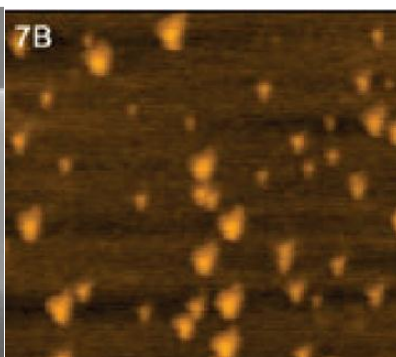
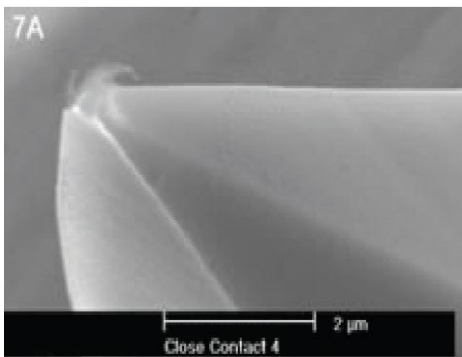
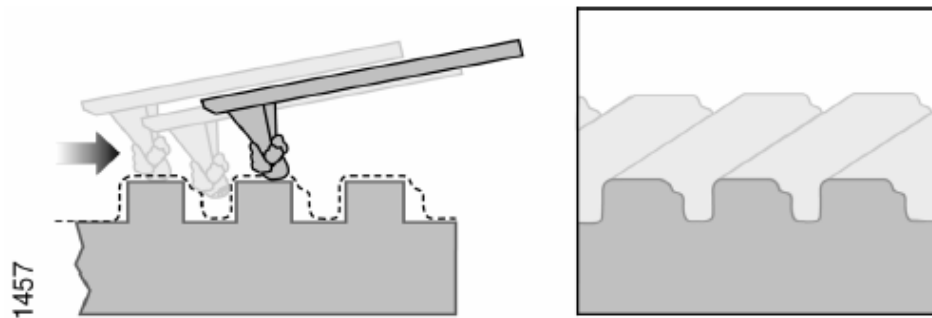
Figure 19.1 Schematics and Image Profiles of Spheres Scanned with a Sharp (left) and Dull (right) Probe





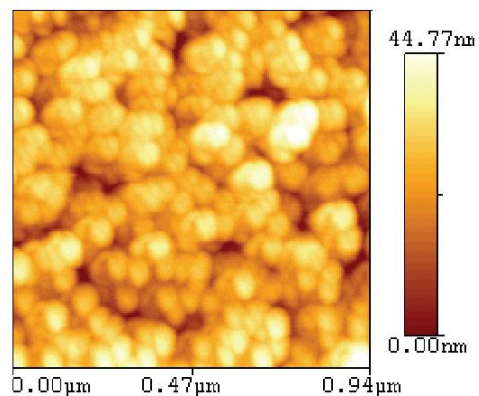
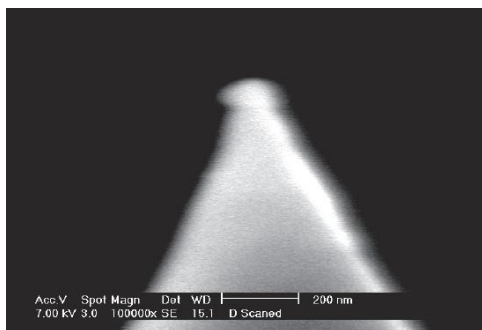
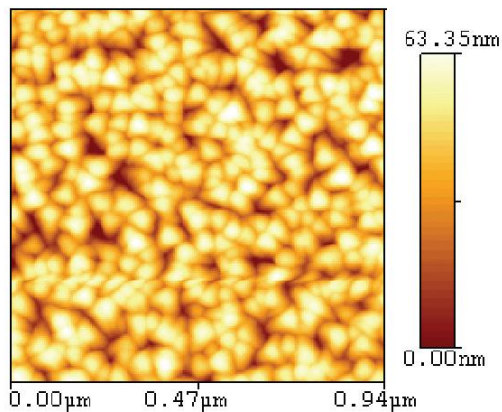
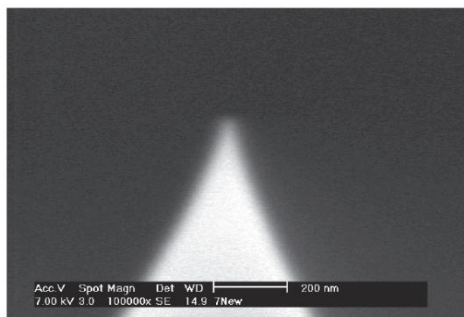
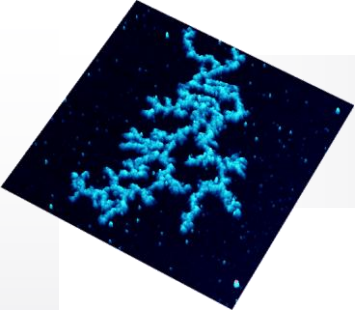
Defeitos na Ponta de Varredura

- The accumulation of debris on the end of the tip can also dull the tip and result in image distortion, as shown below.

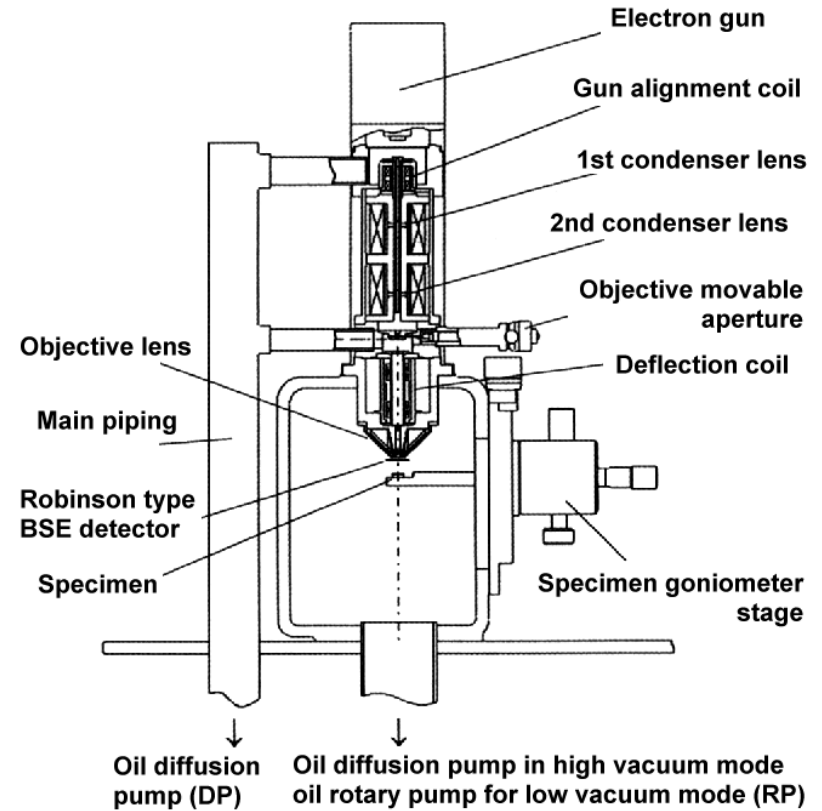
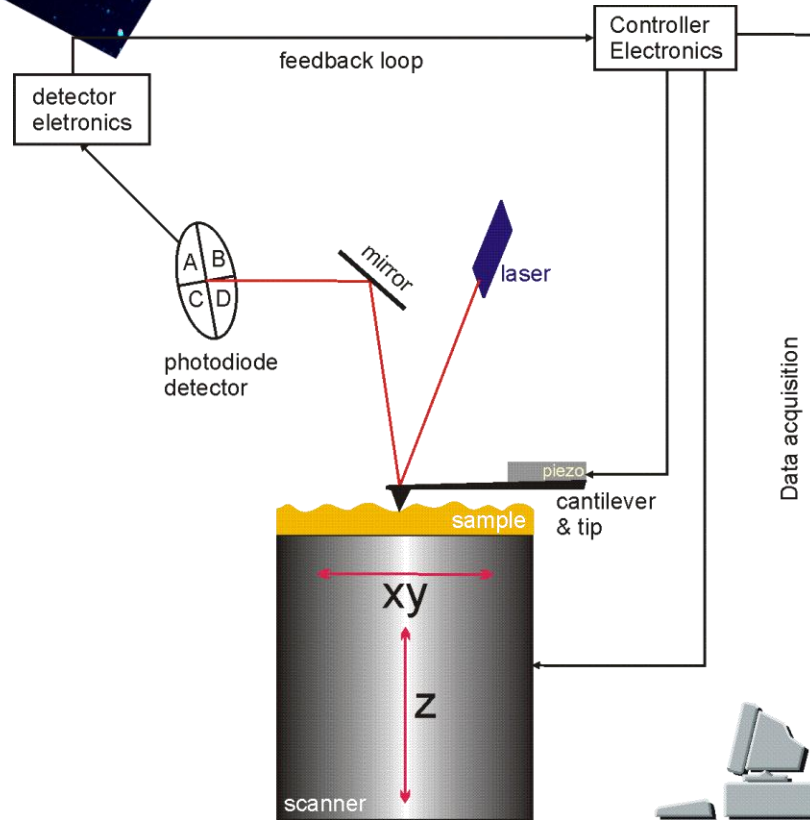


- As estruturas eram para ser esferas perfeitamente redondas (nanopartículas);
- Dependendo da amostra o tempo de vida útil da ponta pode ser curto.

Defeitos na Ponta de Varredura



AFM vs. SEM



- Both techniques measure in nanometer scale.
- They give different types of information about the surface structure.
- They are complementary techniques.

AFM vs. SEM

AFM

3D surface topography
(surface roughness).

insulators and conductors

air, fluid, vacuum

heights features - 0.05 nm to 10 μ m.

composition - distinguishes
materials based on their physical
properties.

SEM

2D surface topography.

conductive samples or samples
with conductive coatings.

vacuum environment only

heights features - large
depth field.

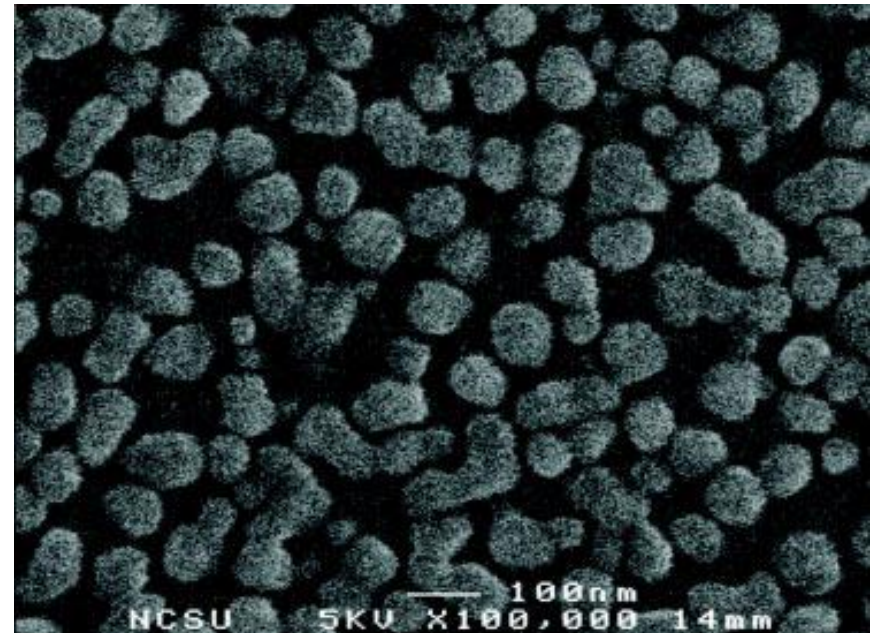
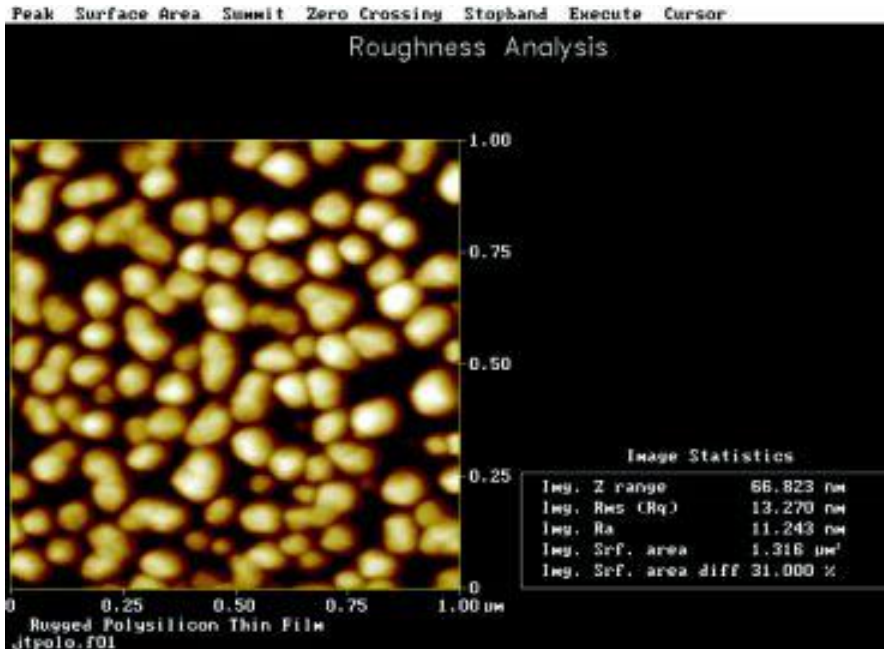
composition - provides
elemental analysis
(EDS, ...).

AFM vs. SEM - Examples

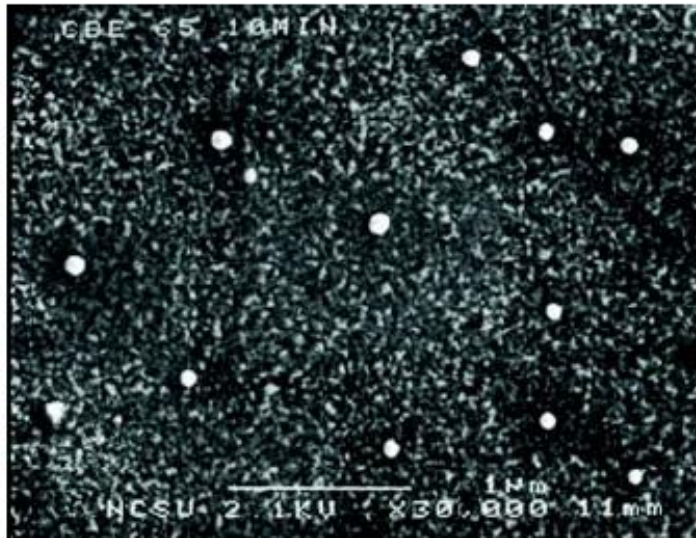
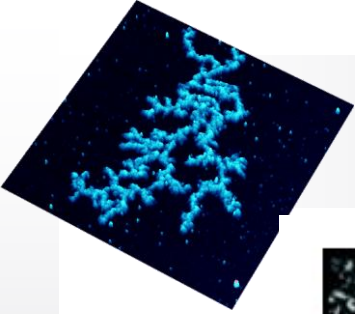
Rugged Polysilicon Thin Films

AFM image - $1\mu\text{m}$ scan size (intermittent-contact mode)

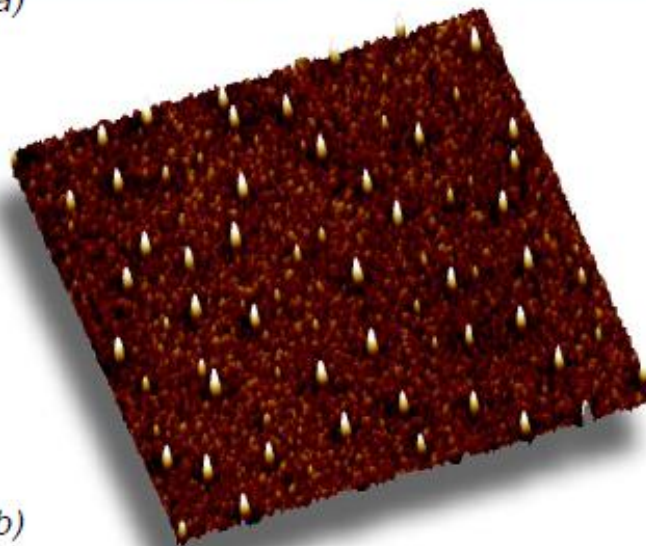
SEM image
100.000 x
(scale bar = $0.1\mu\text{m}$)



AFM vs. SEM - Examples



(a)



(b)

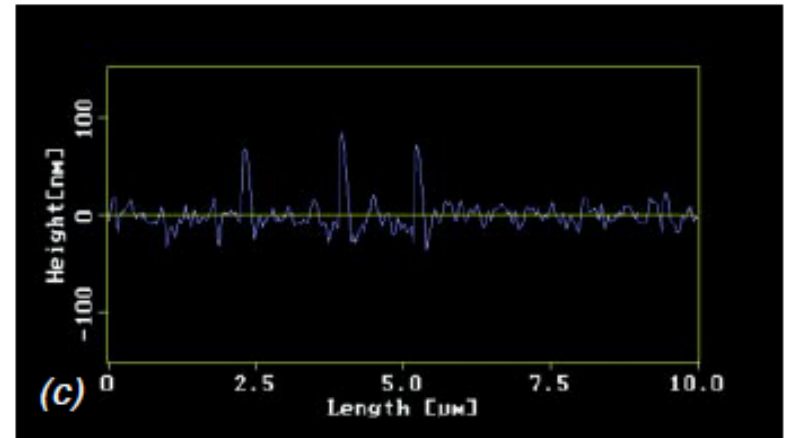


Figure 6. (a) SEM image of partially GaP-covered Si after chemical beam epitaxy deposition for 10 minutes. 30,000x, Bar=1 μ m; (b) AFM image of the same sample as in figure 6a showing the presence of nodules during the growth of GaP by chemical beam epitaxy. 10 μ m scan; (c) Cross-sectional measurement with AFM across the image in Figure 6b showing 3 nodules which have a height of approximately 70nm. (16)