



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS  
POTOSÍ

INSTITUTO DE INVESTIGACION EN  
COMUNICACIÓN ÓPTICA

**DESARROLLO DE UN MICROSCOPIO DE  
CONTRASTE EN POLARIZACIÓN DE  
CAMPO CERCANO EN MODO  
COLECCIÓN**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
DOCTOR EN CIENCIAS APLICADAS  
PRESENTA:

**JUAN ALMENDÁREZ RODRÍGUEZ**

ASESOR:

**DR. LUIS FELIPE LASTRAS MARTINEZ**

**Junio 2017**

# **Dedicatorias**

**A Dios que me ha heredado el tesoro más valioso que puede dársele a un hijo:**

**"sus padres".**

**A mis padres quienes sin escatimar esfuerzo alguno sacrificaron gran parte de su vida para educarme.**

**A mi esposa y compañera por apoyo y ánimo que me brinda día con día para alcanzar nuevas metas, tanto profesionales como personales.**

**A mis hermanos quienes la ilusión de su vida ha sido verme convertido en un hombre de provecho.**

**Al creador por darme el don de la sabiduría y el don de inventar, pues gracias a él siempre seguiré innovando e inventando.**

**A mi asesor y mentor por haber depositado su confianza en mí y brindarme sus conocimientos cuando lo necesite.**

**Y a todas aquellas personas que comparten conmigo este triunfo.**

# AGRADECIMIENTOS

A mis padres Nicolás Almendárez Zavala y Juana Rodríguez Briones por su apoyo incondicional durante todo el proceso de mi educación, ya que el grado fue obtenido gracias a ustedes y es para ustedes.

A mi esposa Diana Loreda Romero por todo su apoyo y ayuda en los momentos difíciles y de mayor estrés. Te agradezco tu comprensión por los momentos de ausencia, el grado es para ti con amor.

A mis hermanos Nicolás Almendárez Rodríguez y Laura Lizeth Almendárez Rodríguez por su apoyo y comprensión durante mi doctorado.

Al Dr. Luis Felipe Lastras por haberme aceptado como su tesista, por su gran apoyo brindado durante el desarrollo de la tesis y en la dirección de la misma, por tener confianza en mi forma de trabajar durante esta, por su enorme paciencia en los momentos difíciles, por compartir sus conocimientos de óptica y electrónica que fueron tan necesarios para el desarrollo de este trabajo.

Al Dr. Raúl E. Balderas Navarro por compartir sus amplios conocimientos los cuales fueron de gran utilidad para el desarrollo de la tesis, por apoyarme en la obtención de los materiales esenciales para el desarrollo del proyecto y por guiarme durante toda mi estancia en el instituto.

Al equipo del laboratorio de tornos, máquinas y herramientas por haberme permitido trabajar con el equipo que requerí en determinado momento.

A todo el personal del Instituto de Investigación en Comunicación Óptica por hacer de esta, una institución agradable y de calidad.

A todos los que me acompañaron en esta etapa de mi vida se los agradezco de todo corazón.

A CONACYT por el apoyo económico brindado. Proyecto # 130009

# Resumen general

Las técnicas de reflectancia y reflectancia diferencial son ampliamente utilizadas en la caracterización de las propiedades de la superficie de aleaciones de metales, materiales semiconductores, entre otros, ya que se trata de técnicas que no son invasivas y que por lo tanto la muestra no sufre ningún daño durante el escaneo

En este trabajo de tesis se presenta el desarrollo, puesta en marcha y calibración de un sistema de microscopia de barrido de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, que cuenta con la capacidad de realizar la caracterización tanto de reflectancia y reflectancia diferencial como de la morfología de la muestra utilizando la técnica de la microscopia de fuerza atómica (AFM), además también se presenta la caracterización de diferentes muestras de interés científico y tecnológico fabricadas por distintos laboratorios.

El funcionamiento del microscopio desarrollado consiste en aproximar una punta de fibra óptica (sonda) a la superficie de la muestra que se desea caracterizar, para recolectar la luz evanescente reflejada del haz laser polarizado que la ilumina, por lo cual estas deben de encontrarse en campo cercano, esto se logra haciendo vibrar la sonda a una frecuencia específica mientras se acerca la muestra mediante el sistema de escaneo conformado por mesas piezoeléctricas (resolución de 0.20 nm), en donde debido a las fuerzas electrostáticas presentes en la superficie, la frecuencia de vibración cambia indicando que ya se encuentran en campo cercano, se detiene el acercamiento y se recolecta la luz evanescente por medio de la punta de fibra óptica (con apertura de 100 nm), guiándose hasta el fotomultiplicador donde la luz recolectada es convertida en una señal eléctrica, que es capturada por medio de un multímetro y un amplificador Lock-in, para su interpretación y la reconstrucción de la morfología que presenta, todo esto se encuentra automatizado mediante el software desarrollado en el programa LabVIEW.

# Abstract

The techniques of reflectance and differential reflectance are widely used in the characterization of the surface properties of metal alloys, semiconductor materials, among others, since these are techniques that are not invasive and that therefore the sample does not suffer any damage during the scanning.

This thesis presents the development, start up and calibration of a high resolution microscopy system based on the scanning near field, which has the capability of characterizing reflectance, differential reflectance and the morphology of the sample using the technique of atomic force microscopy (AFM), in addition also the characterization of different samples of scientific and technological interest made by different laboratories.

The operation of the developed microscope consists of approaching an optical fiber tip (probe) to the surface of the sample to be characterized, to collect the evanescent light reflected from the polarized laser beam that illuminates it, so that these must be in the near field, this is achieved by vibrating the probe at a specific frequency as the sample is approached by the piezoelectric scanning system (resolution of 0.20 nm), where due to the electrostatic forces present on the surface, the vibration frequency changes indicating that they are already in the near field, the approach is stopped and the evanescent light is collected through the optical fiber tip (100 nm aperture), guided to the photomultiplier where the collected light is converted into an electrical signal, which is measure by a multimeter and a Lock-in amplifier, for its interpretation and reconstruction of the morphology that it presents, all this is automatized through the software developed in the program LabVIEW.

# ÍNDICE GENERAL

## Contenido

1. Introducción.....	- 1 -
2. Fundamentos de la microscopia de campo cercano.....	- 11 -
2.1 El límite de difracción de la luz y el poder de resolución de un microscopio óptico .....	- 11 -
2.2 Microscópica de barrido de Campo cercano.....	- 13 -
2.3 Conceptos básicos de campo cercano y ondas evanescentes.....	- 14 -
2.4 La técnica de reflectancia diferencial .....	- 17 -
3. Arreglo experimental del microscopio de campo cercano .....	- 19 -
4. Programas de control en LabVIEW .....	- 40 -
4.1 Mesas de movimiento micrométrico XY.....	- 46 -
4.2 Mesa de movimiento micrométrico en el eje Z.....	- 52 -
4.2.1 Mesas de movimiento micrométrico XYZ.....	- 57 -
4.3 Amplificador LOCK-IN SR530 .....	- 62 -
4.4 Multímetro digital KEITHLEY .....	- 67 -
4.5 Modulador fotoelástico PEM100.....	- 73 -
4.6 Retardador mecánico (Chopper).....	- 79 -
4.7 Mesa de posicionamiento nanométrico NanoCube .....	- 85 -
4.8 Cámara CCD .....	- 90 -
4.9 Sistema de medición óptico.....	- 94 -
5. Calibración del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano.....	- 99 -
5.1 Caracterización de sistemas de almacenamiento óptico.....	- 101 -
5.1.1 Caracterización de CD ROM.....	- 106 -
5.1.2 Caracterización de DVD ROM .....	- 111 -
5.1.3 Caracterización de BLU-RAY .....	- 115 -
5.2 DADC SONY .....	- 121 -
5.3 Patrón SNG-01.....	- 133 -
5.4 Rejilla de difracción 1200 líneas por milímetro .....	- 143 -
6. Caracterización de sistemas interés tecnológico y científico.....	- 150 -

<b>6.1 Grabado de defectos estructurales en materiales semiconductores mediante ataques químicos</b> .....	- 152 -
<b>6.1.1 Caracterización de defectos estructurales en Silicio generados por ataque químico</b> .....	- 156 -
<b>6.1.2 Caracterización de defectos estructurales en GaAs conductor generados por ataque químico</b> .....	- 165 -
<b>6.2 Caracterización de nanolistones de grafeno</b> .....	- 176 -
<b>6.3 Caracterización de nanotubos de nitruro de galio (GaN)</b> .....	- 197 -
<b>6.4 Grafito Pirolíticamente Altamente Orientado (HOPG)</b> .....	- 208 -
<b>7. Conclusiones</b> .....	- 215 -
<b>8. Apéndice</b> .....	- 222 -
<b>8.1 Apéndice A: Fabricación de puntas de fibra óptica para el microscopio de barrido de campo cercano</b> .....	- 222 -
<b>8.2 Apéndice B: Manual de operación</b> .....	- 243 -
<b>8.3 Apéndice C: Artículos</b> .....	- 255 -
<b>8.4 Apéndice D: Participación en congresos</b> .....	- 279 -
<b>9. Índice de figuras</b> .....	- 287 -
<b>10. Índice de tablas</b> .....	- 301 -
<b>11. Referencias</b> .....	- 302 -

## 1. Introducción

La sociedad moderna demanda la sofisticación en los sistemas tecnológicos, en especial en lo relacionado con la nanotecnología. Esto está fuertemente asociado en la búsqueda de nuevos dispositivos que cumplan con características nanométricas que están íntimamente ligadas con el funcionamiento de dichos dispositivos. Un punto importante es encontrar un balance entre las ventajas que ofrece la nanotecnología (tamaño) con la disipación de energía generada por las diversas funciones realizadas por los sistemas generados, lo cual implica tener el control de las propiedades de las nanoestructuras asociadas de manera no destructiva, como en la generación de microprocesadores (Fig. 1).

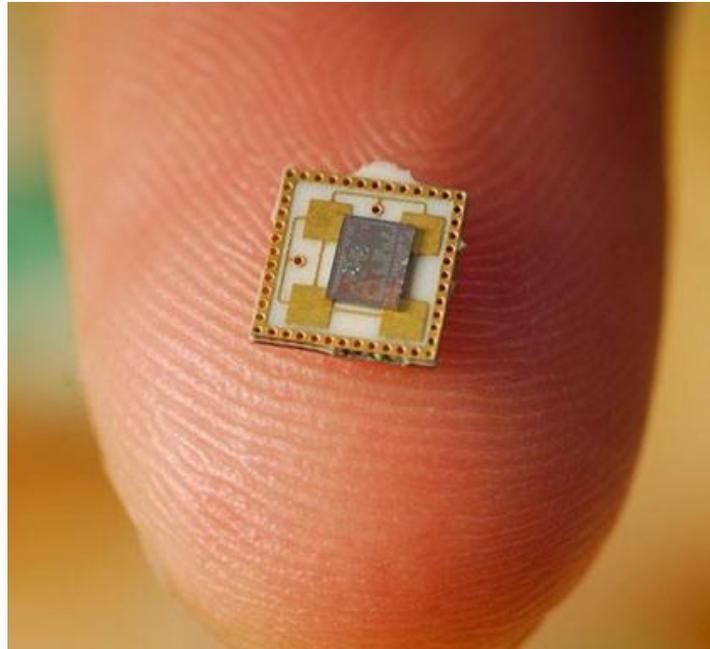


Figura 1. Microprocesador de celular. <sup>[1]</sup>

Con la tendencia en el uso de fuentes de energía limpia y renovable, al igual que su ahorro, actualmente se desarrollan paneles solares de gran capacidad y de menor tamaño comparados con los existentes hace 20 años, se realiza un amplio estudio en la fabricación de diodos emisores de luz (led's) de alta luminosidad y bajo consumo de energía, por lo que se ha vuelto de gran importancia el estudio de las propiedades de materiales semiconductores como silicio, galio, germanio, arsénico, etc., y las combinaciones que surgen de estos.

De manera particular, las propiedades ópticas de los sistemas nanoestructurados (Fig. 2) son de fundamental importancia, ya que los dispositivos formados de diferentes materiales rompen la simetría cristalina, lo cual está íntimamente ligado con su funcionalidad óptima. Una de las espectroscopias ópticas que se ha cultivado desde hace 30 años es la espectroscopia de reflectancia diferencial (**RD**), dicha espectroscopia mide la diferencia en reflectividad entre dos ejes mutuamente perpendiculares, con lo cual se obtiene un mayor contraste.

Las investigaciones llevadas a cabo en estos materiales con **RD**, se había realizado a un nivel micrométrico, pero debido a la miniaturización de los dispositivos generados a partir de los materiales semiconductores, es necesario realizar estudios a nivel nanométrico, por lo cual se buscan y desarrollan nuevas técnicas de observación y caracterización de las propiedades que presentan estos materiales en campo cercano.



Figura 2. Defectos estructurales generados por ataque químico en GaAs.

Para poder desarrollar este tipo de chips, mediante la combinación de diferentes materiales semiconductores o mecanismos es necesario contar con maquinaria especial, ya que las dimensiones a las se desean fabricar estos sistemas son muy pequeñas, provocando que no sea fácil su manipulación ni observación por parte de los operarios. Además para conocer la calidad de estos es necesario contar con

dispositivos e instrumentos mediante los cuales se puedan observar y medir las propiedades de estos dispositivos, tales como: forma, dimensiones, reflectividad, textura, características eléctricas y ópticas, etcétera. Debido a esto se desarrollan técnicas de microscopia de fuerza atómica (AFM), escaneo por rayos X, microscopia de sonda de efecto túnel, entre otras.

El hombre en su afán de descubrimiento, de la explicación lógica del porque suceden ciertos fenómenos en la naturaleza, comenzó con la observación, por lo que en un principio para poder observar objetos, que son demasiado pequeños para analizar y caracterizar a simple vista se empleó el microscopio óptico (Fig. 3) que fue desarrollado en 1590<sup>[2]</sup> por el fabricante de anteojos de origen holandés llamado Zaccharias Janssen. El cual se trata de un instrumento óptico que contiene dos o más lentes que permiten obtener una imagen aumentada del objeto, el cual su funcionamiento se basa en la refracción, ya que normalmente depende de la luz que atraviesa la muestra desde abajo. Por lo tanto la resolución de los microscopios ópticos está restringida por el fenómeno llamado difracción, que dependiendo de la apertura numérica ( $A_N$ ) del sistema óptico y de la longitud de onda de la luz utilizada ( $\lambda$ ), se establece un límite definido ( $\delta$ ) a la resolución óptica.



Figura 3. Microscopio óptico metalográfico.

Suponiendo que las aberraciones ópticas fueran despreciables, la resolución de los microscopios estaría dada por la siguiente ecuación: [3]

$$\delta = \frac{\lambda}{2 \cdot A_N}, \quad \text{Ecuación 1}$$

donde  $\lambda \approx 550$  nm correspondiente a la luz verde; si el medio es el aire, la  $A_N$  práctica máxima que se puede obtener es de 0.95, y en el caso de tratarse aceite es de hasta 1.5<sup>[4]</sup>, pero tendría que sumergirse en este, por lo que podría causar algunos daños a la muestra, dependiendo de su composición, además de que se requiere una longitud focal muy corta, lo cual puede causar que se golpee y se dañe la muestra si no se tiene el debido cuidado. Lo anterior implica que incluso el mejor microscopio óptico está limitado a una resolución de unos 0.2 micrómetros y la resolución máxima para un microscopio que usa luz visible es de alrededor de 0.3 micrómetros, esto sin tomar en cuenta las aberraciones ópticas, además se vuelve complicada la toma de fotografías para la observación posterior.

Debido a esto se siguen desarrollando sistemas de medición y caracterización que van más allá de los límites, por lo que dos clases de técnicas para mejorar la resolución óptica de los instrumentos, estudiadas ampliamente son:

- Radiación con longitudes de onda menores (electrones, rayos x).
- Microscopia de sonda (de efecto de túnel, fuerza atómica).

Los problemas que presentan estas técnicas es que son: destructivas, de elevado costo, muy lentas, poco fiables, la muestra se tiene que preparar y deben de realizarse al alto vacío. Es por eso que se buscan nuevos sistemas que no tengan esas limitaciones, que además sean económicos pero que primordialmente no dañen la muestra que se caracteriza.

Una respuesta a este problema puede ser la combinación de la interacción de los mecanismos de la microscopia óptica y la alta resolución de la microscopia de sonda, llegando así al desarrollo de la técnica del Escaneo Óptico Microscópico de Campo Cercano conocido como SNOM por sus siglas en inglés (Scanning Near-Field Optical Microscopy) <sup>[5]</sup>, la cual nos permite formar imágenes de las muestras

que se escanean, con una resolución más allá del límite de difracción mostrada por los microscopios ópticos.

La técnica de SNOM permite reconstruir imágenes con una resolución del orden de  $\lambda/60$  o mayores, ya que solo depende de la resolución de los sistemas mecánicos, mediante los cuales se lleva a cabo el posicionamiento de la muestra mientras esta es escaneada y del diámetro de la apertura de las puntas (Fig. 4) que se utilizan para recolectar y guiar la señal lumínica.

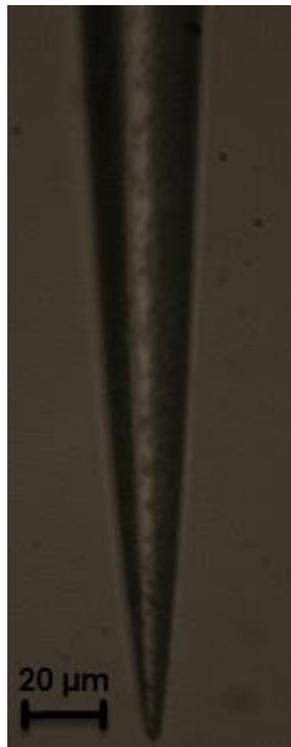


Figura 4. Punta de fibra óptica, utilizada para el escaneo del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado en este trabajo.

Por medio de la técnica de SNOM de modo colección, se ilumina la muestra mediante un haz laser polarizado y modulado, después se colecta la luz reflejada proveniente de la muestra por medio de una pequeña apertura en la punta de una fibra óptica estrechada (Taper). En donde esta es guiada hasta el detector (fotomultiplicador), que se encarga de convertir la señal lumínica en una eléctrica, la cual es caracterizada mediante un multímetro digital y un amplificador Lock-IN, por medio del tipo de comunicación con que cuentan estos instrumentos, los datos

obtenidos son enviados hacia una computadora para su almacenamiento, interpretación y posterior reconstrucción. De las características medidas en la muestra (reflectancia, reflectancia diferencial, morfología, etc.), el proceso descrito anteriormente se lleva a cabo en cada uno de los puntos que se escanean en tiempo real, generando gráficos tridimensionales (3D).

Para la realización del escaneo es necesario contar con un sistema de posicionamiento de la muestra, el cual cuente con tres grados de libertad en los ejes coordenados XYZ, que durante su desplazamiento no genere vibración que afecte los parámetros de la medición, ya que la punta de fibra óptica debe tener una separación de unos cuantos nanómetros sin que estas dos entren en contacto, con lo cual se encontrarán en campo cercano, lo que dará como resultado una mejor resolución en la medición y por lo tanto una buena reconstrucción de la muestra, ya que se rompe la barrera de la resolución óptica.

La señal luminosa es recogida solo de una pequeña parte de la muestra, aproximadamente del diámetro de la apertura de la punta de la fibra óptica estrechada, por lo que la resolución del sistema no está limitada por el fenómeno de difracción. La luz láser debe de ser una longitud de onda adecuada (no sea absorbida por la muestra), para que sea reflejada, acoplada y guiada por la punta de fibra óptica.

El control de la polarización y del filtrado espectral es necesario que se lleve a cabo antes de acoplar la luz láser a la fibra. La punta debe montarse sobre un soporte mecánico móvil, ya que a menudo es necesario alinearla sobre el eje óptico de la muestra.

Para explotar de la mejor forma la técnica de SNOM, es necesario cumplir básicamente con tres requerimientos:

- Una apertura óptica muy pequeña (algunos cuantos nanómetros de diámetro), la cual parcialmente define la resolución óptica del sistema de microscopia basado en la técnica de SNOM de reflexión.

- Una forma de colocar la superficie de la muestra que se va a medir, a una distancia de separación entre esta y la punta de fibra óptica de unos cuantos nanómetros, sin que lleguen a entrar en contacto.
- Una forma de reconstruir las características de la muestra que se están midiendo, es decir almacenar los datos de cada punto escaneado para su procesamiento en un equipo de cómputo, el cual además permite realizar la reconstrucción de la imagen de la muestra.

Dentro de las ventajas que presentan los sistemas de microscopia basados en la técnica de SNOM, en comparación con los ya existentes se encuentran las siguientes:

- No se requiere de un ambiente al vacío para realizar el escaneo de la muestra.
- Ya que la muestra y la punta de escaneo nunca entran en contacto, se vuelve una técnica no destructiva.
- La resolución del sistema no está limitada por el fenómeno de difracción, como en los sistemas ópticos.
- Pueden usarse diferentes longitudes de onda, para la iluminación de la muestra.
- No es necesaria una preparación previa del semiconductor a medir.
- Se puede mejorar la resolución del sistema con puntas de fibra óptica, cuya apertura tenga un diámetro menor.
- El escaneo se lleva a cabo en tiempo real, por lo que cada punto de la muestra que es medido, es graficado de inmediato, por lo que permite conocer si el área es de interés o es necesario cambiarla.

El desarrollo implica la implementación de sistemas mecánicos, electrónicos y ópticos, que deben estar gobernados por un solo software de control, el cual permita la interacción armónica de estos, sin tener que acceder a cada uno de sus softwares para hacer modificaciones. A continuación la Fig. 5 muestra una de las configuraciones básicas para el desarrollo y la implementación de un sistema de microscopia basado en la técnica de SNOM.

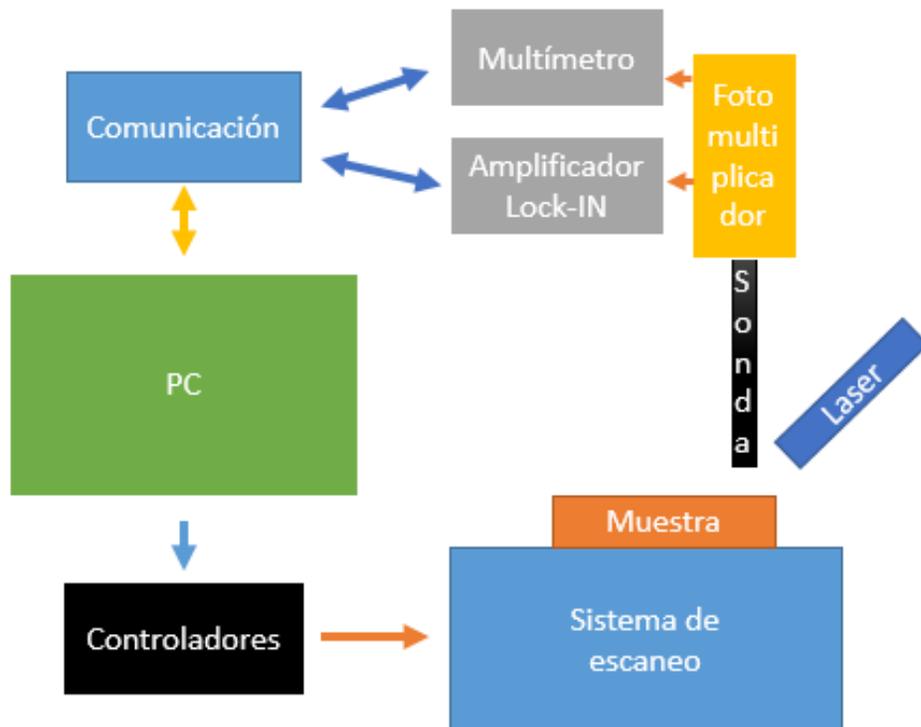


Figura 5. Esquema de la configuración del equipo usado en el proceso de implementación y desarrollo de SNOM.

Los instrumentos usados en este sistema son los siguientes: <sup>[6]</sup>

- Amplificador Lock-IN.
- Laser HeNe.
- Multímetro digital.
- Mesa de escaneo nanométrica.
- Modulador fotoelástico.
- Fotomultiplicador
- Punta de fibra óptica.
- Computadora de control.
- Sistema de posicionamiento.
- Cámara CCD

Uno de los puntos importantes a mencionar es que mediante el sistema de microscopia de alta resolución desarrollado se puede caracterizar la reflectancia diferencial a niveles nanométricos, ya que el haz de luz láser con el que se ilumina la muestra se encuentra polarizado y modulado, de tal forma que se obtiene una

diferencia entre las polarizaciones “S” y “P”, la cual es caracterizada mediante el amplificador Lock-IN. Esta diferencia entre polarizaciones nos permite tener un mayor contraste en las características presentes en la muestra, obteniéndose mejor y mayor información en comparación con solo caracterizar la reflectancia, para lo cual se tienen dos configuraciones ópticas que se muestran en las figuras 6 y 7.

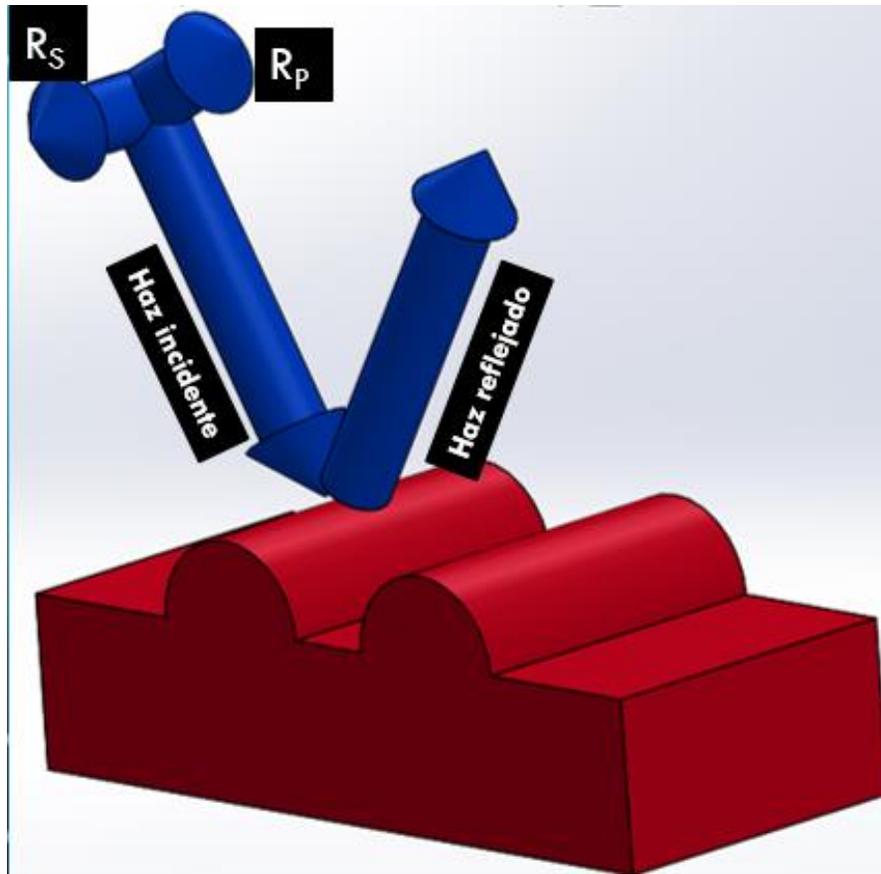


Figura 6. Configuración de la reflectividad “S” y “P”, para la obtención de un mayor contraste.

En la primera configuración se hace incidir el haz laser sobre la muestra generando un haz reflejado y la diferencia entre polarizaciones (“S” y “P”), para obtener un mayor contraste. Para el segundo arreglo se rotan las polarizaciones por un ángulo de  $45^\circ$  de forma que una de las reflectividades (“ $R_1$ ” o “ $R_2$ ”), sea paralela a los ejes cristalográficos de la muestra que se está caracterizando, mientras que la otra se encuentra a  $90^\circ$ , como se puede observar en la figura 7. Con lo cual se genera una diferencia entre polarizaciones (en la dirección 1 y dirección 2) y de esta forma generar un mayor contraste.

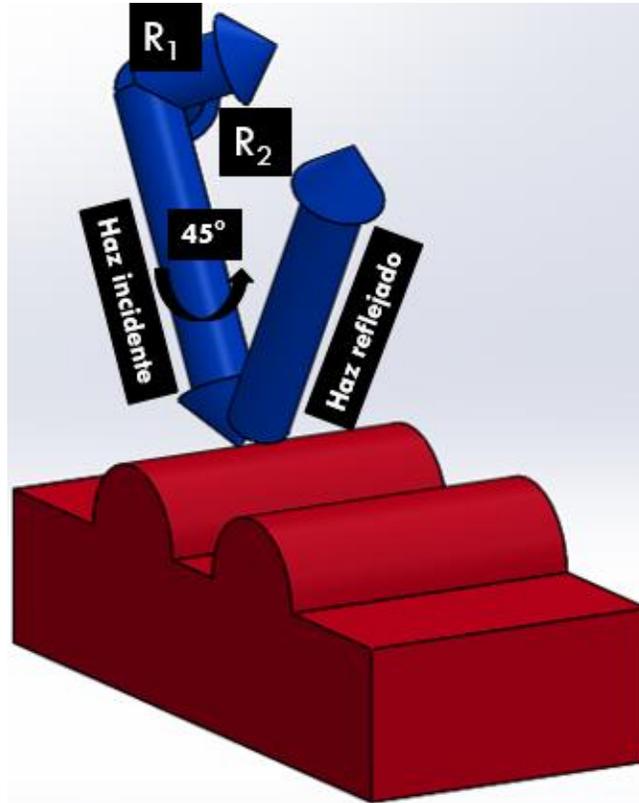


Figura 7. Configuración de la reflectividad en dirección 1 y en dirección 2 para la obtención de un mayor contraste.

La reflectividad físicamente es medida mediante el multímetro digital KEITHLEY y no involucra el cambio entre las polarizaciones por lo cual el contraste es menor, pero que en el desarrollo es utilizada para la normalización de la reflectancia diferencial, la cual está dada por la ecuación 2:

$$\Delta R/R = \frac{2(R_{S(1)} - R_{P(2)})}{(R_{S(1)} + R_{P(2)})}, \quad \text{Ecuacion 2}$$

En donde:

$R_{S(1)}$  y  $R_{P(2)}$  son las reflectividades para dos direcciones mutuamente perpendiculares.

En los siguientes Capítulos se abordara el tema de la configuración óptica y electrónica de los equipos usados para el desarrollo del sistema de microscopia de alta resolución basado en la técnica de SNOM, al igual que de los programas desarrollados para el control automático e individual de los sistemas.

## 2. Fundamentos de la microscopia de campo cercano

### 2.1 El límite de difracción de la luz y el poder de resolución de un microscopio óptico

El primer trabajo en donde se describe el fenómeno de interferencia fue publicado por T. Young en 1801 [7]. Posteriormente en 1803 el mismo Young realizó su famoso experimento de la doble rendija. Como es bien sabido en el experimento de Young un frente de ondas planos se hace incidir sobre una doble rendija, la cual produce una interrupción espacial de la onda plana y cada rendija se convierte en una nueva fuente de luz puntual. Esto produce que la luz de cada fuente puntual se superponga y produzca líneas de interferencia en una pantalla colocada frente a la doble rendija. Considerando la posición en la pantalla del primer mínimo de difracción se obtiene la siguiente relación:

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}, \quad \text{Ecuación 3}$$

en donde  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz utilizada en el experimento,  $d$  es la separación de las rendijas y  $\theta$  es el ángulo de dispersión de la luz en donde se localiza el mínimo, medido respecto a la dirección de propagación del frente de ondas.

Considerando que ahora, el frente de ondas no es interrumpido por una doble rendija sino por una lente, se obtiene la expresión equivalente:

$$d = \frac{\lambda}{2n \sin \theta}, \quad \text{Ecuación 4}$$

en donde  $n$  es el índice de refracción del material del que está hecha la lente. En este caso,  $d$  se define como el poder de resolución de la lente. En óptica es común definir la apertura numérica de la lente (NA) como  $n \sin \theta$ . En la óptica moderna la apertura numérica puede tener valores típicos de 1.4-1.6. De esta forma, utilizando por ejemplo un láser de  $\lambda = 632 \text{ nm}$  se tiene un poder de resolución de  $d \approx 210 \text{ nm}$ . Es decir, teóricamente no es posible resolver objetos cuya separación o tamaño sea

menor que 210 nm. Para incrementar la resolución se puede utilizar por ejemplo, ondas de longitudes menores, como los rayos-X o los electrones.

Como vimos en el párrafo anterior, el poder de resolución de un microscopio está limitado por el fenómeno de difracción de la luz. Si se desea incrementar el poder de resolución dada una longitud de onda, se debe de evitar de alguna manera que la luz se difracte. La técnica que permite lograr esto, se conoce como microscopia de barrido de campo cercano (NSOM) y consiste básicamente en colocar tanto el objeto en observación como la fuente de luz y el detector a distancias mucho menores que la longitud de onda utilizada.

## 2.2 Microscópica de barrido de Campo cercano

La primera mención sobre la idea de la microscopia de campo cercano apareció en un artículo publicado por E. Synge [8], quien mencionaba la idea de poder romper el límite de difracción de la luz para así poder aumentar la resolución de un microscopio. El trabajo aunque es de carácter especulativo, introduce la noción de superresolución, detección de ondas evanescentes así como de un sistema mecánico para mover el detector. Así mismo Synge mantuvo correspondencia con A. Einstein en las cuales se discutían ideas para incrementar la resolución espacial de un microscopio [9].

En el año de 1972 E. Ash y G. Nicholson publicaron un trabajo en donde se describe un microscopio de campo cercano pero no utilizando luz visible sino microondas [10]. En su arreglo experimental Ash *et al* utilizaron una fuente de microondas con una longitud de onda de  $\lambda = 3.0 \text{ cm}$ , obteniendo una clara resolución de hasta  $\lambda/60$  [10].

Con el desarrollo de las técnicas de fabricación de puntas metálicas y de fibras ópticas de dimensiones nanométricas así como el desarrollo de los posicionados XYZ piezoeléctricos con resoluciones subnanométricas, en el año de 1982 G. Binnig and H. Rohrer reportaron el desarrollo de un microscopio de tunelamiento (STM) con resolución atómica [11]. La instrumentación necesaria para implementar el STM es básicamente la misma que para la implementación de un NSOM. La diferencia básica es la punta con la que se realiza el barrido. En el caso de NSOM se utilizan puntas de fibra óptica estrechadas de aperturas nanométricas o “trampolines” (cantilevers) en cuya punta se realiza una apertura de diámetros nanométricos.

A partir del desarrollo del STM una serie de trabajos posteriores como los de D. Pohl [12], D. Courjon [13], Reddick [14] y de Fornel [15] dieron origen a lo que actualmente conocemos como NSOM así como a la conexión de los conceptos de microscopia de campo cercano y efecto de tunelamiento.

## 2.3 Conceptos básicos de campo cercano y ondas evanescentes

El fenómeno de reflexión y refracción de la luz está gobernado por los coeficientes de Fresnel los cuales se deducen de las ecuaciones de Maxwell. Los coeficientes de Fresnel entre dos medios de índices de refracción  $n_1$  y  $n_2$  están dados por:

$$R_p = \frac{E_r^p}{E_i^p} = \frac{n_2 \cos \theta_i - n_1 \cos \theta_t}{n_2 \cos \theta_i + n_1 \cos \theta_t}, \quad \text{Ecuación 5}$$

$$R_s = \frac{E_r^s}{E_i^s} = \frac{n_1 \cos \theta_i - n_2 \cos \theta_t}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \cos \theta_t}, \quad \text{Ecuación 6}$$

$$T_p = \frac{E_t^p}{E_i^p} = \frac{2n_1 \cos \theta_i}{n_2 \cos \theta_i + n_1 \cos \theta_t}, \quad \text{Ecuación 7}$$

$$T_s = \frac{E_t^s}{E_i^s} = \frac{2n_1 \cos \theta_i}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \cos \theta_t}, \quad \text{Ecuación 8}$$

En donde los campos y ángulos se definen en la figura 8.

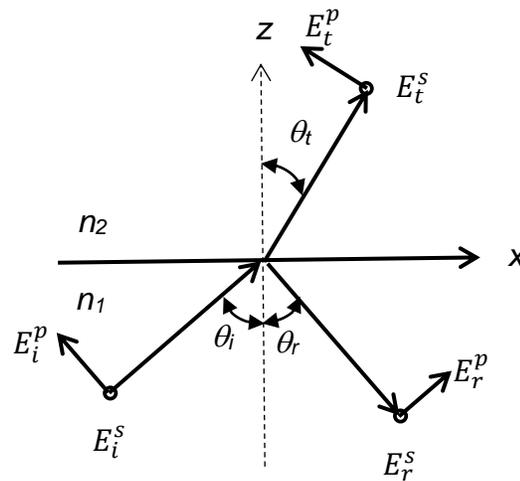


Figura 8. Campos y ángulos para los coeficientes de Fresnel.

Consideremos las componentes del campo eléctrico transmitido. En los ejes coordenados XYZ (el eje Y es perpendicular a la Fig. 8) de la figura estas pueden ser escritas como:

$$E_x = -\cos \theta_t T_p e^{-it}, \quad \text{Ecuación 9}$$

$$E_y = T_s e^{-it}, \quad \text{Ecuación 10}$$

$$E_z = \sin \theta_t T_p e^{-i\tau}, \quad \text{Ecuación 11}$$

En donde las amplitudes del campo incidente se han tomado igual a uno por simplicidad, es decir  $E_i^p = E_i^s = 1$ . Adicionalmente se tiene que:

$$\tau = \omega \left( t - \frac{x \sin \theta_i + z \cos \theta_t}{v_2} \right), \quad \text{Ecuación 12}$$

Para ejemplificar el concepto de ondas evanescentes tomemos el siguiente caso particular. Asumamos que  $n_1 > n_2$  y entonces la ley de Snell nos da la siguiente condición:

$$\frac{n_1}{n_2} \sin \theta_i = \sin \theta_t, \quad \text{Ecuación 13}$$

Lo que implica la posibilidad de que para ángulos de incidencia mayores que cierto ángulo crítico tengamos que  $\sin \theta_t > 1$ . El ángulo crítico a lo cual esto ocurre está dado por:

$$\sin \theta_{ic} = \frac{n_2}{n_1}, \quad \text{Ecuación 14}$$

A partir de este ángulo no hay onda transmitida. Este fenómeno se conoce como reflexión total interna.

La interpretación del hecho que  $\sin \theta_t > 1$  se puede entender suponiendo que el ángulo de transmisión puede ser un número complejo. De esta forma podríamos escribir permitiendo ángulos complejos la siguiente relación general:

$$\cos \theta_t = \pm \sqrt{\left( \frac{n_1}{n_2} \sin \theta_i \right)^2 - 1}, \quad \text{Ecuación 15}$$

Lo que nos da inmediatamente la siguiente expresión para el factor de fase de la onda transmitida:

$$e^{-i\tau} = e^{-i\omega \left( t - \frac{x \sin \theta_i}{v_1} \right)} e^{\mp \frac{\omega z}{v_2} \sqrt{\left( \frac{n_1}{n_2} \sin \theta_i \right)^2 - 1}}, \quad \text{Ecuación 16}$$

La ecuación describe una onda propagándose en la dirección  $x$  cuya amplitud decrece exponencialmente en dirección  $z$ . En esta afirmación solo estamos considerando el signo negativo del exponencial ya que el positivo no tiene interpretación física por que la amplitud crecería al infinito al alejarse de la superficie. Ondas con estas características son lo que se conocen como ondas evanescentes.

Es claro que para su detección es necesario medirlas muy cerca de donde se producen ya que su amplitud como lo demostramos decrece exponencialmente. Aunque la existencia de las ondas evanescentes fue mostrada para el caso de la reflexión total interna, se puede mostrar que estas también existen en el mecanismo de difracción <sup>[9]</sup>. Es decir, cuando un frente de ondas es interrumpido por un objeto, se producen ondas difractadas así como ondas evanescentes. Las ondas difractadas pueden detectarse a distancias del orden de la longitud de onda (campo lejano) y las evanescentes ya que su amplitud decrece exponencialmente, solo pueden ser detectadas a distancias menores que la longitud de onda (campo cercano). El objetivo de la microscopia de campo cercano es justo detectar y medir la amplitud de las ondas evanescentes.

## 2.4 La técnica de reflectancia diferencial

En los últimos años la técnica óptica de reflectancia diferencial (RD) ha mostrado ser una técnica poderosa en la caracterización de superficies e interfaces tanto de materiales metálicos como Cu <sup>[16]</sup> y Au <sup>[17]</sup>, de materiales semiconductores <sup>[18, 19]</sup> así como del monitoreo durante el crecimiento de estructuras semiconductoras <sup>[20, 21]</sup>.

La RD consiste en iluminar con luz monocromática la superficie del material a estudiar y medir la luz reflejada para dos polarizaciones lineales mutuamente perpendiculares. Las direcciones de polarización se hacen coincidir generalmente con los ejes ópticos de la muestra. De esta forma se mide la diferencia en reflectividad. Si el material es de simetría cubica, esta diferencia debe de provenir de las regiones en donde la simetría se ha roto, es decir de la superficie y/o interfaces en el caso de heteroestructuras.

La utilidad mostrada por la técnica de RD en el monitoreo y caracterización de los diversos proceso físicos que ocurren en las superficies e interfaces, ha motivado la extensión de la misma a niveles microscopio. Diversas configuraciones se han reportado en la literatura y con las cuales se ha extendido a niveles microscópicos la utilidad de la RD <sup>[22, 23, 24, 25]</sup>. Esta técnica describe el nombre de micro-RD. La resolución lateral típica de esta técnica es del orden de micras.

En la actualidad el desarrollo de las técnicas de crecimiento de materiales conjuntamente con las de tratamiento postcrecimiento, han hecho posible la fabricación de estructuras y dispositivos semiconductores cada vez más complejos y de dimensiones nanométricas. Debido a esto, la caracterización de los materiales semiconductores requiere instrumentación cada vez de mayor sofisticación. Tomando en cuenta la versatilidad y utilidad mostrada por la RD y la micro-RD, se plantea como uno de los objetivos en el presente trabajo de tesis, la extensión de esta a niveles nanométricos, ya que como se ha mencionado anteriormente con ella se logra obtener un mayor contraste y en consecuencia información más detallada de la muestra. Como se discutió en los apartados anteriores el poder de resolución de un microscopio está limitado por la difracción de la fuente de luz. Por tanto para

una fuente de luz en el rango visible o infrarrojo es necesario utilizar una técnica de campo cercano en el diseño del instrumento.

Por lo anterior se plantea en el presente trabajo de tesis los siguientes objetivos Específicos:

- 1) Diseño de un microscopio de campo cercano con resoluciones nanométricas, basado en una punta estrechada de fibra óptica. El diseño incluye tanto la instrumentación electrónica como la instrumentación óptica.
- 2) Se pretende utilizar luz láser de longitudes que van desde el visible hasta el infrarrojo.
- 3) Fabricación de puntas estrechadas de fibra y su recubrimiento con aluminio.
- 4) Escritura de programas de control y de procesamiento de datos por medio de lenguaje LabVIEW.
- 5) Calibración del instrumento por medio de la medición de:
  - a) Discos compactos ópticos de diferentes densidades.
  - b) Muestra patrón comercial.
  - c) Rejillas comerciales de difracción
  - d) Sony DADC microcanales.
- 6) Caracterización nanoscópica de los siguientes sistemas físicos de gran importancia científica y tecnológica
  - a) Defectos estructurales en Silicio (100) generados por ataque químico.
  - b) Defectos estructurales en GaAs (100) generados por ataque químico.
  - c) Nanolistones de Grafeno crecidos sobre SiC.
  - d) Nanoalambres de GaN crecidos sobre Si.
  - e) Grafito pirolítico altamente orientado (HOPG).

### 3. Arreglo experimental del microscopio de campo cercano

El desarrollo del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, se compone principalmente de tres secciones:

- ❖ El sistema mecánico, con el cual se logra posicionar en campo cercano la punta de fibra óptica y la muestra, además de desplazar esta para realizar su escaneo y caracterización, con él también se define la resolución que tendrá el sistema, ya que si el desplazamiento mínimo es mayor al diámetro de la apertura de la punta, la resolución será menor, está conformado tanto por las mesas de desplazamiento micrométrico como nanométrico de los ejes coordenados XYZ y los dispositivos de posicionamiento óptico (bases magnéticas, vástagos, nueces, etc.).
- ❖ El arreglo óptico, está basado en lentes, láseres, objetivos de microscopio, puntas de fibra óptica, polarizadores, etc., su función principal es la de brindar las condiciones ópticas necesarias (haz laser polarizado, introducción de señal portadora para el filtraje de otras fuentes de luz, etc.), para realizar la caracterización de la muestra mediante reflectancia o reflectancia diferencial, sin el arreglo óptico el desarrollo del microscopio no sería posible.
- ❖ Hardware y software de control, se trata principalmente de los controladores de los sistemas de posicionamiento, los instrumentos encargados de convertir las señales ópticas en eléctricas (fotomultiplicador, multímetro digital, amplificador Lock-IN, etc.) para su interpretación y del software desarrollado para el control y funcionamiento armónico de los sistemas que conforman el microscopio desarrollado, encontrándose como componente principal el equipo de cómputo donde se almacena el software y es conectado el hardware para su control.

Existen tres tipos de microscopios de barrido de campo cercano (Fig. 9), que se dividen según la forma en la que se recolecta la información proveniente de la muestra:

- Por reflexión, donde la muestra es iluminada mediante un haz láser cuya longitud de onda no es absorbida por el material de la muestra que se caracteriza, sino más bien es reflejado y este es colectado mediante la punta de fibra óptica, con un diámetro de apertura de unos cuantos nanómetros, encontrándose esta en campo cercano con respecto a la muestra.
- Transmisión, en este modo el haz láser es acoplado a la terminal de mayor diámetro de la fibra óptica, mientras que la terminal de menor diámetro es utilizada para iluminar la muestra, ya que este es demasiado pequeño solo se transmite una cierta cantidad de fotones hacia la muestra, que atraviesan esta, por lo que se coloca un detector detrás de la muestra para realizar la caracterización de esta.
- Modo de colección, en este la muestra es iluminada desde la parte inferior y solo el haz láser que atraviesa esta es colectado por la parte superior de la muestra, mediante la punta de fibra óptica, en este caso el haz láser debe de focalizarse en cierta área de la muestra, esto se logra mediante el uso de objetivos de microscopio.

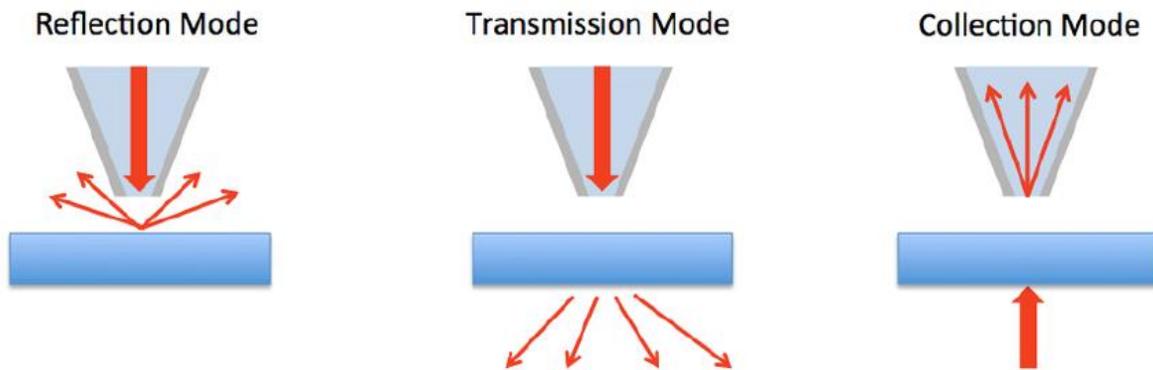


Figura 9. Modos de escaneo de microscopios de campo cercano. [26]

El microscopio de barrido de campo cercano desarrollado utiliza el modo de reflexión y este se encuentra en el laboratorio de espectroscopia 2, montado sobre una mesa óptica aislada con la finalidad de filtrar cualquier vibración proveniente del medio ambiente, la cual pueda provocar mediciones erróneas o que la punta de fibra óptica y la muestra no se encuentren en campo cercano, además se encuentra aislado de los haces de luz externa mediante cortinas especiales y vidrios polarizados, ya que se debe de tener cuidado con la cantidad de luz que se

encuentra presente en el laboratorio mientras el sistema se encuentra encendido, ya que el fotomultiplicador se puede saturar y dañarse, este se encuentra conectado al amplificador Lock-IN, en el cual el voltaje de entrada no debe de exceder de 1 volt, sin embargo la fuente del fotomultiplicador tiene una salida de hasta 15 volts, pudiendo dañar de igual forma al amplificador.

Como ya se había mencionado las mesas de desplazamiento para el escaneo de la muestra definen en parte la resolución que tendrá el sistema, por lo cual se utilizan dos tipos de mesas, las micrométricas que proveen al sistema un avance grueso y un desplazamiento de hasta 2.5 cm, ya que su avance mínimo es de 200 nm, con lo cual la resolución del microscopio sería muy pobre, se colocó sobre estas las mesas nanométricas, las cuales tiene un avance mínimo de 200 angstroms dotando al sistema mecánico de la suficiente resolución para la realización del escaneo de la muestra, ya que las puntas de fibra óptica tienen un diámetro de 100 nm en su apertura, el esquema de esto se muestra en la figura 10.

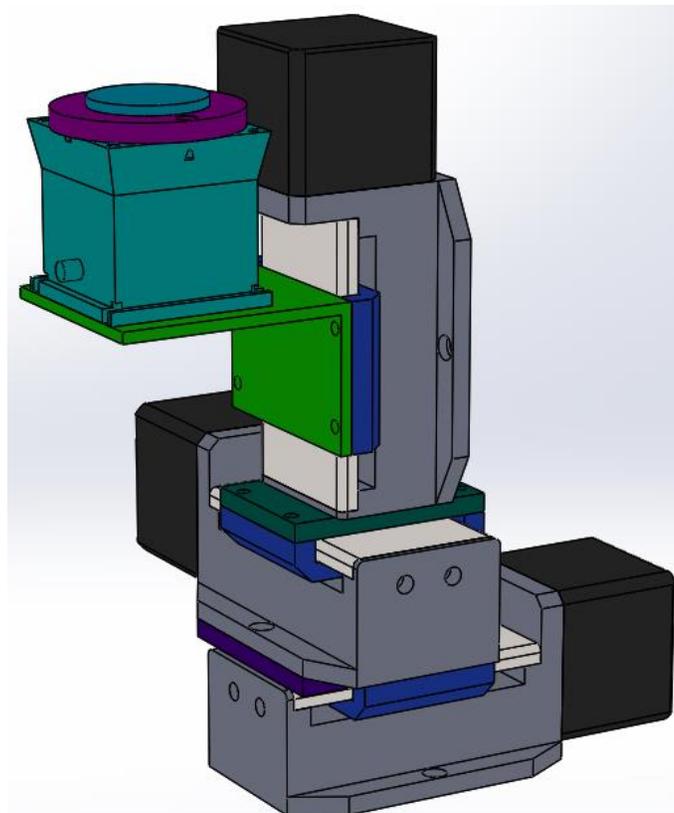


Figura 10. Esquema de montaje de las mesas de movimiento micrométrico y nanométrico.

Sobre las mesas de movimiento nanométricas (NanoCube de PI), se encuentra montado un portamuestras circular (Fig. 11) cuya base se fija mediante tornillos y la parte superior es removible, para poder quitar la muestra sin dañarla además de tener la capacidad de rotarla encontrándose montada, lo que permite caracterizar la muestra en diferentes ángulos.

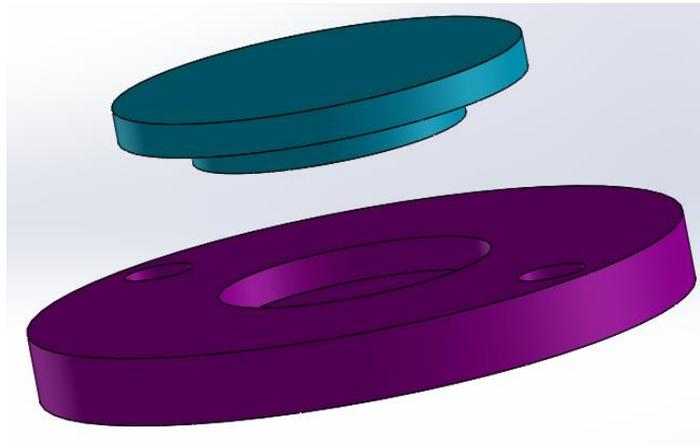


Figura 11. Portamuestras.

Ya que el microscopio de barrido desarrollado utiliza una punta de fibra óptica como sonda para realizar el escaneo de la muestra, estas deben de encontrarse en campo cercano, para de esta forma poder romper la resolución de los microscopios ópticos como ya se había mencionado, por lo que es necesario la implementación de un sistema mecánico y electrónico, el cual tiene un funcionamiento muy parecido al microscopio de fuerza atómica (AFM), lo cual permite acercar la punta de fibra óptica hasta unos cuantos nanómetros de la muestra que se va a medir encontrándose ambas en campo cercano.

Por lo que el sistema se apoya en el uso de las fuerzas electrostáticas que tienen todos los materiales presentes en la superficie, pero que solo se detectan en el campo cercano (Fig. 12), por lo que para lograr la detección de estas fuerzas, la punta de fibra óptica (sonda) se hace vibrar a una frecuencia de 200 Hz (ya que no es múltiplo o submúltiplo de 60 Hz, con la que pueda haber detecciones falsas con la toma de corriente), después se va acercando la muestra a la punta mediante el uso de las mesas de desplazamiento, paso a paso mientras se detecta que la frecuencia permanezca constante y sin variar, una vez que la frecuencia tiene una

variación (mayor a 0.05 Hz) significa que la muestra y la punta se encuentran en campo cercano, por lo que el desplazamiento de la muestra en el eje Z se detiene, de tal forma que nunca entra en contacto la sonda y la muestra.

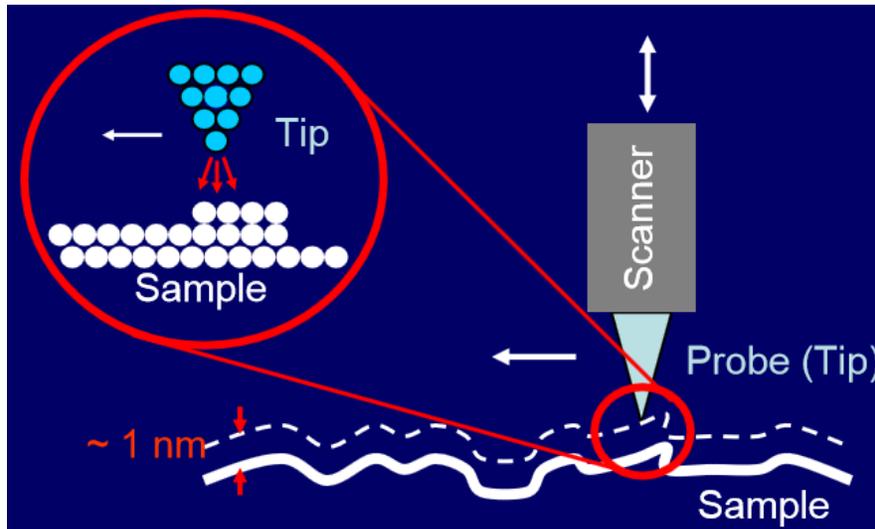


Figura 12. Interacción de sonda con muestra mediante fuerzas electrostáticas. [27]

Para hacer vibrar la sonda se desarrolló un instrumento virtual, mediante el cual se envía una señal cuadrada, con una frecuencia y una amplitud variable, de acuerdo a las necesidades que se tengan, ya que el sistema es modular y puede ser utilizado para alguna otra aplicación, esta señal es enviada a la fuente amplificadora del piezoeléctrico (Fig. 13) mediante el cual se realiza el desplazamiento de la punta y por lo tanto la vibración, este tiene la forma de un pequeño cubo con 2 mm de arista, lo que lo hace un instrumento muy pequeño y difícil de manejar, pero adecuado para hacer que la punta de fibra óptica vibre con una frecuencia y amplitud específica.



Figura 13. Piezoeléctrico para vibración de la punta de fibra óptica. [28]

La detección de la vibración se lleva a cabo mediante el uso de un fotodiodo, ya que se hace incidir un haz laser sobre la punta de fibra óptica que se encuentra vibrando y este genera un patrón de difracción, el cual se observa en la figura 14.

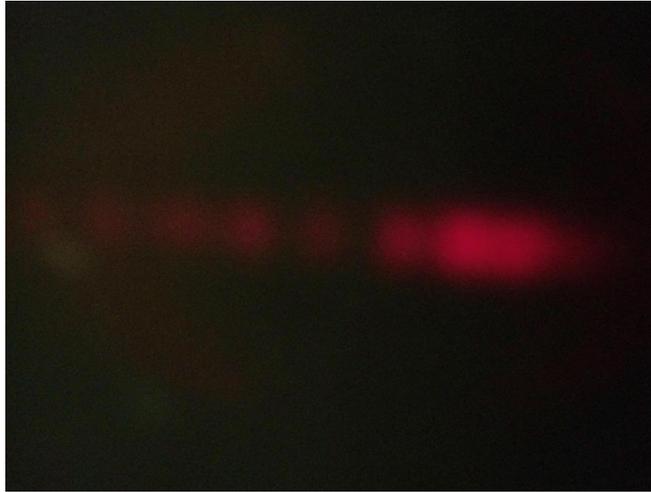


Figura 14. Patrón generado por el láser incidente en la sonda.

Este patrón es detectado mediante el fotodiodo (Fig. 15), con lo cual se obtiene la frecuencia a la cual se encuentra vibrando la sonda, esta información es adquirida mediante la tarjeta de adquisición de datos DAQ 6009 y procesada mediante el software LabVIEW, con el instrumento virtual que se desarrolló nombrado “Control de piezoeléctrico” y mediante el cual se pueden detectar las variaciones en la vibración de 0.05 Hz (las variaciones naturales son de  $\pm 0.01$  Hz), con lo cual la punta de fibra óptica y la muestra se pueden posicionar en campo cercano.



Figura 15. Electrónica desarrollada para el fotodiodo detector.

La señal generada por el fotodiodo fue medida mediante un osciloscopio (Fig. 16) para verificar que la señal generada por el software corresponda, a la frecuencia deseada, obteniendo como resultado una coincidencia satisfactoria, sin embargo con se detectan algunas variaciones de ruido. Se observó que cuando la iluminación del laboratorio está encendida, la detección de la frecuencia de la vibración de la punta es de 120 Hz, por lo que es necesario que esta se encuentre apagada y no interfiera con el sistema.

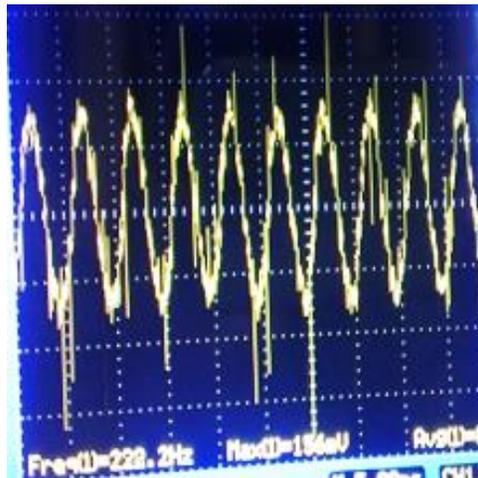


Figura 16. Señal generada por el fotodiodo.

Además a este instrumento virtual se le agrego la parte de detección de vibración de la punta de fibra óptica, con la finalidad de detectar en que momento ocurre el cambio en la frecuencia enviando una señal, en la figura 17 se puede observar el panel frontal de este instrumento virtual desarrollado, el cual puede ser utilizado como un subprograma en el instrumento principal.

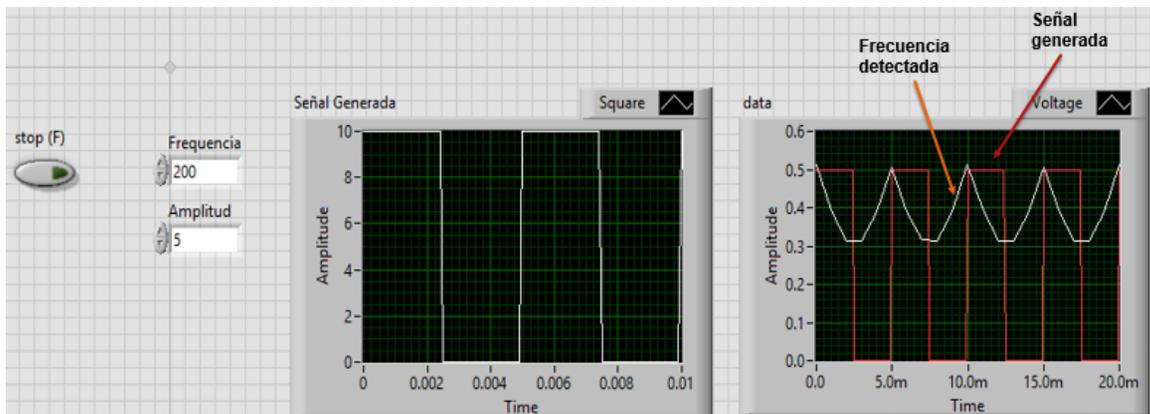


Figura 17. Panel frontal del VI de control de piezoelectrico.

Una vez que se realizó esta implementación de software y electrónica se procedió a la implementación física, por lo que se tuvieron que diseñar y fabricar partes mecánicas para la colocación de los instrumentos, ya que la punta de fibra óptica debe de guiar la señal óptica hasta el fotomultiplicador, el cual se encargara de convertirla en una señal eléctrica, se diseñó la base mostrada en la figura 18, la cual se utiliza para el montaje de ambos en una base magnética, la cual permite cambiarlos de posición cuando sea requerido.

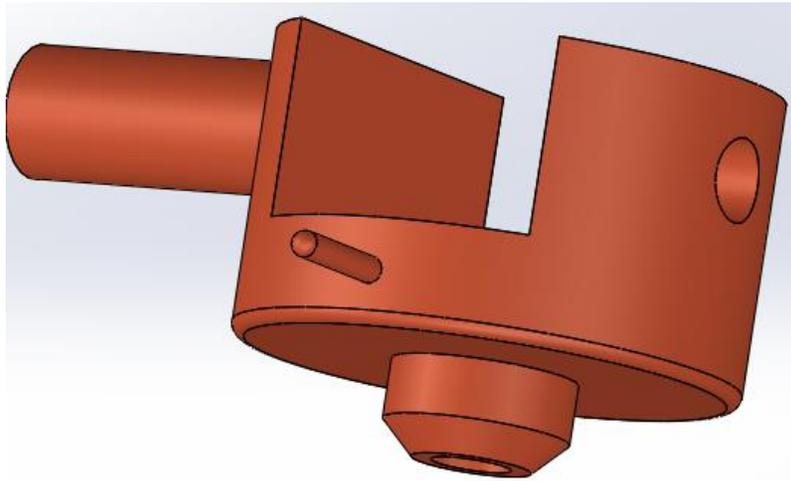


Figura 18. Porta fotomultiplicador diseñado.

El porta fotomultiplicador también cuenta con un iris montado, con la finalidad de que al momento de que se encuentre encendida la iluminación del laboratorio, este puede cerrarse impidiendo el paso de grandes cantidades de luz que pueda guiar la fibra óptica y por lo tanto dañar al fotomultiplicador.

La punta de fibra óptica debe de estar montada sobre el piezoeléctrico, para que esta vibre a la frecuencia requerida, por lo que también se fabricó una base en la cual se montan ambos, esta cuenta con dos grados de libertad de forma que la altura de la sonda se pueda modificar y su colocación sea totalmente vertical, esta base se observa en la figura 19.

Estos dos mecanismos se unen para la colocación del fotomultiplicador, el iris, con la fibra óptica y el piezoeléctrico que da la vibración colocándose como se observa en la figura 20, con lo cual se completa el sistema de acercamiento de la punta de fibra óptica y la muestra para que estas se encuentren en campo cercano.

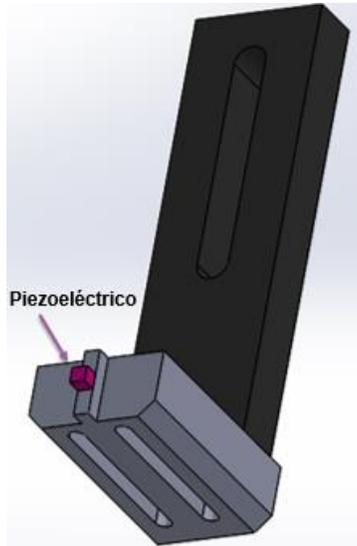


Figura 19. Porta piezoeléctrico.

Este montaje se llevó a cabo físicamente y se puede observar en la figura 21, con el cual solo falta la colocación correcta del láser que iluminara la punta de fibra óptica y el fotodiodo, para lo cual el haz laser no debe de interferir con el que se encarga de iluminar la muestra, por lo que es necesario que se encuentre en la parte intermedia de la punta de la fibra óptica y el área donde se encuentra acoplada al piezoeléctrico.

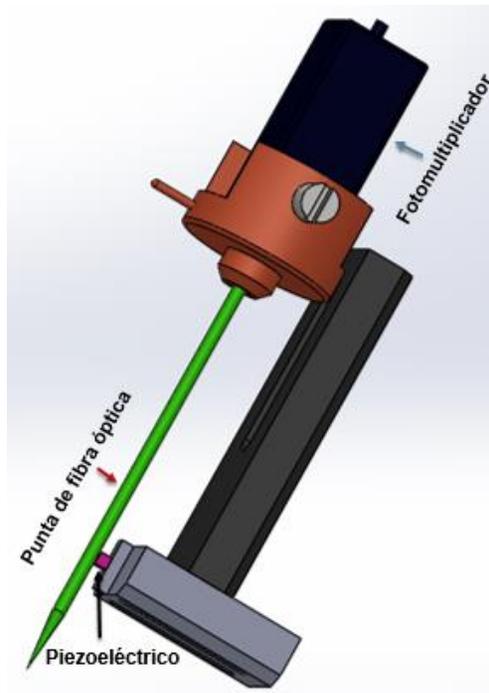


Figura 20. Montaje final del sistema de vibración.

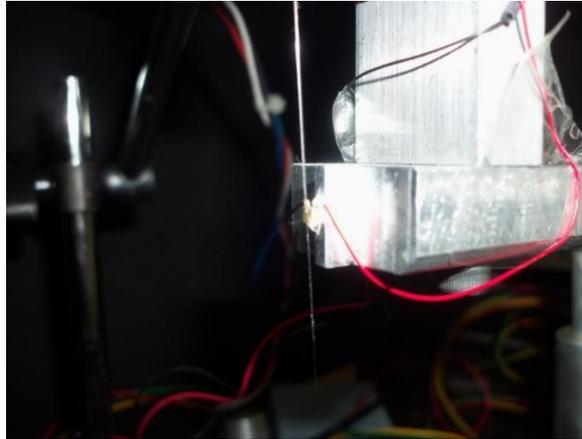


Figura 21. Montaje físico para realizar la vibración de la punta de fibra óptica.

En la figura 22, se muestra el montaje del sistema escaneo de las mesas tanto micrométricas como nanométricas con el sistema de adquisición de la señal recibida de la muestra, es preferible que la punta de fibra óptica se encuentre centrada en el portamuestras de forma que el desplazamiento pueda realizarse de igual forma en ambos sentidos de los ejes coordenados XY, mientras que el eje Z se encuentre posicionado a una tercera parte de su desplazamiento, lo cual permitirá retirar manualmente la muestra sin que esta llegue a chocar con la punta y por lo tanto se llegue a dañar, ya que aunque se encuentre recubierta de aluminio debido a su diámetro es demasiado frágil.

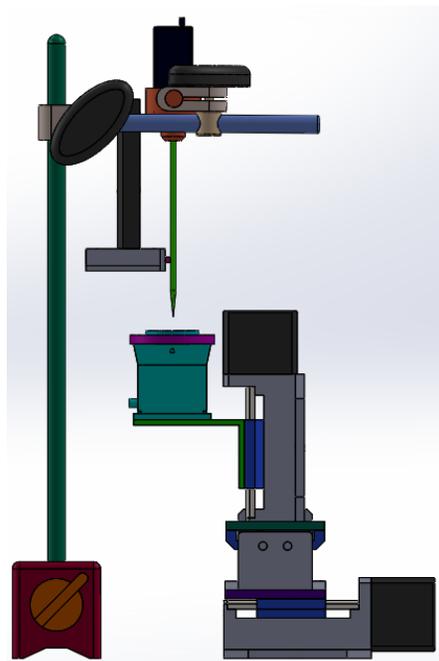


Figura 22. Montaje físico de sistema de escaneo y adquisición.

El láser utilizado para la iluminación de la sonda y generación del patrón de difracción, mediante el cual se caracteriza la frecuencia de vibración, es de color rojo cuya longitud de onda es de 632.8 nm y debe permanecer encendido durante la realización de la caracterización de la muestra, por lo cual no debe de ser interrumpido ya que esto afecta la frecuencia de vibración y por lo tanto el proceso de colocación de la muestra y la punta para que estas se encuentren en campo cercano. Este laser es colocado mediante una base magnética, para tener la posibilidad de desplazarlo y ajustar la altura según se requiera, cabe mencionar que no se requiere del uso de polarizadores para el haz que emite, ya que solo se detecta el patrón de difracción generado (Fig. 23).

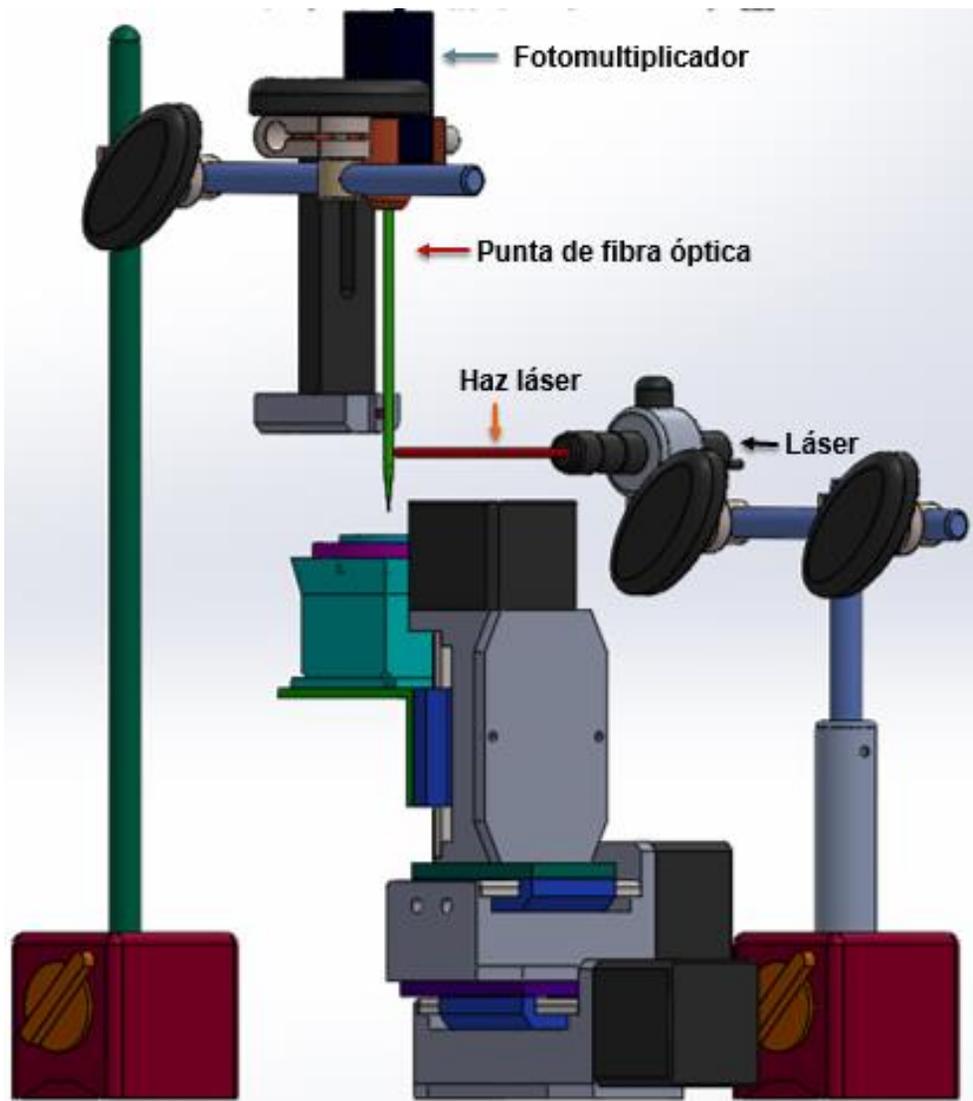


Figura 23. Montaje para incidencia de haz laser en sonda.

Una vez que se realiza la incidencia del haz láser sobre la punta de fibra óptica del sistema, se coloca el fotodiodo junto con su electrónica en una base magnética en el lado contrario en el cual está colocado el láser, para poder generar el patrón de difracción y que este sea detectado de forma correcta (Fig. 24). Dependiendo de qué tan alejado se encuentre el detector del láser, será el tamaño del patrón de difracción, entre más alejado se encuentre este será más grande, pero la detección tendrá una menor resolución, en caso de que el detector se encuentre muy cercano a la incidencia del haz con la fibra, el patrón será de un tamaño pequeño, con lo cual puede ocasionar que se detecte el doble o el triple de la frecuencia a la cual realmente se encuentra vibrando la sonda. La distancia que se utiliza para colocar el detector se encuentra entre los 40 y 60 cm después de que el haz hace incidencia con la punta de fibra óptica, con la condición de que el haz láser se encuentre focalizado sobre la sonda.

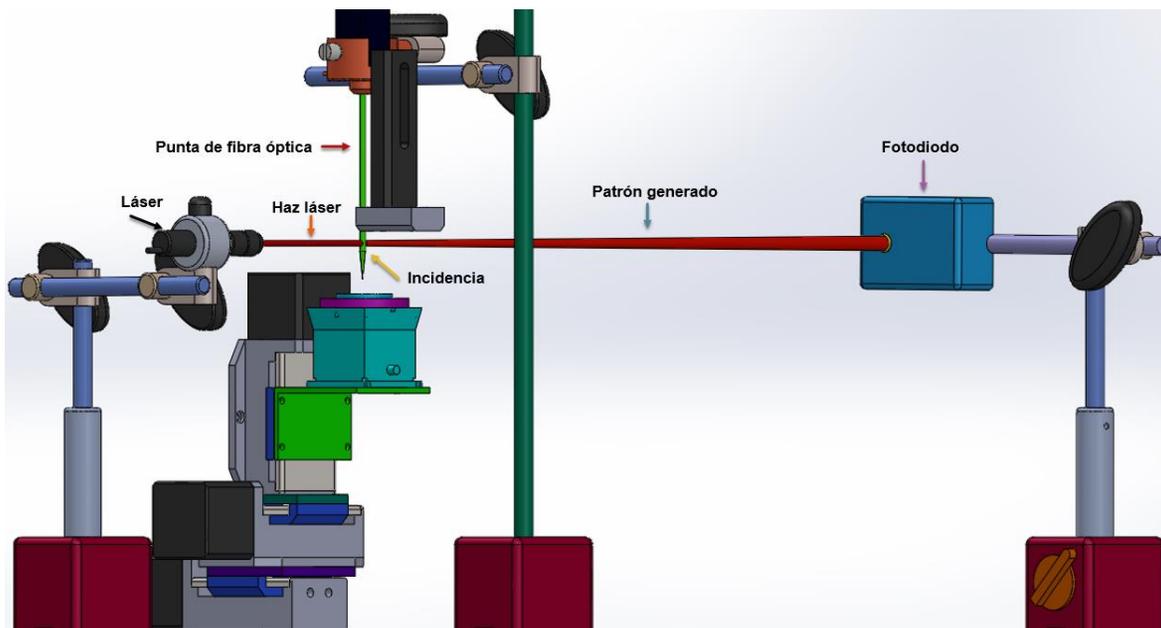


Figura 24. Colocación de fotodiodo e incidencia de haz sobre sonda.

Con este arreglo óptico que se presenta, el sistema ya puede trabajar como un microscopio de fuerza atómica, donde la punta de fibra óptica actuaría bajo la misma función de los cantilevers, solo que el sistema tendría una resolución menor ya que el diámetro de la punta es mayor al que se puede encontrar en los cantilevers comerciales.

Si la sonda se coloca a una separación muy grande con respecto a la muestra, el tiempo de escaneo y caracterización de la morfología de la muestra se bastante largo, por lo que es importante que esta se coloque a unas cuantas micras, lo cual se logra colocando una cámara CCD (Fig. 25), con una lente telecéntrica a la cual se le colocan objetivos de microscopio, para realizar la amplificación de la imagen adquirida, la distancia a la cual se coloca la cámara debe ser pequeña para poder realizar el enfoque la punta de fibra óptica y la muestra, una vez que se ha realizado la focalización, mediante el uso de la mesa de desplazamiento micrométrico del eje coordenado Z , se realiza el acercamiento de forma que la separación sea menor, esto se realiza mediante el software desarrollado que se verá en el siguiente Capítulo.

Ya que la cámara CCD no cuenta con iluminación propia, es necesario el uso de una lámpara, la cual ilumine la muestra y la punta, por lo cual la lente telecéntrica tiene un conector para fibra óptica, la cual se encargue de guiar la luz de una lámpara, esta se desarrolla a base de leds de alta luminosidad.

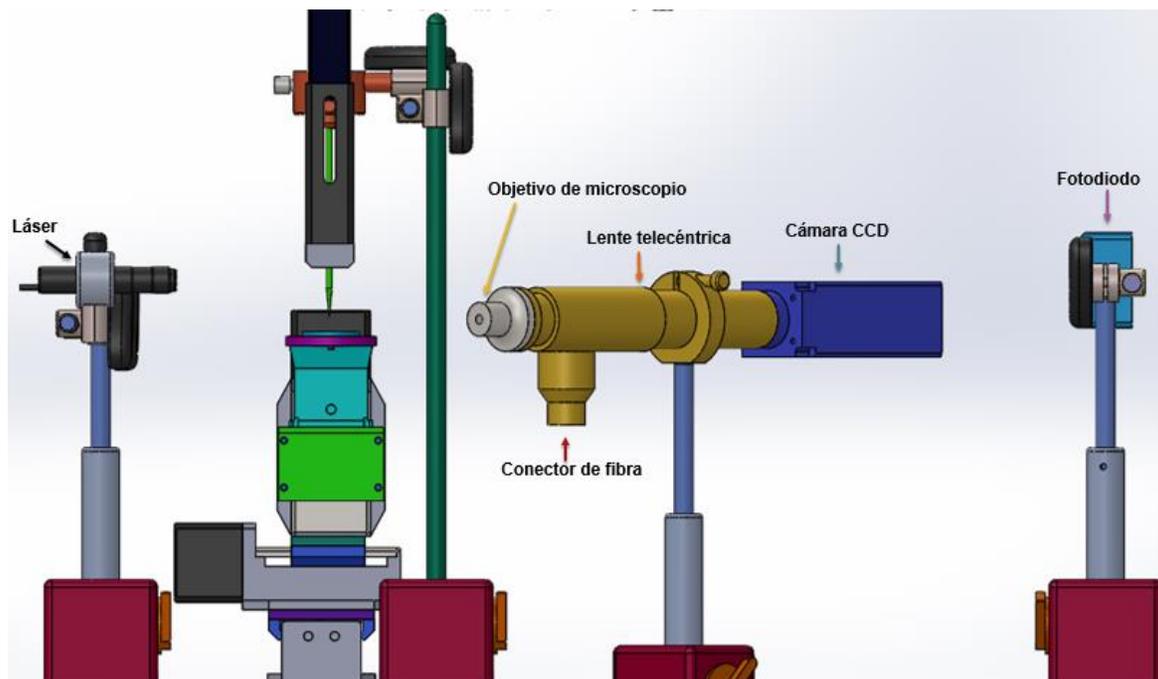


Figura 25. Sistema de microscopia con cámara CCD montada.

En la figura 26 se observa el acercamiento de la sonda y la muestra, la imagen fue tomada mediante la cámara CCD y el instrumento virtual desarrollado con el

software LabVIEW, el reflejo de la punta de fibra óptica es generado por la cara pulida de la muestra de silicio que se colocó en el microscopio de campo cercano desarrollado.

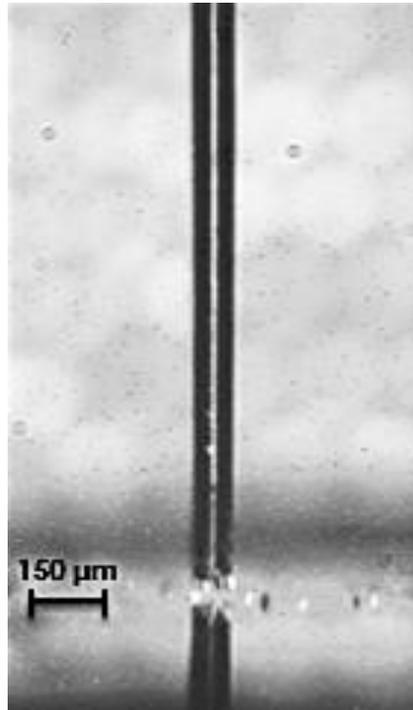


Figura 26. Captura del acercamiento de la sonda y la muestra.

Una vez que este sistema se implementó (Fig. 27), se procedió al desarrollo del arreglo óptico para la iluminación de la muestra, ya que esta debe de tener polarización y modulación con la cual puede filtrarse de haces de luz no provenientes de la muestra provocando datos erróneos.

Para que el haz laser con que se ilumina la muestra sea polarizado, es necesario colocar a la salida de este un polarizador y para agregar la modulación se hace uso de del retardador mecánico (Chopper) en cuanto se requiere medir solo reflectancia, cuando se desea medir reflectancia diferencial (RD) se requiere el uso de un modulador fotoelástico (PEM), ya que con él se puede medir la diferencia entre las polarizaciones “S” y “P”.

Por lo cual se plantea realizar un arreglo óptico, en el que se incluya el retardador mecánico y el modulador fotoelástico, lo que permita realizar mediciones de RD y reflectancia sin realizar cambios significativos en el arreglo.

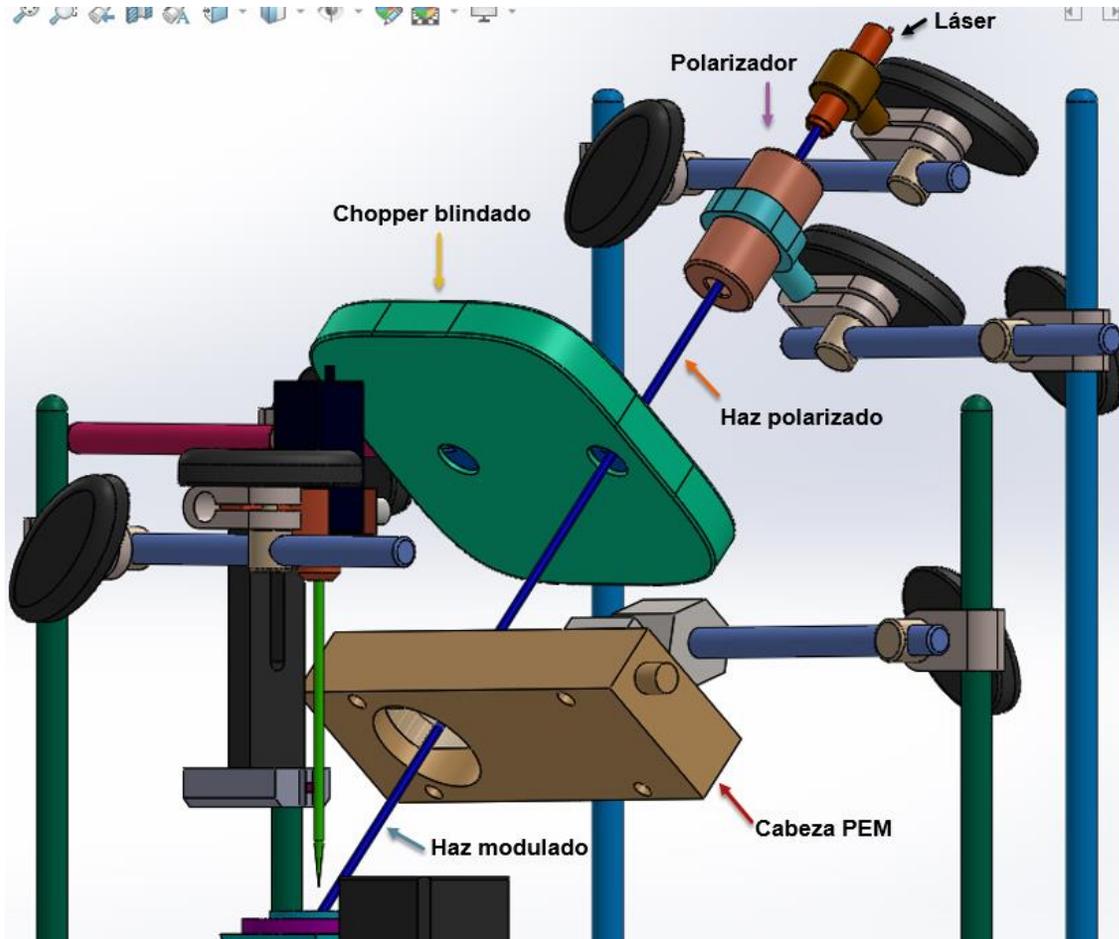


Figura 27. Arreglo óptico para polarización y modulación de haz laser e iluminación de muestra.

Para que el sistema funcione de forma correcta es necesario colocar la sonda en el vértice del ángulo que se forma entre el haz incidente y el haz reflejado como se muestra en la figura 28, si la fibra se coloca muy fuera de este ángulo la señal adquirida tendrá componentes de reflejos del haz con lo cual la caracterización será ruidosa y si los detalles de la morfología son demasiado pequeños, estos no se apreciarán, en caso de que la sonda sea colocada en la periferia del ángulo generado por los haces, la reflectancia será muy pequeña por lo que el nivel de amplificación de la señal de salida del fotomultiplicador deberá ser muy grande y se deberá tener cuidado con no llegar a saturar la entrada del amplificador Lock-IN, cuando la fibra se coloca muy cerca del ángulo o en este se obtiene una buena señal de reflectancia y los pequeños detalles de la morfología son mucho más notables en la caracterización de la muestra.

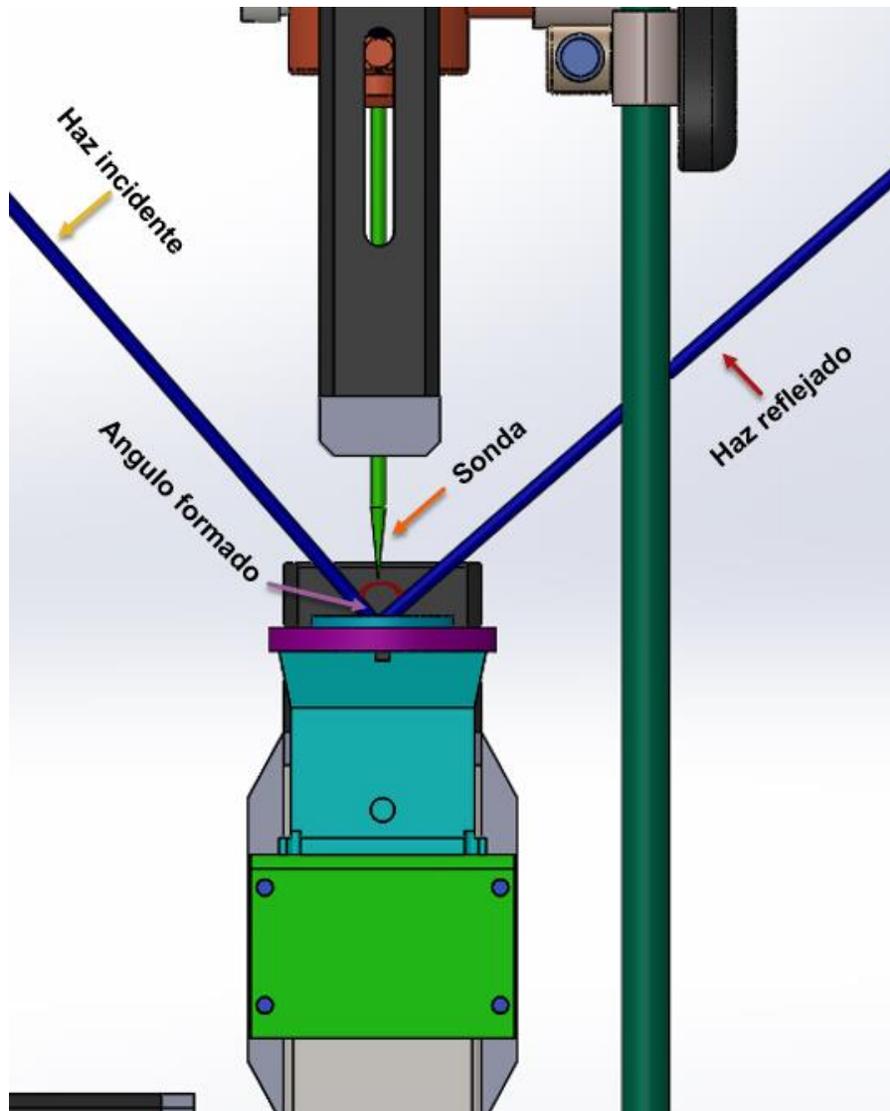


Figura 28. Colocación de sonda en ángulo formado entre haz incidente y haz reflejado.

Mediante el uso de la cámara CCD implementada en el arreglo óptico desarrollado del microscopio de barrido de campo cercano, se puede realizar la colocación de la sonda en el vértice del ángulo formado entre los haces incidente y reflejado, ya que se puede observar el punto donde incide el haz laser sobre la muestra, ya que en este se encuentra una mayor intensidad de la luminosidad, esto se puede observar en la figura 29, en donde se realiza la colocación de la sonda y se puede observar la transmisión de los fotones provenientes de la muestra hacia la punta de fibra óptica. En la parte inferior de la imagen se observa el reflejo de la sonda, ya que la muestra es una oblea de silicio con su cara pulida.

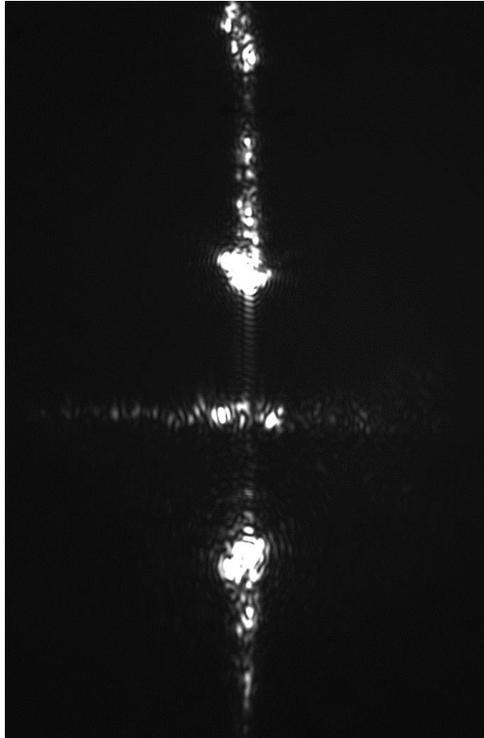


Figura 29. Transmisión de fotones provenientes de la muestra hacia la sonda.

En las figuras 30 y 31, se puede observar el arreglo experimental completo del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano.

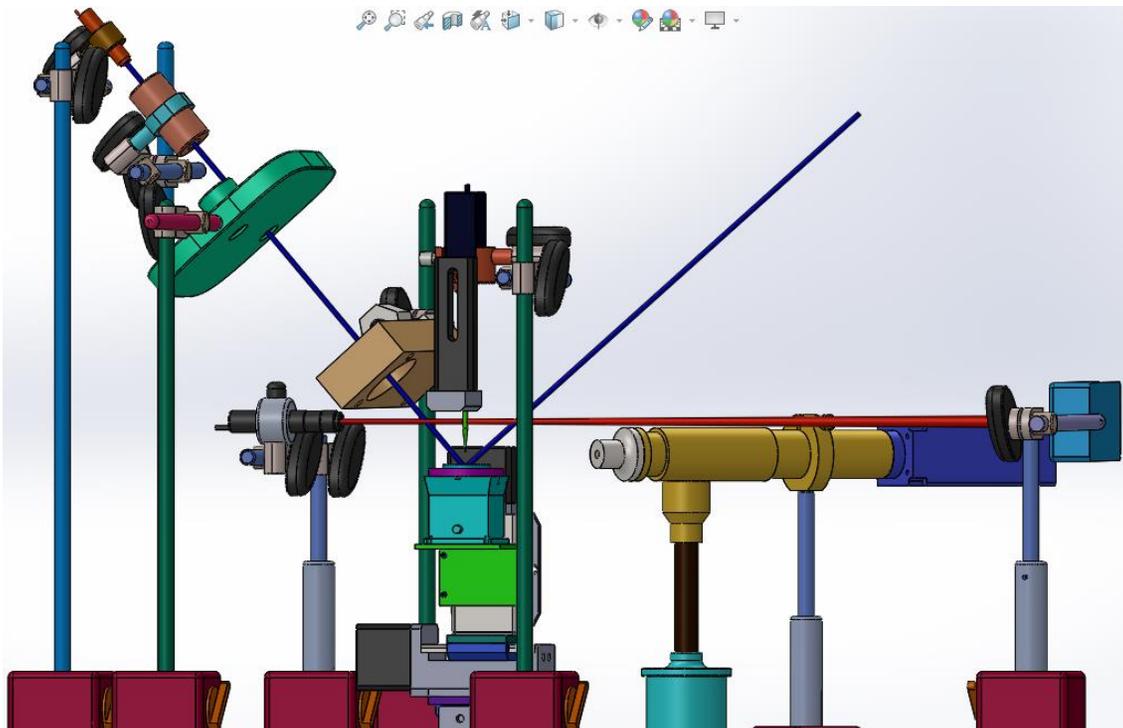


Figura 30. Arreglo experimental del microscopio de barrido desarrollado.

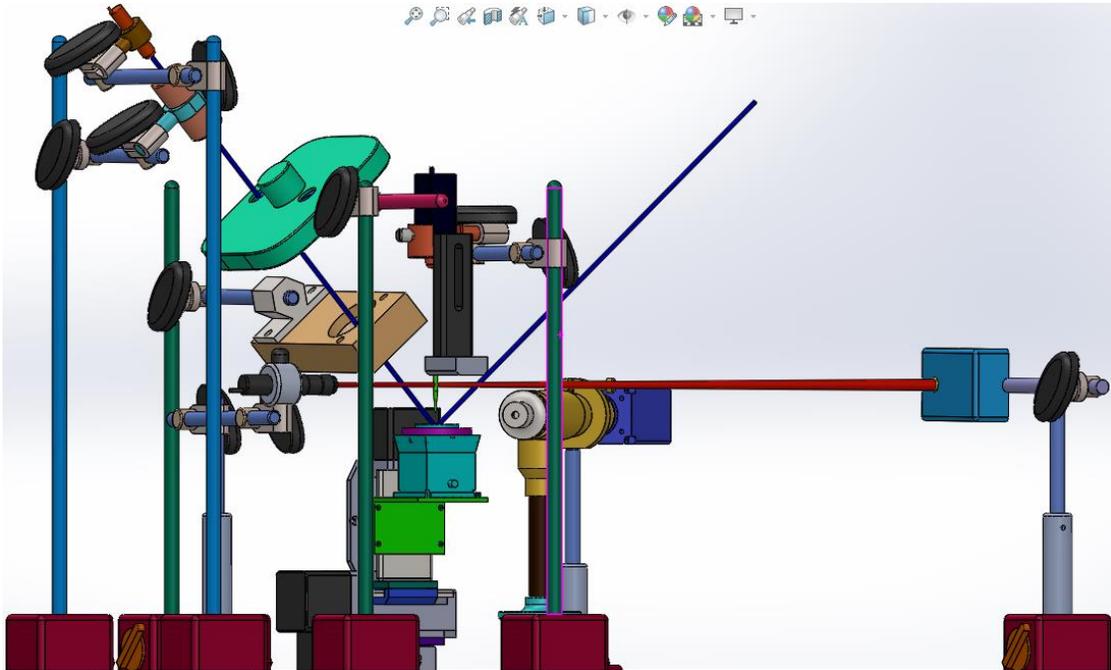


Figura 31. Arreglo experimental del microscopio de barrido desarrollado, vista lateral.

Ya que el láser se encuentra polarizado las mediciones de reflectancia diferencial que se realizan, son la diferencia de la polarización “S” y “P”, donde cada una de ellas tienen su propio coeficiente de reflectividad, el cual depende del índice de refracción del material sobre el cual incide el haz laser y además del ángulo al cual lo hace como se puede observar en la figura 32.

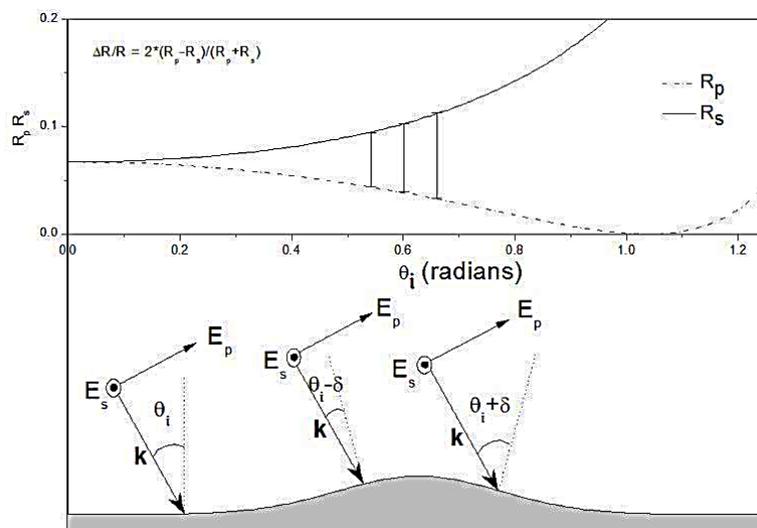


Figura 32. Dependencia de la reflectancia del índice de refracción y del ángulo de incidencia.

Por lo que verificar esto se realizó la medición de reflectancia de la muestra, teniendo el amplificador Lock-IN referenciado con el chopper, encendiendo y apagando el modulador fotoelástico de forma que en el mismo punto se obtuvieran los valores de reflectancia y la diferencia de esta entre la polarización “S” y “P”, de esto se muestran los resultados obtenidos en la figura 33, en la cual se puede apreciar claramente que los dos tipos de línea son muy parecidos y que principalmente lo que cambia es su amplitud, esto se pudo observar físicamente en el amplificador, por lo cual se midió con una escala de resolución mayor.

Con este experimento se comprobó que la reflectancia diferencial es la diferencia de la reflectancia entre la polarización “S” y “P”, con dependencia del índice de refracción de la muestra y del ángulo al cual incide el haz laser, el cual va cambiando según la morfología que se encuentre presente en la muestra.

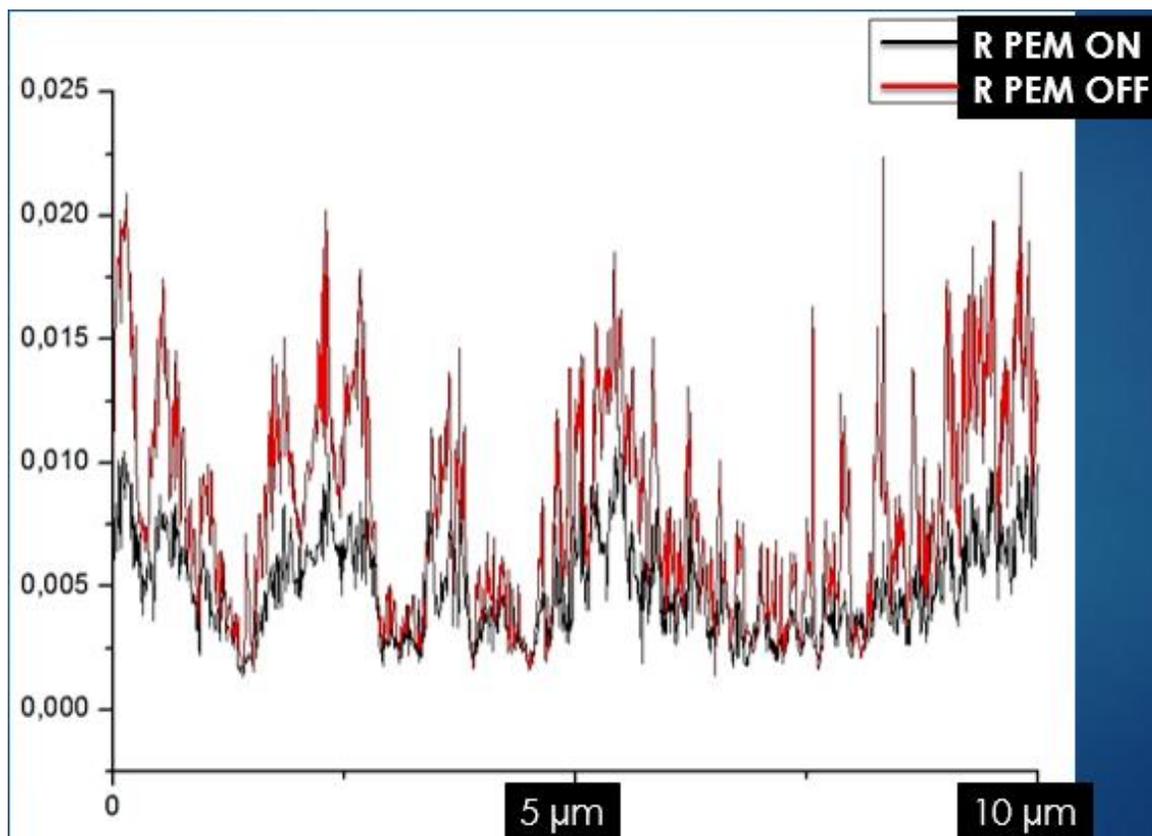


Figura 33. Resultado de experimento de reflectancia con modulador fotoelástico encendido y apagado.

Por lo que la reflectancia diferencial es una derivada de la reflectancia y por lo tanto con la primera se puede realizar una reconstrucción de la morfología de la muestra, con una mayor exactitud, ya que esta nos entrega mayor información que solo la reflectancia, además de que en las figuras anteriores se puede observar que las mediciones realizadas con reflectancia diferencial son mejores y más limpias de ruido, cabe mencionar que ninguna de las figuras tridimensionales presentadas han sido suavizadas.

Esto se puede observar en la figura 34, en la cual el grafico de la izquierda es una de las mediciones realizadas a la muestra patrón mediante reflectancia diferencial, y el grafico que se presenta a la derecha es la reconstrucción de la morfología de la muestra patrón mediante la aplicación de métodos matemáticos a los resultados obtenidos del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano.

El mismo procedimiento se aplicó a una rejilla de difracción, de la cual se conoce que también cuenta con una morfología bien definida y con un patrón que es repetitivo (Fig. 35), pero que solo se encuentra recubierta de un solo material en su superficie, en este caso aluminio, por lo que no se tendrá cambio en el índice de refracción como sucede en la muestra patrón SNG-01, donde se encuentra cuarzo y vanadio en la superficie.

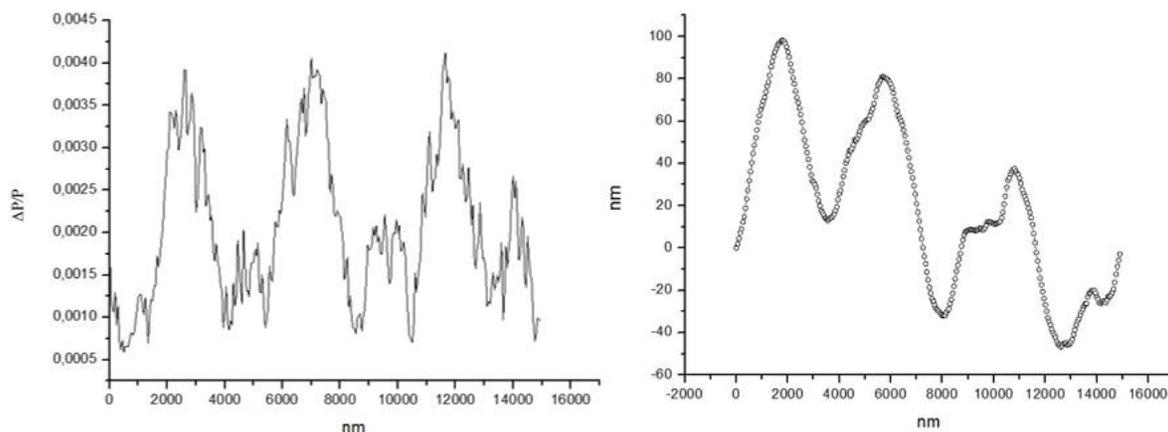


Figura 34. Reconstrucción de la morfología de la muestra patrón a partir de la medición de la reflectancia diferencial.

Al no existir cambios en el índice de refracción del material de la muestra que se está midiendo, los cambios en la reflectancia son muy pequeños, por lo que se pueden perder detalles de la morfología, más sin embargo estos cambios son más notables cuando se mide reflectancia diferencial, por lo que se nos entrega una mayor cantidad de información de la morfología de la muestra de esta forma.

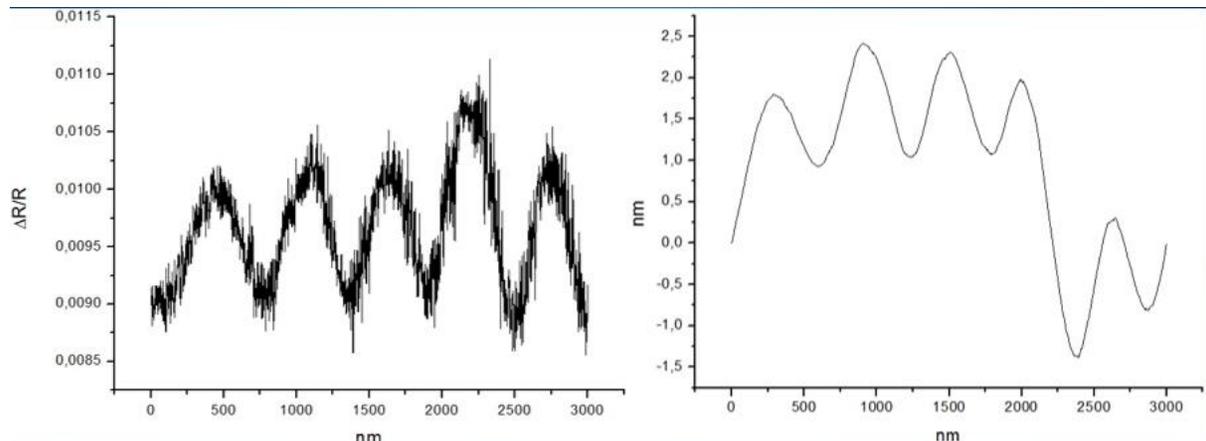


Figura 35. Reconstrucción de la morfología de la rejilla de difracción a partir de la medición de RD.

En la figura 36, se muestra el arreglo experimental físico, del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado.

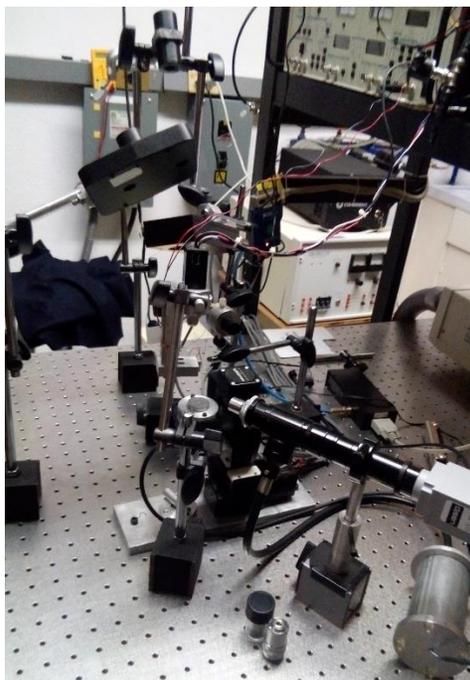


Figura 36. Arreglo experimental del microscopio desarrollado.

## 4. Programas de control en LabVIEW

Cada uno de los sistemas electrónicos que componen el microscopio de barrido de campo cercano (SNOM), cuenta con su propio software de control, desarrollado por su fabricante, el problema se encuentra en que no existe ningún tipo de interconexión entre estos, por lo que no pueden trabajar de forma conjunta, debido a esto existe la necesidad de generar un software de control para todos y cada uno de ellos, puesto que para el desarrollo es importante que todos los sistemas trabajen de forma armónica y que solo un software sea el que los controle, los sistemas que se automatizaron fueron los siguientes:

- ❖ Mesas de movimiento micrométrico XY.
- ❖ Mesa de movimiento micrométrico Z.
- ❖ Amplificador Lock-IN.
- ❖ Multímetro KEITHLEY.
- ❖ Modulador fotoelástico PEM100.
- ❖ Sistema de movimiento nanométrico XYZ.
- ❖ Cámara CCD PixeLINK modelo PL-B957F.
- ❖ Retardador mecánico Stanford Research Systems modelo SR540 Chopper.
- ❖ Piezoeléctrico PI miniature Multilayer Piezo Actuators.

Cada sistema individual cuenta con un conjunto de instrucciones específicas para su control, adquisición de datos y comunicación con la computadora, no es conveniente para el desarrollo, ya que resultaría tedioso y muy tardado el activar cada software de forma manual. Se realizó la lectura de los manuales de estos instrumentos para la generación de sus propios instrumentos virtuales mediante el software de desarrollo LabVIEW, con la finalidad de que el sistema sea modular.

LabVIEW es el acrónimo de banco de trabajo del laboratorio virtual de ingeniería de instrumentación (Laboratory Virtual Instrumentation Engineering Workbench) [29], desarrollado por la empresa National Instruments (NI), lanzando su primera edición en 1986 para el sistema de computadoras Macintosh, el cual es un entorno especializado en informática industrial y científica, este basa su lenguaje de

programación en gráficos (lenguaje G) <sup>[30]</sup>, por lo que permite el desarrollo de programas para la automatización de sistemas, programas informáticos de alta complejidad facilitando la programación y disminuyendo los tiempos de esta, etc., por lo tanto los plazos de desarrollo de nuevos proyectos disminuye.

Este software (Fig. 37) cuenta con una gran cantidad de librerías, dedicadas a distintas funciones tales como:

- Adquisición de datos.
- Instrumentación.
- Análisis matemático.
- Matrices.
- Generación de gráficos.
- Manejo de librerías de enlace dinámico (DLL).
- Control de instrumentos.
- Manejo de sistemas en tiempo real.
- Comunicación (USB, RS 232, Bluetooth, WIFI, etc.).
- Almacenamiento de datos.
- Manejo de video.
- Ciclos de programación.
- Electrónica digital.
- Procesamiento de señales.

Utiliza un modelo de flujo de datos en lugar de líneas secuenciales de código de texto, lo que le permite escribir código funcional utilizando un diseño visual que se asemeja al proceso de pensamiento <sup>[31]</sup>, la programación se hace mediante iconos los cuales representan una tarea específica o un conjunto de ellas, estos se encuentran ligados entre ellos por cables quienes representan el flujo de datos (su color indica el tipo de dato que corre a través de él), es decir aparentan un poco a la forma en que funciona una tarjeta electrónica con sus componentes y circuitos integrados. Ya que cuenta con una arquitectura abierta permite la integración de cualquier dispositivo de hardware, sin importar su fabricante y de esta forma poder desarrollar cualquier enfoque de software. <sup>[32]</sup>

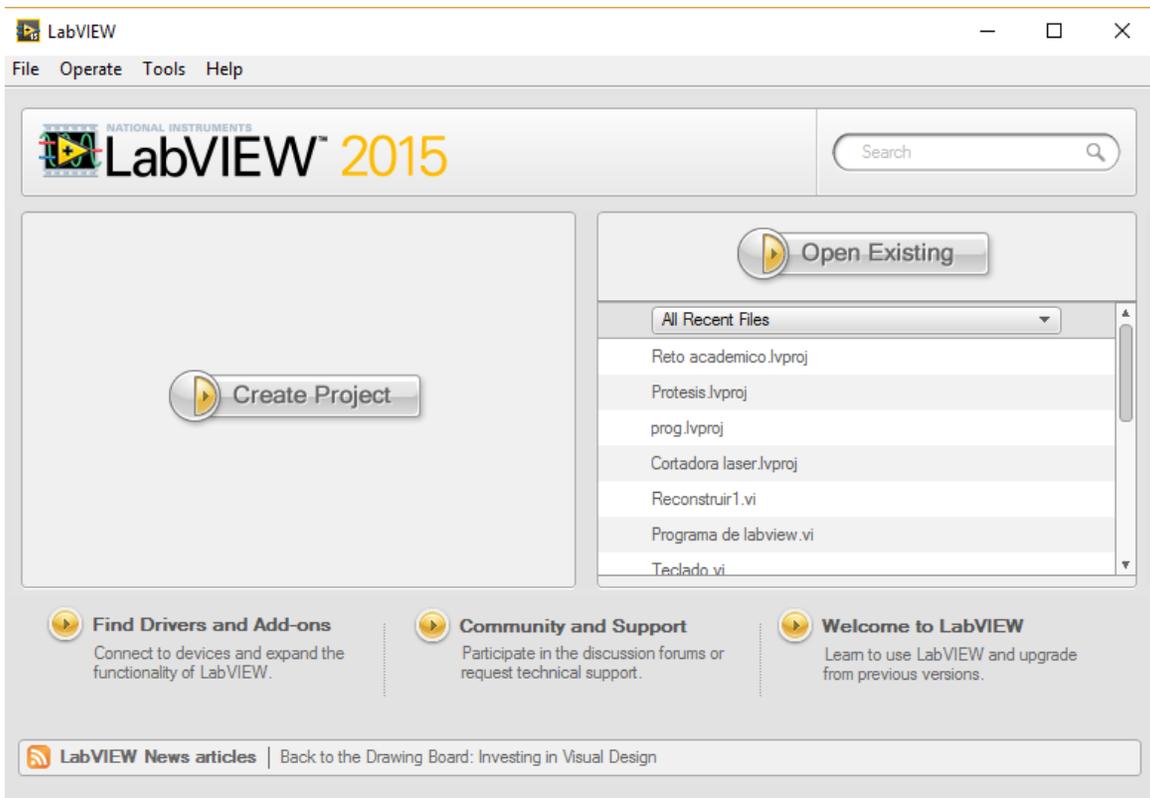


Figura 37. Ventana de inicio del software LabVIEW 2015.

Con las características antes mencionadas el software de programación LabVIEW, es la mejor opción para el desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano, ya que como se mencionó anteriormente se necesitan diversos equipos y sistemas electrónicos que deben de estar gobernados por un solo software, sin necesidad de estar interactuando con distintos programas cada vez que se requiera realizar la medición de cada uno de los puntos que conforman la muestra, ya que si esto tuviera que ser así el tiempo de caracterización sería demasiado largo y la persona operando el sistema pasaría demasiadas horas frente a la computadora de control.

Mediante el software LabVIEW se generan instrumentos virtuales también llamados VI's, los cuales son el resultado de la programación realizada, estos cuentan con dos ventanas, la primera de ellas es el panel frontal (Fig. 38), en el cual se encuentran los botones, indicadores y controles de acceso de información del usuario hacia el programa, en el solo se muestra información de lo que sucede en la ejecución del instrumento virtual.

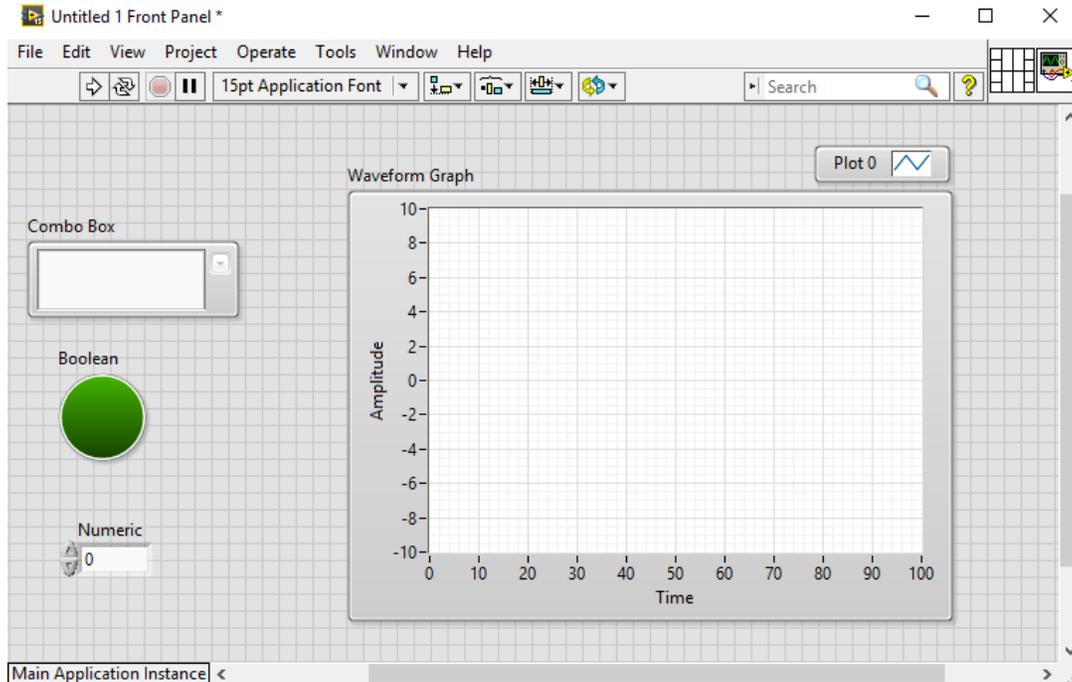


Figura 38. Panel frontal de instrumento virtual.

El panel frontal cuenta con un icono del VI (Fig. 39), el cual se puede editar para que este contenga una imagen o frase, que represente lo que realiza, además es útil cuando se requiere que este se convierta en un subprograma, ya que este icono se presentara como uno de los iconos de funciones existente en LabVIEW, este se encuentra localizado en la esquina superior derecha del panel frontal.

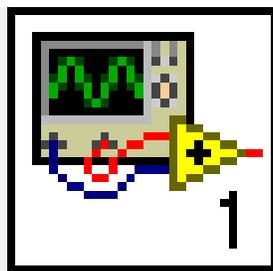


Figura 39. Icono del instrumento virtual.

Ya que se cuenta con un icono del instrumento virtual, para este poder ser usado como subprograma, también se necesitan realizar las conexiones pertinentes de entradas y salidas de datos que dará el software, por lo que a la izquierda del icono se encuentra localizado el panel de conexiones que tendrá el VI para ser usado como subprograma, este se observa en la figura 40.

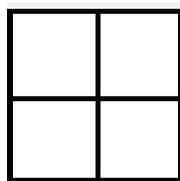


Figura 40. Panel de conexiones del icono del VI.

Una vez que estos son editados como en el ejemplo de la figura 41, el instrumento virtual ya puede ser usado como un subprograma dentro de otro, con la finalidad de que este lleve a cabo una tarea específica, por lo que este es colocado en el diagrama de bloques y tendrá la forma de un icono perteneciente a LabVIEW como se muestra en la figura 42.

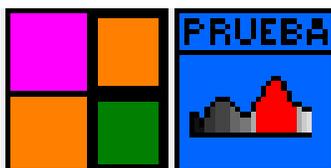


Figura 41. Panel de conexiones e icono del VI editados.



Figura 42. Icono del instrumento virtual utilizado como subprograma.

La segunda ventana perteneciente al VI, es el diagrama de bloques (Fig. 43), en el cual se colocaran los bloques o iconos de funciones encargados de realizar una acción específica como: sumar dos números que el usuario introduce, establecer la configuración para la comunicación serial, generar una señal cuadrada, realizar el filtrado de una señal de audio, etcétera. En este se llevan a cabo las conexiones de los bloques de funciones y es la parte más importante del instrumento virtual, ya que aquí se desarrolla la programación de lo que realizara, que como ya se mencionó anteriormente, el proceso es como el de una tarjeta electrónica en cuanto al flujo de datos, además de que permite realizar la corrección de errores de programación (cables de datos no conectados, incompatibilidad del tipo de datos conectados, etc.) y la revisión del mismo ejecutándose paso a paso, para ajustes de tiempos, verificación del correcto funcionamiento del sistema desarrollado, entre

otros. Generalmente cuando se trata de un desarrollo comercial el diagrama de bloques no se deja visible para el usuario, ya que este podría realizar modificaciones que afecte el funcionamiento del VI, por lo que solo se da acceso al panel frontal.

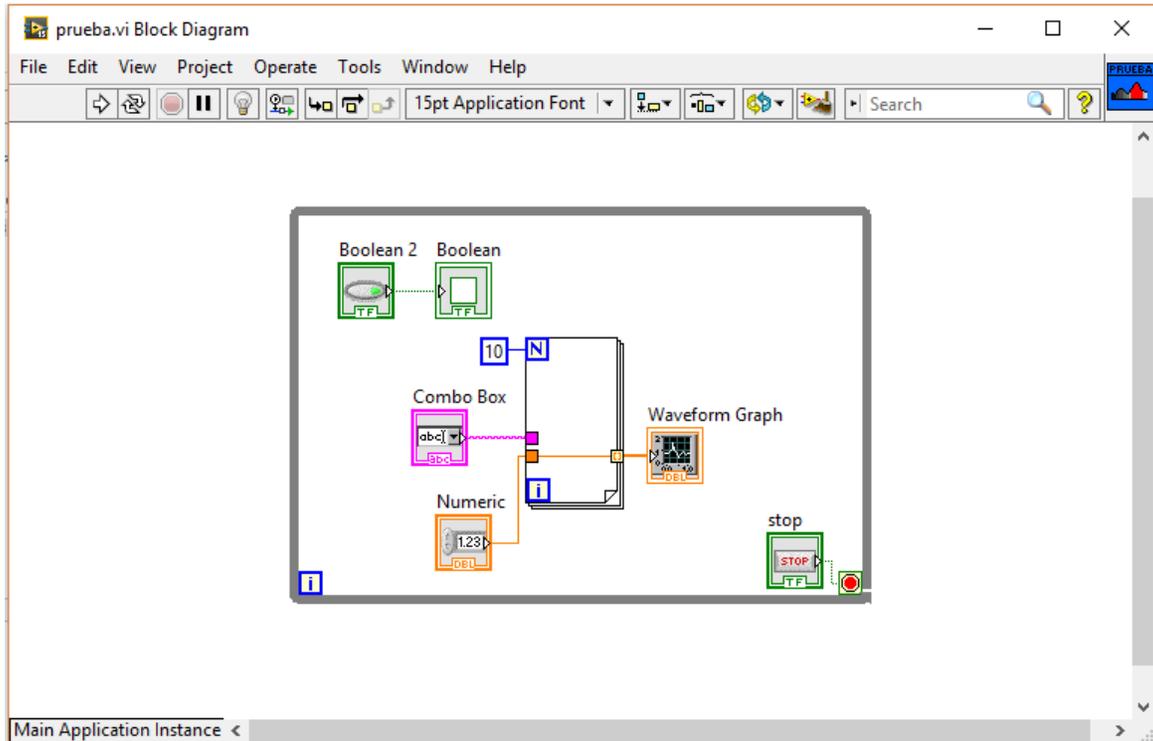


Figura 43. Diagrama de bloques del instrumento virtual.

Ya que LabVIEW es una herramienta multifuncional, en la programación de sistemas automatizados, que permite la generación de subprogramas de forma sencilla, se realiza la automatización de cada uno de los instrumentos antes mencionados de forma individual, para que cada uno pueda ser manejado por separado en caso de así requerirse, además se generaron instrumentos virtuales para ser integrados en un solo software, el cual controle todos los sistemas de forma armónica, sin la necesidad de estar realizando cambios en esta cada que un punto es medido.

Los siguientes subtemas tratan de cada uno de los sistemas que se involucran en el desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano, la programación generada y su funcionamiento.

## 4.1 Mesas de movimiento micrométrico XY

Para realizar el posicionamiento de las muestras que se van a medir es necesario contar con un sistema de movimiento mecánico, el cual se pueda controlar mediante el software de control del desarrollo y de esta forma poder dirigir el desplazamiento de este sistema. Por tal motivo se realizó la automatización de las mesas de movimiento micrométrico XY, de la marca Newmark systems, inc modelo MS-1-24, con control de movimiento inteligente, de las cuales a continuación se muestra su ficha técnica (Tabla 1).

Travel Range	Travel Range 25 mm (1 inch),
Resolution	0.7 $\mu\text{m}$ (1.0583 mm pitch leadscrew)
Accuracy	50 $\mu\text{m}$
Repeatability	0.1 mm
Encoder	Optical rotary encoder mounted to rear of motor, 4000 CPR with Index (Optional)
Max. Speed	8 mm/sec (0.31 in/sec)
Maximum Load	2.2 kg (5 lb.)
Stage Weight	0.58 kg (1.3 lb.)
Material	Aluminum Alloy Construction
Finish	Black Anodize

Tabla 1. Especificaciones técnicas de las mesas de movimiento. [33]

Este tipo de actuadores lineales son modulares, es decir que cada mesa es un elemento autónomo del sistema, lo que permite incrementar los grados de libertad del mismo, por lo tanto se puede realizar un escaneo de la muestra a medir en los ejes coordenados XY, realizando el montaje mecánico mostrado en la figura 44.

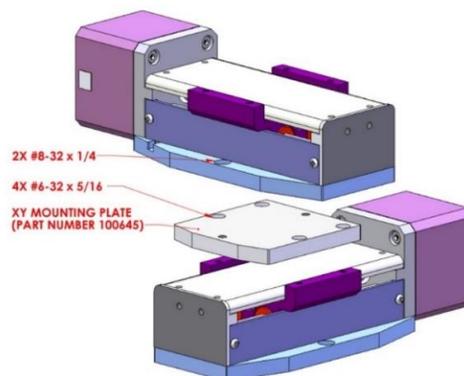


Figura 44. Montaje mecánico de mesas de movimiento XY. [34]

El movimiento de las mesas, se realiza mediante motores a pasos, los cuales hacen que sean más exactas en su movimiento. Para el control de este tipo de motores, es necesaria la implementación de un circuito de control llamado puente H, en este caso no es necesario armar el circuito, ya que se cuenta con el controlador para este tipo de actuadores lineales, el cual es el NSC-G de la misma marca y se puede observar en la figura 45.



Figura 45. Controlador NSC-G de Newmark Systems,inc.

Este controlador cuenta con una interfaz de comunicación RS-232, como este puerto de comunicaciones, ya no está disponible en las computadoras actuales, se tuvo que colocar un adaptador de USB a serial, del cual se hablará en el apartado siguiente. Este tiene la capacidad de manejar dos mesas de movimiento de forma simultánea o por separado, solo se tienen que enviar comandos alfanuméricos al controlador, mediante algún software de comunicación serial como GalilTools (recomendado por Newmark Systems), tiene la capacidad de leer código de C++, por lo que pueden programarse rutinas de movimiento, automáticas o semiautomáticas según se requiera, en la figura 46 se muestra una impresión de pantalla del software.

Ya que el desarrollo del sistema de microscopía de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, requiere de varios instrumentos con diversas características de programación, no es posible realizarse con el software GalilTools, por lo que las mesas de movimiento XY se automatizaron mediante LabVIEW, ya que este es compatible con todos los instrumentos que se utilizarán. En una primera instancia se desarrolló el programa para el control individual de estos actuadores, ya que este sirve de base, para después convertirse en un subprograma y así controlarlos de forma individual o en conjunto con el sistema desarrollado.

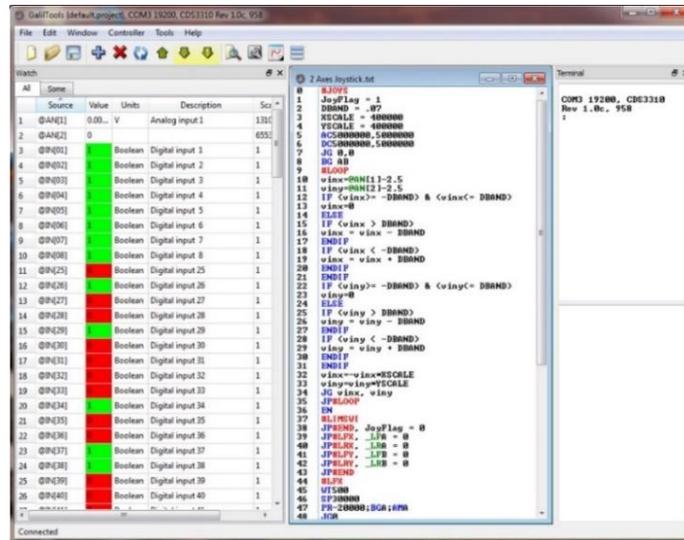


Figura 46. Impresión de pantalla de GalilTools. [35]

El software que se desarrolló lleva el nombre de “Movimiento micrométrico XY”, el cual consta de dos partes principales, una de ellas es el panel frontal en el cual se encuentran los botones de activación del movimiento de los actuadores, una casilla para cada grado de libertad, en la cual se coloca la distancia de desplazamiento deseado por el usuario, un botón de paro y los indicadores de error, este se muestra a continuación en la figura 47.

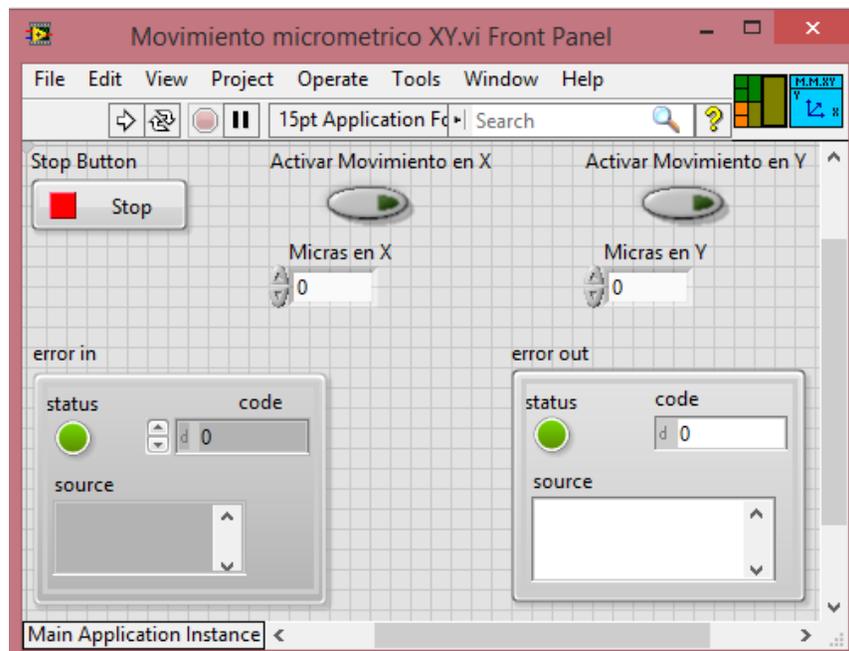


Figura 47. Panel frontal desarrollado para el control de las mesas de movimiento XY.

Dentro de las casillas se coloca la cantidad de micras en el eje X o Y, se tienen que tomar en cuenta los siguientes aspectos:

- El desplazamiento de las mesas de movimiento es absoluto, es decir si se coloca el valor de 10 en la casilla de micras en X, esta se desplazará 10  $\mu\text{m}$  a partir del punto en que se encontraba.
- Si se coloca un número positivo, el desplazamiento se llevara hacia adelante.
- Si se coloca un número negativo, el desplazamiento se realizara hacia atrás.
- No se debe de exceder la distancia recorrida total de 25000  $\mu\text{m}$ , ya que esto causara que se dañe el mecanismo.
- Si el controlador NSC-G no se encuentra encendido o su cable de comunicación no está conectado a la computadora, el software no iniciara y enviara un mensaje de error.
- Se cuenta con un botón de stop para detener la ejecución del programa y así evitar que por error el mecanismo se desplace causando daños a la fibra o la muestra que se está midiendo.

El complemento de este software desarrollado es el diagrama de bloques (Fig. 48), en el cual se desenvuelven los parámetros de comunicación entre el usuario y el sistema control de las mesas de movimiento XY.

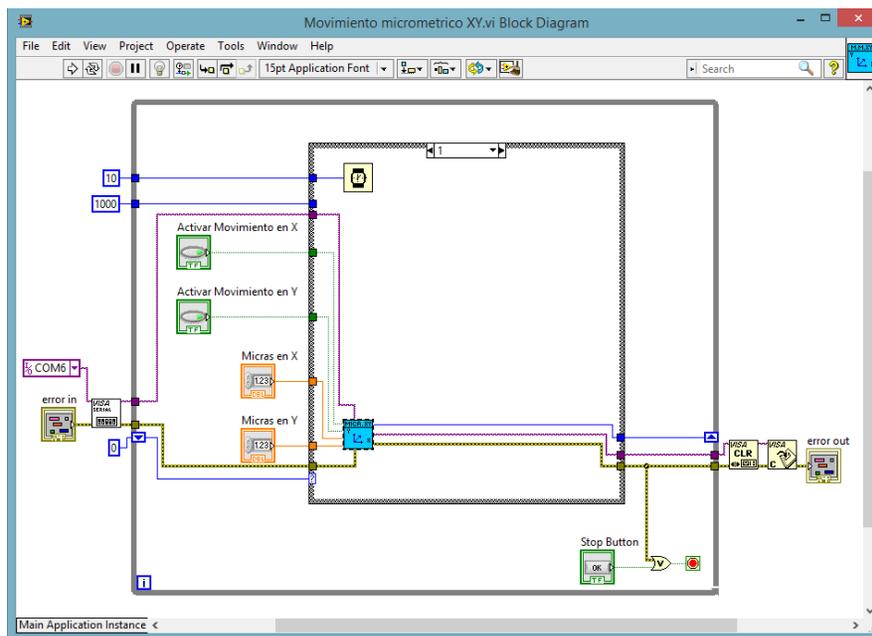


Figura 48. Diagrama de bloques de movimiento micrométrico XY.

En el diagrama de bloques se encuentra la siguiente instrucción de inicialización del controlador “AA UU47244.0945,47244.0945;AA VL7,7;”, donde:

- AA, comando para que todos los ejes realicen la siguiente acción que se encuentre dentro de la instrucción.
- UU, conversión de las unidades multiplicando por un valor constante especificado en el parámetro.
- VL, velocidad máxima especificada para uno o más ejes de desplazamiento, la cual está dada en pasos por segundo.

Una vez realizada la inicialización del controlador, se puede activar el movimiento de las mesas, solo es necesario colocar en la casilla correspondiente al eje de desplazamiento la cantidad de micras a recorrer, y dar clic en el botón “activar movimiento en X o activar movimiento en Y”, según corresponda, para lo cual se implementó el código mostrado en la figura 49, el cual se encuentra dentro del caso 1.

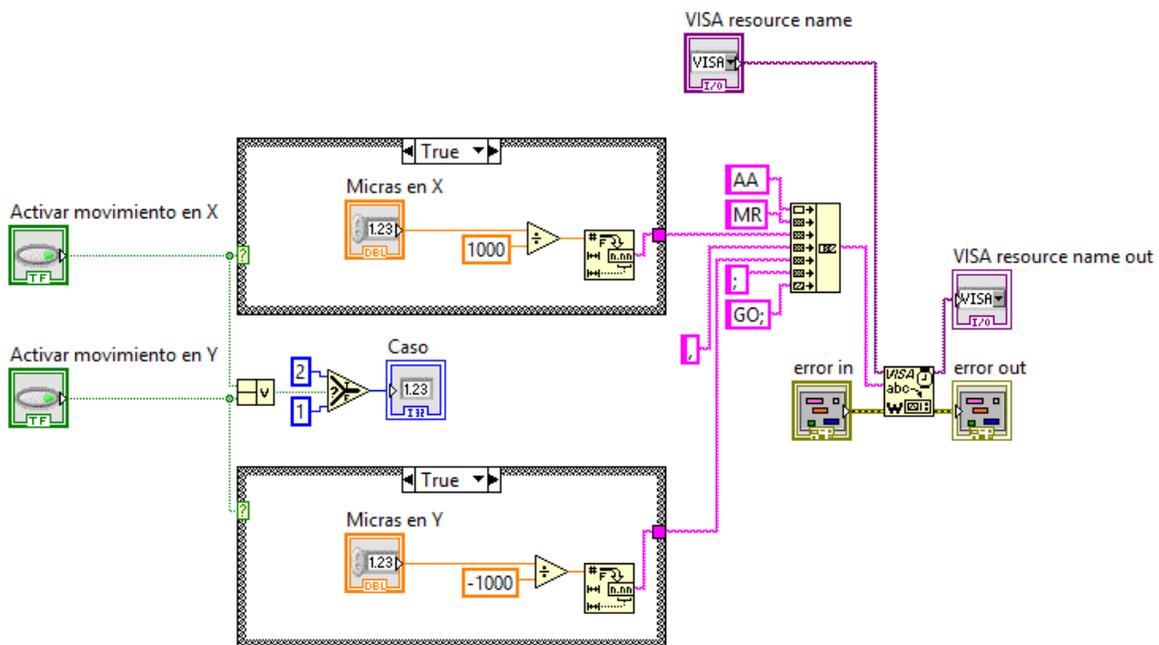


Figura 49. Código para la distancia de desplazamiento.

Con este código se genera la siguiente palabra de control “AA MR (micras X), (micras Y); GO;”, en donde:

- MR, realizar movimiento relativo.
- GO, inicia el movimiento de los actuadores de los ejes seleccionados.
- (micras X), cantidad de micras a desplazarse en el eje X.
- (micras Y), cantidad de micras a desplazarse en el eje Y.

Como parte final del código se agrega un retardo de tiempo de un segundo, con la finalidad de que el desplazamiento de las mesas se lleve a cabo por completo, pues si se llega a presionar nuevamente el botón de activación de alguno de los movimientos, no se recorrerá por completo la primer distancia establecida, sino más bien esta se cortara y comenzara un nuevo recorrido. Este parámetro puede modificarse teniendo en cuenta que los movimientos a realizarse no se llevaran a través de grandes distancias, de forma que la activación del recorrido de las mesas sea de forma continua.

Con este software que se desarrolló llamado “Movimiento micrométrico XY”, se puede controlar de forma individual el sistema de las mesas de desplazamiento de los ejes X o Y

## 4.2 Mesa de movimiento micrométrico en el eje Z

Mediante las mesas de movimiento micrométrico XY se puede realizar un escaneo de la muestra, pero también es necesario realizar un acercamiento de la punta de fibra óptica a la muestra hasta unas pocas micras sin que estas entren en contacto, esto debe de realizarse de forma sistemática ya que manualmente sería demasiado tardado y podría romperse la punta, puesto que su diámetro es un poco mayor a los 100 nanómetros. La mesa de movimiento micrométrico del eje Z es el modelo MS-1-24 de la marca Newmark Systems, inc, la cual cuenta con las especificaciones mostradas en la tabla 2.

Travel Range	Travel Range 25 mm (1 inch),
Resolution	0.7 $\mu\text{m}$ (1.0583 mm pitch leadscrew)
Accuracy	50 $\mu\text{m}$
Repeatability	0.1 mm
Encoder	Optical rotary encoder mounted to rear of motor, 4000 CPR with Index (Optional)
Max. Speed	8 mm/sec (0.31 in/sec)
Maximum Load	2.2 kg (5 lb.)
Stage Weight	0.58 kg (1.3 lb.)
Material	Aluminum Alloy Construction
Finish	Black Anodize

Tabla 2. Especificaciones técnicas de las mesas de movimiento. [36]

Ya que esta mesa de movimiento micrométrico se adquirió unos meses después, que los actuadores lineales XY, el tipo de controlador es diferente y en este caso se cuenta con el modelo NSC-1S, con el cual solo puede controlar un grado de libertad, este controlador se muestra en la Fig. 50.



Figura 50. Controlador NSC-1S.

Este controlador se comunica a través de la computadora mediante el puerto RS232, por lo que es necesario el uso de un cable convertidor de RS232 a USB, que es el formato de comunicación más usado en la actualidad y sobre el cual se siguen realizando actualizaciones, en cuanto a velocidad mas no en su forma de control existiendo retrocompatibilidad. Las instrucciones para su manipulación son diferentes a las usadas en el modelo NSC-G, por lo cual fue necesario desarrollar un nuevo instrumento virtual la realización, las instrucciones correspondientes a este controlador se muestran a continuación en la tabla 3.

MAC=40	Establecimiento de la desaceleración al 40%.
MRC=30	Establecer aceleración del recorrido al 30%.
ACCL=5000	Establecer aceleración a 5000 micras.
MOVR 9000	Realizar movimiento absoluto de 9000 micras.
HOLD 1	Detener el programa mientras la velocidad cambia por completo
HOLD 2	Detener la ejecución del programa hasta que el movimiento sea completado.
VI=10000	Establecer velocidad inicial a 10000 micras por segundo.
VM=15000	Establecer la velocidad máxima del movimiento a 15000 micras por segundo.
DELAY 1000	Retardar la ejecución de la siguiente instrucción 1 segundo.

Tabla 3. Set de instrucciones del controlador NSC-G. [37]

Se desarrolló un nuevo instrumento virtual en el software LabVIEW, nombrado “Movimiento micrométrico Z”, mediante el cual ya no es necesario ir introduciendo cada una de las instrucciones mostradas en la tabla 3, para que el controlador se active, solo es suficiente que en el panel frontal (Fig. 51), se introduzca la cantidad de micras que se requieren desplazar para acercar o alejar la muestra de la punta de fibra óptica y dar clic en el botón de activar movimiento.

Para acercar la muestra a la punta es necesario introducir números positivos, mientras que para retirarla se introducen valores negativos en el control numérico denominado “micras en Z”. El tiempo de espera entre un movimiento y el siguiente es de un segundo con la finalidad de que el sistema lleve a cabo por completo el

desplazamiento indicado, ya que de no ser así el recorrido podría ser menor al indicado, y por lo tanto causar que el escaneo de la muestra sea incorrecto.

Como ya se había mencionado anteriormente el controlador NSC-1S, se comunica mediante el puerto serial de la computadora, por lo que en el diagrama de bloques (Fig. 52), se puede observar el uso de los módulos de instrumentos virtuales de arquitectura de software serial (VISA Serial). Mediante los cuales se establece la configuración, comunicación, envío y recepción de datos entre la computadora y el controlador de la mesa de movimiento micrométrico, por lo que es necesario identificar el puerto de comunicaciones, al cual se ha conectado este último.

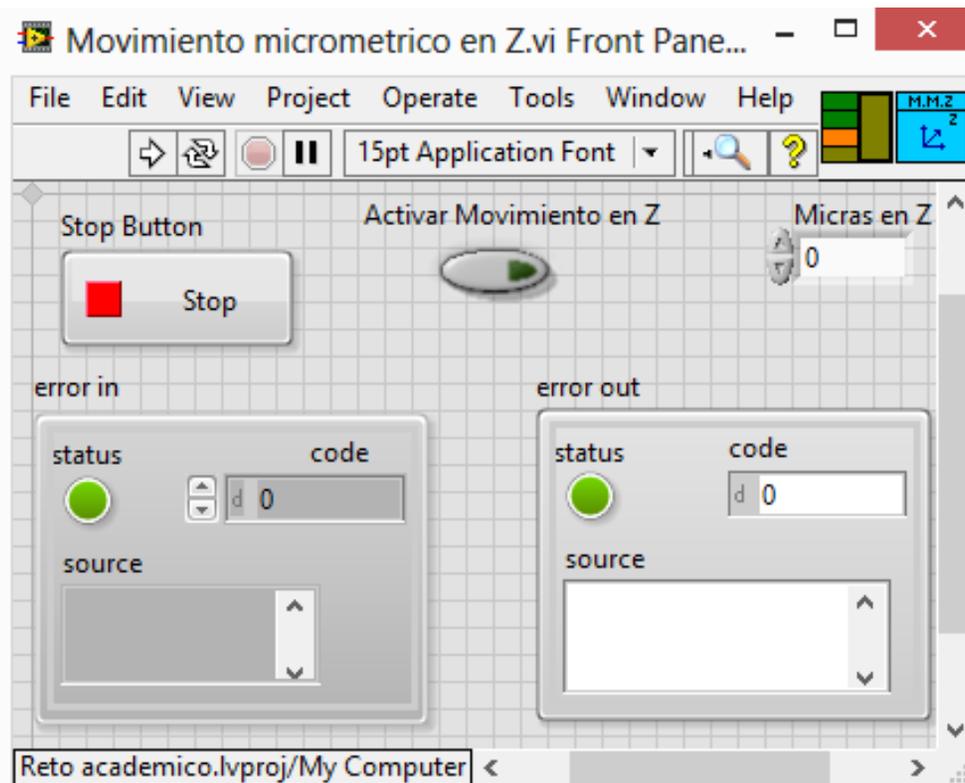


Figura 51. Panel frontal del VI del movimiento micrométrico en Z.

También se puede observar en la figura 53, el diagrama de bloques el uso de subprograma generado, el cual contiene las instrucciones para el control del módulo NSC-1S y donde además se realiza la división correspondiente para que el valor del desplazamiento este dado en micras. Solo cuando es presionado el botón de activar movimiento se realizara el desplazamiento, mientras tanto el controlador permanecerá a la espera de dicha acción.

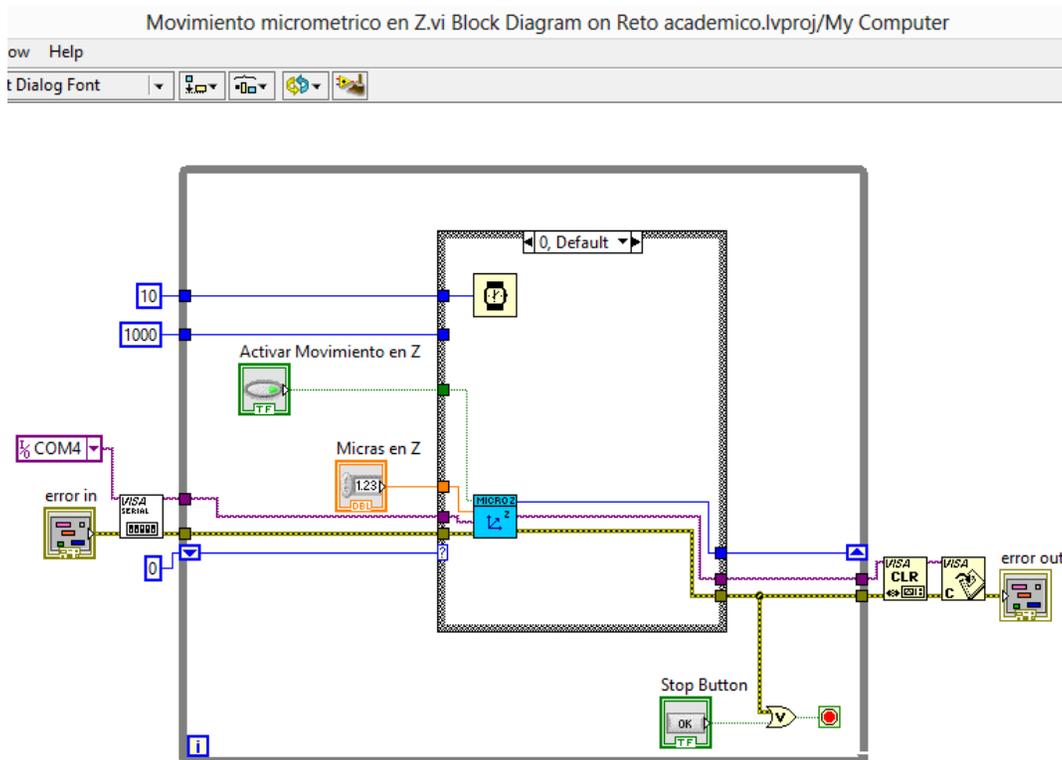


Figura 52. Diagrama de bloques del VI del movimiento micrométrico en el eje Z.

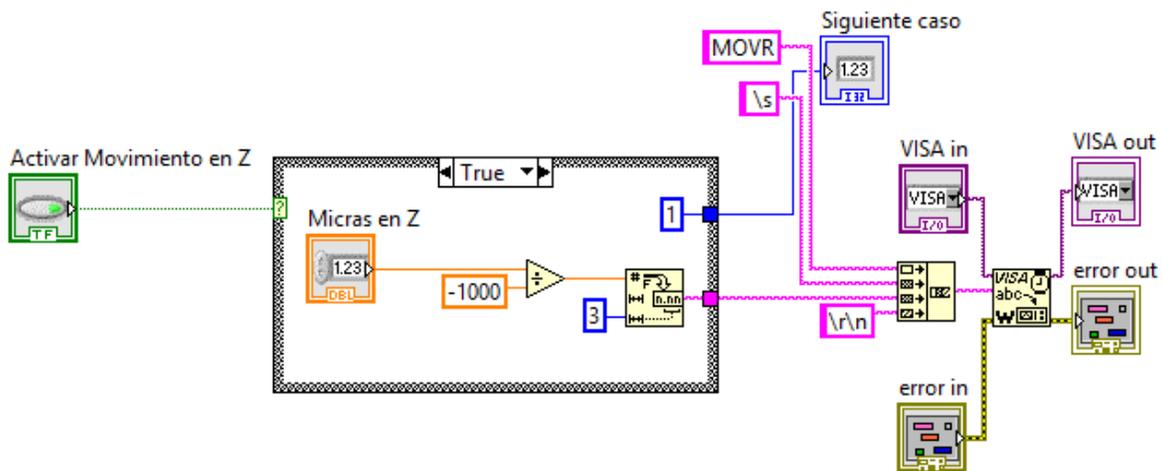


Figura 53. Diagrama de bloques del VI de comandos de movimiento micrométrico en el eje Z.

Se implementan de los módulos de error, como protección al hardware, ya que en caso de perderse la comunicación inmediatamente se detiene la ejecución del instrumento virtual, evitando de esta forma que se envíen datos, que cuando se recupere la comunicación provoquen que se realice un movimiento no requerido que

pueda llegar a dañar la muestra o la punta de fibra óptica mediante la cual se realiza el escaneo.

Como se pudo observar en el Capítulo anterior y en este, los códigos que se envían al controlador de las mesas de movimiento micrométrico no son los mismos, no era posible realizar un solo instrumento virtual para ambos sistemas sin que se perdiera la modularidad y se generara código espagueti. Por lo que se generaron VI's para cada uno, los cuales serán utilizados como subprogramas en un nuevo software, el cual tiene la capacidad de controlar los dos sistemas de la misma forma, sin necesidad de que el usuario tenga la necesidad de estar insertando distintos códigos en un sistema mecánico que va a estar trabajando en conjunto, la implementación desarrollada se muestra en el siguiente Capítulo.

## 4.2.1 Mesas de movimiento micrométrico XYZ

En los capítulos anteriores se habló de los instrumentos virtuales denominados “Mesas de movimiento micrométrico XY” y “Mesa de movimiento micrométrico Z”, pero ya que los dos sistemas necesitan trabajar en conjunto se desarrolló un nuevo programa, el cual es capaz de controlar ambos sistemas, este es llamado “Mesas de movimiento micrométrico XYZ”, de este se puede observar su panel de control en la figura 54, en donde en este VI solo es necesario introducir la distancia de avance, en micrómetros dentro del control numérico correspondiente a alguno de los tres ejes que se desea desplazar y presionar el botón de activar movimiento en dicho eje.

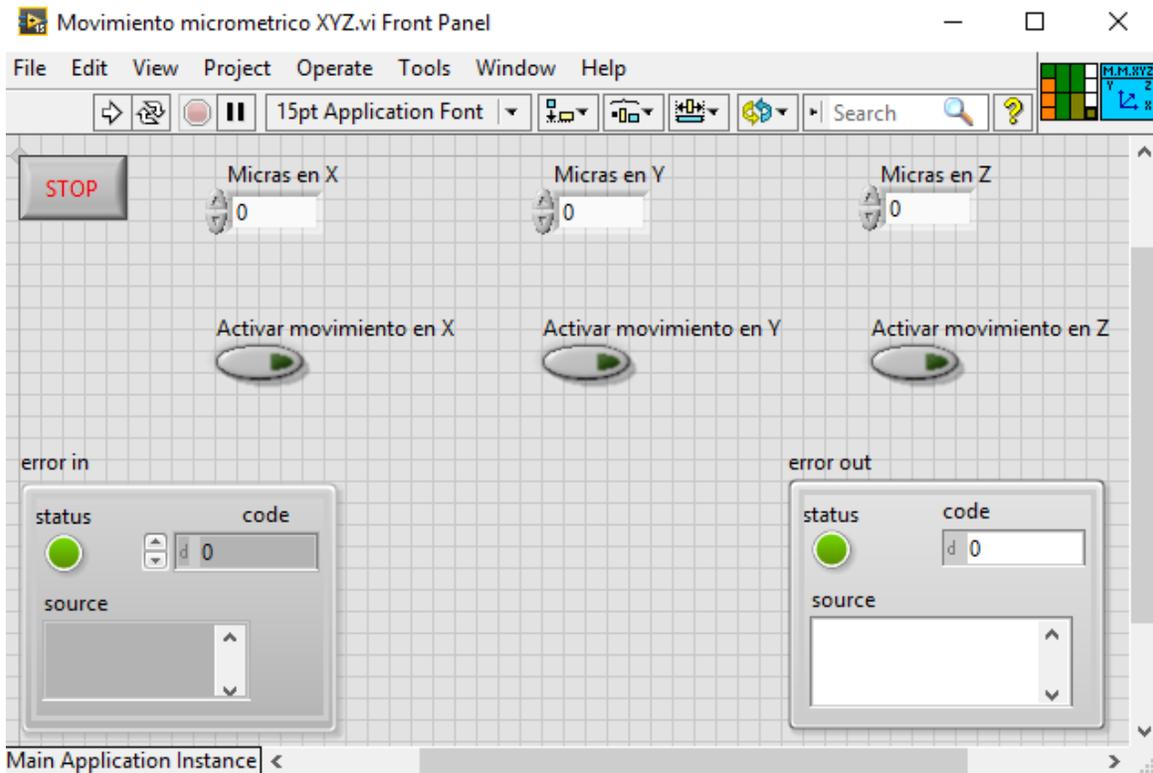


Figura 54. Panel frontal del VI de Movimiento micrométrico XYZ.

Este instrumento virtual se desarrolló con la finalidad de que los dos sistemas se puedan controlar de la forma más sencilla, sin tener que usar dos softwares distintos o instrucciones diferentes, por lo que para realizar un desplazamiento hacia adelante en cualquiera de los tres ejes solo es necesario introducir números

positivos y para retroceder números negativos. Los controles numéricos se han limitado a solo 25000 micras en ambos sentidos, ya que es la distancia máxima que pueden recorrer los actuadores lineales, se tiene que tomar en cuenta la distancia que ya se ha recorrido previamente, pues no se cuenta con un sistema de retroalimentación por parte de los controladores, ya que estos solo cuentan con desplazamientos absolutos.

El instrumento virtual desarrollado logra la manipulación de los controladores NSCG y NSC-1S de la marca Newmark Systems, inc, ya que LabVIEW es un software que se va basa en un lenguaje grafico también llamado lenguaje G, de flujo de datos entre iconos, a estos programas se les genero su propio icono y se insertaron dentro del diagrama de bloques de este instrumento virtual como se puede observar en la Fig. 55, para ser usados como subprogramas y así poder controlar los dos sistemas con un mismo software.

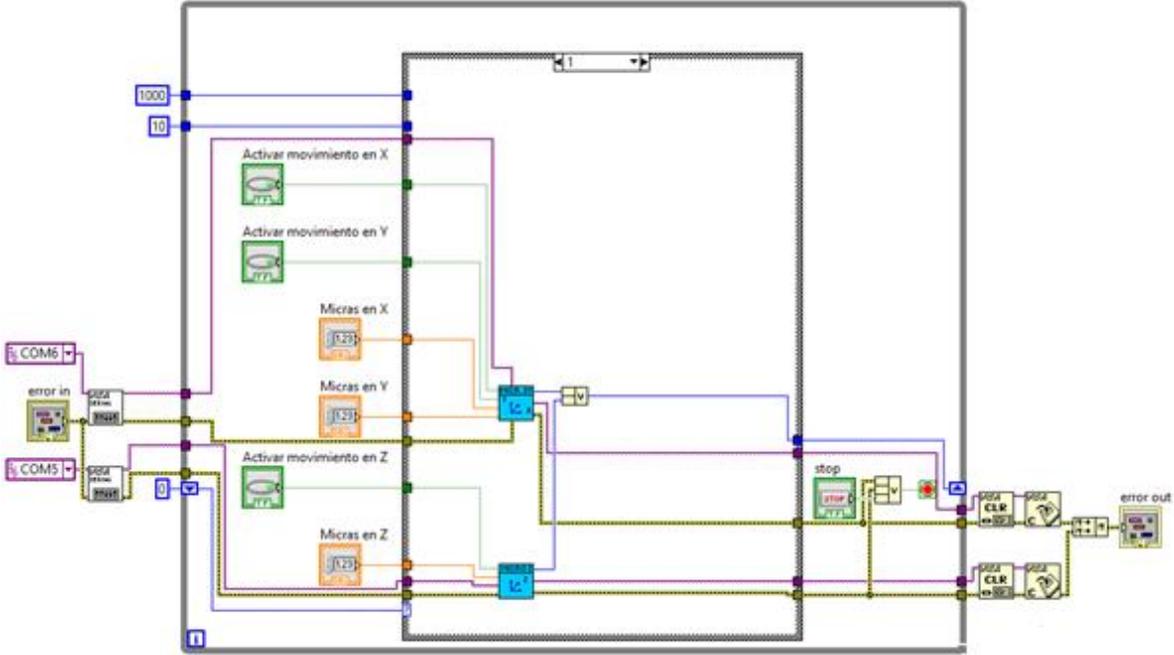


Figura 55. Diagrama de bloques del VI de Movimiento micrométrico XYZ.

A este software también se le desarrollo un icono propio y se llevaron a cabo las conexiones del mismo, esto se puede observar en la figura 56, esto con la finalidad de que pueda ser integrado al programa principal que tendrá como fin el realizar el escaneo de distintos tipos de muestras.

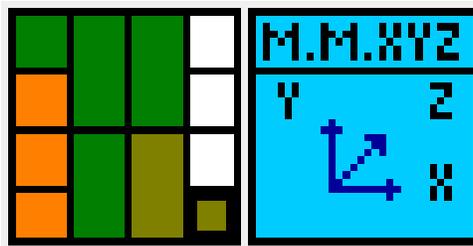


Figura 56. Icono y conexiones del instrumento virtual de movimiento micrométrico XYZ.

Los actuadores lineales son modulares, por lo que el sistema mecánico se puede ensamblar como se muestra en la figura 57, mediante lo cual se obtiene un desplazamiento en los tres ejes coordenados XYZ, en donde los ejes XY se usan para realizar el escaneo de la muestras, el eje Z es usado para realizar el acercamiento de la muestra a la punta de fibra óptica, ya que en la técnica de SNOM estas dos deben de encontrarse separadas solo unos cuantos nanómetros.

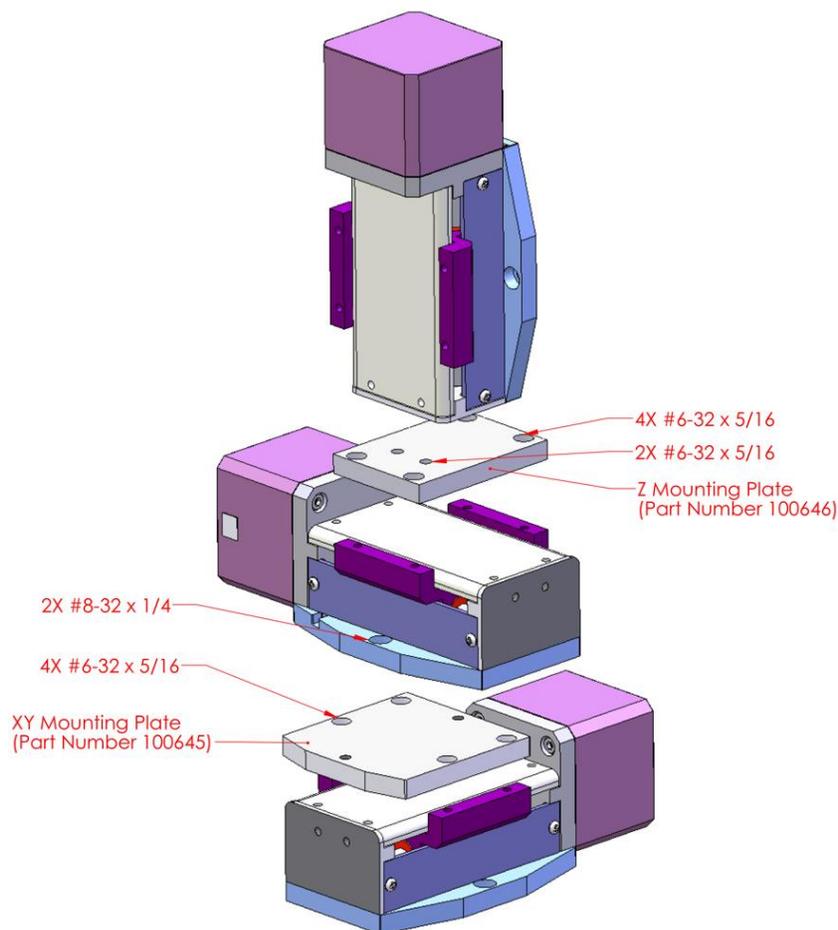


Figura 57. Montaje mecánico de los actuadores lineales. [38]

A los actuadores lineales se les fabricaron dos bases de aluminio para el montaje de los patrones a medirse, la primera de ellas (Fig. 58) permite realizar un escaneo, en el cual la muestra se coloca horizontalmente y la punta de fibra óptica con la que se lleva a cabo la medición, se encuentra perpendicular a esta. La base también permite rotar la muestra  $360^\circ$  sin tener que desmontar la muestra que se está midiendo, esto es de gran utilidad puesto que se logran medir efectos producidos por la morfología de las muestras, sus ejes cristalográficos y la incidencia de la polarización del láser con que estas son iluminadas.

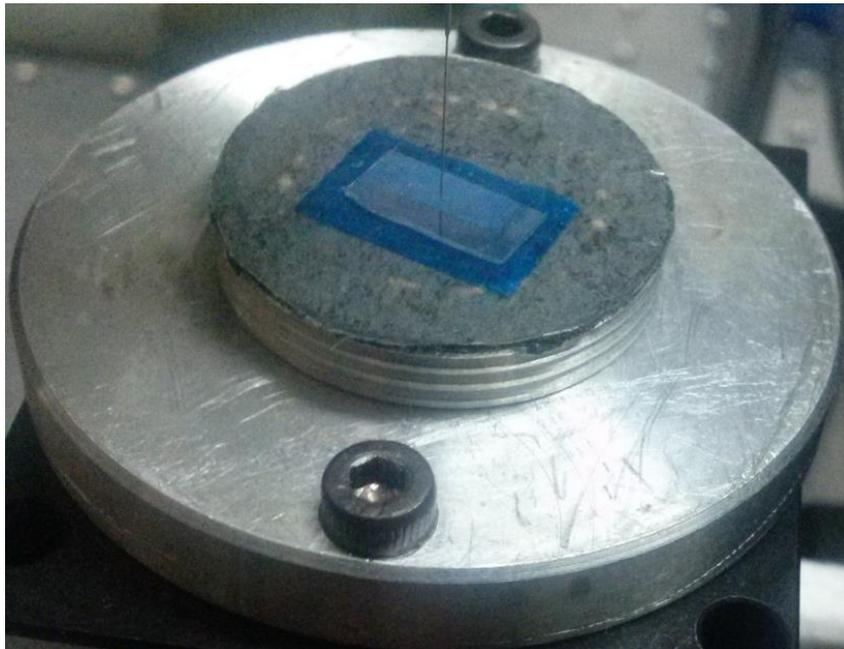


Figura 58. Muestra montada en la base horizontal XY.

La segunda de las bases fabricadas para el sistema, se puede observar en la figura 59, en donde el montaje de la muestra se lleva a cabo de forma vertical, colocándose de forma paralela a la punta de fibra óptica, lo cual permite al sistema medir el ancho de las diferentes capas que constituyen la muestra, esto se logra mediante dos piezas de aluminio y un resorte que sirven de prensa, no se ejerce fuerza para que los cristales que se van a medir no se lleguen a romper o se cause deformación en ellos. Muy pocos instrumentos de medición cuentan con esta función, por lo que la implementación de esta base es una aportación importante para el sistema, ya que tiene una amplia utilidad cuando se realiza crecimiento de cristales o deposición de estos.



Figura 59. Muestra montada en la base vertical eje Z.

El montaje físico dentro del sistema microscopia de campo cercano de las mesas de movimiento micrométrico se observa en la figura 60, en donde también se encuentra montada la base de escaneo horizontal y colocada la punta de fibra óptica para realizar el escaneo de la muestra.

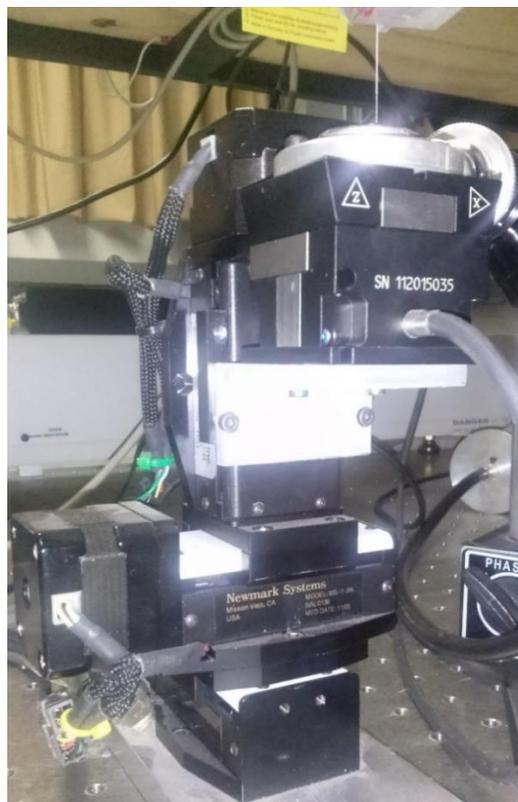


Figura 60. Montaje físico de actuadores lineales y base porta-muestra.

### 4.3 Amplificador LOCK-IN SR530

Como ya se mencionó anteriormente la muestra es iluminada con un haz laser, por lo tanto se está recolectando una señal lumínica, la cual puede ser afectada por cualquier otra fuente de luz presente en el medio ambiente como la luz del sol, la iluminación de los indicadores de otros instrumentos, el monitor de la computadora con la cual se controla el sistema, etc., por lo que se obtendrían mediciones erróneas, para que este problema no afecte la medición a realizar, el haz mediante el cual se ilumina la muestra es modulado mediante el uso de un modulador fotoelástico, el cual produce una modulación de la polarización del haz laser con una frecuencia específica.

Una vez que el haz laser es modulado, la señal que se está captando por medio de la fibra óptica, puede ser filtrada mediante el uso del amplificador Lock-In modelo SR530 de la empresa Stanford Research Systems (Fig. 61), el cual es instrumento de muy alta precisión que puede extraer una señal del orden de nanovolts, con una señal portadora conocida (para este sistema la modulación del haz) de un entorno extremadamente ruidoso del orden de miles de veces mayor a la señal de interés. Este amplificador cuenta con las siguientes características: <sup>[39]</sup>

- Rango de frecuencia de 0.5 Hz a 100 KHz.
- Fase dual.
- Entradas de voltaje y corriente.
- Oscilador de referencia interno.
- 4 entradas de convertidor analógico-digital.
- 2 salidas de convertidor digital-analógico.
- Comunicación serial y RS-232.
- Filtros de línea.
- Dos etapas constantes de tiempo.

El modulador fotoelástico que se utiliza para generar la señal portadora trabaja a una frecuencia de 100 KHz, por lo que el amplificador Lock-In se encuentra dentro del rango de funcionamiento, ya que cuenta con filtros de línea se discriminan

señales provenientes tanto de la iluminación del laboratorio (con frecuencias de 60 Hz y sus armónicos) como de los rayos del sol, ya que este instrumento se adapta a las necesidades del sistema, se le desarrolló su propio instrumento virtual en el software LabVIEW, mediante el cual se pueden controlar cada una de las funciones con las que cuenta, lo que permite realizar mediciones automatizadas, sin necesidad de interactuar con este de forma manual.

En la figura 62 se muestra el panel frontal del instrumento virtual llamado “Amplificador Lock-In”, en donde se puede ver cuatro combo box, como los controles principales, esto es debido a que en este instrumento ya vienen preestablecidos los parámetros de funcionamiento, ya que si se llegan a introducir datos distintos a estos ocasionaría que la comunicación se detuviera y por lo tanto tendría que reiniciarse el amplificador Lock-In y la computadora, perdiendo de esta forma los datos de la caracterización que se estuviera llevando a cabo, el combo box permite seleccionar solo los parámetros establecidos evitando que suceda lo anterior.



Figura 61. Caratula frontal del Amplificador Lock-In modelo SR530.

Ya que la comunicación del amplificador se lleva a cabo mediante el formato RS232, el cual este ya no se encuentra disponible en la computadora de control donde se desarrolla el proyecto, es necesario el uso de un cable convertidor de comunicación serial, por esta razón y debido al procesamiento de la señal adquirida el amplificador Lock-In, solo puede realizar una medición cada 250 milisegundos, cuando este tiempo es menor los datos recibidos son erróneos, también se tiene que tomar en cuenta la configuración de los interruptores 1 y 2 de configuración de la velocidad de comunicación de datos que se encuentran en la parte posterior, ya que de igual

forma si estos no coinciden con la configurada en el sistema, los datos serán erróneos.

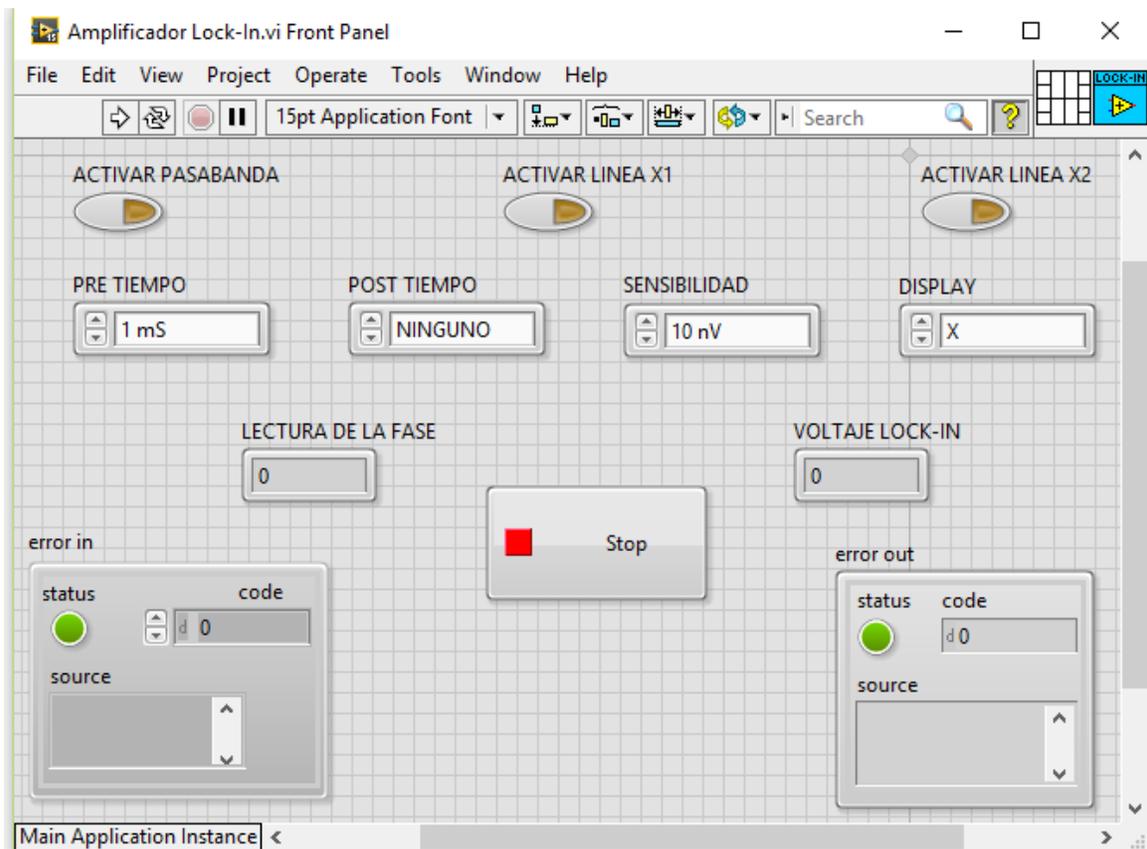


Figura 62. Panel frontal del VI del Amplificador Lock-In.

En la figura 63 se muestra el diagrama de bloques desarrollado para este instrumento virtual, el cual basa su funcionamiento en una máquina de estados, en donde dependiendo de la acción que se quiera llevar a cabo, será la selección del caso correspondiente y por lo tanto el envío específico de instrucciones para la realización de la función deseada.

En la esquina inferior derecha del diagrama de bloques, se puede observar que a la entrada del paro del ciclo se colocó una compuerta OR, y como entradas a esta se conectaron el botón de paro y el cable de error, con la finalidad de que si llegase a ocurrir algún problema durante la ejecución del programa o se pierda la comunicación establecida entre la computadora y el amplificador, se detenga el software evitando que se llegue a dañar el mismo.

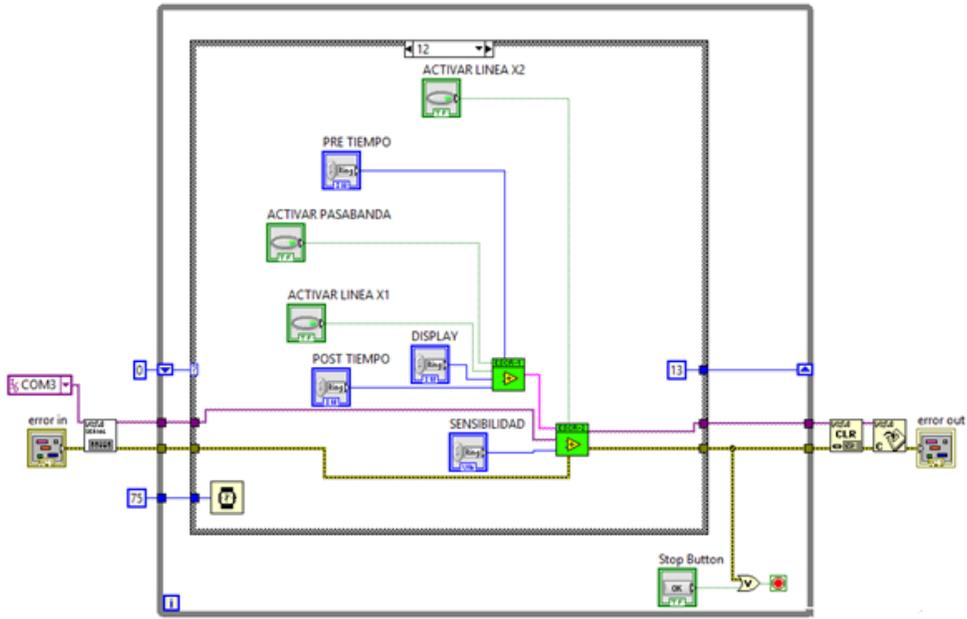


Figura 63. Diagrama de bloques del VI del Amplificador Lock-In.

Ya que durante el escaneo de la muestra, no es necesario cambiar los parámetros de configuración del amplificador Lock-In, se realizó un segundo instrumento virtual llamado “Amplificador Lock-In promedios”, el cual se encarga solo de adquirir las mediciones de voltaje filtradas provenientes del fotomultiplicador y llevar a cabo el promedio de una cierta cantidad dada de estas, en cada punto de la muestra, su panel frontal se muestra en la figura 64, en la esquina superior derecha de este se puede observar que se realizó su propio icono y conexiones de este para poder ser usado como subprograma.

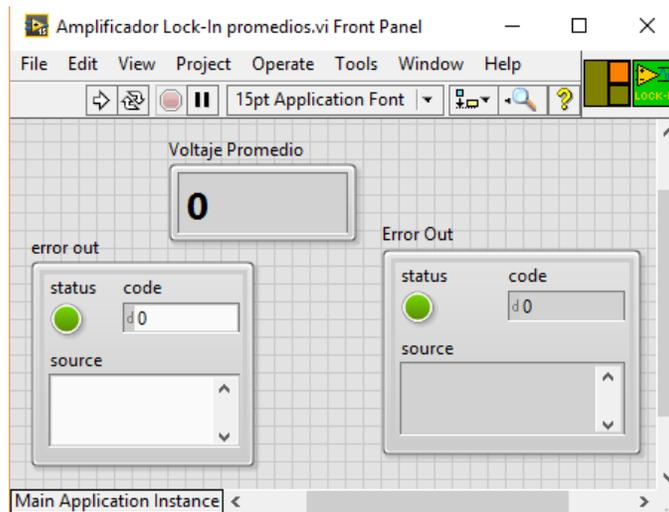


Figura 64. Panel frontal del VI del Amplificador Lock-In promedios.

El diagrama de bloques de este instrumento virtual (Fig. 65), se basa en el uso del ciclo for, ya que en este se indica el número de mediciones que van a ser promediadas en cada punto de la muestra que es medido, para este caso se indica mediante la constante numérica de 5, además se observa que cada medición se lleva a cabo cada 300 milisegundos dando tiempo a que esta se procese de forma adecuada, ya que si este tiempo es menor los datos que son enviados del amplificador a la computadora son erróneos, aunque este no nos lo indique.

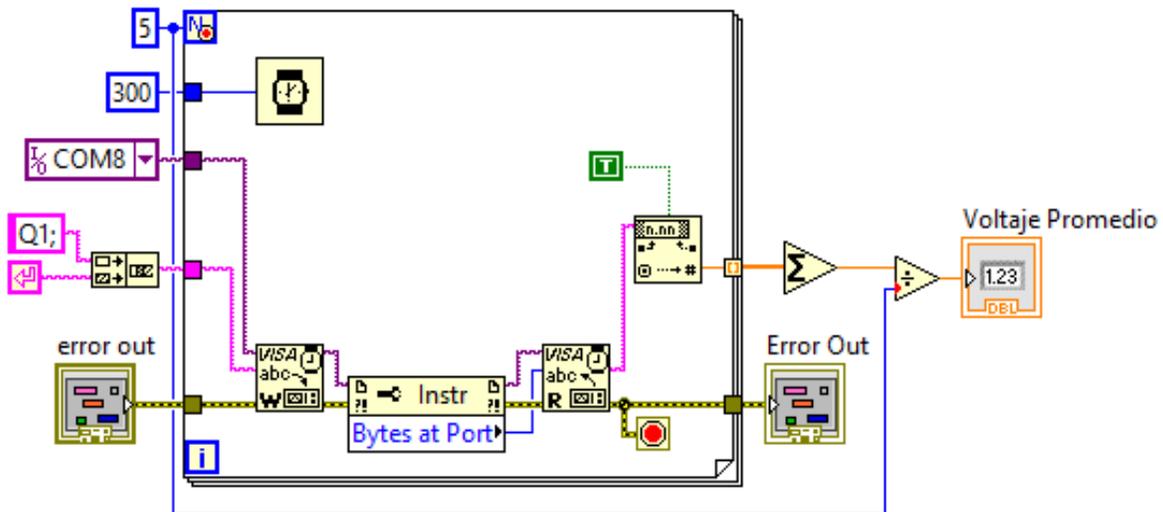


Figura 65. Diagrama de bloques del VI del Amplificador Lock-In promedios.

- ❖ **NOTA DE CONEXION:** es muy importante tener en cuenta la amplitud de la señal eléctrica, generada por el fotomultiplicador después de haber adquirido la señal lumínica, ya que se debe seleccionar la sensibilidad adecuada en el amplificador, si es muy pequeña este se puede saturar y llegarse a dañar algunos componentes, si es muy grande se pierde resolución y detalle de la muestra que se mide.

## 4.4 Multímetro digital KEITHLEY

Para realizar el escaneo y la caracterización de la muestra que se desea medir, esta se ilumina mediante un haz laser, en donde los fotones son recogidos y guiados hasta el fotomultiplicador mediante la punta de fibra óptica, este se encarga de convertir la señal lumínica recibida en una señal eléctrica, la cual es medida por medio del multímetro digital de la marca KEITHLEY modelo 2000, mediante este proceso se conoce la reflectividad de la muestra.

Este multímetro digital es de alta precisión y cuenta con 6.5 dígitos, el cual basa su funcionamiento en convertidores analógico-digitales de bajo ruido y de alta velocidad, los cuales lo constituyen como un instrumento de medición muy estable y preciso, por lo que se convierte en un aparato ideal para el desarrollo del microscopio de barrido basado en el efecto de campo cercano, el cual cuenta con las siguientes características: <sup>[40]</sup>

- 13 funciones de medición.
- 2000 lecturas por segundo en modo de 4.5 dígitos.
- Tarjeta de escaneo para mediciones multipunto.
- Interfaz de comunicación GPIB.
- Voltaje de corriente directa desde 100 nV hasta 1 KV.
- Resistencia de corriente directa desde 100  $\mu\Omega$  hasta 100 M $\Omega$ .
- Terminales de entrada frontales y traseras.
- Ajuste de rango automático.
- Configuración de promedio de mediciones.

La caratula física del multímetro se puede observar en la figura 66, se debe tener en cuenta que este multímetro cuenta con entradas frontales y traseras para realización de las mediciones, por lo que hay que tener cuidado del cómo se encuentra el botón de entradas, ya que si este está presionado se refiere a las entradas traseras, mientras que en el caso contrario las mediciones se tomaran de las entradas frontales.

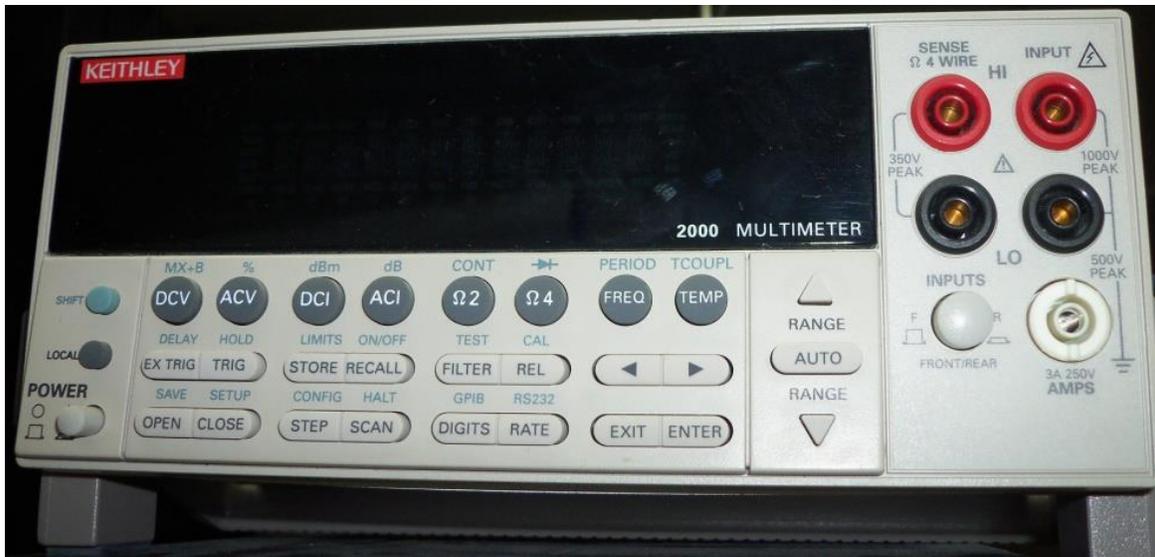


Figura 66. Multímetro digital KEITHLEY modelo 2000.

Para monitorear que el sistema funcione de forma correcta se desarrollaron dos instrumentos virtuales en el software LabVIEW, con el primero de ellos se puede seleccionar cada una de las funciones que se encuentran disponibles en el multímetro para medir las siguientes magnitudes [41]:

- Corriente alterna.
- Corriente directa.
- Voltaje de corriente alterna.
- Voltaje de corriente directa.
- Resistencia de 2 hilos.
- Resistencia de 4 hilos.
- Periodo.
- Frecuencia.
- Temperatura.
- Prueba de diodos.
- Continuidad.

El panel frontal de este instrumento virtual nombrado “Multímetro Keithley”, se muestra en la figura 67, en la cual se observa que se cuenta con un combo box para seleccionar la magnitud que se desea medir y un indicador numérico, en el que se indica la magnitud de la medición realizada.

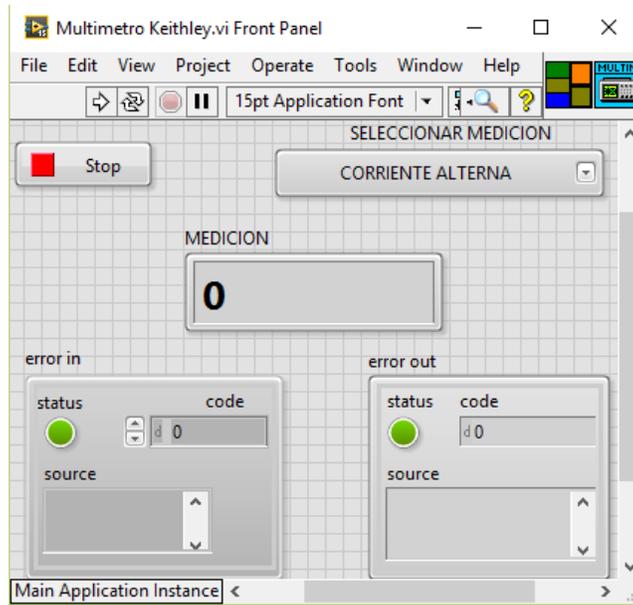


Figura 67. Panel frontal del VI del Multimetro Keithley.

Este instrumento virtual, realiza una medición cada 150 milisegundos de forma continua, para cambiar la frecuencia con la que se llevan a cabo estas adquisiciones solo es necesario cambiar la constante numérica conectada al módulo wait, esto se puede observar en el diagrama de bloques mostrado en la figura 68, también se cuenta con un botón de stop para detener tanto la ejecución del instrumento virtual como la adquisición de la magnitud medida por el multímetro. Se generó el icono de este VI con la finalidad de que puede ser utilizado como un subprograma que se ejecute de forma conjunta dentro del sistema, en el desarrollo del sistema para la aplicación de la técnica de SNOM.

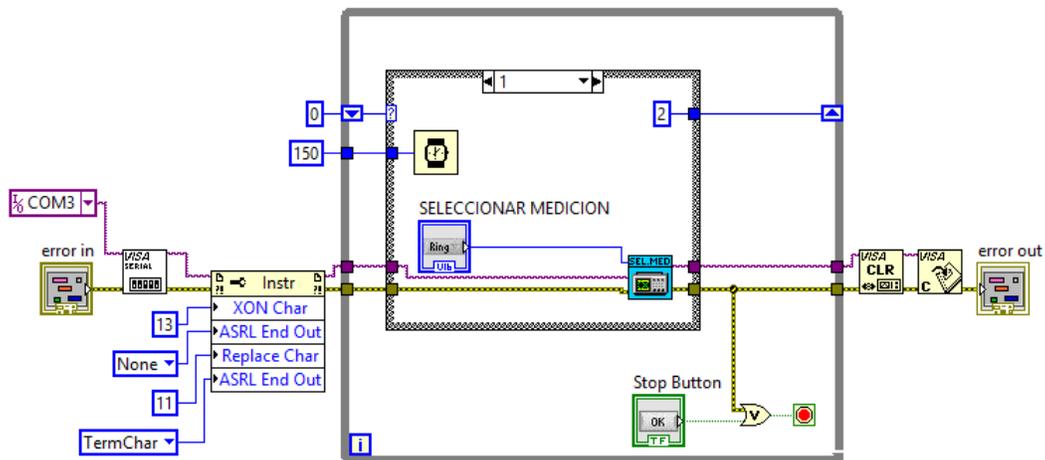


Figura 68. Diagrama de bloques del VI del Multimetro Keithley.

A continuación se muestra la tabla 4, con las instrucciones que contiene el combo box del panel frontal del instrumento virtual, las cuales son enviadas al multímetro por medio del puerto GPIB, cuando se selecciona o se requiere cambiar el tipo de magnitud que se desea medir.

<b>Magnitud</b>	<b>Instrucción</b>
Corriente alterna	CURRent:AC?
Corriente directa	CURRent:DC?
Voltaje de corriente alterna	VOLTage:AC?
Voltaje de corriente directa	VOLTage:DC?
Resistencia de 2 hilos	RESistance?
Resistencia de 4 hilos	FRESistance?
Periodo	PERiod?
Frecuencia	FREQuency?
Temperatura	TEMPerature?
Prueba de diodos	DIODe?
Continuidad	CONTInuity?

Tabla 4. Instrucciones para el control del multímetro Keithley. <sup>[41]</sup>

Ya que durante el escaneo de las muestras solo se estará midiendo voltaje de corriente directa, se desarrolló otro instrumento virtual, en el cual ya no es necesario seleccionar la magnitud que se va a medir y solo toma una cantidad definida de mediciones que son promediadas. Con la finalidad de que cada punto de la muestra que se está escaneando sea consistente, por lo que el panel frontal del VI nombrado “Multímetro Keithley promedios” (Fig. 69), no cuenta con controles solo un indicador del promedio de las mediciones tomadas y uno del estado de la conexión de la comunicación GPIB, ya que en caso de que esta se pierda inmediatamente se detiene la ejecución del programa, lo que previene al equipo de posibles daños que pueda sufrir o pérdida de información.

El propósito del desarrollo de este instrumento virtual es que pueda ser usado como un subprograma en el desarrollo de la técnica de SNOM, por lo que se le generó su propio icono y se realizaron las conexiones de los indicadores y controles, como se puede observar en esquina superior derecha de la figura 69, con esto el VI puede ser insertado en otro instrumento virtual sin necesidad de realizar más cambios en el software desarrollado.

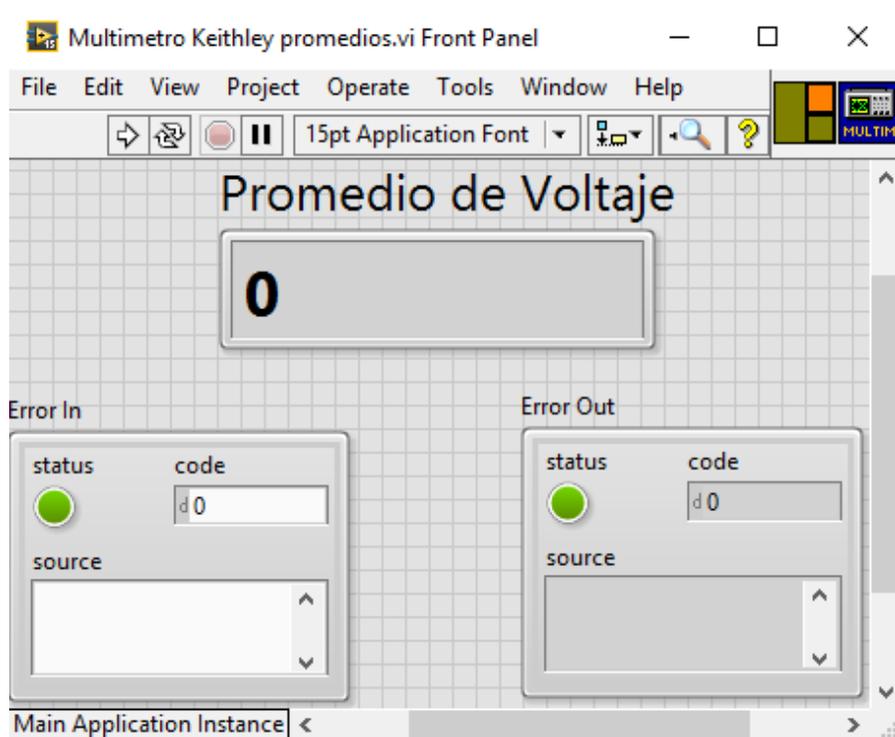


Figura 69. Panel frontal del VI del Multimetro Keithley promedios.

El cambio más significativo que podría realizarse, es el número de promedios que se requiere se lleven a cabo en un mismo punto de la muestra que es escaneada, para las primeras pruebas las mediciones que se promedian son cinco, al igual que con el amplificador Lock-IN.

Para que la adquisición se lleve a cabo con la mayor precisión, se utilizan los módulos de real time que tiene incorporados LabVIEW, además se genera un paro de emergencia dentro del ciclo **for**, este solo se encuentra disponible en las versiones 13 a superiores, ya que anteriormente cuando se ejecutaba un ciclo **for**, solo se detenía después de haberse ejecutado la cantidad de veces establecidas en la terminal de conteo del ciclo, por lo que si ocurría un error o se perdía la comunicación, el programa aún seguía ejecutándose.

La figura 70 muestra el diagrama de bloques del instrumento virtual desarrollado del Multimetro Keithley para la toma de voltajes promedios, en donde se puede observar que el método de comunicación es diferente al utilizado anteriormente, por lo que se realiza la configuración usando los nodos de propiedad.

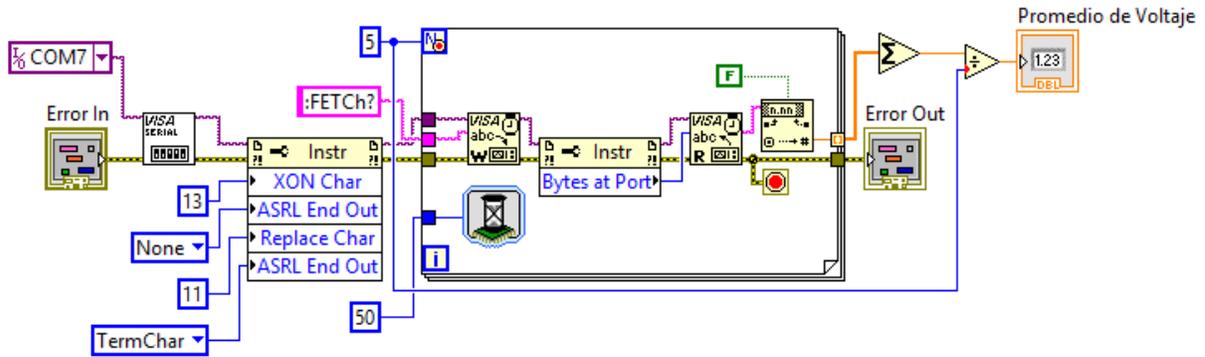


Figura 70. Diagrama de bloques del VI del Multímetro Keithley promedios.

En el momento que se lleve a cabo la medición física, se debe de tomar en cuenta la configuración de la medición que se realizara, ya que en este caso la salida del fotomultiplicador es de corriente, pero mediante un arreglo realizado se convierte a voltaje, y si se llagase a medir corriente en lugar de voltaje esto podría dañar las entradas del multímetro.

## 4.5 Modulador fotoelástico PEM100

Como ya se había mencionado anteriormente, la muestra se iluminara mediante un haz laser, el cual debe ser polarizado y modulado, ya que de esta forma se podrá realizar un filtrado de la luz proveniente del medio ambiente o de las caratulas de los instrumentos que conforman el microscopio de barrido, además de que se obtiene la diferencia entre las polarizaciones “S” y “P”, con lo cual se obtiene un mayor contraste en las características que presenta la muestra, obteniéndose así resultados con menor ruido y mejor definidos. El modulador fotoelástico que se utiliza para el desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano, es el PEM 100 de la empresa HINDS Instruments.

El modulador fotoelástico es un sistema opto-electrónico, que como su nombre lo indica basa su funcionamiento en el efecto fotoelástico, en donde una muestra mecánicamente estresada demuestra birrefringencia proporcional a la tensión resultante, este cuenta con elemento óptico transparente (generalmente sílice fundido) unido a un transductor piezoeléctrico (Fig. 71), el cual vibra a lo largo de su dimensión a una frecuencia determinada por lo largo del elemento óptico y la velocidad de una onda sonora longitudinal en el material de este. El transductor es entonado a la misma frecuencia y es manipulado por un circuito electrónico, el cual controla la amplitud de la vibración de este. El efecto de birrefringencia oscilante es máximo en el centro de la barra de sílice fundida.

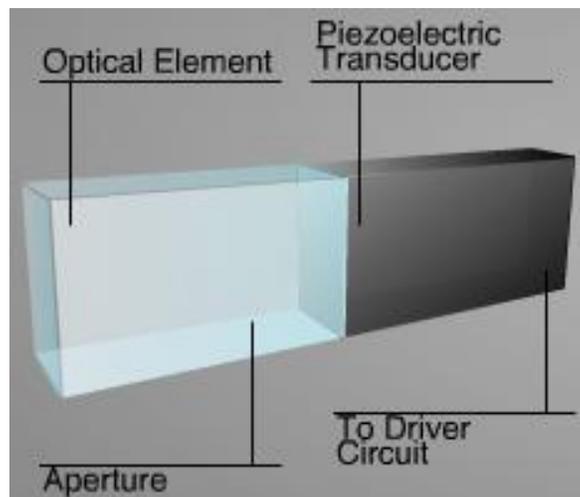


Figura 71. Elemento óptico y piezoeléctrico del PEM. [42]

Si el elemento óptico es comprimido, el componente de la polarización paralela al eje del modulador, viaja ligeramente más rápido que la componente vertical, por lo que la componente horizontal conduce la componente vertical después de que la luz pasa a través del modulador como se observa en la Fig. 72.

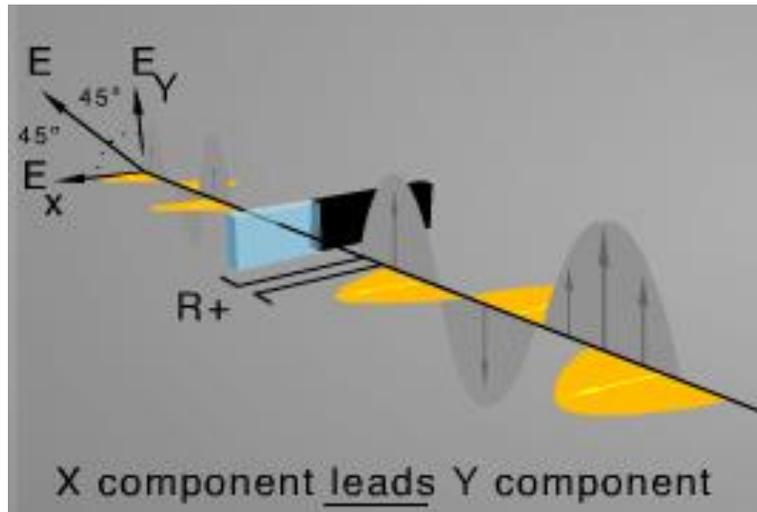


Figura 72. Compresión del elemento óptico del PEM. [42]

En caso contrario, en donde el elemento óptico es estirado la componente horizontal se retrasa detrás de la componente vertical como se muestra en la figura 73.

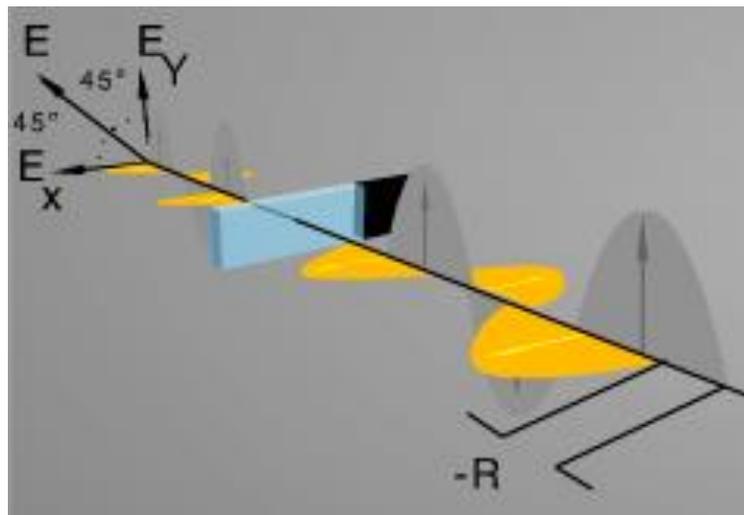


Figura 73. Estiramiento del elemento óptico del PEM. [42]

El modulador fotoelástico tiene la posibilidad de realizar retardos en la longitud de onda de  $\lambda/2$  y  $\lambda/4$ , según se requiera, además cuenta con una frecuencia de oscilación de 100 KHz, ya que este instrumento tiene su propio software se

desarrolló un nuevo instrumento virtual, en el software LabVIEW, puesto que es necesario contar con un solo programa que controle todos los sistemas, ya que de no ser así tendría que activarse cada uno de ellos por separado volviéndose un proceso largo y tedioso. En la figura 74 se muestra la caratula del modulador fotoelástico PEM 100, utilizado en el desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano.



Figura 74. Modulador fotoelástico PEM-100.

El instrumento virtual que se desarrolló para el modulador fotoelástico se nombró "PEM-100", mediante el cual se pueden controlar de forma remota las siguientes variables:

- ❖ Retardo de longitud de onda
- ❖ Longitud de onda
- ❖ Leer retardo
- ❖ Leer frecuencia 1
- ❖ Leer frecuencia 2
- ❖ Inhibir o desinhibir

El panel frontal desarrollado para el control del modulador, se muestra en la figura 75, en el cual se puede observar que también se le desarrollaron tanto icono, como conexiones para este, con la finalidad de que pueda ser usado como subprograma.

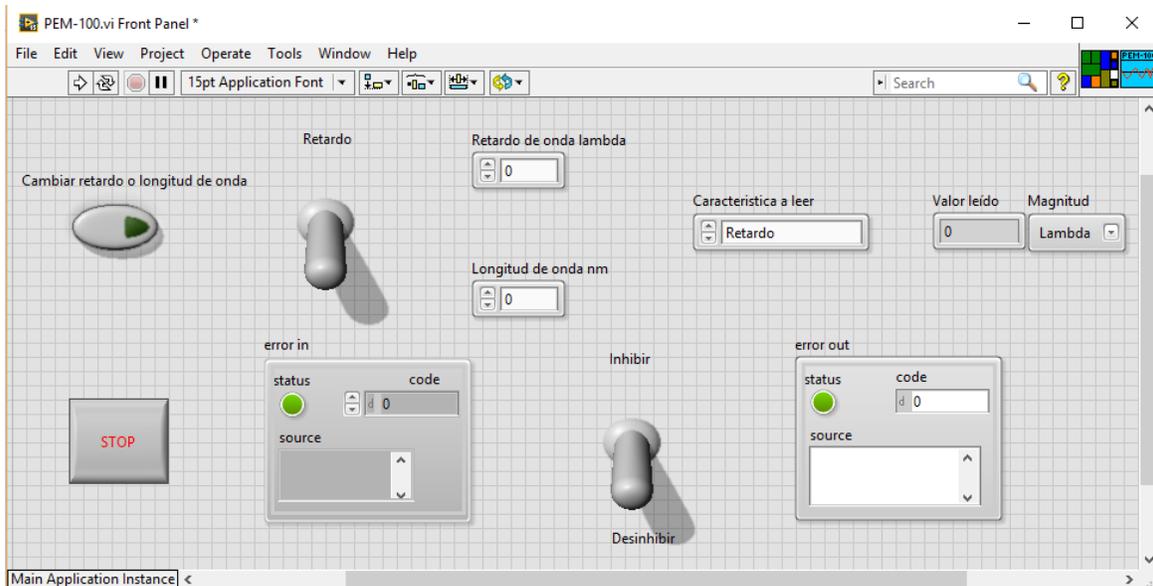


Figura 75. Panel frontal del VI del PEM-100.

El diagrama de bloques (Fig. 77) de este instrumento virtual está dividido en dos subprogramas, uno de ellos que se encarga de la escritura de los datos que se envían al modulador fotoelástico, mientras que el otro se ocupa de la lectura de los datos provenientes de este. Esto último se realiza para verificar que realmente las instrucciones se hayan llevado a cabo, ya que cuando el PEM-100 se encuentra trabajando en forma remota su caratula no muestra ningún tipo de información (longitud de onda, retardo, etc.), solo la frecuencia 2 que es a la cual se modula el haz láser que pasa a través del cabezal (Fig. 76), por lo que el programa envía los comandos y después se realiza una lectura del estado en que se encuentra el modulador, confirmando que se haya realizado la acción solicitada.

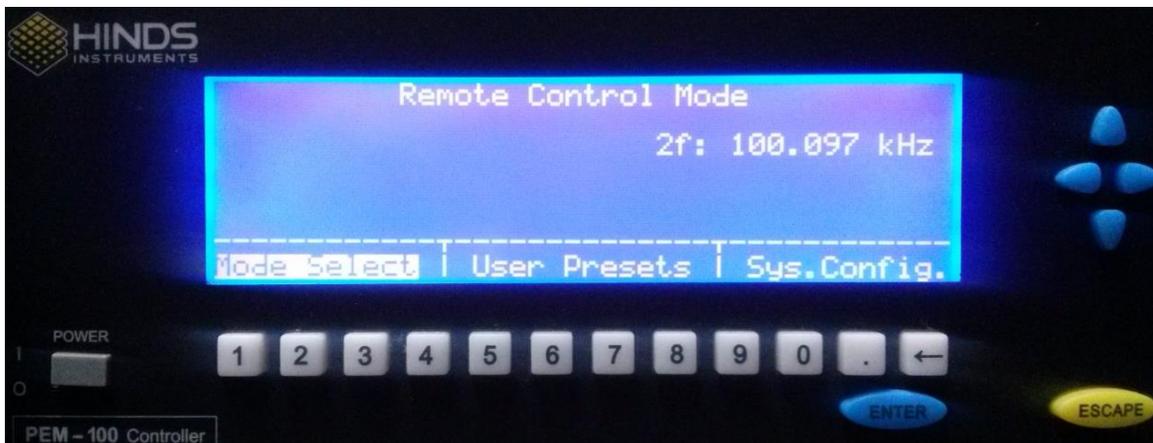


Figura 76. Caratula PEM-100 modo remoto.

El modulador fotoelástico, cuenta con comunicación serial, por lo que se usan los módulos VISA de LabVIEW, hay que tomar en cuenta que la velocidad de comunicación es menor a la estándar (9600 baudios), ya que para este instrumento es de 2400 baudios, por lo que si no se configura de forma adecuada, no se pueden transmitir los datos correctamente y por lo tanto no se llevaran a cabo comandos de lectura ni escritura, esto puede verse en el administrador de dispositivos en la sección de Puertos COM y LTP, de la configuración de Windows.

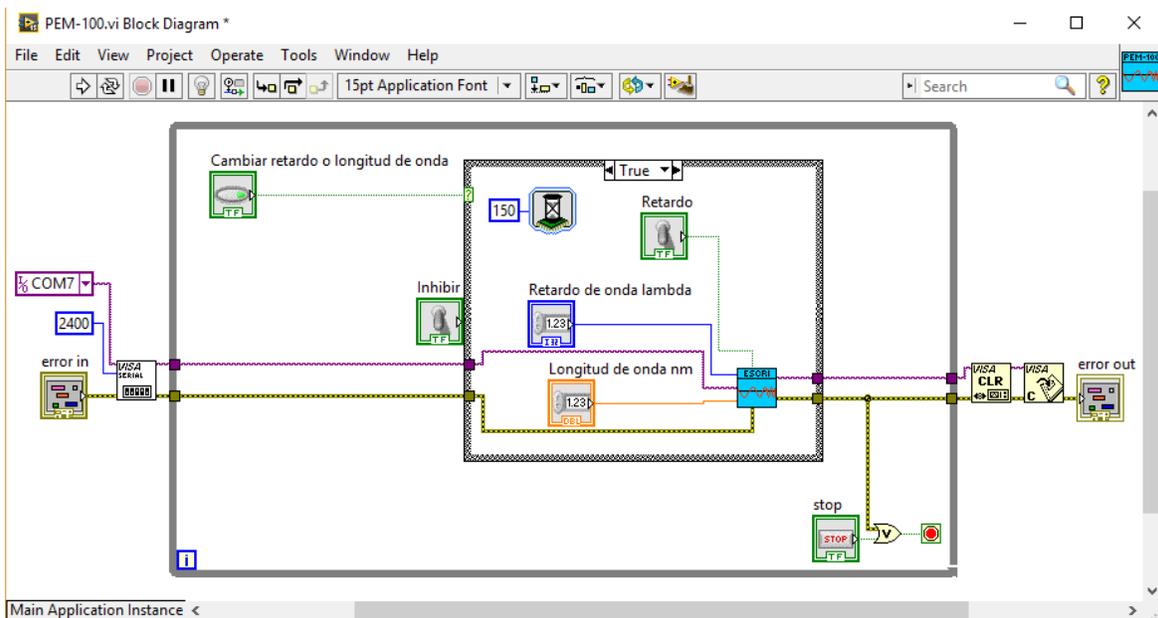


Figura 77. Diagrama de bloques del VI del PEM-100.

Dentro del diagrama de bloques, también se utilizan los módulos de tiempo real, con la intención de aumentar la velocidad de transmisión de datos. Para el funcionamiento de este instrumento virtual, primero se selecciona si se desea modificar el retardo o la longitud de onda, después se escribe el nuevo valor que se desea que tenga y por último se presiona el botón de cambiar retardo o longitud de onda, esto es debido a que debe enviarse un numero conformado por cuatro dígitos, es decir si se enviara el valor de 10, el modulador no reconocería la instrucción, por lo cual la forma correcta es 0010, acción que ya realiza el programa de forma automática.

Las instrucciones que se utilizan en el control del modulador fotoelástico se muestran en la siguiente tabla:

R:XXX,1000	Retardo de longitud de onda
W:XXXX,199999	Longitud de onda
R?	Leer retardo
W?	Leer longitud de onda
1F?	Leer frecuencia 1
2F?	Leer frecuencia 2
I:0	Desactivar funcionamiento
I:1	Activar funcionamiento

Tabla 5. Instrucciones PEM-100.

En la figura 78, se muestran los iconos de los subprogramas de escritura y lectura desarrollados para el control del modulador fotoelástico PEM-100.

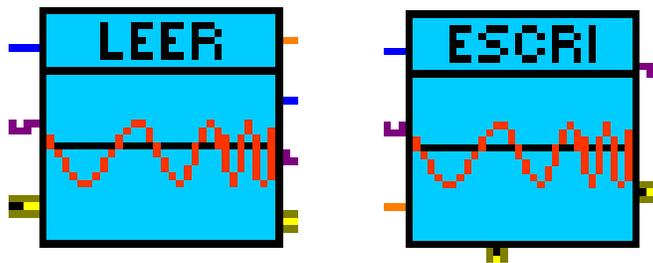


Figura 78. Icono de los subprogramas leer y escribir.

## 4.6 Retardador mecánico (Chopper)

El microscopio de barrido basado en el efecto de campo cercano desarrollado cuenta con la capacidad de medir reflectancia y reflectancia diferencial; ya que en la segunda es necesario el uso de un modulador fotoelástico, debido a que se mide la diferencia entre las polarizaciones “S” y “P”, para la medición de reflectancia solo es necesario realizar un filtrado de la luz proveniente del haz laser con que se ilumina la muestra y la luz ambiental que pueda encontrarse presente de forma no deseada. Se necesita un sistema que interrumpa periódicamente el haz, de tal forma que este tenga una frecuencia conocida y así poder realizar un filtrado, por tal razón se utiliza un chopper óptico.

Un chopper óptico (Fig. 79) es un instrumento que se encarga de interrumpir periódicamente, un haz de luz que pasa a través de él, esto se realiza mediante disco que cuenta con perforaciones distribuidas uniformemente, las cuales permiten el paso del haz de luz, este disco se pone a girar a una velocidad específica, así generando que la interrupción del haz sea periódica y tenga una frecuencia específica.

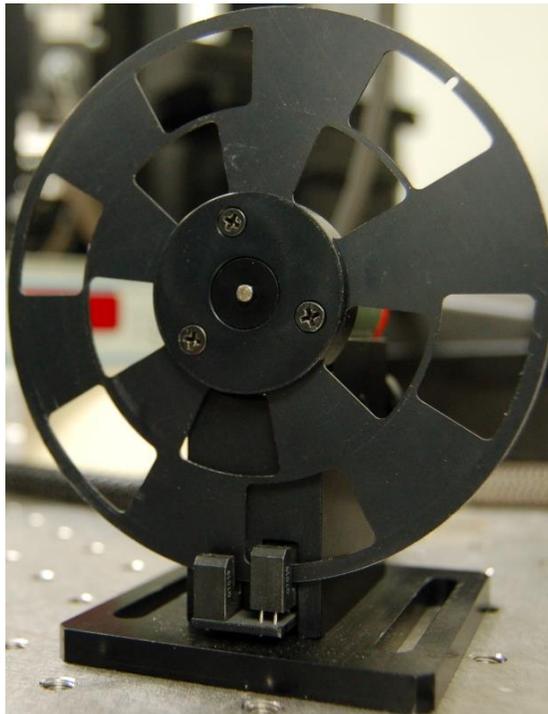


Figura 79. Disco de chopper óptico.

Para el control de la velocidad con la cual se interrumpe el haz laser que atraviesa el disco del retardador mecánico, se cuenta con un controlador electrónico (Fig. 80), el cual tiene un display indicador de frecuencia de cuatro dígitos y un potenciómetro de precisión de diez vueltas para realizar el ajuste de esta, esto es en caso de que se quiera llevar a cabo el cambio de frecuencia de forma manual. El primer chopper óptico que se utilizó fue el de la marca Stanford Research Systems modelo SR540, al cual se le pudo variar la frecuencia de trabajo mediante la entrada de voltaje con que cuenta, la cual va de 0 a 10 volts de corriente directa y es proporcional a la frecuencia que se quiere establecer, la automatización de este sistema se llevó a cabo mediante el uso de la tarjeta de NI 9269 y el chasis cDAQ 9171 de National Instruments. Esta se realizó con la intención de que la frecuencia establecida sea lo más estable posible, ya que con el ajuste manual se observaban variaciones erráticas de un hert, además de poder realizar el cambio de frecuencias de forma fácil y rápida mediante la computadora.



Figura 80. Controlador del chopper óptico modelo SR540.

Para que el sistema funcione de forma adecuada es necesario colocar los selectores tanto del controlador del chopper óptico, como del instrumento virtual desarrollado en la misma escala de frecuencias, ya que existe la posibilidad de cambiar de disco y por lo tanto aumentar o disminuir la frecuencia máxima. El VI desarrollado (Fig. 81) cuenta con un control numérico, en el cual se especifica la frecuencia deseada y esta cambia inmediatamente en el retardador mecánico.



Figura 81. Panel frontal del VI del retardador mecánico.

En el diagrama de bloques del instrumento virtual desarrollado (Fig. 82), se hace el uso del asistente exprés para tarjetas de adquisición de datos DAQ (Data Acquisition System) de National Instruments. Además se implementó una compuerta OR en el control de paro del ciclo While loop, en el cual se conecta el cable de error proveniente del asistente exprés, con la finalidad de que el instrumento virtual detenga su funcionamiento en el momento de que suceda algún error o se desconecte el chasis cDAQ 9171

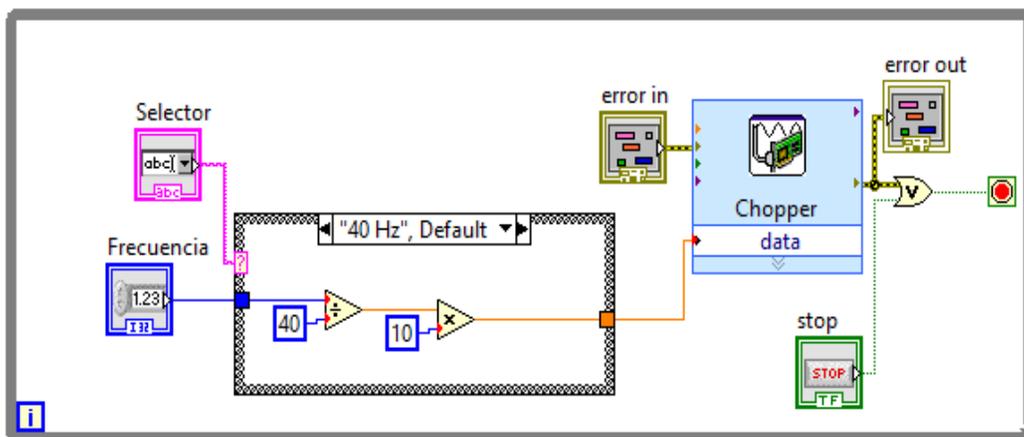


Figura 82. Diagrama de bloques del VI del chopper óptico.

Como ya se había mencionado, el control del chopper óptico se realiza mediante voltaje, por lo que se hace uso Chasis cDAQ 9171, el cual se muestra en la figura 83.

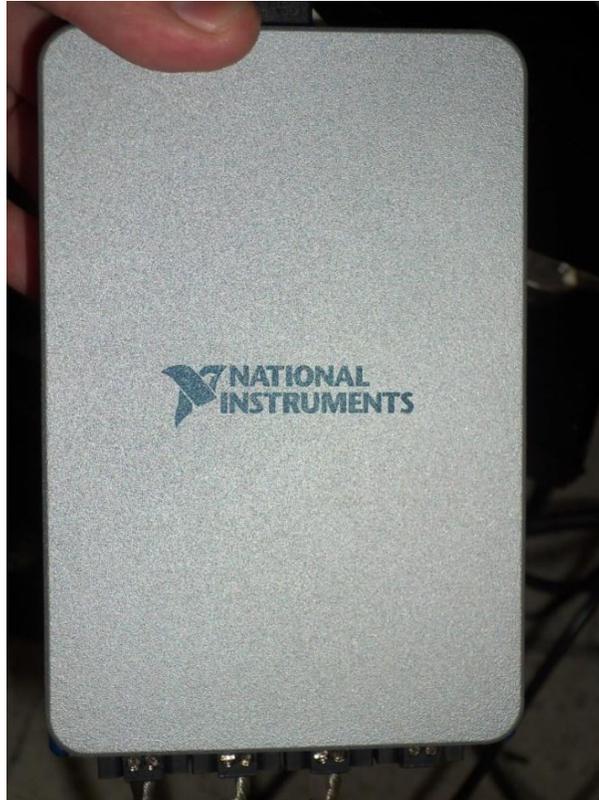


Figura 83. Chasis cDAQ 9171

El Chasis cDAQ 9171 <sup>[43]</sup>, es un sistema de adquisición de datos de un solo slot, con comunicación y alimentación por USB, al cual se le puede colocar uno de más de 50 módulos con funciones específicas (adquisición de datos digitales, analógicos, amperímetro, osciloscopio, temporizador, etc.), para el microscopio de barrido de campo cercano se coloca la tarjeta NI 9269 (Fig. 84), que es un módulo de salidas analógicas de  $\pm 10$  Vcd con aislamiento entre sus cuatro canales con los que cuenta, además tiene las siguientes características <sup>[44]</sup>:

- ❖ Salida analógica simultánea de 4 canales, 100 kS/S por canal
- ❖ Rango de de  $\pm 10$  V, resolución de 16 bits
- ❖ Incremento de canales hasta  $\pm 40$  V
- ❖ Aislamiento entre canales de 250 Vrms CAT II

- ❖ Conectividad con terminal de tornillo
- ❖ Rango de operación de -40 °C a 70 °C, 5 g de vibración, 50 g de impacto
- ❖ Precisión 6.3 mV
- ❖ Capacidad de corriente simple 10 mA
- ❖ Temperatura de operación de -40 a 70 °C

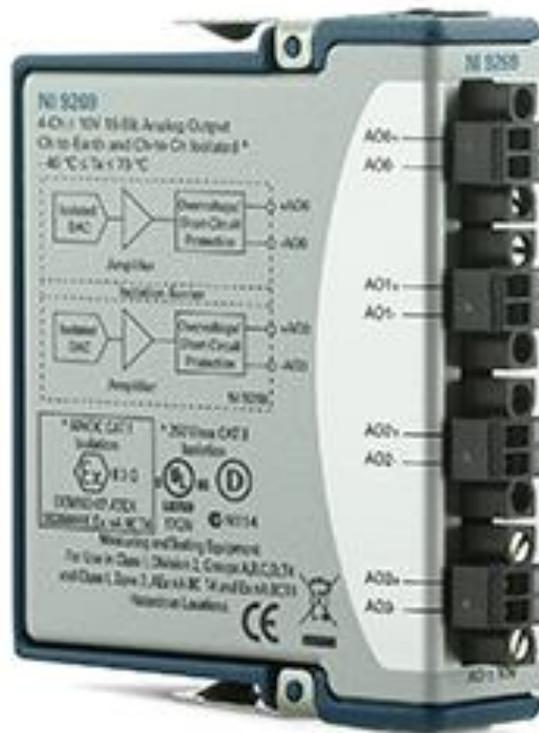


Figura 84. Tarjeta NI 9269. [45]

Mediante el chasis y esta tarjeta se controla el retardador mecánico y el sistema de posicionamiento nanométrico, gracias a que se cuentan con cuatro canales analógicos independientes y aislados entre sí. Después de haber realizado la programación del chopper óptico. Se realizó el montaje del sistema para realizar mediciones de reflectancia, al realizar estas se observó que la punta de fibra óptica cambia su frecuencia de resonancia de forma errática y aun sin encontrarse en campo cercano con respecto a la muestra, lo cual provoca que las mediciones realizadas den como resultado datos erróneos y no se obtenga información proveniente de la muestra, esto se debe a que el giro del disco del chopper provoca pequeñas corrientes de aire, que hacen que la frecuencia a la cual oscila la punta

de fibra óptica cambie, por lo cual se realizó el cambio a un chopper blindado (Fig. 85), en el cual el disco se encuentra dentro de una cubierta para evitar este efecto, solo se encuentra descubierto un orificio por donde pasa el haz del láser.



Figura 85. Disco del retardador mecánico con su blindaje.

Este efecto puede verse con corrientes de aire provenientes del exterior, las cuales son causadas por entrar o salir del laboratorio, mientras se realiza la medición, para remediar este problema dentro del programa principal se desarrolló una rutina, en la cual cuando la distancia recorrida por la muestra para estar en campo cercano con respecto a la punta, tiene una diferencia considerable con respecto al punto anterior, este no se toma en cuenta y se vuelve a medir, para asegurar de que no se trata de algún dato erróneo provocado por factores externos.

## 4.7 Mesa de posicionamiento nanométrico NanoCube

El microscopio de barrido de campo cercano debe de realizar un escaneo de la muestra con pazos de nanómetros, lo cual no se puede realizar mediante sistemas mecánicos, ya que son robustos y el desplazamiento que pueden lograr es de algunos cuantos cientos de nanómetros, lo cual haría que el sistema tuviera una resolución muy pequeña, por lo cual se hace el uso de sistemas basados en cristales piezoeléctricos. El propósito es tener resoluciones menores a las longitudes de onda presentadas por la luz con la cual se ilumina la muestra. Por lo cual se adquirió el sistema P-611.3 NanoCube de mesas de movimiento nanométrico en los ejes coordenados “XYZ” y el E-664 LVPZT servo controlador de posición (Fig. 86), ambos de la marca PI, el cual cuenta con las siguientes características: [46]

- Control individual de tres ejes.
- Display de voltaje/posición para cada eje.
- Control manual y externo.
- Voltaje de entrada de -2 a 12 volts de corriente directa.
- Voltaje de salida de -20 a 120 volts de corriente directa.
- Pico de salida de 14 watts.
- Voltaje de ganancia  $10 \pm 0.1$ .
- Conectores de entrada tipo BNC.
- Rango de operación de temperatura de 5 a 50°C.



Figura 86. Controlador del sistema de movimiento nanométrico XYZ.

Ya que el sistema E-664 LVPZT trabaja de -2 a 12 volts, se realizó la calibración del mismo para que trabaje en un rango de 0 a 10 Vcd, y el sistema se desplace de forma lineal, es decir cuando el voltaje de entrada sea de 10 volts el desplazamiento mostrado por el eje correspondiente será de 100 micrómetros, lo cual hace que el movimiento de las mesas se lleve a cabo de forma lineal con respecto al voltaje de entrada suministrado.

Las mesas de movimiento nanométrico P-611.3 NanoCube (Fig. 87), se encuentran en solo encapsulado y cuentan con las siguientes características: <sup>[47]</sup>

- Ejes XYZ.
- Recorrido en circuito abierto 120  $\mu\text{m}$ .
- Recorrido en circuito cerrado 100  $\mu\text{m}$ .
- Resolución en circuito abierto 0.2 nm.
- Resolución en circuito cerrado 1 nm.
- Capacidad de carga 15 Newtons.

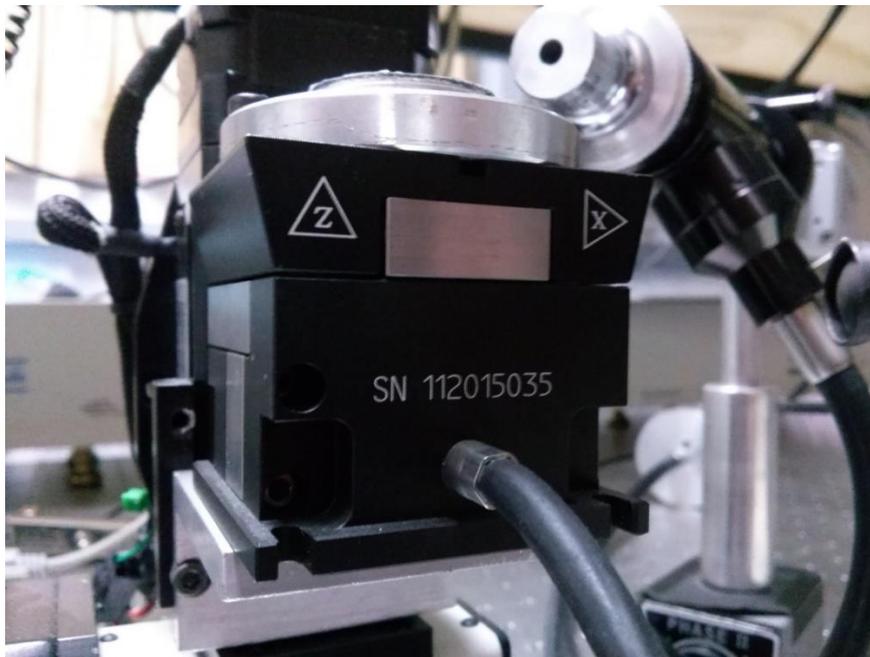


Figura 87. Sistema piezoeléctrico de movimiento nanométrico.

El sistema de mesas de movimiento nanométrico, se automatizó con el software LabVIEW y con la ayuda de la tarjeta de NI 9269 y el chasis cDAQ 9171 de National Instruments, de los cuales ya se había hablado anteriormente, esta tarjeta cuenta

con cuatro canales de salidas analógicas independientes que van de 0 a 10 Vcd, por lo cual tres de ellas se utilizan en la automatización de este sistema y la última para el chopper óptico.

El instrumento virtual desarrollado se nombró “movimiento nanométrico XYZ” mostrado en la figura 88, en el cual se encuentran tres controles numéricos, en los cuales se coloca la posición deseada de cada uno de los ejes, también se cuenta con un control booleano, mediante el cual se selecciona si el movimiento estará dado en micrómetros o nanómetros, ya que se trata de un sistema piezoeléctrico la posición que se introduce en los controles es absoluto, es decir si en el control numérico de movimiento en X se introduce el valor de 50 y el selector se encuentra en nanómetros, el desplazamiento realizado por la mesa será de 50 nm.

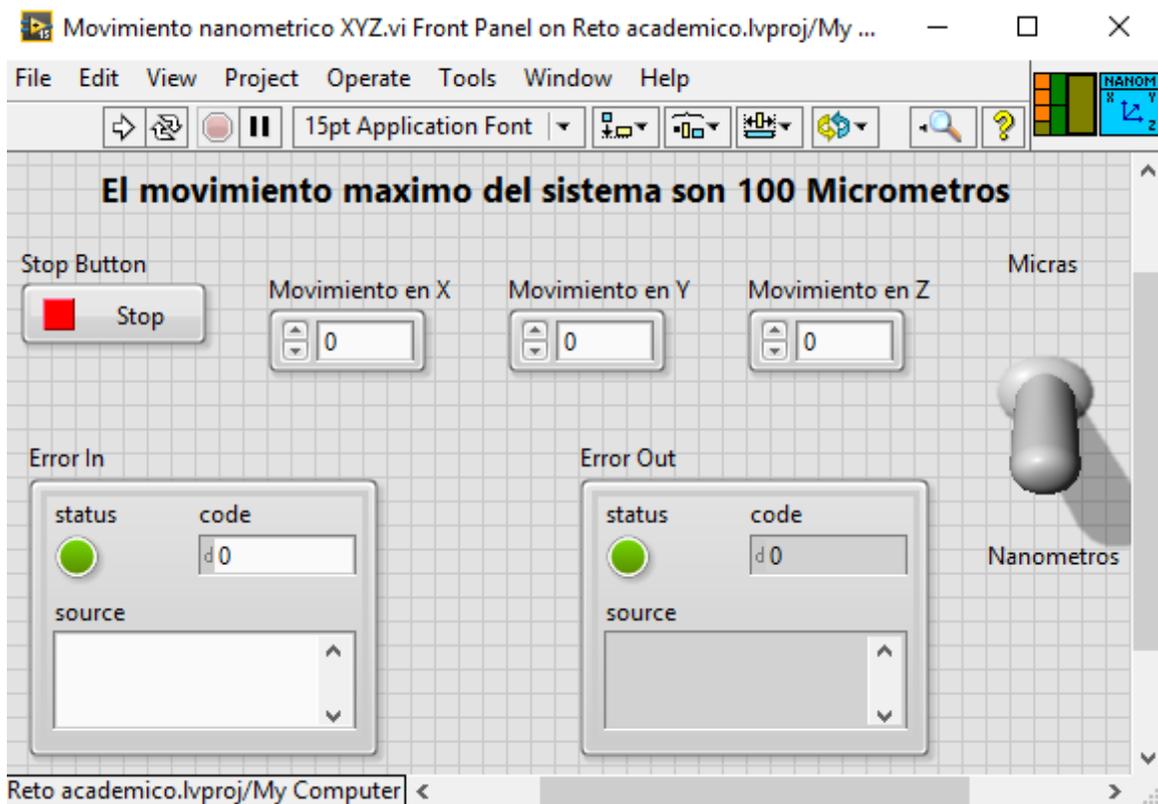


Figura 88. Panel frontal del VI movimiento nanométrico XYZ.

Para la realización del diagrama de bloques (Fig. 89) se utiliza el asistente expés para tarjetas de adquisición de datos, ya que la salida de voltaje de la tarjeta NI 9269, es proporcional al desplazamiento de las mesas, se realiza una división para

que el dato de salida se ajuste al valor del desplazamiento solicitado por el usuario, por lo cual esta división puede tener dos valores, ya que el desplazamiento puede estar dado en micras o nanómetros como ya se había mencionado.

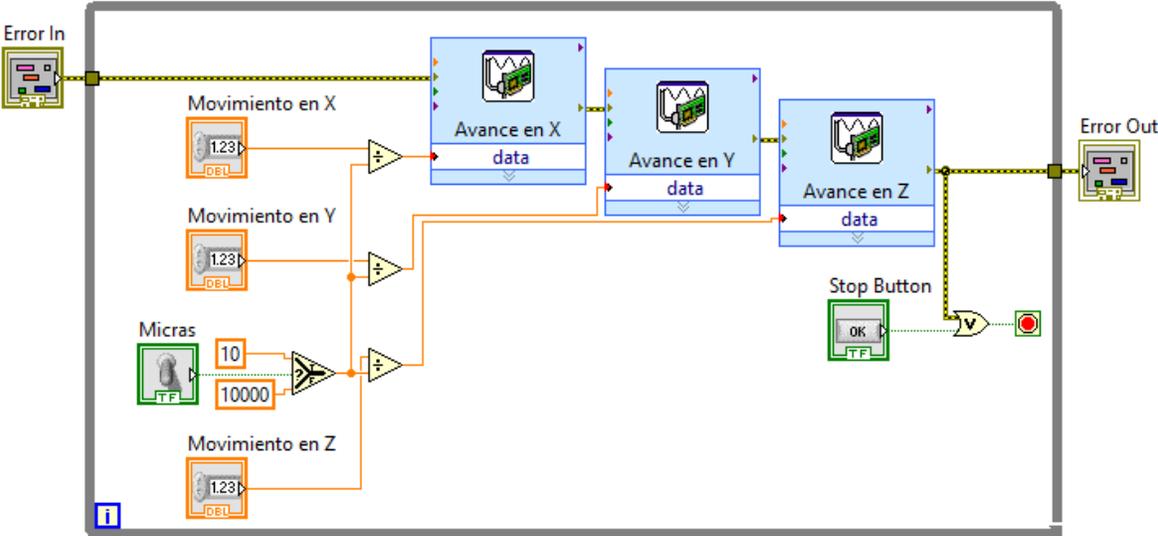


Figura 89. Panel frontal del VI movimiento nanométrico XYZ.

El NanoCube se montó sobre el sistema de movimiento micrométrico como se puede observar en la figura 90, por lo cual se desarrolló un nuevo programa el cual pudiera controlar los dos sistemas sin necesidad de estar cambiando de programas.



Figura 90. Montaje de los sistemas de escaneo.

El instrumento virtual desarrollado (Fig. 91) se basa en el uso de los VI's generados para el control de cada sistema, que como ya se había mencionado anteriormente para cada uno se desarrolló su propio icono y diagrama de conexiones, generando que este nuevo VI se realizara de forma más sencilla.

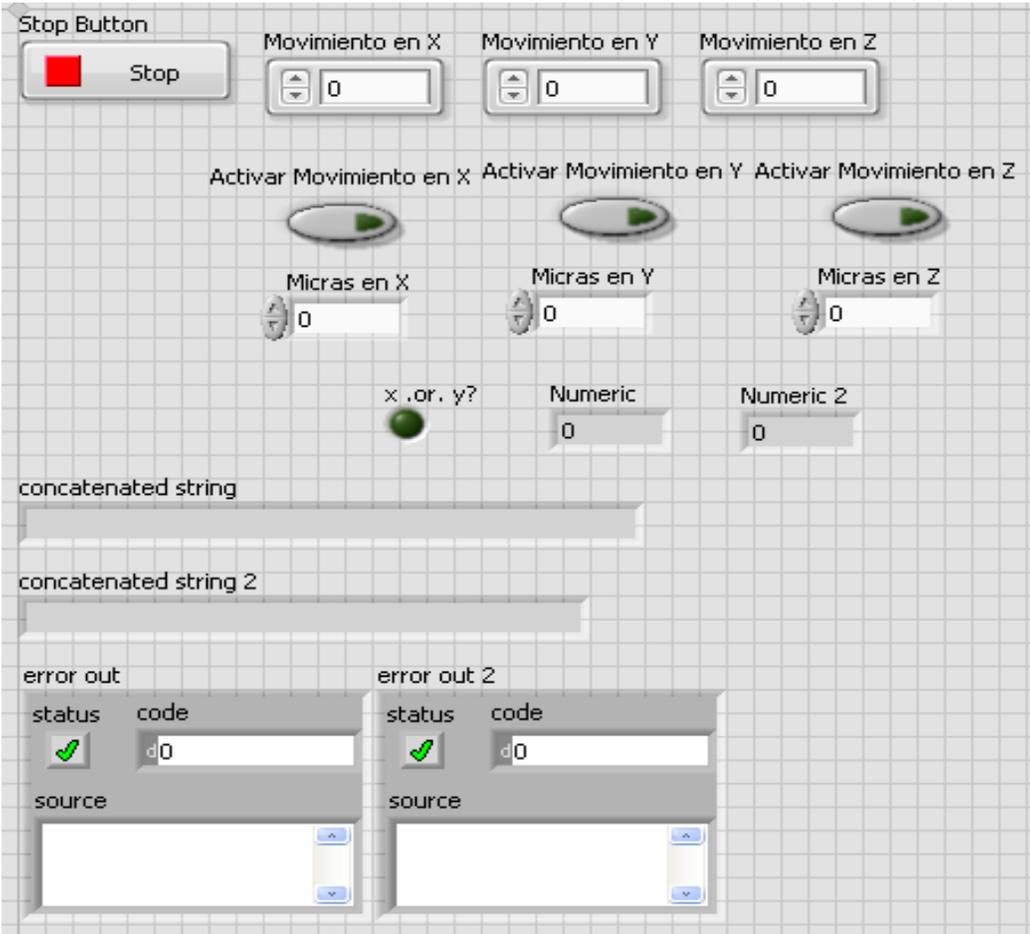


Figura 91. Panel de control del movimiento XYZ nanométrico y micrométrico.

## 4.8 Cámara CCD

Para la colocación manual de la punta de fibra óptica se tiene que utilizar una cámara, ya que el ojo humano no puede ver unas cuantas micras de separación entre esta y la muestra, por lo cual podría dañarse la punta, por lo cual se adquirió la cámara CCD de la marca PixeLINK modelo PL-B957F, que se muestra en la figura 92 y la cual cuenta con una lente telecéntrica, que es usada para colocar objetivos de aumento como si se tratara de un microscopio, con la finalidad de poder observar que tan separada se encuentra la punta de la fibra óptica estrechada de la muestra que se va a medir. Esta cámara tiene una resolución de 1.4 Megapíxeles <sup>[48]</sup>, la cual se conecta a la computadora mediante el puerto Firewire, con lo cual la velocidad de transmisión de datos es más alta que si se tratara de una cámara con conexión USB, el problema que existe es que este tipo de comunicación no se encuentra presente en todas las computadoras, por lo que se tuvo que usar una tarjeta con comunicación Firewire.

Ya que la cámara no contaba con ningún sistemas de posicionamiento, se mandó fabricar un vástago con base magnética especial para esta, en el taller de maquinados del instituto.



Figura 92. Cámara PixeLINK.

Ya que el software LabVIEW también cuenta con librerías para el manejo de cámaras, se desarrolló un instrumento virtual para el control de esta, además todos los sistemas que se implementaran en el desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano deben de controlarse con un solo software.

El instrumento virtual desarrollado se nombró “Cámara CCD PixeLink”, el cual tiene la capacidad de adquirir video solo con poner en marcha el VI, del cual se muestra el panel frontal en la figura 93, este cuenta con un icono generado y sus conexiones para poder ser usado dentro de otros programas, esto se puede observar en la esquina superior derecha, además de un botón para detener la adquisición de video, el cual esta encadenado al cable de error, con la finalidad de que en el momento que se llegue a desconectar la cámara el software se detenga de forma automática generando un mensaje de error.

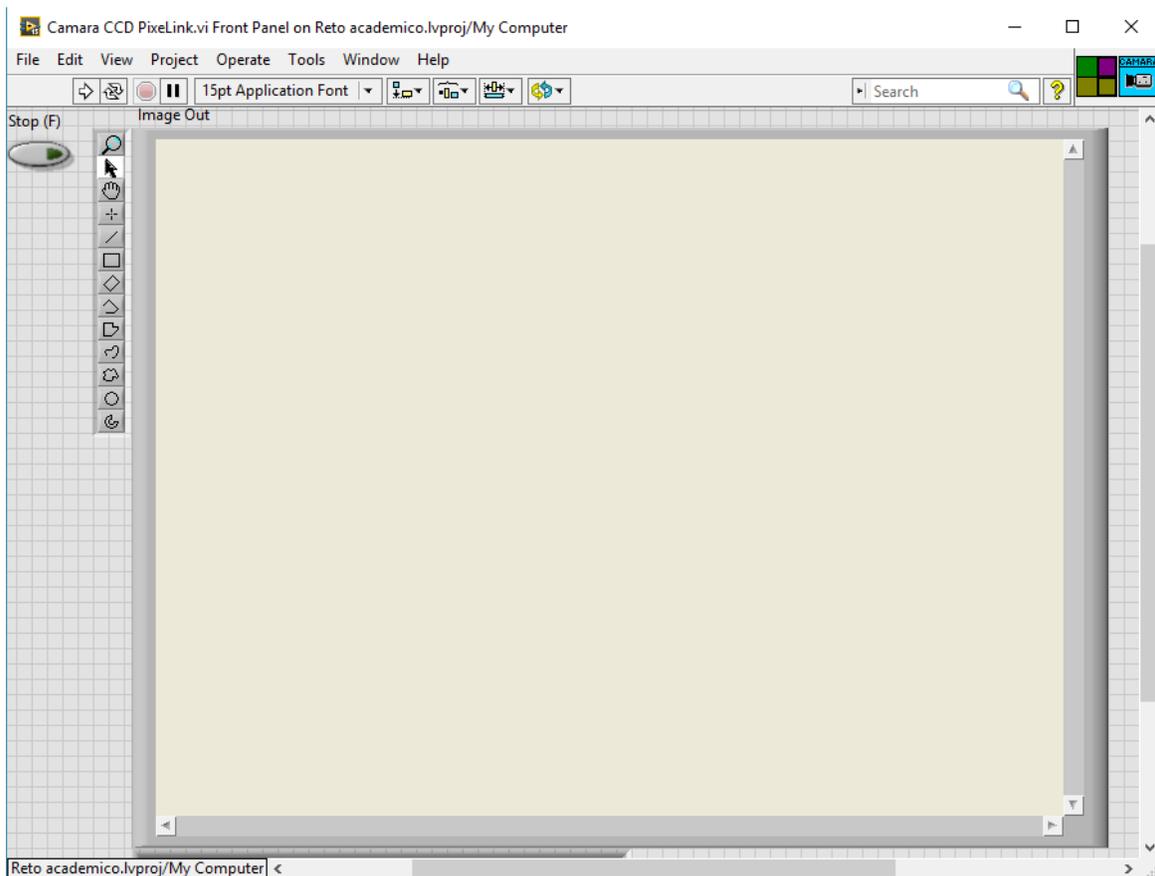


Figura 93. Panel de control de la cámara CCD PixeLINK.

El diagrama de bloques desarrollado se muestra en la figura 94, en el cual se hace uso del asistente expés para cámaras, el cual solo se encuentra disponible si se realizó la instalación de la librería Vision Acquisition, al igual que su activación, de otra forma este instrumento virtual no podrá ejecutarse aun no habiendo errores de programación.

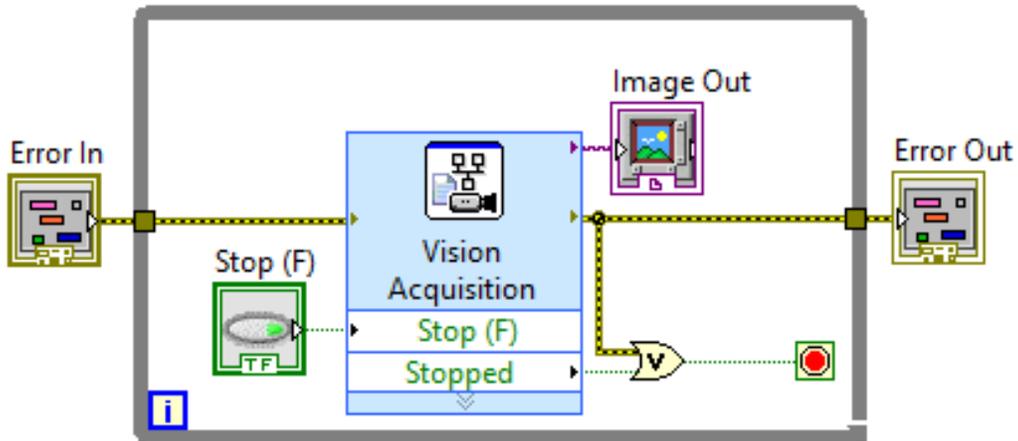


Figura 94. Diagrama de bloques del VI de la cámara CCD.

Ya que la cámara cuenta con una lente telecéntrica, esta requiere que la muestra que se va a observar sea iluminada, ya que de no ser así la pantalla solo se verá en color negro, por lo cual se construyó una lámpara (Fig. 95) de leds ultra brillantes de color blanco, está se encuentra conectada a una fibra óptica que conduce la luz hasta la lente telecéntrica. Esta lámpara se alimenta a 15 volts y consume 40 miliamperes, se desarrolló de esta forma ya que el voltaje de alimentación es el mismo que el de la cámara CCD y por lo tanto se conectan a la misma fuente de alimentación, de haberse realizado de otra forma se necesitarían dos fuentes de voltaje diferentes.



Figura 95. Vista interna de la lámpara desarrollada.

Ya que el microscopio de barrido de campo cercano debe de tener la menor entrada de luz proveniente del medio ambiente para que las mediciones sean lo más concisas y limpias, esta lámpara se encuentra cerrada en la estructura (Fig. 96) que se le fabrico y la luz solo es conducida mediante una fibra óptica hacia la lente telecéntrica de la cámara CCD.



Figura 96. Lámpara desarrollada.

## 4.9 Sistema de medición óptico

Para poder llevar a cabo la caracterización de las puntas de fibra óptica que se desarrollaron, se implementó un instrumento virtual, el cual controla la cámara CCD y los movimientos de los ejes coordenados “XYZ” tanto micrométricos como nanométricos, para realizar la medición de las puntas de una forma más rápida y exacta en comparación a como esta se hace con un microscopio óptico convencional, ya que el sistema de posicionamiento nos permitirá realizar el enfoque de forma más precisa.

El instrumento virtual desarrollado se nombró “Medición de Puntas para escaneo” (Fig. 97), el cual cuenta con una pantalla en la cual se despliega la imagen física de la punta de fibra óptica, a la cual se le va a medir el diámetro, además cuenta con seis controles numéricos para controlar el avance de cada uno de los grados de libertad del sistema de escaneo. Se encuentran dos controles por eje coordenado, ya que uno de ellos es para el avance grueso (micrómetros) y el otro para el avance fino (nanómetros), como se mencionó anteriormente, la cámara CCD cuenta con una lente telecéntrica, a la cual se le colocan objetivos de microscopio. Por lo cual este **VI** tiene un como box del cual se pueden seleccionar tres valores de aumento para los distintos objetivos disponibles en el laboratorio de “Espectroscopia 2” (2X, 20X y 40X), los cuales ya han sido calibrados usando una fibra óptica sin adelgazar de la cual ya se conoce su diámetro y por último se cuenta con un indicador numérico que se encarga de mostrar el diámetro de la punta que se está midiendo.

Para realizar la caracterización del diámetro de la punta es necesario que primero se realice un enfoque de esta, ya que esta se realiza por medio de la imagen, mediante las mesas de escaneo, después enfocar el área donde se requiere medir el diámetro. El instrumento virtual mostrara dos líneas en color rojo mostrando de que punto a qué punto se está realizando la medición y de inmediato se dará a conocer el diámetro de la punta, las líneas de color azul es el área que se encuentra destinada para realizar la medición y los puntos en color amarillo indican el perfil de la punta que es reconocido por el sistema, por lo cual si no es el área que se desea caracterizar, es necesario desplazar al punta.

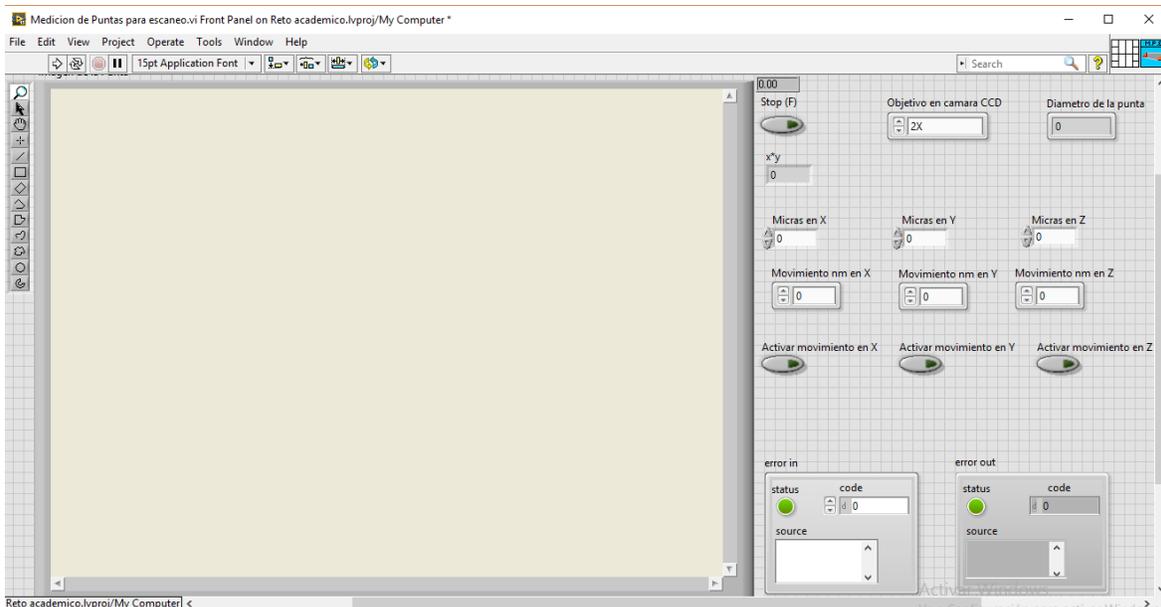


Figura 97. Panel frontal del VI de Medición de puntas para escaneo.

En el diagrama de bloques del instrumento virtual (Fig. 98) desarrollado se incluye la configuración de dos puertos de comunicación serial, esto es debido a la que las mesas de movimiento “XYZ” se compraron por separado por lo cual existen dos controladores distintos para su control, se hace uso del asistente exprés de visión, el cual se configura para realizar la medición del diámetro de la punta de fibra óptica. La estructura de casos es utilizada para realizar el ajuste correspondiente, al valor del aumento del objetivo de microscopio colocado en la lente telecéntrica de la cámara CCD, estos valores fueron calibrados, por lo que al cambiarlos el sistema estaría entregando mediciones erróneas.

El instrumento virtual desarrollado puesto en marcha se puede observar en la figura 99, donde se mide una punta de fibra óptica adelgazada mediante la sumersión de esta en ácido fluorhídrico, donde se puede ver que el sistema puede realizar la caracterización de los distintos diámetros de la punta, solo es necesario colocar la parte que se desea caracterizar, en el área de medición mediante el sistema de escaneo e inmediatamente el VI indicara el diámetro de la punta en dicha área, este valor esta dado en micrómetros.

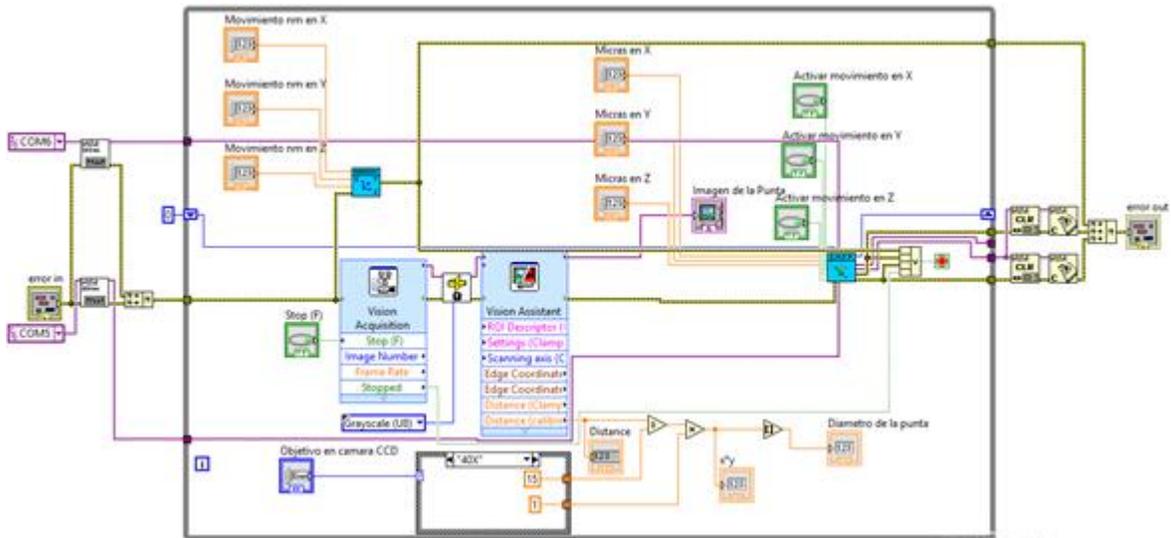


Figura 98. Diagrama de bloques del VI de Medición de puntas para escaneo.

Ya que la cámara CCD no cuenta con iluminación propia, se desarrolló una lámpara de la cual ya se había hablado en el tema anterior, la cual se conecta por medio de una fibra óptica a la lente telecéntrica y que sirve para iluminar la muestra que se va a medir, el problema es que las puntas de fibra óptica desarrolladas son muy delgadas y la luz atraviesa a estas, lo que causa que no se puedan distinguir, por lo cual se necesita de luz que sea reflejada por la muestra, o que provenga de la parte trasera de esta, como es acostumbrado en los microscopios ópticos convencionales, el problema es que se tendrían que tener dos fuentes de luz.

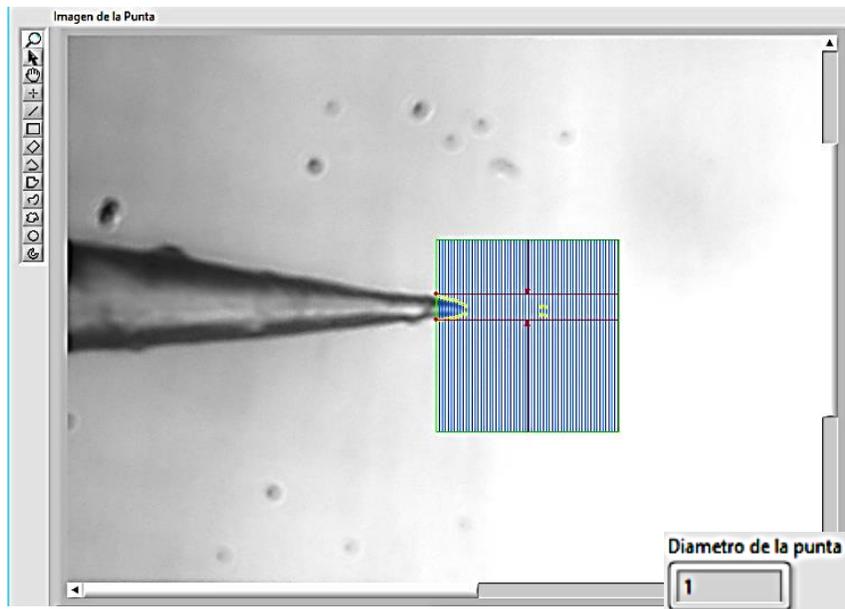


Figura 99. Instrumento virtual en funcionamiento.

Para solo contar con una sola fuente de luz, se optó por iluminar la punta de fibra óptica con la misma fuente proveniente de la cámara CCD y que esta sea reflejada, por lo cual se desarrollaron unos portaobjetos (Fig. 100) especiales, los cuales están fabricados en lámina de acero inoxidable con acabado espejo, mediante los cuales la mayor parte de la luz, que sale de la lente telecéntrica es reflejada hacia la cámara CCD, obteniendo como resultado la vista de la punta de fibra óptica con una buena definición.



Figura 100. Portaobjetos desarrollado.

En la figura 101 se muestra la detección lograda de una punta rota de la marca LovaLite, la cual se planeaba colocar en el microscopio de barrido de campo cercano, pero antes de hacerlo se midió mediante este sistema para ver la calidad de esta, en donde se pudo observar que se encontraba dañada aun siendo nueva, por lo que no fue colocada en el sistema desarrollado.



Figura 101. Punta de fibra óptica LovaLite dañada.

Después de haber observado la punta dañada, se procedió a medir otra punta, obteniendo como resultado la imagen mostrada en la figura 102, donde esta punta no se encuentra dañada, por lo que fue colocada en el microscopio de barrido de campo cercano, para la realización de la caracterización de muestras.

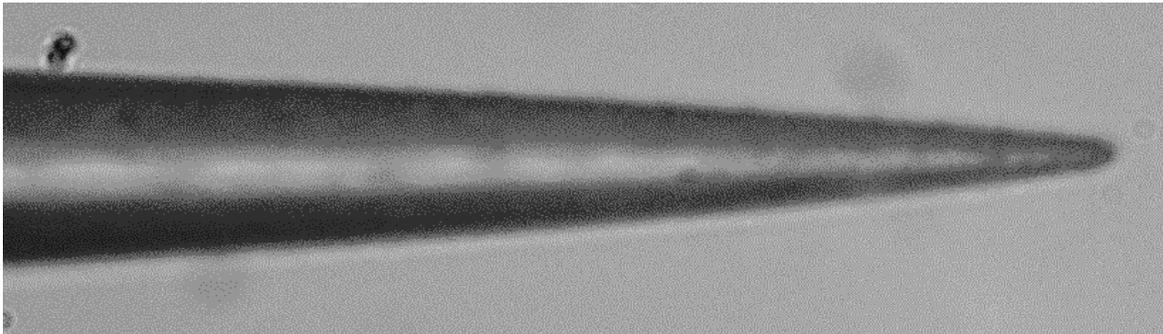


Figura 102. Punta de la fibra óptica LovaLite.

## 5. Calibración del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano

Dentro de los pasos para la realización de un proyecto se encuentran los siguientes:

- Formulación del problema a resolver.
- Fundamentación teórica del proyecto.
- Desarrollo.
  - ❖ Obtención de los materiales.
  - ❖ Automatización de cada sistema.
  - ❖ Automatización de un sistema en conjunto.
  - ❖ Puesta en marcha.
- Verificación.
  - ❖ Prueba del funcionamiento del proyecto.
  - ❖ Calibración.
  - ❖ Obtención de las características del sistema (resolución, exactitud, precisión, etcétera).

Para comprobar que el proyecto realizado efectivamente cumpla su función, es necesario realizar la verificación de este, mediante la aplicación de diferentes pruebas como repetir la medición varias veces, para ver qué tan precisas son estas.

Todo sistema que se desarrolle con el fin de realizar la caracterización o medición de una magnitud física como temperatura, peso, velocidad, fuerza, distancia, tamaño, etc., es necesario que se le lleve a cabo un proceso de calibración, con la finalidad de conocer su resolución, exactitud y precisión.

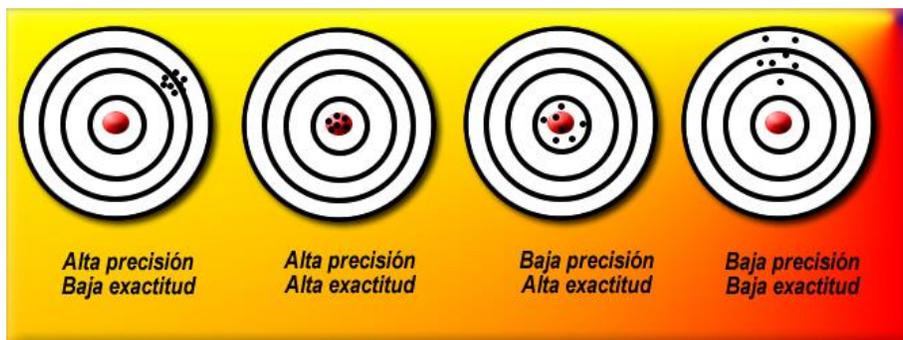


Figura 103. Precisión y exactitud. [49]

Es muy importante tomar en cuenta la diferencia entre estas últimas dos, ya que son términos que comúnmente se confunden, la exactitud se refiere a cuan cerca se encuentra la medición obtenida del valor real (círculo central en color rojo), mientras que la precisión es que tan similares o iguales son las mediciones una de otra (puntos negros), realizadas estas bajo las mismas condiciones y la resolución indica la menor variación que puede ser detectada por el sistema (Fig. 103).

La calibración del sistema del microscopio de barrido basado en el efecto de campo cercano, se llevó a cabo mediante la adquisición de diferentes muestras patrón y su caracterización en el sistema, estas muestras cuentan con una morfología bien definida y caracterizada por el fabricante, por lo cual puede llevarse a cabo una comparación de las características, de lo que se mide en el sistema y lo que físicamente se tiene. Las muestras que se utilizaron para la caracterización del sistema son las siguientes:

- Disco Compacto
- DVD-ROM
- Blu-Ray
- SNG-01
- Rejilla de difracción de 1200 líneas por milímetro
- Sony DADC

Ya que en el instituto se cuenta con microscopio de fuerza atómica, algunas de las muestras también serán medidas en este, con el objetivo de obtener datos más precisos y reales, así de esta forma poder realizar una calibración más clara del microscopio de barrido que se desarrolló.

Los resultados obtenidos de las mediciones realizadas a las muestras de calibración se muestran en los siguientes temas.

## 5.1 Caracterización de sistemas de almacenamiento óptico

Las computadoras han recorrido un largo camino desde mediados de los cincuentas, estando presentes en la industria, el hogar, el espacio y actualmente en casi cualquier lugar, esto se debe al desarrollo de los microprocesadores, pero principalmente al desarrollo de los dispositivos de almacenamiento físico de datos, ya que sin ellos todos los programas desarrollados o información se perdería y tendría que volverse a capturar nuevamente cada vez que quisiera ser usada.

En un principio se presentaron las tarjetas perforadas (Fig. 104) como el primer sistema de almacenamiento de datos, las cuales eran unas láminas hechas de cartulina, a las cuales se les hacían perforaciones de tal forma que representaba el código binario de algún programa desarrollado, estas eran insertadas en máquinas, de forma secuencial, donde la información quedaba almacenada temporalmente para ser probada. El principal inconveniente es que si algún dato no había sido copiado correctamente a la tarjeta, esta tendría que volverse a hacer desde un principio, otro de los problemas que había era el desgaste de las mismas y que estas siempre tenían que ser introducidas en la misma secuencia.



Figura 104. Tarjeta perforada de IBM. [50]

Ya que este sistema de almacenamiento de datos presentaba demasiados problemas, se desarrollaron nuevos dispositivos con mejores características, los cuales se enlistan a continuación: [51]

- Cinta magnética: desarrollada por el inglés Oberlin Smith en el año de 1878, para la grabación de voz y en 1951 fue utilizado como medio de almacenamiento de datos en el primer ordenador personal.
- Discos magnéticos rígidos: también conocidos como disquete y formados por una lámina en forma de disco, la cual se fabrica en un material flexible y magnetizable, cubierta de una carcasa de plástico protectora, con capacidad de almacenamiento de 79.6 KB hasta 240 MB.
- Disco duro: es un dispositivo mecánico que emplea un sistema de grabación magnética para el almacenamiento de datos digitales, el cual se compone principalmente de uno o más platos o discos, en cada una de sus cara un cabezal de lectura y escritura, con un motor que hace girar los discos. El primer disco duro fue inventado en 1956 por IBM y a lo largo del tiempo han sufrido diferentes modificaciones, mediante las cuales su capacidad de almacenamiento ha ido desde 5 MB hasta actualmente los 3 TB.
- Unidad Zip: es un dispositivo periférico de almacenamiento de tipo magnético y extraíble de mediana capacidad, introducidos en el mercado por la empresa Iomega en 1994 donde la primera versión contaba con una capacidad de 100 MB y las posteriores se ampliaron hasta los 750 MB, no fue muy popular ya que no era compatible con todas las computadoras.
- Discos compactos: con la aparición del computador 80586 de Intel, aparecen también los Cd's, en los cuales se podía almacenar hasta 650 MB, esta tecnología trabaja mediante lectura y escritura óptica, en donde la unidad lectora se conoce como CD-ROM. La lectura de los datos que contiene se lleva a cabo haciendo pasar un haz laser muy fino por la superficie del disco, la cual refleja los datos que tiene grabados este, ha ido evolucionando con el tiempo y actualmente tienen una capacidad de almacenamiento de datos de hasta 128 GB.
- Memorias USB: es un dispositivo pequeño que utiliza memoria flash para el almacenamiento de información, las primeras estaban basadas en compuertas NAND, fueron desarrolladas en el año de 1996 y comercializadas por las empresas Trek Technology e IBM en el año 2000 con capacidad de

almacenamiento de 8 MB, en las cuales la información podía ser borrada y vuelta a escribir, actualmente tienen una capacidad de hasta 1 TB.

- Discos duros de estado sólido: este dispositivo de almacenamiento de datos utiliza memoria no volátil, en lugar de los discos magnéticos, estas unidades son menos sensibles a los golpes o vibraciones por no tener partes móviles, por lo que poseen un menor tiempo de acceso. En 1995 la compañía M-Systems presentó este tipo de unidades con capacidades de 18 GB, actualmente en algunos comercios se pueden encontrar de hasta 960 GB.

Como se puede observar ha habido un gran avance en los dispositivos de almacenamiento de datos y en este desarrollo se realiza la caracterización de disco compactos ya que cuentan con un patrón bien definido cuando estos aún son vírgenes, es decir aun no es grabada en ellos ningún tipo de información.

Los discos compactos estándar (Fig. 105) tienen un diámetro de 12 centímetros y un espesor de 1.2 milímetros, fabricados principalmente de policarbonato de plástico, al cual se le añade una capa reflectante de aluminio, la cual es utilizada para protegerlo y así aumentar el tiempo de vida de los datos que en él se almacenan, además de esta forma se refleja la luz láser hacia el detector, posteriormente se le añade una capa protectora de laca, la cual funciona como protectora del aluminio y por último una etiqueta en la parte superior.



Figura 105. Disco compacto estándar de Sony.

En algunas ocasiones a la estructura de los Cd's se les agregan capas adicionales para mejorar el tiempo de vida, o para generar una capa que sustituye a la etiqueta, la cual puede ser impresa en la misma unidad de CD-ROM, como se muestra en la figura 106.



Figura 106. Estructura de un disco compacto Verbatim con superficie imprimible.

[52]

Los discos compactos contienen sus datos en una única línea en espiral (Fig. 107) que va desde el centro de estos hacia a fuera, con lo cual se ofrecen otros formatos como el mini CD, el cual tiene un diámetro de 8 centímetros y una capacidad de almacenamiento de hasta 200 MB. Esta espiral es equidistante entre sí, la cual si se extendiera alcanzaría una distancia de alrededor de 5 Km, y en ella se encuentran los “BUMPS”, la secuencia de ceros y unos que representan los datos que fueron grabados en este, a estos también se les conoce como pits y los cuales aparecen en la parte metalizada del lado donde el láser realiza la lectura.

Para la generación de los pits y grabación de datos en los discos compactos se utiliza un láser de mayor potencia, que el utilizado solo para lectura, ya que este debe ser enfocado sobre la capa de policarbonato generando huecos, los cuales contrastan con las zonas donde no existen, quedando así grabados los datos.

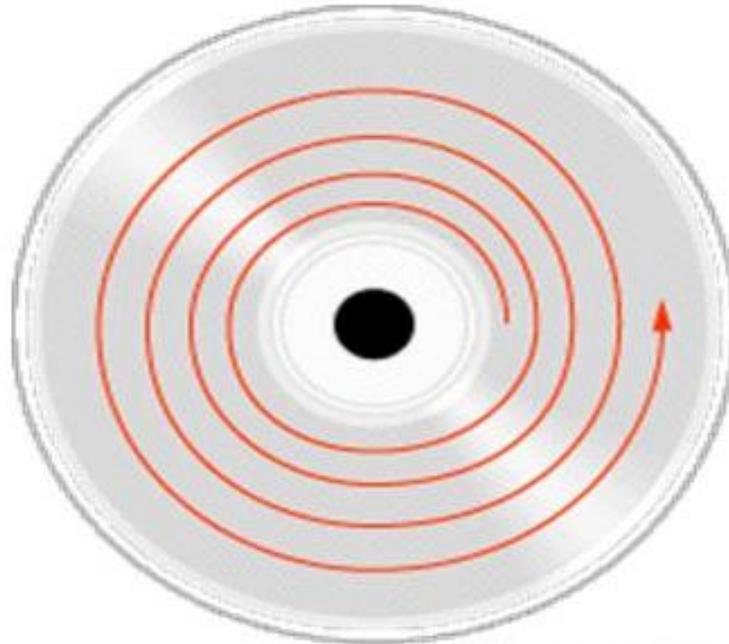


Figura 107. Espiral de datos del disco compacto. <sup>[53]</sup>

Se da el valor de 0 tanto a la sucesión de salientes, como a la sucesión de no salientes (pits) y el valor de 1 si se produce un cambio de superficie en el sentido que sea: tanto pozo a valle, como valle a pozo. Ya que las pistas de datos de los discos compactos, se encuentran distribuidas uniformemente y son pequeñas, con ellos se pueden construir rejillas de difracción.

### 5.1.1 Caracterización de CD ROM

Para la calibración del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, se procedió a la caracterización de un cd virgen, ya que como se mencionó anteriormente contiene un patrón bien definido con las siguientes características:

- Distancia entre pistas: 1.6  $\mu\text{m}$ .
- Ancho de la pista: 500 a 670 nm.
- Radio del área interna del disco: 25 mm.
- Velocidad de exploración 1.2 a 1.4 m/s

Estas características se pueden observar en la figura 108, ya que en el disco compacto no se ha grabado ningún tipo de información, no existen discontinuidades en la pista.

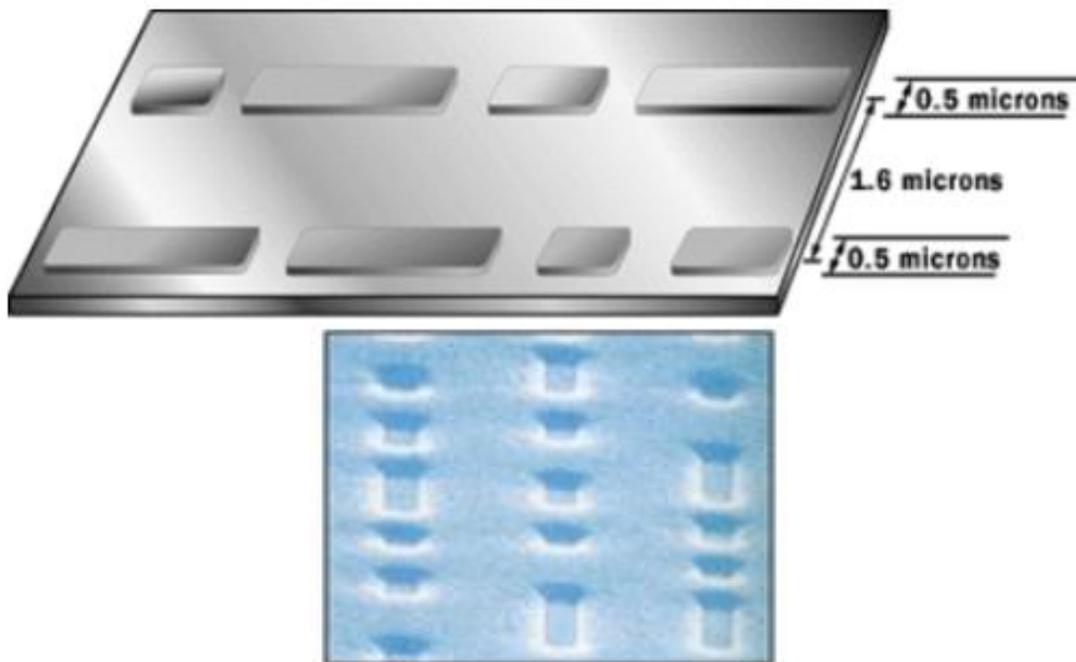


Figura 108. Estructura del disco compacto. [54]

Ya que el CD es demasiado grande para ser montado en el portamuestras, se cortó y colocó solo una pequeña parte, esto no afecta ya que el patrón antes descrito se encuentra en todo el disco, para la primera prueba realizada, se llevó a cabo

mediante un escaneo con una separación entre los pasos de 30 nm y una altura entre la muestra y la punta de fibra óptica de alrededor de 100 nm, en el modo de reflectancia diferencial se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 109 y 110, en donde se puede apreciar dos pistas y una separación entre ellas, el área que se midió fue de 450 nm<sup>2</sup>.

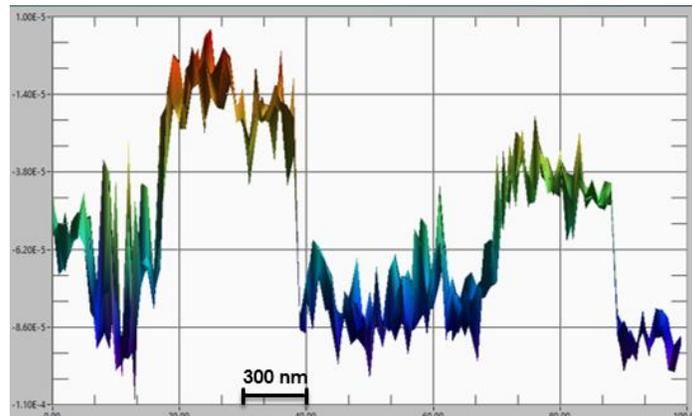


Figura 109. Imagen SNOM de disco compacto en vista lateral.

Al observar la medición realizada, se comprueba que el sistema de microscopia se encuentra funcionando, pues los resultados obtenidos concuerdan con las características proporcionadas por el fabricante. Este resultado aún puede mejorarse aumentando el número de mediciones promediadas por punto, por lo que se realizó una nueva medición tomando una región diferente, con la finalidad de comprobar que se pueden encontrar las pistas y los separadores en cualquier área y no se trate de algún artefacto generado por el sistema.

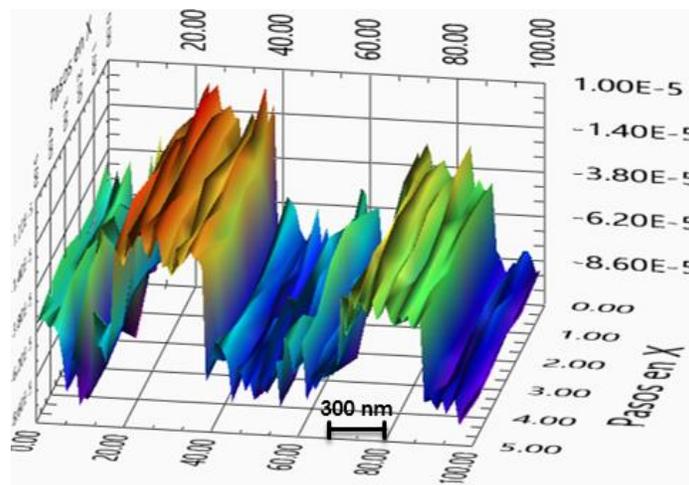


Figura 110. Imagen de disco compacto vista 3D.

La siguiente medición realizada, se llevó a cabo con una distancia entre pasos de 80 nm, una altura de separación entre la muestra y la punta de alrededor de 100 nm y un área total de  $1.12 \mu\text{m}^2$ .

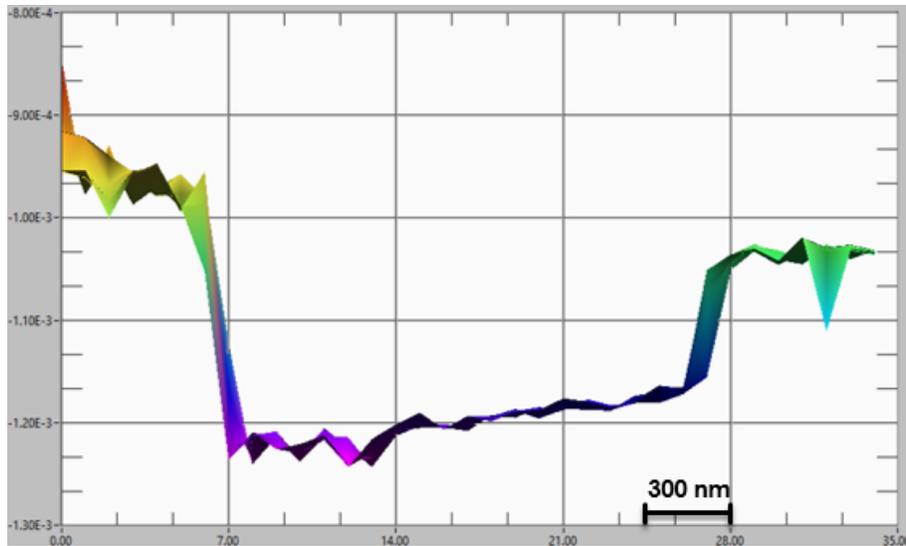


Figura 111. Imagen de disco compacto vista lateral, pasos 80 nm.

Al aumentar el número de mediciones promediadas por punto, se disminuye la disparidad entre puntos, lo que hace que los gráficos obtenidos se vean más limpios como se puede observar en las figuras 111 y 112, en donde aparece el separador de las pistas en el centro y dos de ellas en los extremos, manteniéndose los parámetros que el fabricante proporciona.

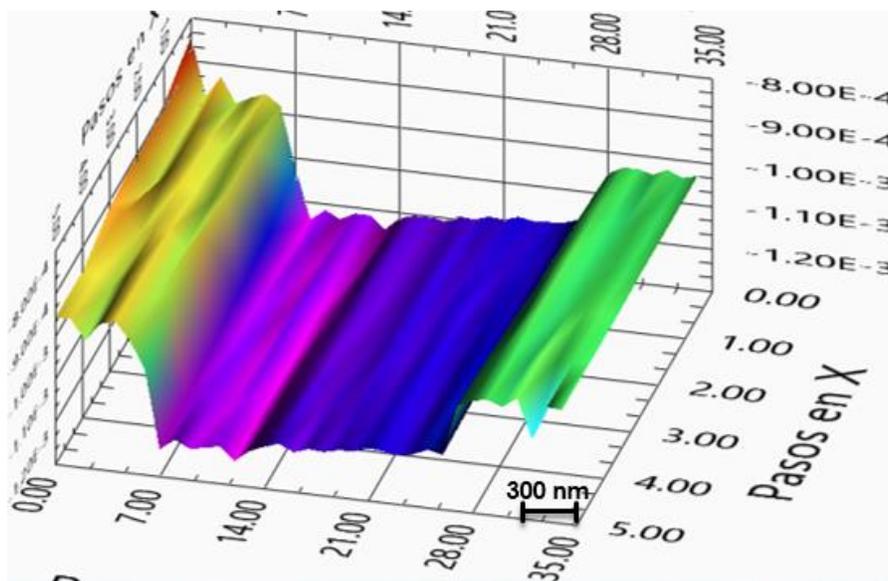


Figura 112. Imagen de disco compacto vista 3D en pasos 80 nm.

En el análisis del disco compacto, se realizó la medición mostrada en las figuras 113 y 114, en la cual la distancia entre pasos fue de 7 nm.

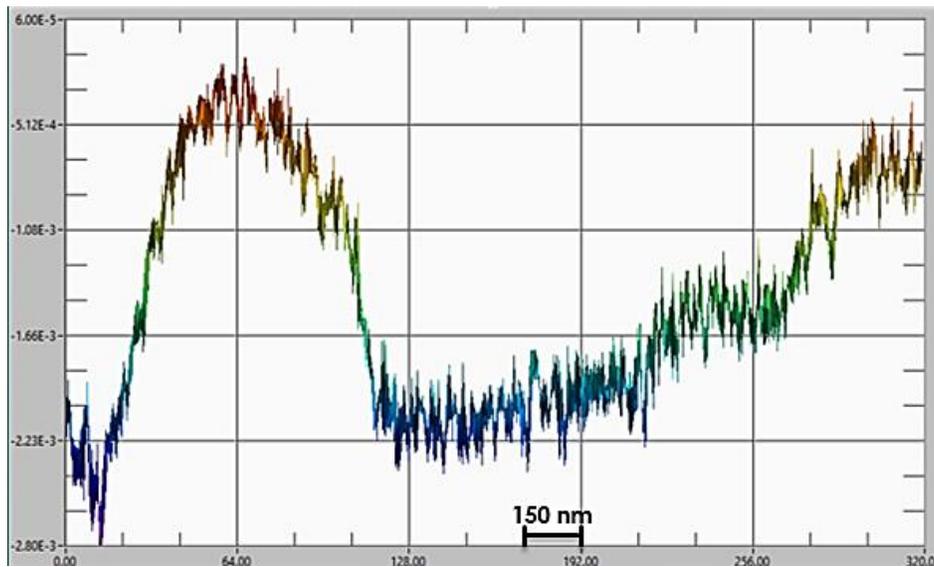


Figura 113. Imagen de disco compacto vista lateral en pasos 7 nm.

Al disminuir la distancia de separación entre los pasos del escaneo, se logra observar una mejor transición entre las pistas y el separador, dando una idea más clara de cómo suceden estas transiciones, ya que no son tan abruptas como se puede observar en las mediciones anteriores

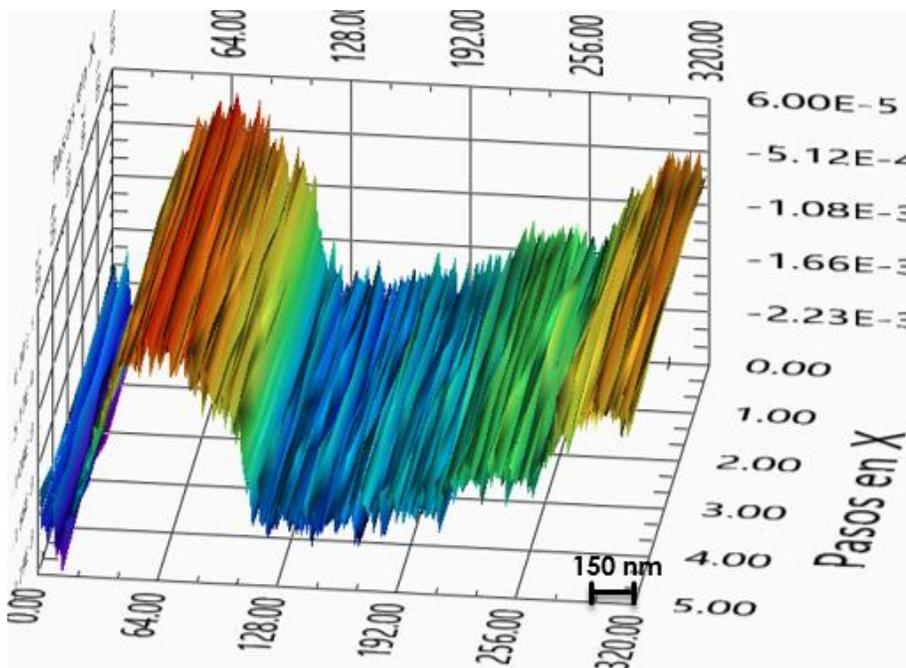


Figura 114. Imagen de disco compacto vista 3D en pasos 7 nm.

Para el disco compacto no se pudieron llevar a cabo mediciones mediante microscopia de fuerza atómica (AFM), ya que este cuenta con una capa protectora para las pistas, por lo único que se hubiese medido, sería una línea, esta es una ventaja que tiene el sistema de microscopia desarrollado en comparación con otros sistemas que deben mantener en contacto una punta con la muestra.

Durante la caracterización del disco compacto se pudo tomar una fotografía (Fig. 115) de la reflectancia mostrada por este y como es que esta es conducida a la punta de fibra óptica.

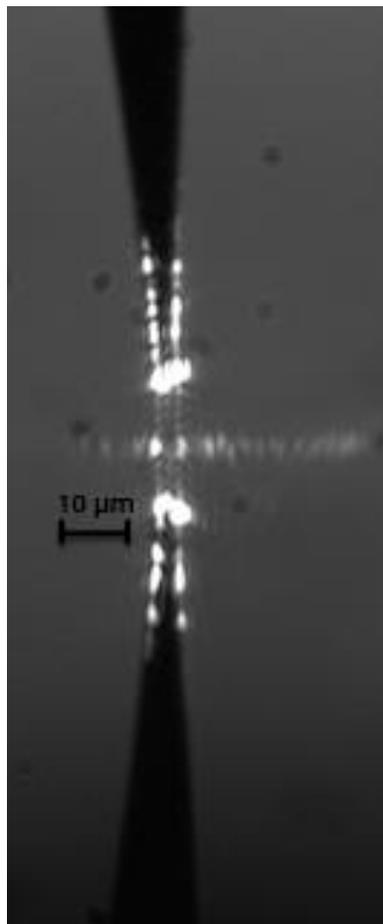


Figura 115. Reflectancia mostrada por el disco compacto.

### 5.1.2 Caracterización de DVD ROM

Un disco versátil digital (DVD) se desarrolló con la finalidad de reemplazar al formato VHS, ya que el contenido digital en CD's es de menor calidad, además de que el DVD tiene una capacidad de almacenamiento mayor a la de un disco compacto de tamaño estándar (12 centímetros de diámetro), lo cual es debido a que los patrones donde es grabada la información son de un menor tamaño, haciendo que la espiral que se forma sea mucho más compacta y larga, como se puede observar en la figura 116.

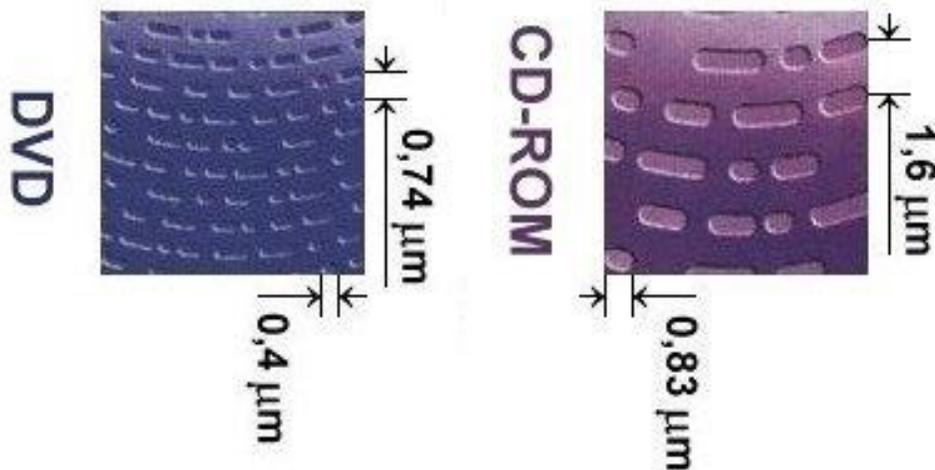


Figura 116. Comparación de patrones de la estructura de un CD y DVD. [55]

El DVD de simple capa tiene una capacidad de almacenamiento de hasta 4.7 GB, que es alrededor de siete veces más que el CD, por lo que la longitud de onda del láser que se utiliza para su lectura es de 650 nm y una apertura numérica de 0.6, con lo que la resolución de la lectura se incrementa en un factor de 1.65 y la densidad de datos físicos 3.3 con respecto a la del disco compacto. [56]

A pesar de que el CD utiliza un láser con una longitud de onda de 780 nm para su lectura, se realizó la caracterización del DVD con un láser rojo, cuya longitud de onda es de 632.8 nm, con lo que se demuestra que el sistema no depende de esta, sino más bien de la apertura de la punta de fibra óptica y del sistema mecánico con el cual se coloca está a unos cuantos nanómetros de la muestra y con el que se lleva a cabo el escaneo.

La medición del disco versátil digital se llevó a cabo con pasos de 10 nm, una altura de separación entre la muestra y la punta de fibra óptica de alrededor de 100 nm y un área total de  $0.095 \mu\text{m}^2$ , los patrones que se presentan son de un menor tamaño, lo cual nos ayudó a demostrar que el sistema tiene la capacidad de resolver estructuras con tamaños menores a 500 nanómetros, como se puede observar en las figuras 117 y 118, en las cuales se puede observar una de las pistas de grabación, la cual se encuentra entre dos separadores y que además la medición realizada cuenta con las medidas de la estructura.

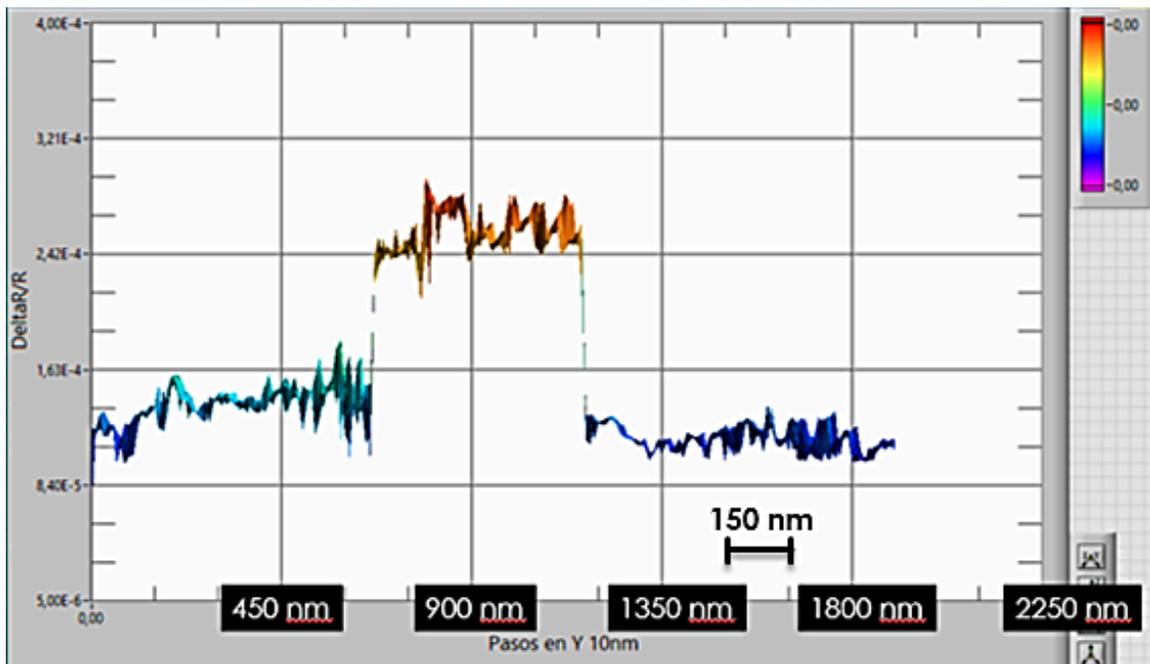


Figura 117. Imagen del DVD vista lateral, pasos 10 nm.

En la figura 118 se puede observar que la pista caracterizada en esta medición tiene un ancho de 450 nm, y que aún se puede resolver ciertos patrones dentro de esta, lo que nos indica que el sistema desarrollado cuenta con una mayor resolución. Al realizar esta medición, se pudo observar que la reflectividad mostrada entre un CD y un DVD es diferente, y que por lo tanto el orden de magnitud de la reflectancia diferencial cambia para estos, en la figura 119 se muestra la reflectividad captada por la cámara CCD de la muestra del DVD medida.

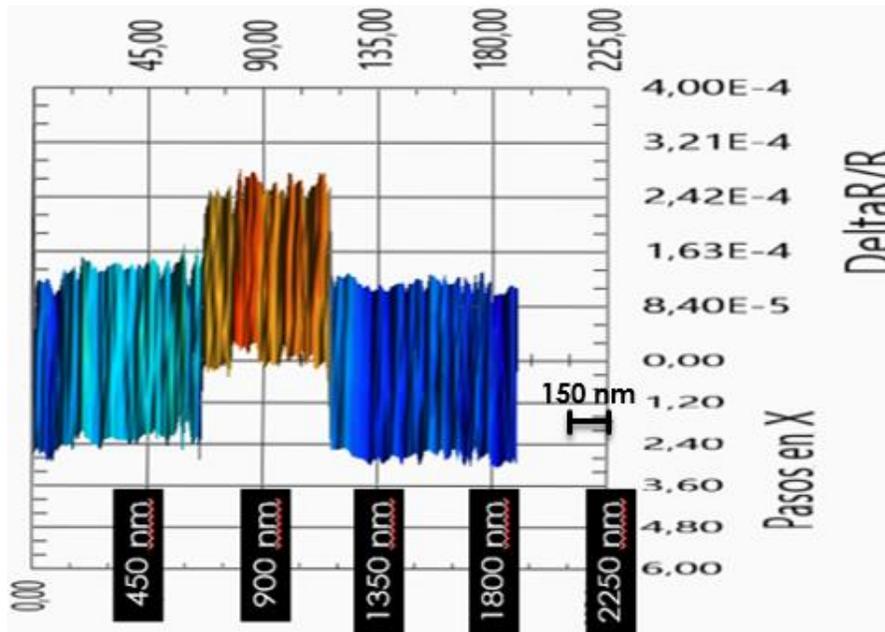


Figura 118. Imagen del DVD vista 3D, pasos 10 nm.

La reflectividad captada en cada uno de los dispositivos de almacenamiento óptico es diferente, debido a que el tamaño de las capas que protegen a las pistas varía y la longitud de onda cambia como se observara en el siguiente Capítulo.

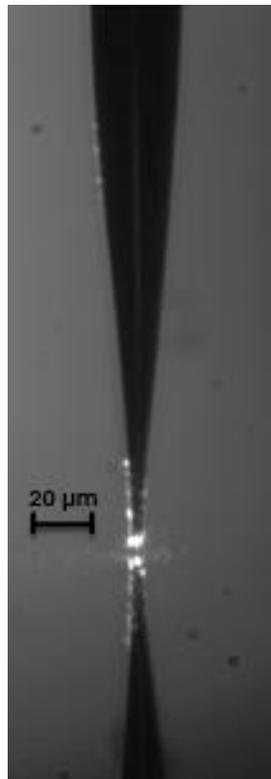
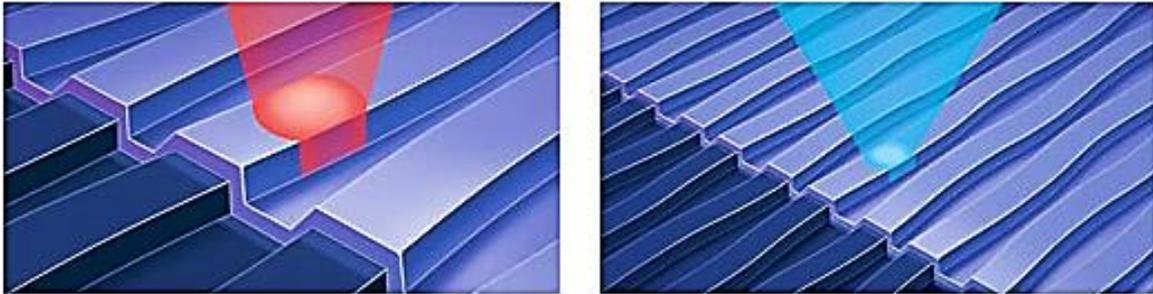


Figura 119. Reflectividad mostrada en un DVD.

Ya que el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado tiene la capacidad de resolver patrones de un menor tamaño a los mostrados en este experimento, se decidió realizar la caracterización de un disco Blu-ray, ya que este cuenta con pistas de menor tamaño comparadas con el DVD como se puede observar en la figura 120.



DVD Track pitch: 0.74  $\mu\text{m}$

BD Track pitch: 0.32  $\mu\text{m}$

Figura 120. Representación esquemática de BD y DVD-Recording. <sup>[57]</sup>

### 5.1.3 Caracterización de BLU-RAY

En la búsqueda de patrones bien establecidos y caracterizados, para la realización de la calibración y pruebas de funcionamiento del sistema de microscopia, se observó que los discos Blu-ray, tienen una capacidad de almacenamiento de datos mayor a la de los discos compactos y los DVD, debido a que cuentan con una mayor densidad de espiras. El Blu-ray fue desarrollado por la Asociación del Disco Blu-ray (BDA), principalmente para ser empleado en datos de video de alta definición (HD) y lanzado en el año 2002, el cual tiene una capacidad de almacenamiento que va desde los 25 GB hasta los 128 GB, en la figura 121 se realiza una comparación entre estos tres sistemas de almacenamiento de datos ópticos. [58]



Figura 121. Comparación del tamaño de las estructuras de CD, DVD y Blu-ray. [59]

Los lectores de discos Blu-ray usan un láser con una longitud de onda de 405 nanómetros, sin embargo para la caracterización de este sistema se usó una longitud de onda 632.8 nm, aun siendo esta mucho mayor que el tamaño de las pistas que muestra la estructura de un Blu-ray, con lo cual se puede comprobar que el sistema no depende de la longitud de onda, con la cual se ilumine la muestra que

se mide, sino más bien del diámetro de la apertura de la punta de fibra óptica y del sistema de posicionamiento, el cual pueda colocar a esta en campo cercano.

Para la realización de esta medición la distancia entre pasos para el escaneo fue de 10 nm, la separación entre la muestra y la punta de fibra óptica de alrededor de 100 nm, el área que se escaneo de  $0.036 \mu\text{m}^2$  y se mide reflectancia diferencial, con lo cual se obtuvieron los resultados observados en las figuras 122 y 123, en donde se muestra una de las pistas del disco Blu-ray y dos separadores, con lo cual se puede comprobar que el sistema cuenta con una mayor resolución.

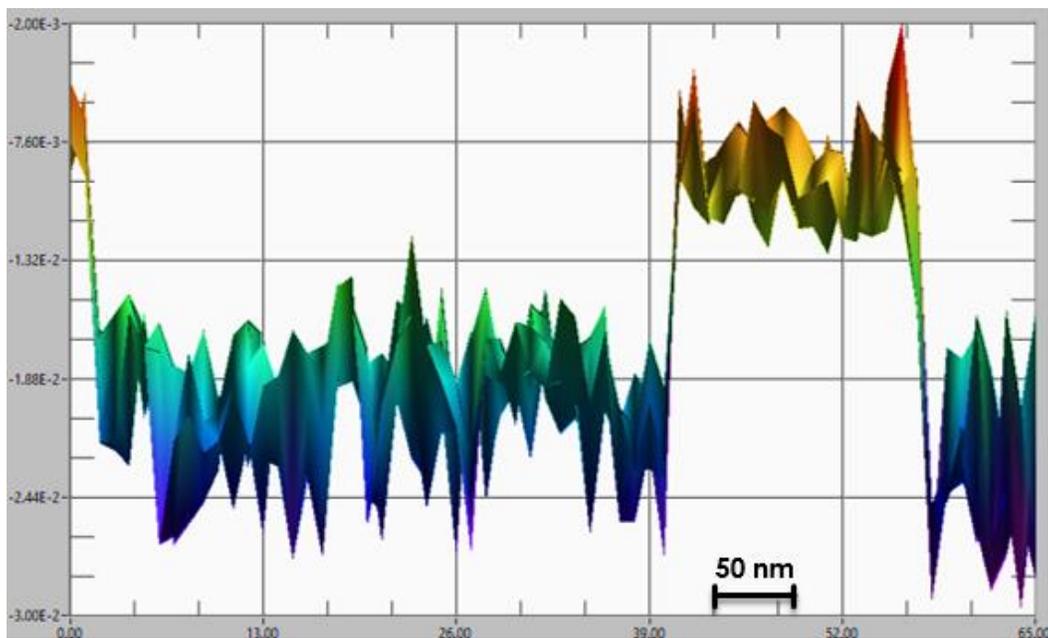


Figura 122. Imagen del disco Blu-ray en vista lateral, pasos 10 nm.

En este experimento se pueden observar la existencia de una pista completa y la aparición de dos de los separadores, al principio de la medición se logra apreciar el término de una primera pista, por lo cual se caracteriza ancho del separador, que es de 400 nm, mientras que el de la pista es de 160 nm, ya que la medición muestra irregularidades, se realizó nuevamente aumentando el número de mediciones promediadas por punto.

Al observar los resultados obtenidos en esta medición, se llega a la conclusión de que el sistema de microscopia desarrollado aún puede resolver morfologías más pequeñas presentes en el disco Blu-ray, aumentando el número de mediciones

promediadas por punto se disminuye el ruido y que además el sistema de posicionamiento funciona de forma adecuada, ya que de no ser así no se podrían resolver las pistas, al no cumplir con la condición de que la muestra y la punta con la que se realiza el escaneo se encuentren en campo cercano.

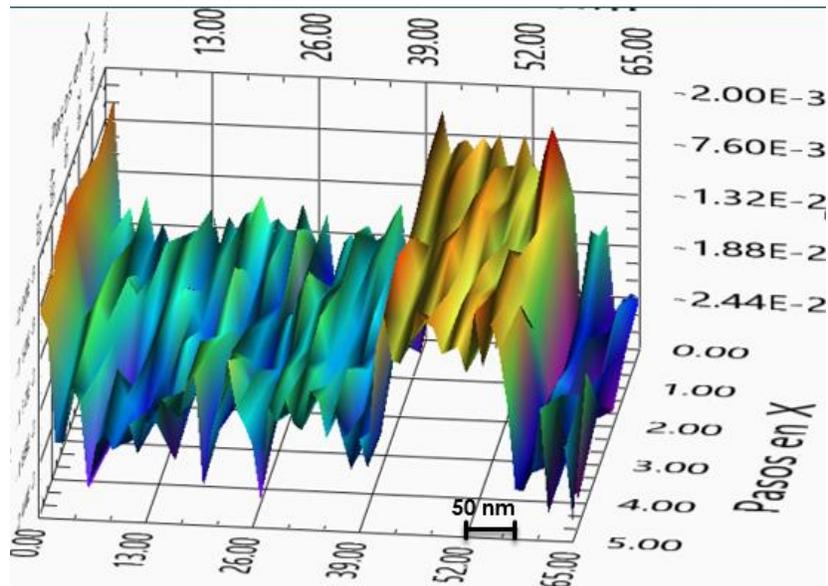


Figura 123. Imagen del disco Blu-ray en vista 3D, pasos 10 nm.

Como se puede ver en las figuras 124 y 125, se encuentra una pista y un separador bien identificados en la estructura, por lo que se concluye que el sistema cuenta con la capacidad de resolver estructuras con tamaños menores a los 200 nanómetros, que además no depende de la longitud de onda con la cual es iluminada la muestra, ya que esta y la punta se encuentran en campo cercano.

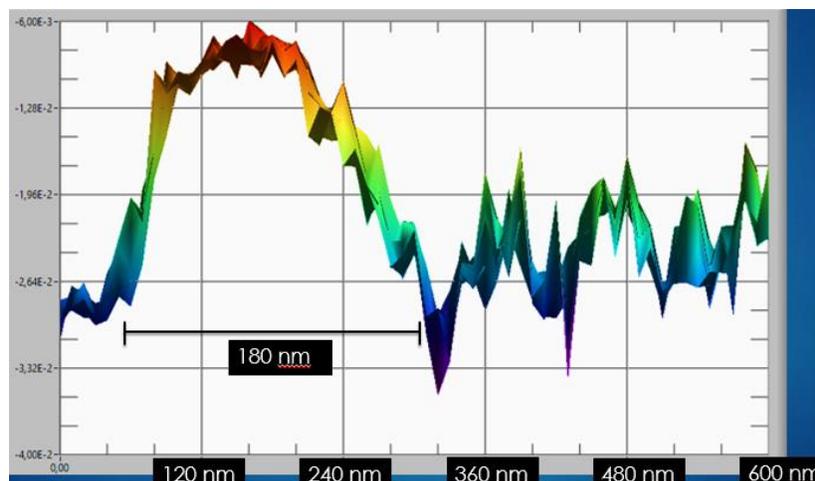


Figura 124. Imagen del disco Blu-ray en vista lateral, pasos 10 nm.

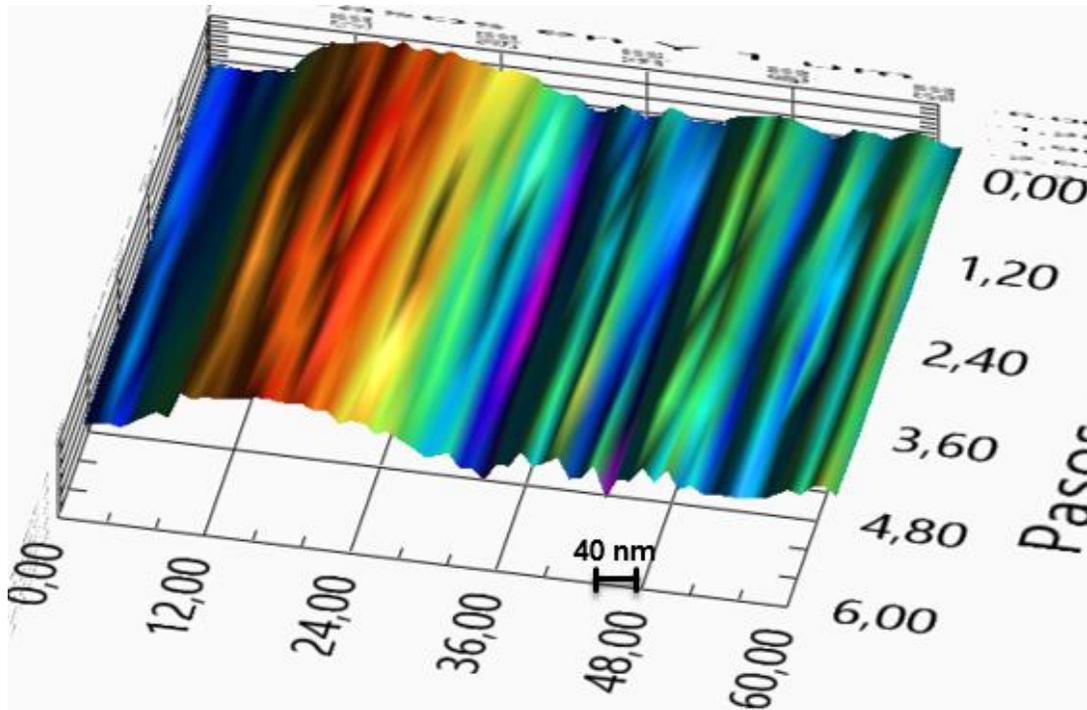


Figura 125. Imagen del disco Blu-ray en vista 3D, pasos 10 nm.

En la figura 126, se muestra la reflectividad del disco Blu-ray captada por la cámara CCD del sistema de microscopia. Si se realiza una comparación entre las tres reflectividades se puede observar que son distintas y que esto influye en la magnitud de cada una de las mediciones realizadas a los sistemas de almacenamiento de datos ópticos.



Figura 126. Reflectividad mostrada por el disco Blu-ray.

La importancia de realizar la caracterización de los sistemas de almacenamiento óptico, recae en que el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado no depende de la longitud de onda con que la muestra es iluminada, puesto que tanto el CD-ROM, DVD-ROM y Blu-Ray fueron iluminados con un láser cuya longitud de onda es de 632.8 nanómetros, mientras que para leer la información que contienen se utilizan diferentes longitudes de onda, ya que las pistas donde es grabada la información cada vez son de un menor tamaño, siendo que para la lectura la luz láser es enfocada mediante una lente, la cual es capaz de producir un cono de luz, el cual está determinado por la apertura numérica, que a su vez se encuentra determinada por el seno del semi-ángulo  $\theta$  de  $27^\circ$  dado para el aire, el cual se reduce al penetrar el material del disco, esto se muestra en la figura 127, este cono ilumina las pistas de grabación de datos de los sistemas de almacenamiento óptico de datos.

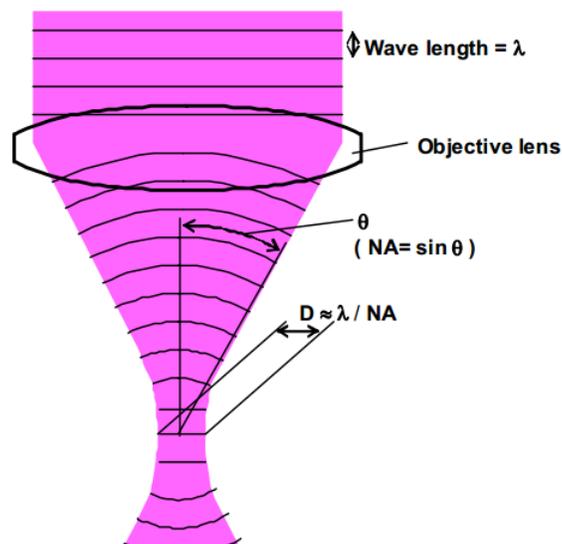


Figura 127. Cono de luz generado para la lectura de datos. [58]

El problema que se presenta es que la lente no enfoca sobre el plano de la resina, sino en un plano intermedio, el cual cambia con cada tecnología usada, El tamaño del disco de luz proyectado por el tronco-cono de luz que incide sobre la resina está limitado por los efectos de la difracción. Sobre la resina incide un patrón de difracción de Airy formado por varios anillos concéntricos alrededor de un disco

central que concentra el 84% de la luz, en la figura 128 se muestra el diámetro de este disco.

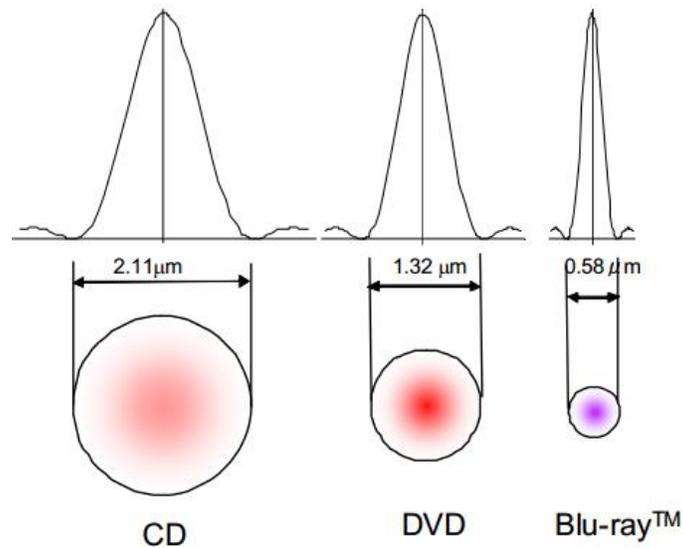


Figura 128. Diámetros del disco central que concentra el 84% de la luz. [58]

Por lo cual se comprueba que el sistema no depende de la longitud de onda con la cual se ilumina la muestra, puesto que las pistas de los sistemas de almacenamiento óptico de datos, fueron caracterizados con el mismo haz laser.

## 5.2 DADC SONY

Debido a que el almacenamiento de datos en discos digitales es cada vez menor, ya que actualmente existe una gran tendencia al uso de memorias de estado sólido basadas en compuertas NOR y NAND, en donde se puede almacenar una mayor cantidad de datos digitales (en forma de 0's y 1's), lo cual se debe principalmente a que estas memorias son resistentes a los rasguños (externos), al polvo y algunas hasta al agua, factores que afectaban a las formas previas de almacenamiento portátil, como los disquetes, discos compactos y los DVD, además de su tamaño pequeño y compacto, por lo cual los sistemas de fabricación de discos digitales compactos tienden a ser obsoletos y quedar en el abandono, por lo tanto hoy en día se busca utilizar estos sistemas para la fabricación de nuevos dispositivos en los cuales las pistas donde es grabada la información ahora son usadas para la transmisión de fluidos.

Con el creciente interés en el desarrollo de circuitos microelectrónicos y su implementación como sensores de señales bioeléctricas, se hace uso de los sistemas de producción de discos compactos para la generación de microcanales en polímeros, con lo cual surgen los chips microfluídicos capilares (Fig. 129) CMC (capillary microfluidic chips), los cuales son ampliamente usados con fluidos mezclados <sup>[60]</sup>, micro-reacciones <sup>[61]</sup> y biología de células madre <sup>[62]</sup>, entre otras.



Figura 129. Microcanales SONY DADC. <sup>[63]</sup>

Ya que los canales se encuentran confinados en el polímero en el que fueron hechos es necesario conocer la topografía de estos para asegurar la uniformidad de la dinámica de fluidos, por lo que se presenta el problema para la realización de la caracterización de la morfología que estos presentan, debido a que el microscopio de fuerza atómica utiliza una punta la cual debe de encontrarse en contacto con el canal y al encontrarse confinado esto no es posible, mediante el uso del microscopio óptico los canales pueden ser observados, ya que sus medidas son micrométricas en cuanto a largo y ancho, sin embargo la profundidad no puede caracterizarse, por lo cual deben utilizarse otro tipo de técnicas en las cuales no sea necesario que la muestra se encuentre en contacto con la sonda que se realiza el escaneo.

Debido a esto las técnicas ópticas para la caracterización de la morfología a lo largo del canal que no son invasivas se vuelven una opción a considerar, como lo es la microscopía holográfica digital conocida como DHM (digital holographic microscopy) se ha utilizado para desarrollar un microscopio tridimensional (3D) de imágenes de fase para estudiar la dinámica de fluidos, también se considera la microscopía de reflectancia R y reflectancia diferencial RD mediante el uso del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado y presentado en este trabajo de tesis.

La caracterización del CMC se lleva a cabo mediante microrreflectancia mR, la cual basa su funcionamiento en un espectrómetro que utiliza una cámara CCD como detector de luz, en donde en presencia de un canal, el espectro de microrreflectancia comprende franjas de interferencia causadas por los cambios en el índice de refracción entre las interfaces de la composición del CMC. Para realizar la reconstrucción de la morfología del canal se realiza el análisis de las franjas utilizando un modelo trifásico y un enfoque del espacio de Fourier para extraer la periodicidad de las franjas.

El chip es un dispositivo a base de polímero de ciclo-olefina (COP) en forma de un portamuestras de microscopio óptico con una longitud de 75 mm, ancho 25 mm y un espesor de 2 mm fabricado por la empresa STRATEC Consumables GmbH, en donde los canales están enterrados entre dos portaobjetos de COP con un espesor de 1 mm. Los CMC están diseñados para realizar pruebas biológicas o químicas,

en experimentos microfluídicos tales como difusión y transporte de nanopartículas, especies y reacciones bioquímicas a pequeña escala, además de micromanipulaciones, en la figura 130 se muestra la estructura del CMC.

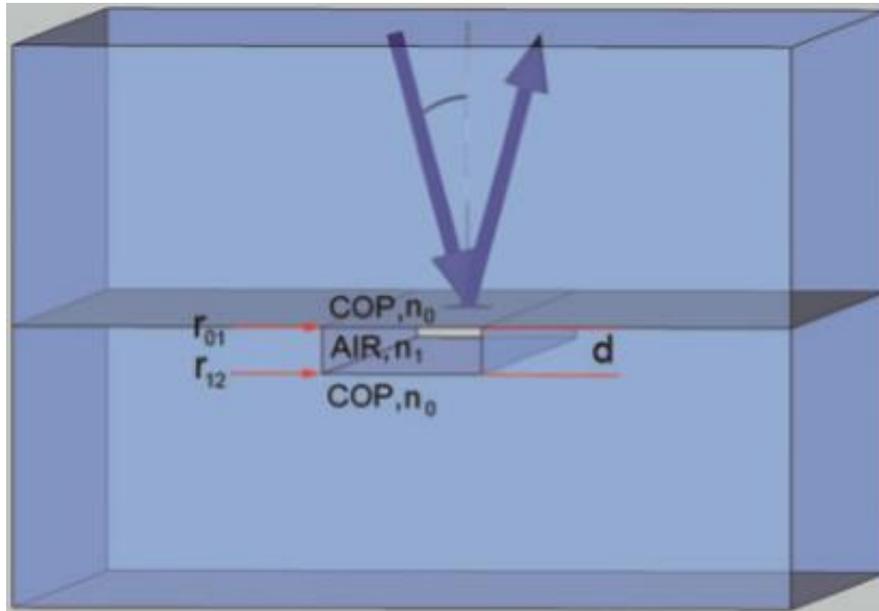


Figura 130. Estructura trifásica (COP/AIRE/COP) de los microcanales.

Esta muestra antes de ser caracterizada con alguno de los sistemas de microscopía óptica no invasivos, se observó en el microscopio metalográfico (Fig. 131) del instituto, en el cual se comprueba el ancho de los microcanales resultando este de  $100 \mu\text{m}$ , con un margen de variación a lo largo del canal de  $\pm 2 \mu\text{m}$  en algunas regiones, lo cual es despreciable por la longitud total del canal, aunque en un estudio más detallado del comportamiento de la difusión y transporte de los fluidos, esto puede verse reflejado en efectos no deseados.

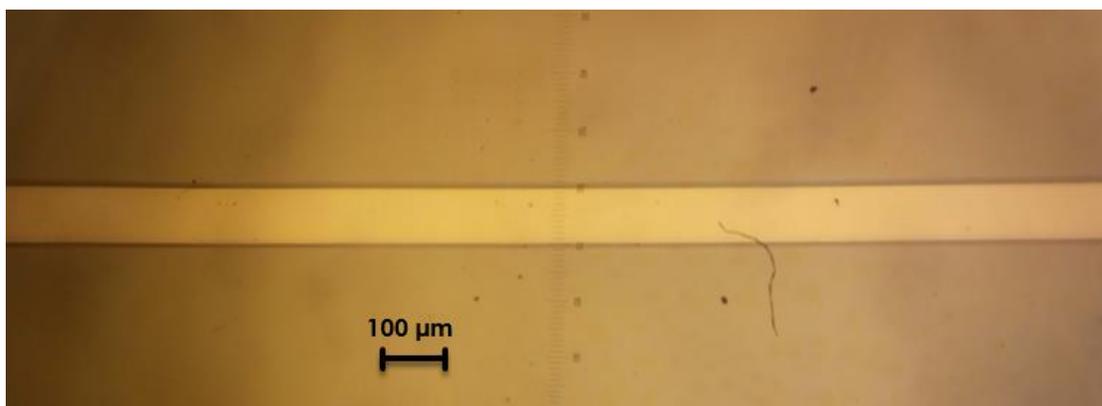


Figura 131. Microcanal observado con microscopio metalográfico.

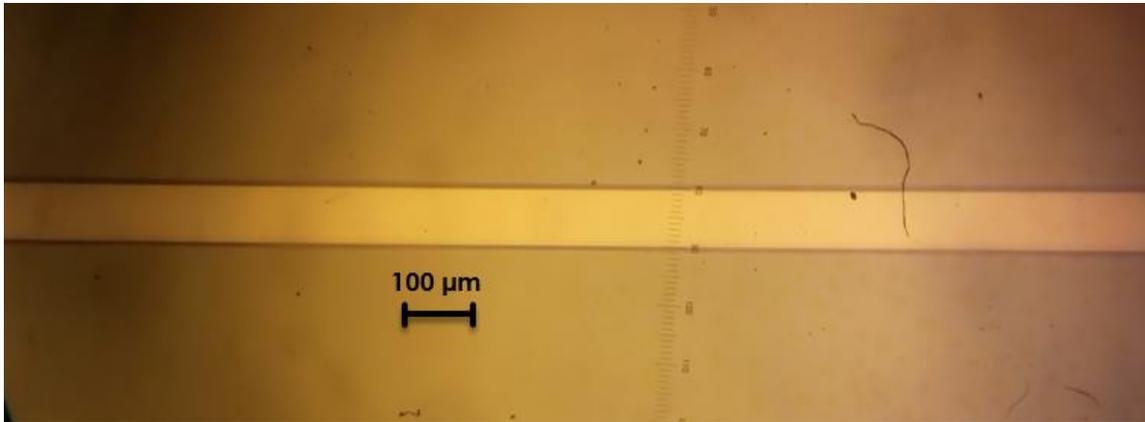


Figura 132. Microcanal observado con microscopio metalográfico diferente área.

En las figuras 131 y 132 se puede observar que existe un gran control en el desarrollo del ancho del microcanal y que las variaciones son muy pequeñas, en la figura 133 se presenta el cruce de dos microcanales fabricados en el mismo CMC.

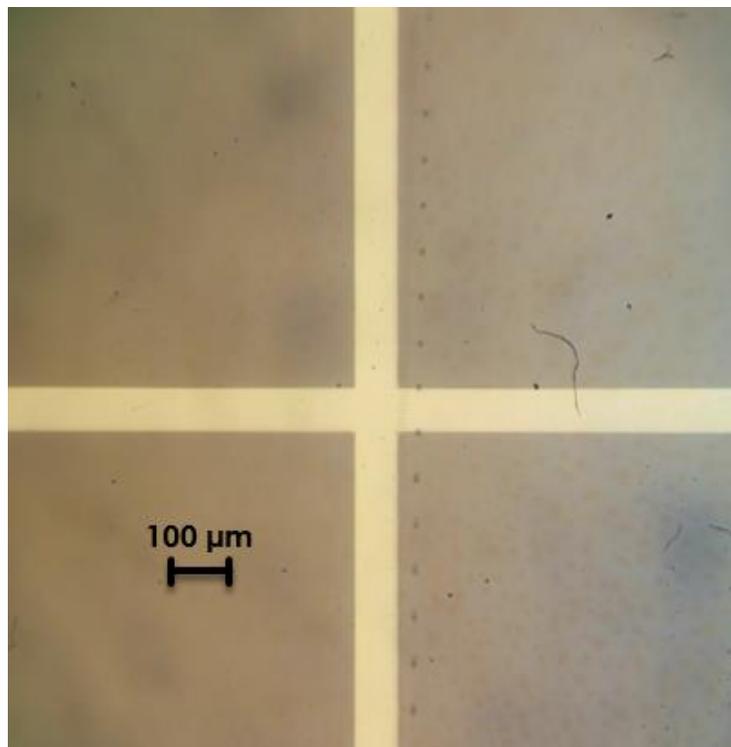


Figura 133. Cruce de microcanales observado con microscopio metalográfico.

En el rango espectral utilizado fue de 640 a 750 nm, el COP exhibe una alta transparencia y por lo tanto la reflexión procedente de la superficie posterior induce señales que son parasitas, con la finalidad de minimizar tales reflexiones traseras, la superficie posterior de la CMC se cubrió con cinta semitransparente para

aumentar su rugosidad efectiva, utilizando la técnica de DHM se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 134 y 135, en donde se puede observar el microcanal con sus medidas de ancho y profundidad, siendo el color café lo más profundo del canal y el color azul indicando lo más alto.

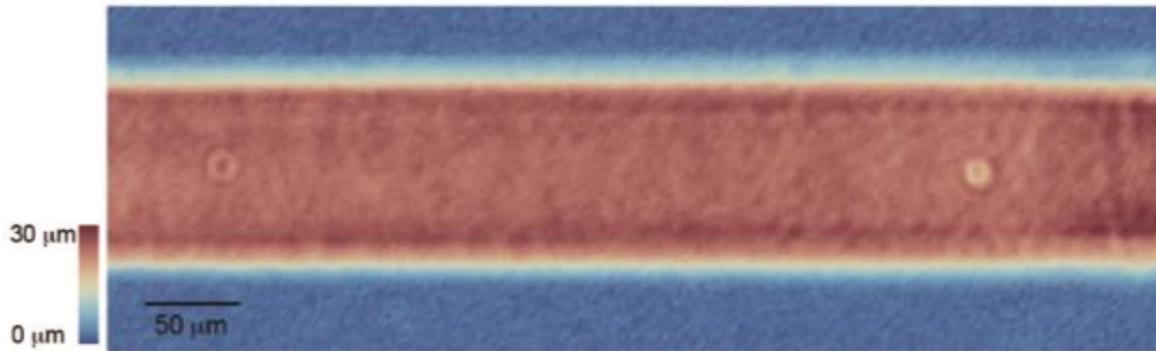


Figura 134. Vista aérea del microcanal caracterizado mediante DHM.

La profundidad resultante del microcanal es de aproximadamente  $30.8 \mu\text{m}$ , que es consistente con lo que sea reportado por su fabricante, en la figura 135 se puede observar este mismo microcanal en una vista lateral de la gráfica 3 D, que se obtuvo mediante la técnica de DHM.

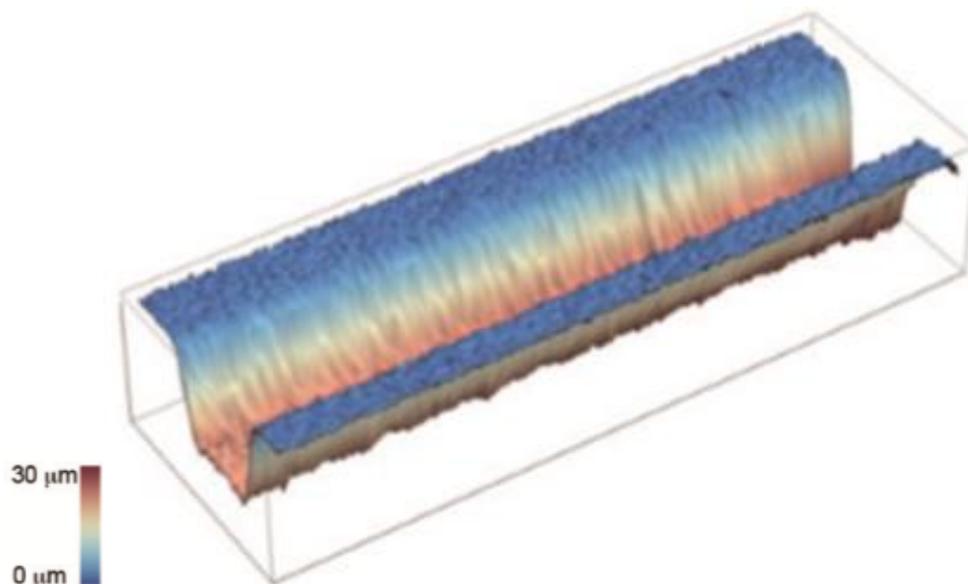


Figura 135. Vista lateral de la gráfica 3 D del microcanal obtenida mediante DHM.

Una de las áreas que también se caracterizó fue el cruce de los dos microcanales (Figs. 136 y 137), en donde se puede observar que ambos tienen el mismo ancho

(aprox. 100  $\mu\text{m}$ ), todo esto fue llevado a cabo en el laboratorio de holografía a cargo de los doctores Gustavo Ramírez Flores y Raúl E. Balderas Navarro, por la estudiante de maestría Karen Hernández Vidales.

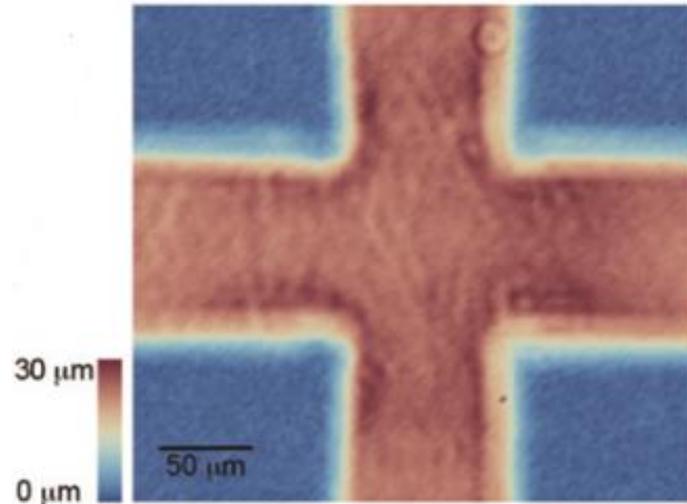


Figura 136. Vista aérea del cruce de los microcanales caracterizado mediante DHM.

Después de haber realizado estas pruebas se procedió a la caracterización de la misma muestra CMC, mediante el microscopio de barrido de campo cercano presentado en este trabajo de tesis, con la finalidad de encontrar concordancia en los datos obtenidos, ya que se caracteriza reflectancia y reflectancia diferencial.

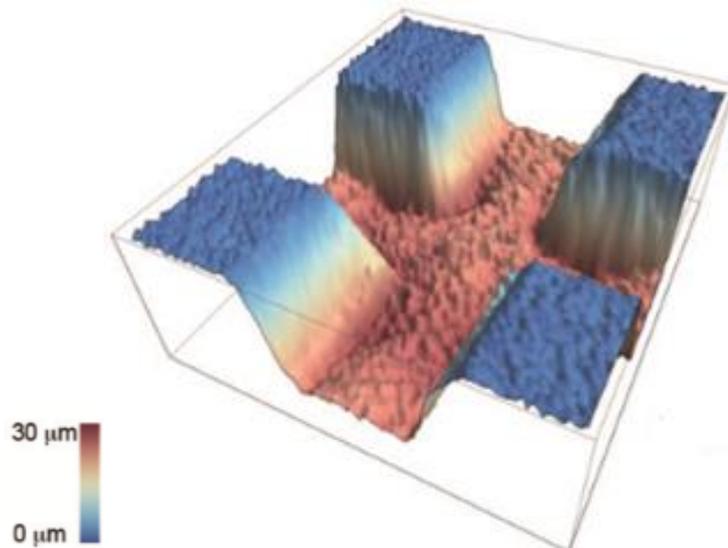


Figura 137. Vista lateral de la gráfica 3 D del cruce de microcanales caracterizados mediante DHM.

El sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, tiene la capacidad de medir muestras con detalles menores a los presentados en la morfología de los microcanales hechos en esta muestra, por lo que las caracterizaciones realizadas no se encuentran en campo cercano, ya que además la sonda no se puede colocar a unos cuantos nanómetros del microcanal por encontrarse este cubierto por una capa de COP de 1 mm de espesor, sin embargo el sistema tiene la capacidad de caracterizar la morfología del CMC.

Para realizar el escaneo de las muestras anteriormente mostradas se usaban las mesas de movimiento nanométrico, pero estas se encuentran limitadas a un desplazamiento lateral del 100  $\mu\text{m}$ , con lo cual no se podría caracterizar por completo el ancho del microcanal, por lo tanto se hace uso de las mesas de desplazamiento micrométrico, que ya se encuentran integradas en el sistema desarrollado, por lo que la distancia de separación entre los pasos del escaneo es de 1  $\mu\text{m}$ , debido a esto la resolución baja y se llega a observar ruido en la morfología del microcanal, es importante mencionar que las mediciones que se presentan en este trabajo de tesis no han sido filtradas, se presentan directamente como fueron obtenidas por el sistema desarrollado.

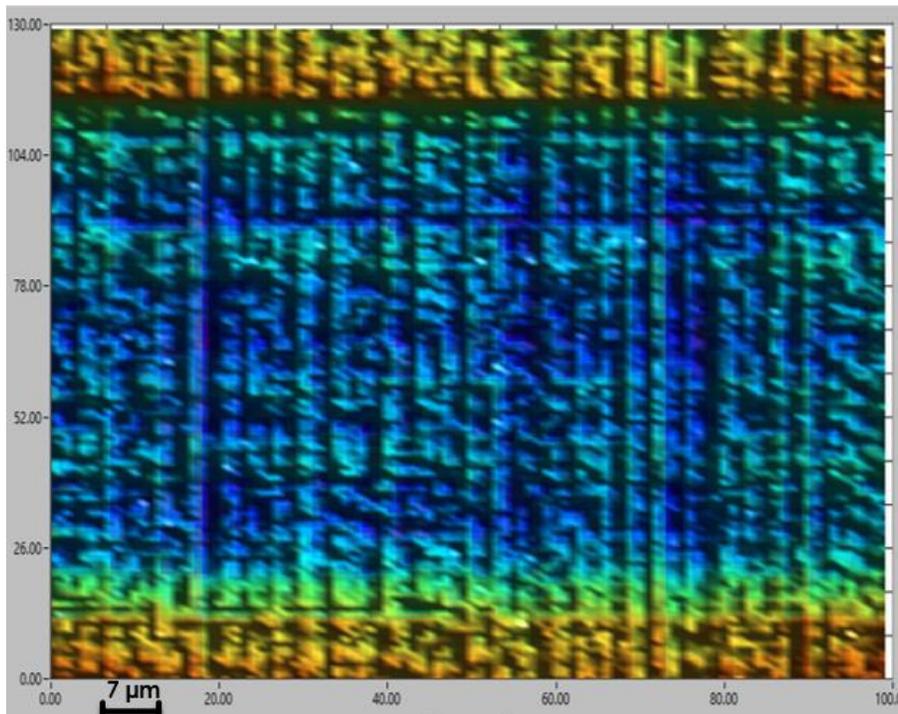


Figura 138. Vista aérea del microcanal caracterizado mediante reflectancia.

En la figura 138 se puede observar el microcanal caracterizado mediante la técnica de reflectancia dentro del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado, el cual también cuenta con la capacidad de generar gráficos en tres dimensiones en tiempo real (Fig. 139), lo cual permite encontrar áreas de interés de forma eficiente, puesto que si el área que se caracteriza no es de interés para el estudio podrá detenerse la medición y cambiar de área sin tener que esperar a que se complete esta para poder observar los datos obtenidos.

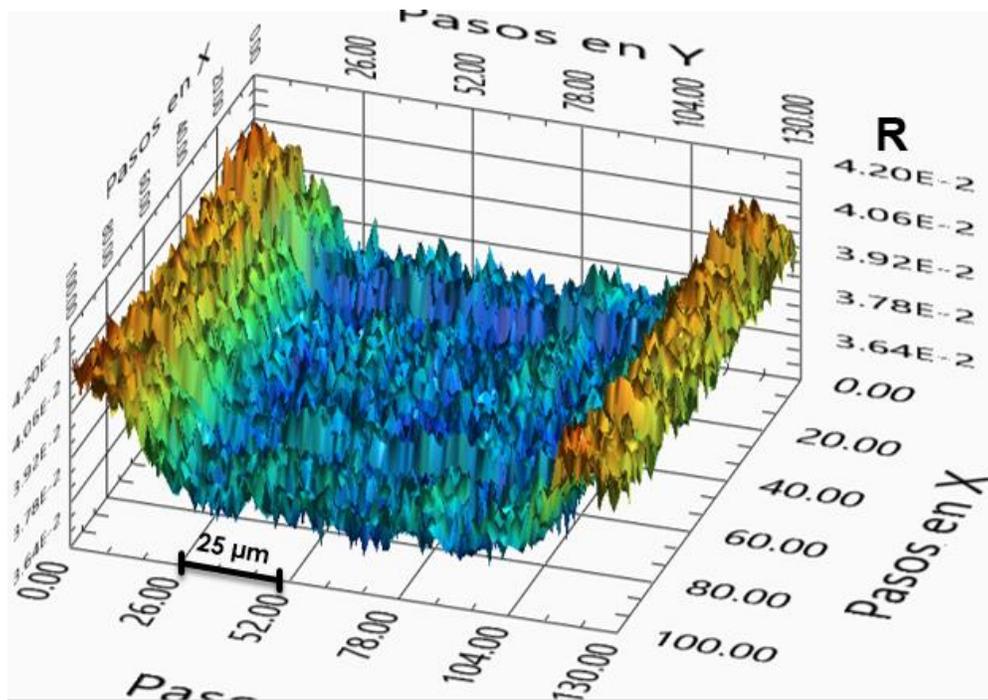


Figura 139. Vista lateral de la gráfica 3 D del microcanal obtenida mediante reflectancia.

El microscopio desarrollado tiene la capacidad de caracterizar reflectancia y reflectancia diferencial al mismo tiempo, por lo que en las figuras 140 y 141 se muestran los resultados obtenidos de la caracterización de la reflectancia diferencial que muestra la morfología de la muestra de CMC, aunque se puede observar que estas no presentan datos realmente concluyentes, lo cual es debido a que la sonda no se encuentra en campo cercano con respecto a la morfología del microcanal, ya que este se encuentra recubierto por una capa de COP de 1 mm de espesor por ambos lados, aunque el sistema cuenta con la capacidad de medir muestras de

forma lateral, el microcanal se encuentra a la mitad del sustrato el cual tiene un ancho de 25 mm.

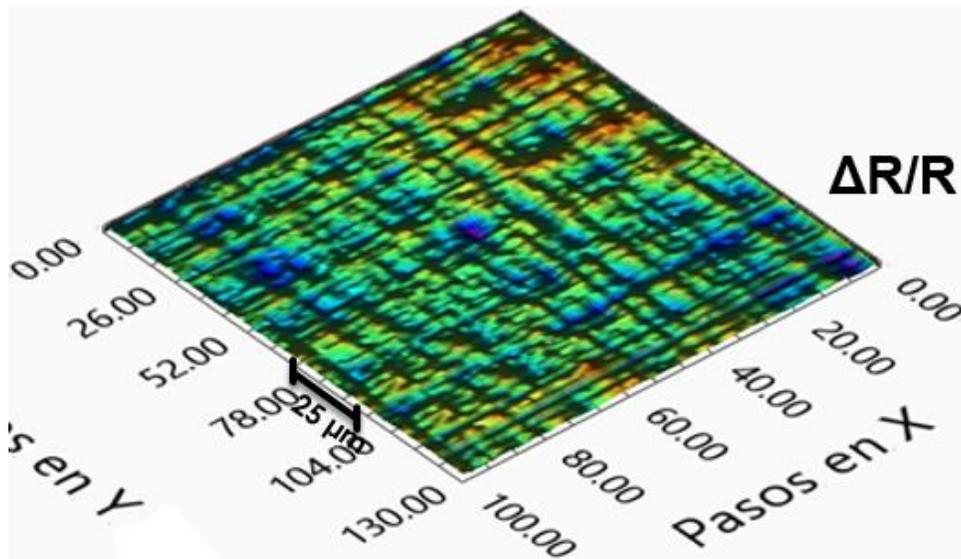


Figura 140. Vista aérea del microcanal caracterizado mediante reflectancia diferencial.

Una de las áreas importantes a caracterizar dentro del CMC es el cruce de los microcanales, ya que alguna deformación durante su fabricación puede causar fenómenos no deseados en el recorrido de los fluidos que atravesaran los microcanales.

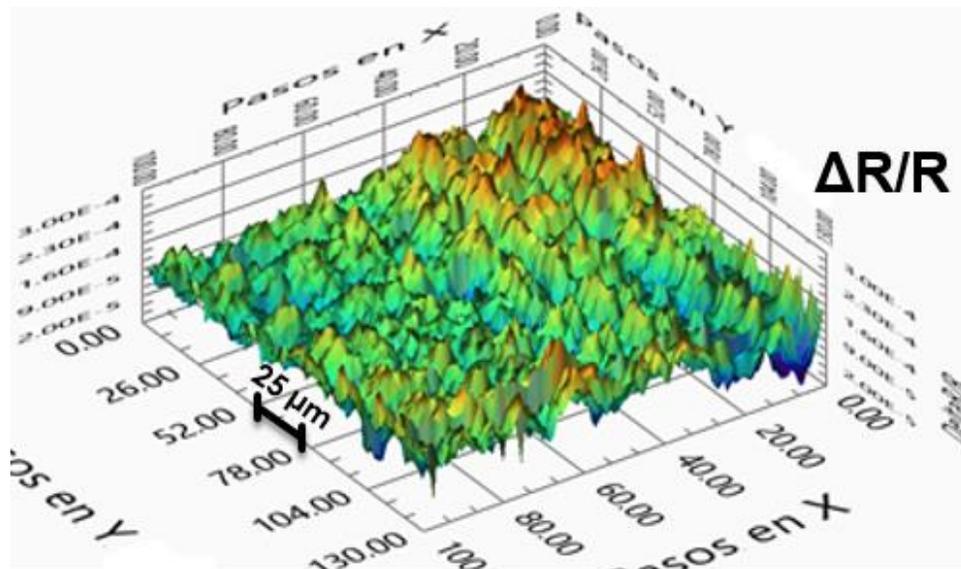


Figura 141. Vista lateral del microcanal caracterizado mediante reflectancia diferencial.

La caracterización del cruce de los microcanales se realizó con una separación entre pasos de 1  $\mu\text{m}$ , se ilumina la muestra con un láser rojo cuya longitud de onda es de 538 nm, caracterizando en campo lejano un área total de 22500  $\mu\text{m}^2$ , en modo de reflectancia y reflectancia diferencial, se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 142 a 145.

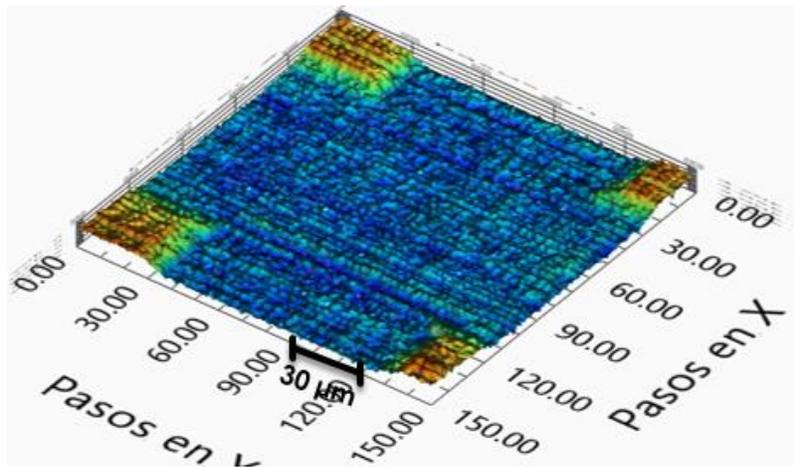


Figura 142. Vista aérea del cruce microcanales caracterizado mediante reflectancia.

En las figuras 142 y 143 se observa la morfología del cruce de los microcanales, ya que el espaciamiento entre los pasos del escaneo son muy grandes, la resolución del sistema es muy baja en esta medición, por lo tanto se observa ruido en la reflectancia y algunos de los cambios no son tan suaves.

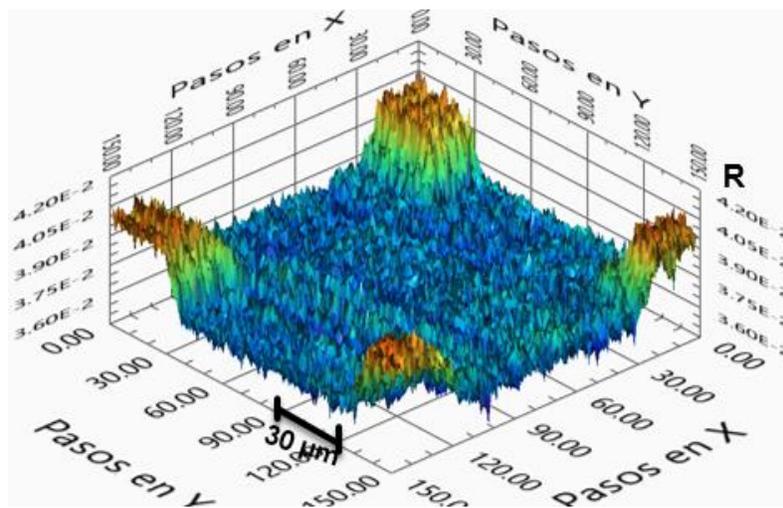


Figura 143. Vista lateral del cruce de los microcanales obtenida mediante reflectancia.

En cuanto a la caracterización de la reflectancia diferencial que muestra el CMC, esta es mucho más ruidosa, ya que se debe de tener en cuenta que esta fue tomada en campo lejano, debido a que los parámetros de interacción decaen rápidamente con la distancia, hace necesario que la distancia entre punta y la muestra sea del orden de nanómetros y que por lo tanto la diferencia entre las polarizaciones “S” y “P” se encuentren con mayor cantidad de ruido como se observa en la figuras 144 y 145.

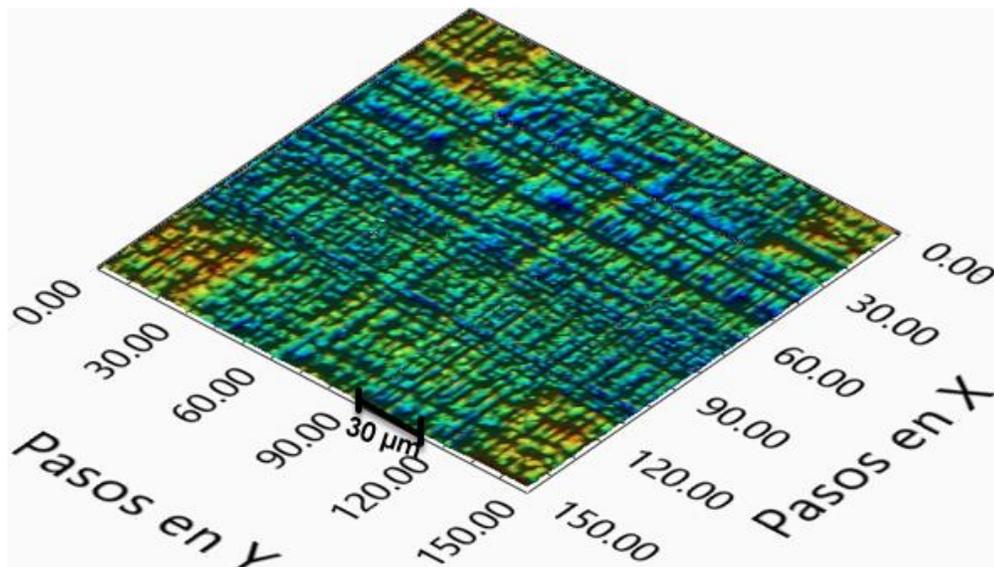


Figura 144. Vista aérea del cruce de los microcanales caracterizados mediante reflectancia diferencial.

Después de haber realizado las caracterizaciones del CMC, se llega a la conclusión de que las medidas obtenidas de la morfología que este presenta son idénticas a las proporcionadas por el fabricante, lo que indica que los instrumentos desarrollados tanto el microscopio de barrido de campo cercano como el sistema de microscopía holográfica digital, se encuentran calibrados de forma correcta y que además esto se comprueba mediante las mediciones realizadas en el microscopio metalográfico del instituto, mostradas anteriormente en este tema, adicionalmente se caracteriza la altura de los microcanales, la cual no se puede medir mediante el microscopio óptico.

Ya que el microscopio de barrido de campo cercano se encuentra diseñado para resolver la morfología de muestras y patrones a nivel nanométrico, la distancia entre

pasos para el escaneo es demasiado grande, por lo que la resolución del sistema es baja y se tiene ruido en las mediciones realizadas.

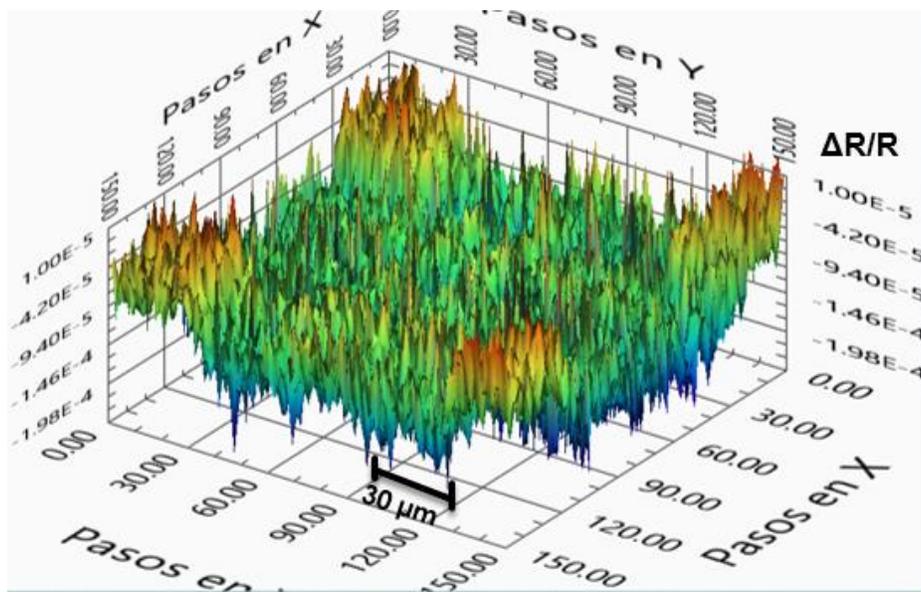


Figura 145. Vista lateral del cruce de los microcanal caracterizados mediante reflectancia diferencial.

En los siguientes temas del capítulo, se realiza la caracterización de muestras con patrones bien definidos y caracterizados, para la calibración del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado y presentado en este trabajo de tesis.

### 5.3 Patrón SNG-01

Como ya se mencionó anteriormente es necesario realizar la calibración del sistema, instalado sobre la mesa óptica flotada dentro del laboratorio, ya que con esto se comprueba el correcto funcionamiento del microscopio, por lo que se adquirió la muestra patrón SNG-01 de NT-MDT, la cual está basada en un sustrato de cuarzo, a la que se le realizó un crecimiento de rombos de vanadio, en estos dos materiales existe una gran diferencia en su índice de refracción (cuarzo=1.544, vanadio=3.7836), mediante lo cual se obtendrá una mayor diferencia en la reflectividad y por lo tanto un mayor contraste durante el escaneo realizado con el sistema. De la muestra adquirida, su fabricante reporta la siguiente imagen (Fig. 146) generada mediante el barrido con un microscopio de fuerza atómica.

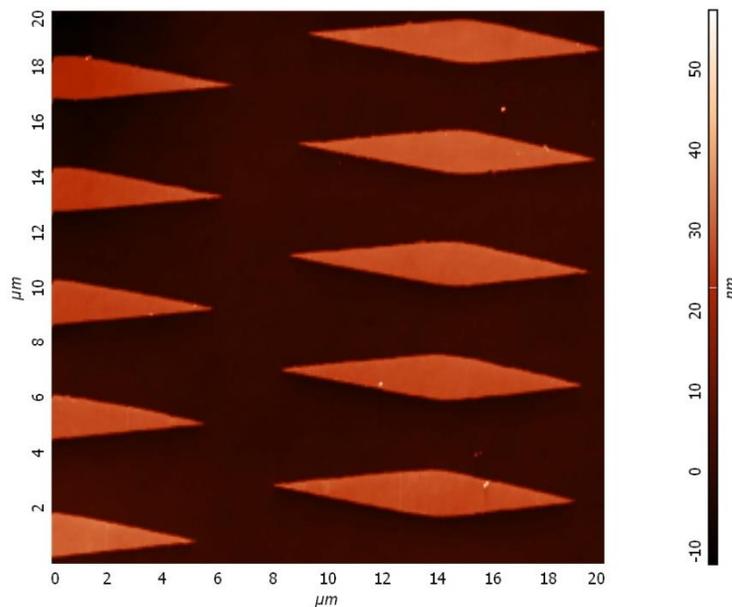


Figura 146. Imagen de la estructura de la muestra patrón SNG-01, obtenida por medio de AFM. [64]

Esta muestra patrón está diseñada especialmente para la calibración de sistemas de microscopía, ya que las formas que presenta se encuentran bien definidas y distribuidas en la superficie de la muestra, debe de tomarse en cuenta que solo un círculo de 3 mm de diámetro en el centro del sustrato muestra este patrón, la tabla

6 muestra las principales características con las que cuenta la muestra, y que ya han sido medidas por el proveedor.

#### Test Grating For Scanning Near Field Optical Microscope

Grating description	
Substrate:	quartz (0,5 mm thickness)
Substrate size:	10x10mm
Rhomb material:	vanadium
Thickness of vanadium layer	about 20-30 nm
Active area:	central diameter 3 mm array
Transmission coefficient through metal coating (rhomb)	< 20%
Reflection coefficient from metal coating (rhomb)	> 40%
R curvature of rhomb	< 50 nm

Tabla 6. Características de la muestra patrón. [65]

Para observar la muestra patrón de forma rápida y verificar que no haya sido dañada en el traslado, esta fue medida con el microscopio metalográfico que se encuentra en el instituto obteniendo las imágenes mostradas a continuación.

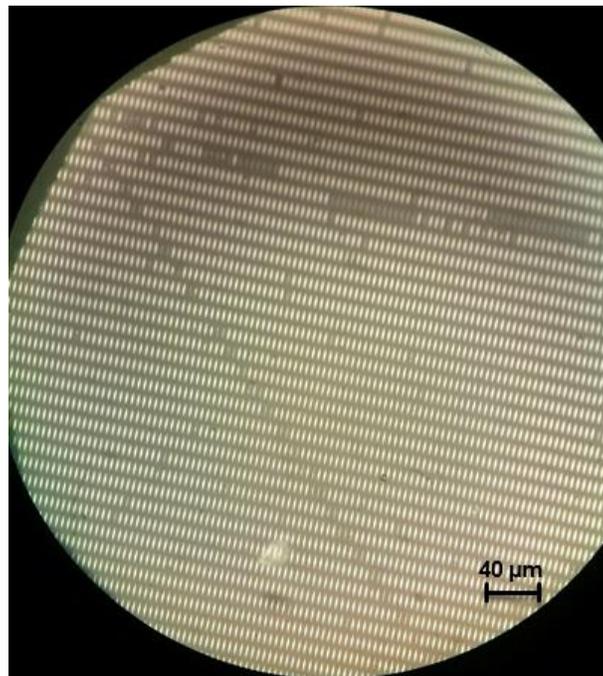


Figura 147. Muestra patrón vista con objetivo 50X.

En la figura 147 se puede observar un patrón de formas muy regular, que se distribuyen a lo largo de la superficie, pero también se confirma que tiene algunos lugares que podrían estar dañados por el manejo de la muestra en su traslado, por lo cual fue importante utilizar el objetivo de 100X (Fig. 148), con lo cual se pudo

observar que efectivamente hay lugares donde se presenta el desprendimiento de algunos de los pits de vanadio de la muestra.

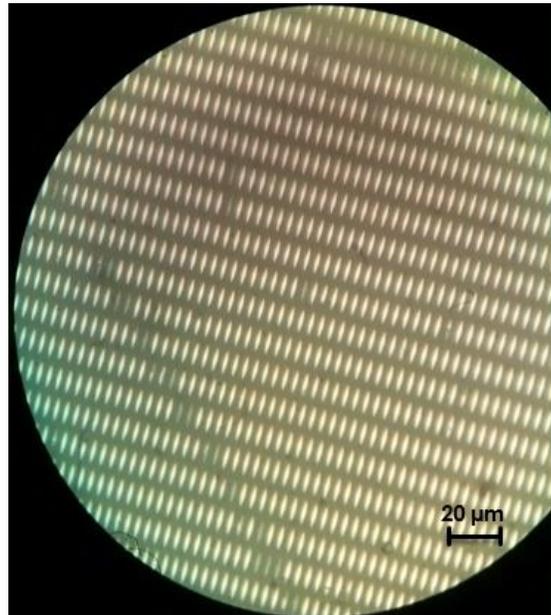


Figura 148. Muestra patrón vista con objetivo 100X.

Después de haber observado la muestra patrón SNG-01 en el microscopio metalográfico, se procedió a realizar la medición de esta en el microscopio de fuerza atómica (AFM), con ayuda del Doctor Jorge Ortega, con la finalidad de corroborar que las medidas nominales que se dan son las reales, y además poder verificar si existen los daños observados mediante el microscopio metalográfico.

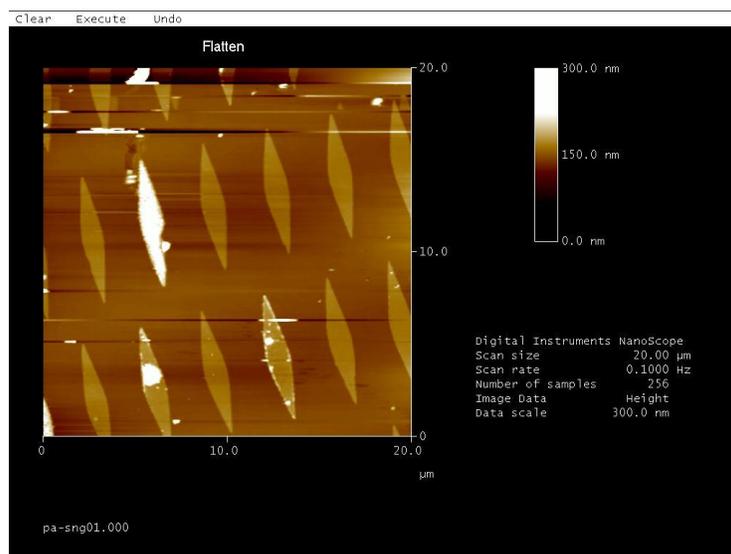


Figura 149. Medición de muestra patrón con AFM.

En la figura 149 se puede observar que hay lugares de la muestra que no se encuentran dañados, por lo tanto existen áreas que son aptas para la calibración del sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, sin embargo se puede observar que hay pits que se encuentran por arriba de la altura especificada por el fabricante (entre 20 y 30 nm), esto se puede observar en la figura 150.

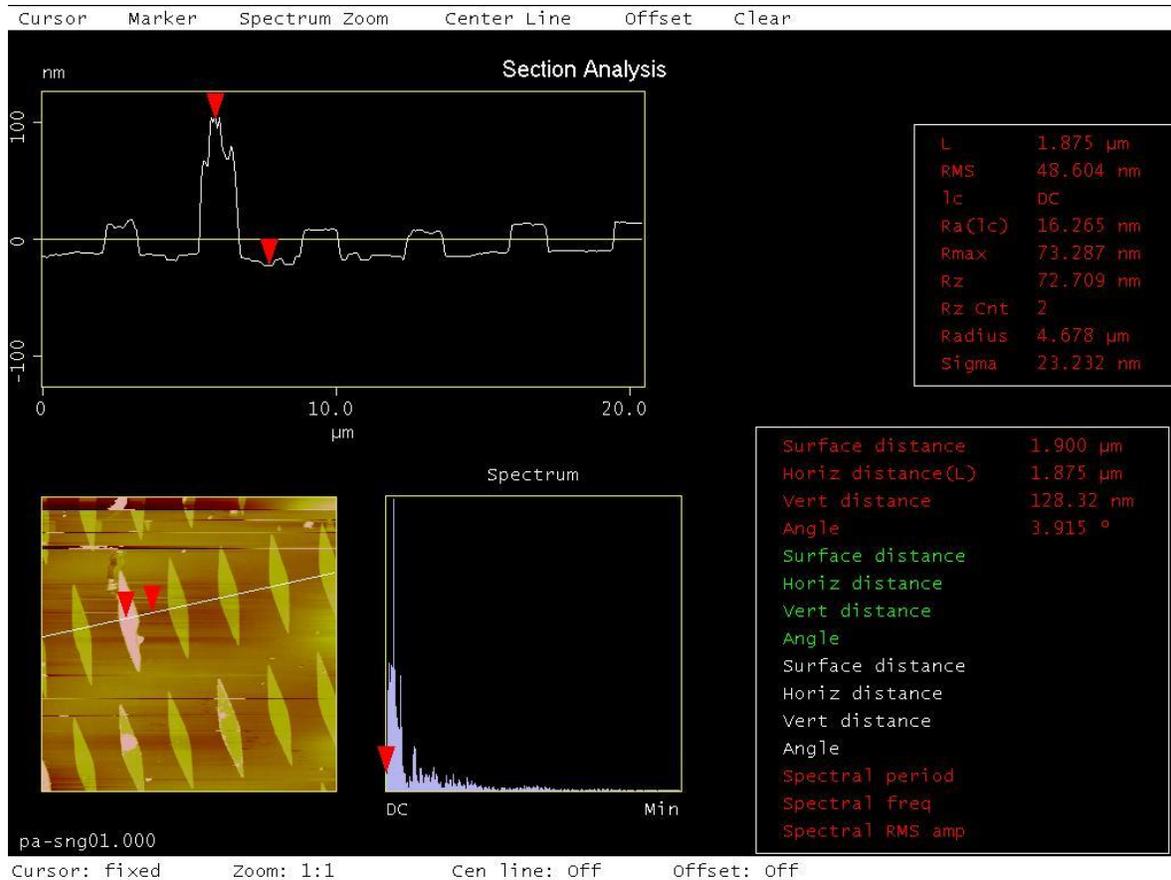


Figura 150. Altura de pits medios de AFM.

Las alturas promedio se encuentran 20 y 30 nanómetros mientras que algunas de ellas sobresalen y llegan a medir más de 100 nanómetros, toda esta información es de utilidad para la realización de la calibración del sistema desarrollado, mediante la realización del escaneo de la muestra. Para las primeras mediciones efectuadas se existe un incremento en los pasos de 500 nanómetros y una altura de separación entre la muestra y la punta de fibra óptica de alrededor de 100 nm, con lo cual el

sistema se encuentra en campo cercano, por lo que aun la resolución es pequeña, pero con esta se puede observar el patrón existente en la muestra.

En la figura 151 se observa la vista aérea de los resultados obtenidos por medio del escaneo de la muestra SNG-01, con el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, en la cual claramente se puede observar la distribución de los pits de forma diagonal, ya que la muestra no se alinea de alguna forma en específico para su medición, el área que es muestreada en este experimento es de 60x75 micrómetros, por lo cual se pueden apreciar algunos áreas con desprendimiento de los rombos de vanadio que fueron depositados, lo cual concuerda con lo observado por el microscopio metalográfico y los resultados obtenidos en AFM, también se pueden observar las diferentes alturas que presentan los patrones.

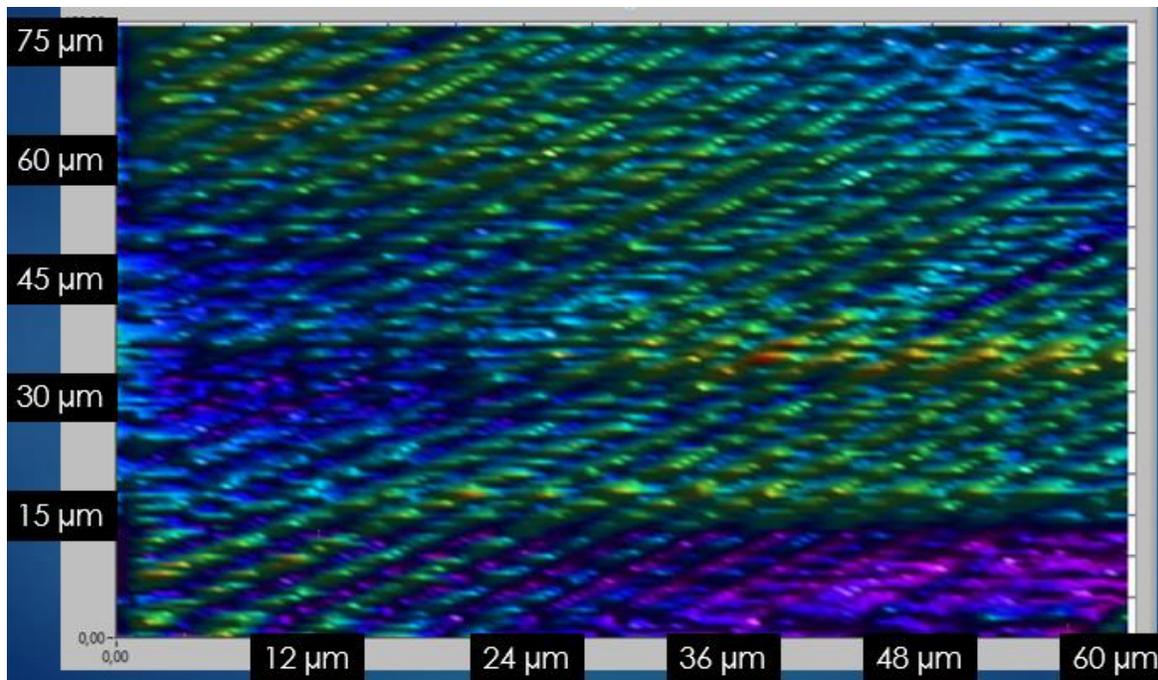


Figura 151. Vista aérea de la muestra patrón medida con el sistema.

Cabe mencionar que las mediciones mostradas en las figura 152 a 154, son de reflectancia, por lo cual en el eje Z de los gráficos solo se presentan valores escalares sin magnitud, ya que estos son en tres dimensiones, se muestran algunas de sus vistas más destacadas, ya que el software desarrollado permite realizar la rotación de estos en tiempo real. Por lo tanto para observar mejor los cambios

ocurridos y el patrón mostrado durante el escaneo de la muestra, se puede observar la figura 152, la cual es una vista lateral de la misma medición mostrada en la figura anterior.

Este experimento se llevó a cabo varias veces con la finalidad de comprobar la precisión y exactitud del sistema de microscopia desarrollado, obteniendo como resultado, que las mediciones realizadas presentan reproducibilidad, es decir al realizar la comparación entre los resultados que se obtienen, estos presentan muy pocas diferencias entre sí. Se realizaron pruebas con diferentes incrementos en los pasos con que se lleva a cabo el escaneo, con la finalidad de conocer la resolución máxima que se puede tener con el sistema de microscopia.

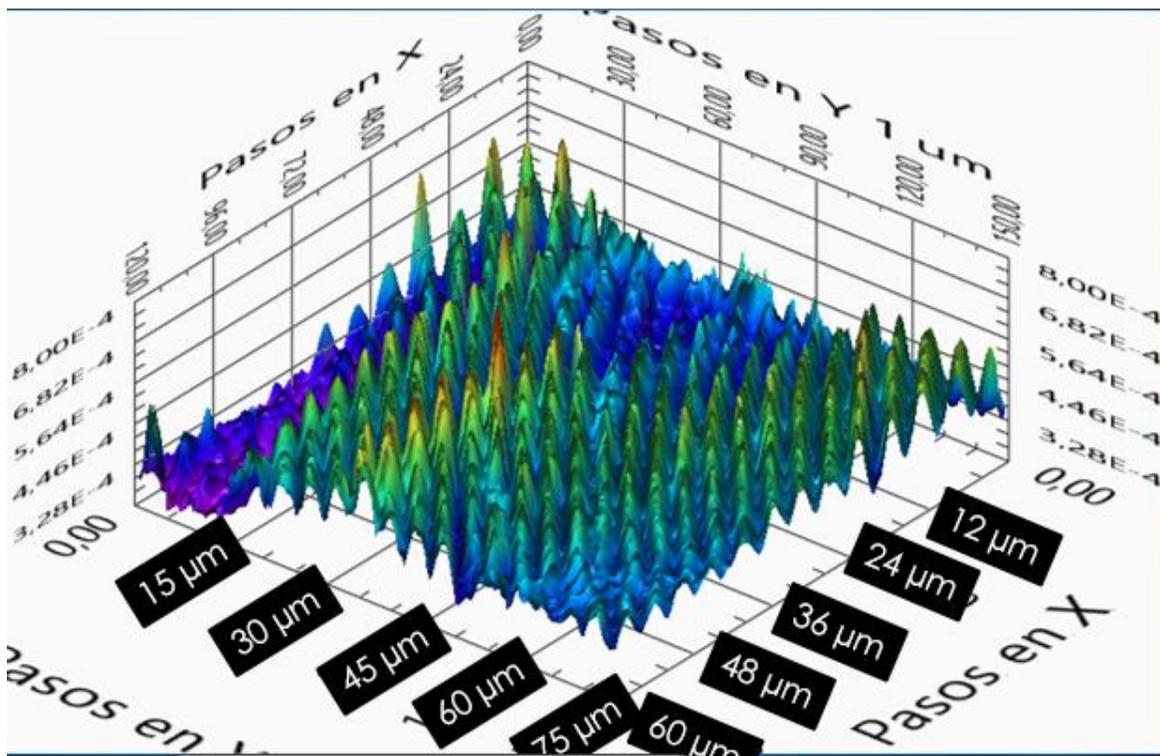


Figura 152. Vista lateral de la muestra patrón medida del sistema.

Por lo que a continuación se muestra en las figuras 153 y 154, una de las mediciones realizadas mediante el sistema de microscopia desarrollado, con un incremento en los pasos para el escaneo de 50 nm y una altura de separación entre la muestra y la punta de alrededor de 100 nm, la resolución se encuentra limitada por el diámetro de la apertura de la punta de fibra óptica.

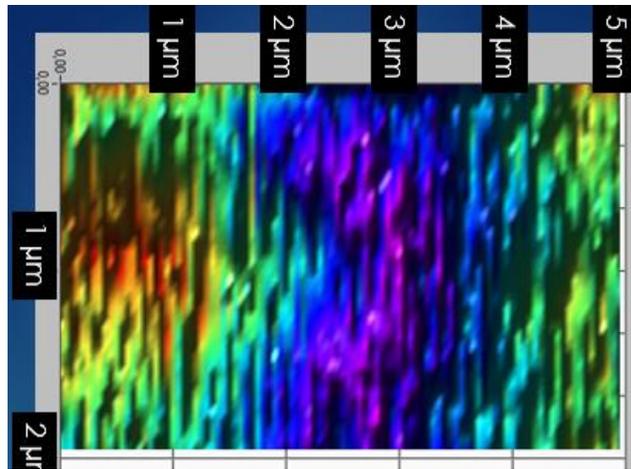


Figura 153. Vista aérea de la punta de un rombo.

De las figuras anteriores se puede observar claramente la punta de uno de los pits, que tiene la forma de un rombo y que con ello la resolución del sistema en el eje “X” y “Y”, es de alrededor de 150 nanómetros, mientras que para el eje Z la resolución vista hasta el momento es de 20 nanómetros, lo cual concuerda con los datos que el fabricante de esta muestra entrega y además se puede realizar una comparación entre las figuras 154 y 155, en donde en esta ultima la punta llega a tener una longitud mínima de aproximadamente 100 nanómetros, con lo cual se puede determinar la resolución del sistema eje “X” y “Y”, aunque esta resolución aún se puede mejorar disminuyendo la distancia de avance entre los pasos durante el escaneo que se realiza.

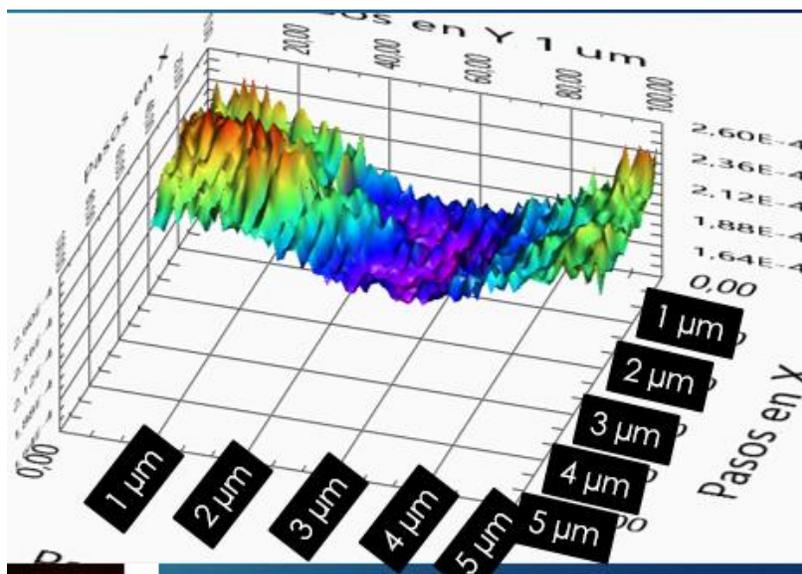


Figura 154. Vista lateral de la punta de un rombo.

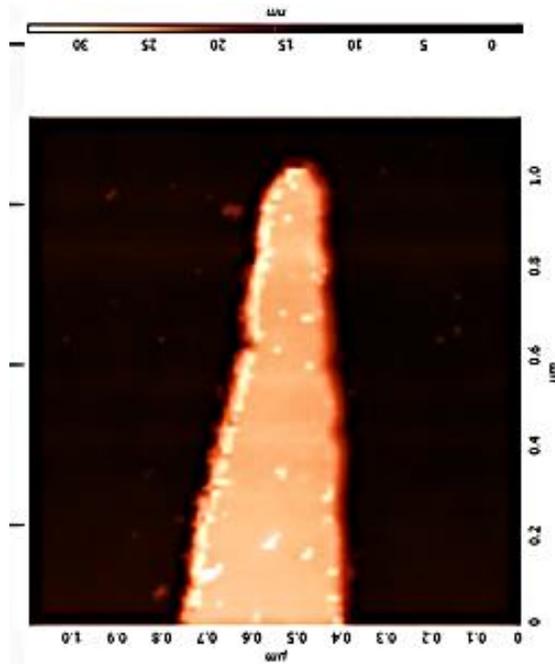


Figura 155. Imagen de la punta de un pit proporcionada por NT-MDT. [66]

La resolución en el eje Z se determina por la altura que presentan los rombos de vanadio, que es de aproximadamente 20 nanómetros para los más pequeños, ya que los hay de diferentes alturas como se pudo observar cuando la muestra fue medida mediante AFM, también esta altura es proporcionada por el fabricante del patrón de calibración SNG-01.

Como siguiente paso en la calibración del sistema desarrollado, se le mide reflectancia diferencial a la muestra patrón, lo cual se lleva a cabo haciendo incidir un haz láser polarizado y modulado sobre la muestra, esto se logra colocando un modulador fotoelástico antes de que el haz ilumine la muestra, y tomando la diferencia entre los valores medidos por el multímetro y el amplificador Lock-In, con la finalidad de medir la diferencia entre la polarización “S” y “P”, ya que de esta forma se obtiene un mayor contraste y por lo tanto una mejor imagen de la morfología que presenta el patrón.

En las figuras 156 y 157 se observan los resultados obtenidos después de haber realizado el escaneo de la muestra, en modo de reflectancia diferencial. El área medida en esta prueba es de 20x12 micrómetros, por lo tanto se puede observar por completo uno de los rombos de vanadio. En la configuración utilizada para

realizar esta medición se obtiene una mejor imagen de la morfología de la muestra patrón, que en la que solo se mide la reflectancia, ya que existe un mayor contraste, además cabe mencionar que el escaneo se llevó a cabo con un incremento entre los pasos de 100 nm y una distancia de separación entre la muestra y la punta de fibra óptica de alrededor de 100 nm.

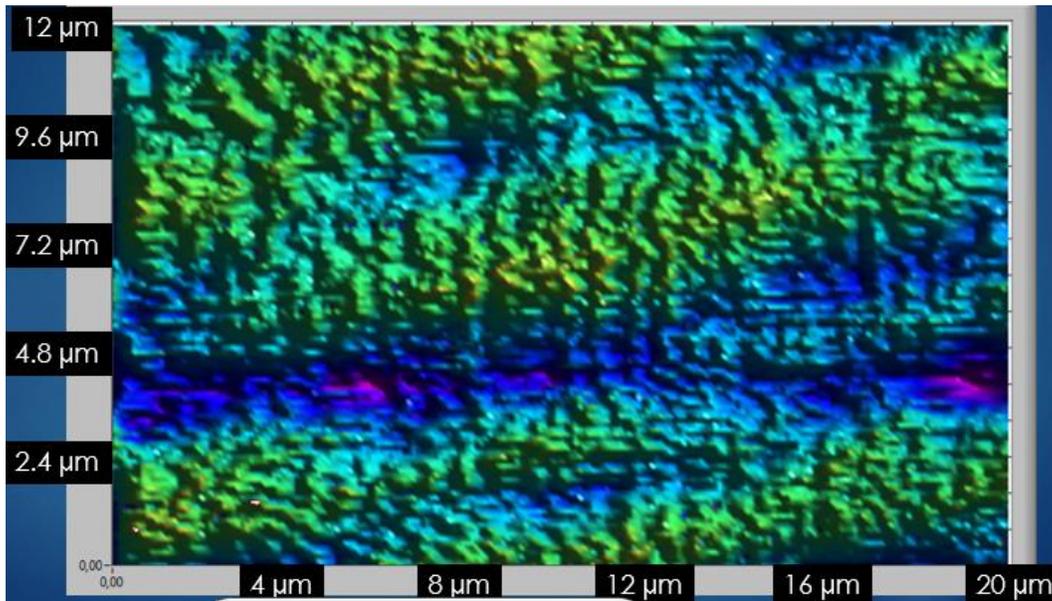


Figura 156. Vista aérea de la medición realizada mediante reflectancia diferencial.

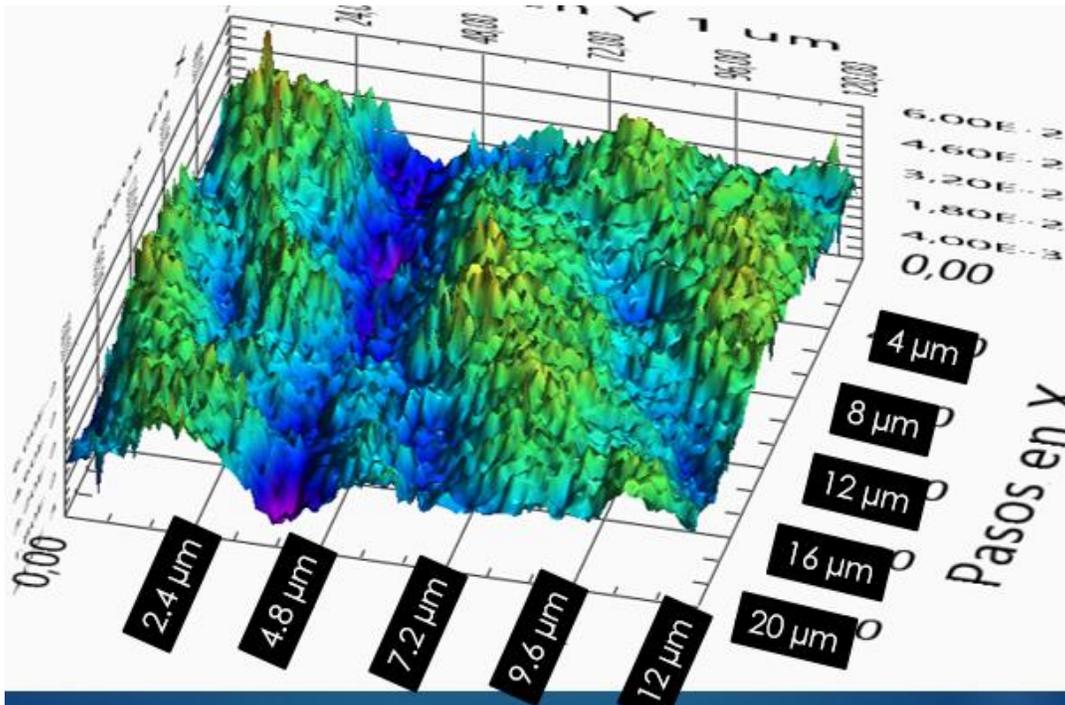


Figura 157. Vista aérea de la medición realizada mediante reflectancia diferencial.

Para la realización de la medición de reflectancia diferencial, se implementó el arreglo óptico mostrado en la figura 158, en el cual se hace incidir un haz laser sobre la muestra a medir y entre estos dos se coloca el cabezal del modulador fotoelástico y el chopper, con la finalidad de poder medir reflectancia y reflectancia diferencial sin modificar el arreglo óptico, solo encendiendo y apagando uno de estos instrumentos.

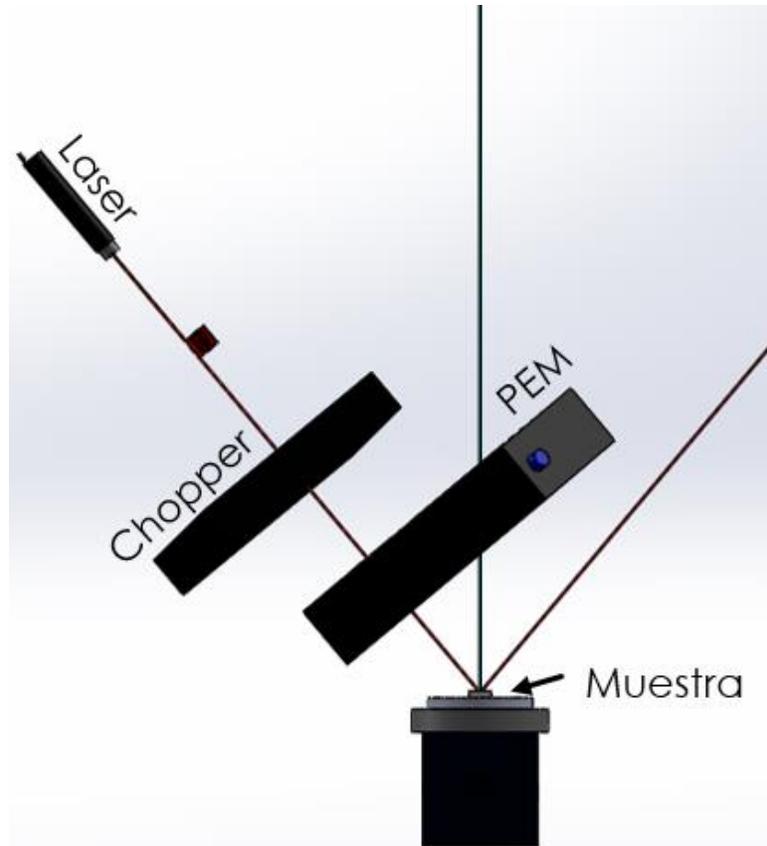


Figura 158. Montaje óptico del sistema de microscopía de alta resolución.

## 5.4 Rejilla de difracción 1200 líneas por milímetro

Una rejilla de difracción es un componente óptico, que cuenta con un patrón regular, la cual divide (difracta) la luz en varios haces que viajan en diferentes direcciones, y que se utiliza para la separación de los colores de la luz incidente como se observa en la figura 159.

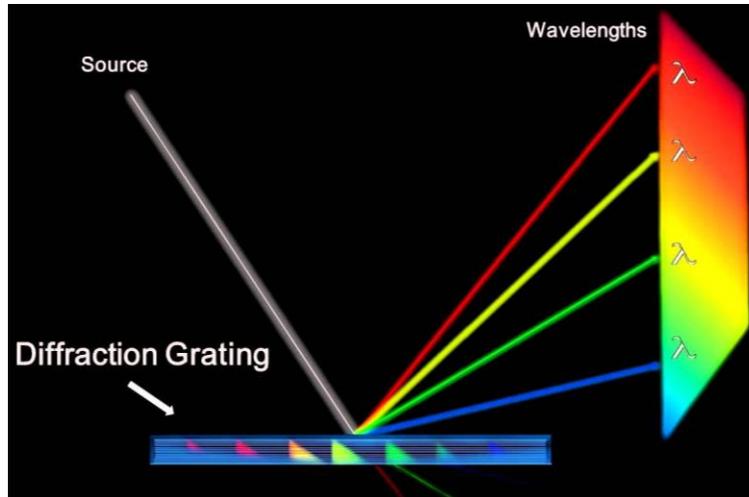


Figura 159. Funcionamiento de una rejilla de difracción. [67]

La rejilla de difracción puede generarse mediante el método de exposición holográfica, este se muestra en la figura 160, mediante el cual se consigue que existan muy pocos errores en la periodicidad del patrón que presentan.

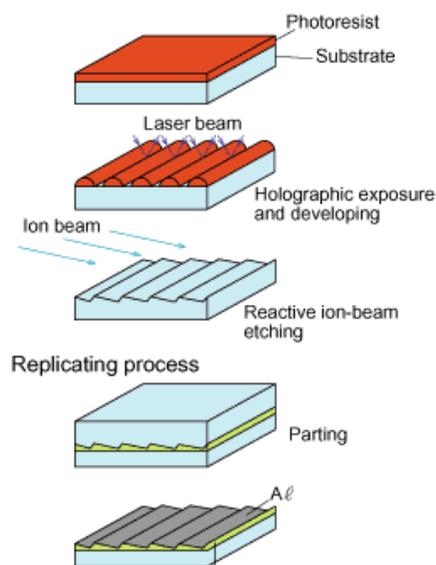


Figura 160. Proceso de fabricación de las rejillas de difracción. [68]

Como ya se ha hablado en este capítulo, el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, se calibra mediante el uso de muestras comerciales que cuentan con patrones conocidos y bien caracterizados, por lo que las rejillas de difracción son una buena opción para la calibración del sistema ya que cuenta con los patrones mostrados en la figura 161 dependiendo del tipo de estas.

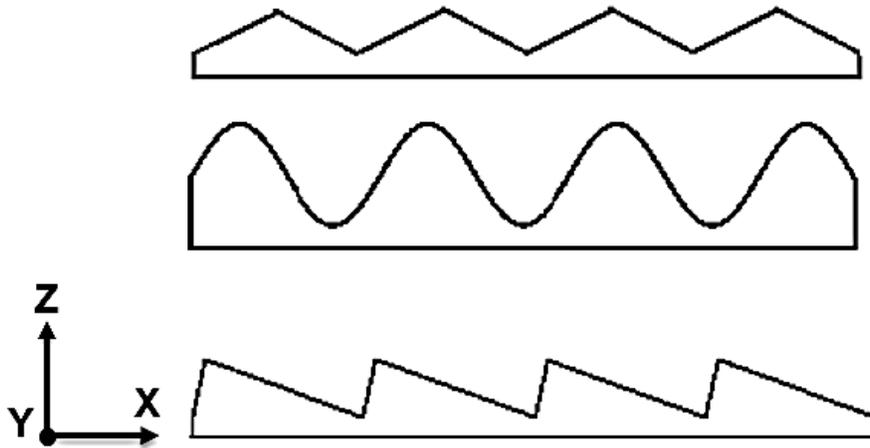


Figura 161. Patrones simétricos triangulares y senoidales, asimétrico diente de sierra. <sup>[69]</sup>

Las rejillas de difracción, se fabrican en tamaños estándar de 600, 1200, 1800 y 3600 líneas por milímetro, por lo que el patrón presente en estas se repite cada 1.66  $\mu\text{m}$ , 833 nm, 555 nm y 277 nm respectivamente. La rejilla de difracción a analizar para la calibración del sistema fue la de 1200 líneas por milímetro, de la cual se realizaron mediciones tanto de reflectancia como reflectancia diferencial, el resultado obtenido del escaneo de la rejilla por medio de reflectancia se muestra en la figura 160.

El escaneo se llevó a cabo en una área de 1.69  $\mu\text{m}^2$ , con una distancia entre pasos de 10 nanómetros y una altura de separación entre la punta de fibra óptica y la rejilla de difracción de alrededor de 100 nm, la gráfica obtenida de la medición realizada (Fig. 162), muestra que el patrón presente en la rejilla de difracción se repite dos veces, teniendo una longitud de alrededor de 800 nm, lo cual cumple con lo esperado, para el segundo periodo este no termina por completo, ya que la longitud escaneada es de 1.3  $\mu\text{m}$ .

Es importante mencionar que los resultados obtenidos, son directamente los que se miden con el sistema de microscopia, es decir no se realiza ningún tipo de filtrado a las gráficas que se presentan en este trabajo desarrollado, pues esto ayuda a ver la clara diferencia entre la resolución obtenida mediante las técnicas de reflectancia y reflectancia diferencial. El filtrado se utiliza en sistemas de microscopia como AFM y rayos X, una vez que han sido bien calibrados y caracterizados con la finalidad de reducir el ruido causado por factores externos al sistema, como vibraciones producidas por corrientes de aire, pequeños haces de luz provenientes del sol o de los indicadores de los instrumentos, etcétera.

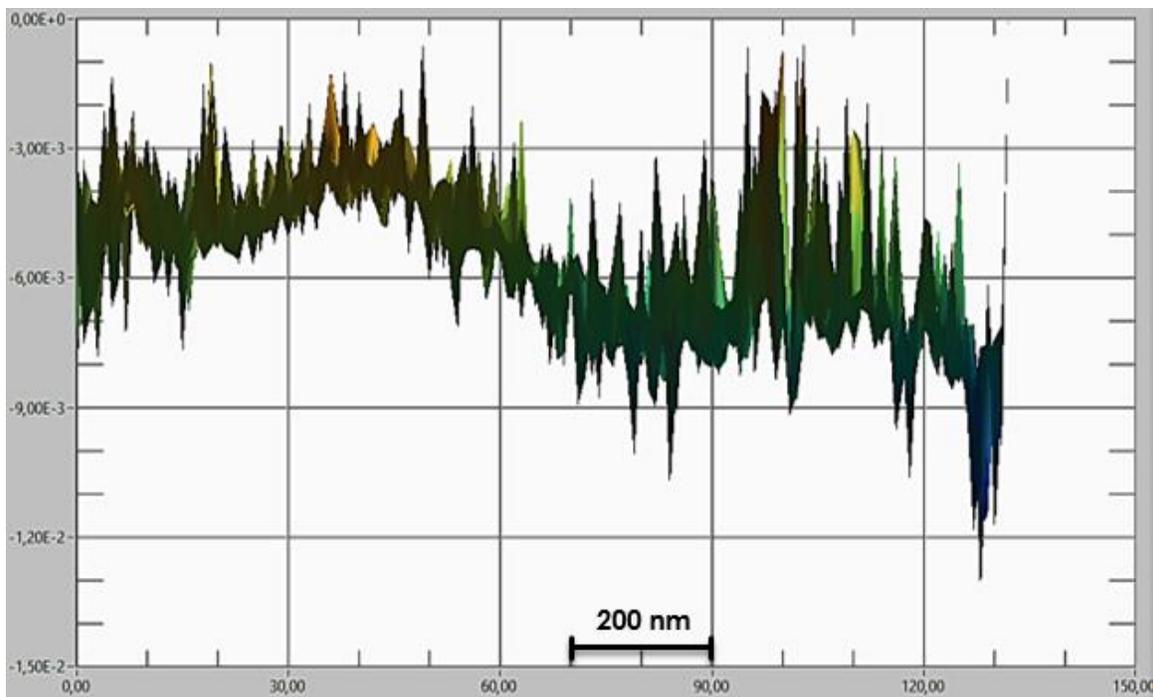


Figura 162. Medición de la rejilla de difracción de 1200 líneas por milímetro mediante la técnica de reflectancia.

Otra de las formas de disminuir el ruido mostrado en la figura anterior, es aumentando el número de mediciones promediadas (5 para el caso anterior), que se llevan a cabo por punto, el siguiente paso realizado fue el escaneo de la rejilla de difracción mediante el uso de la técnica de reflectancia diferencial, tomando los mismos parámetros para el escaneo, que los usados cuando solo se midió reflectancia, los resultados obtenidos se muestran en las figuras 163 y 164.

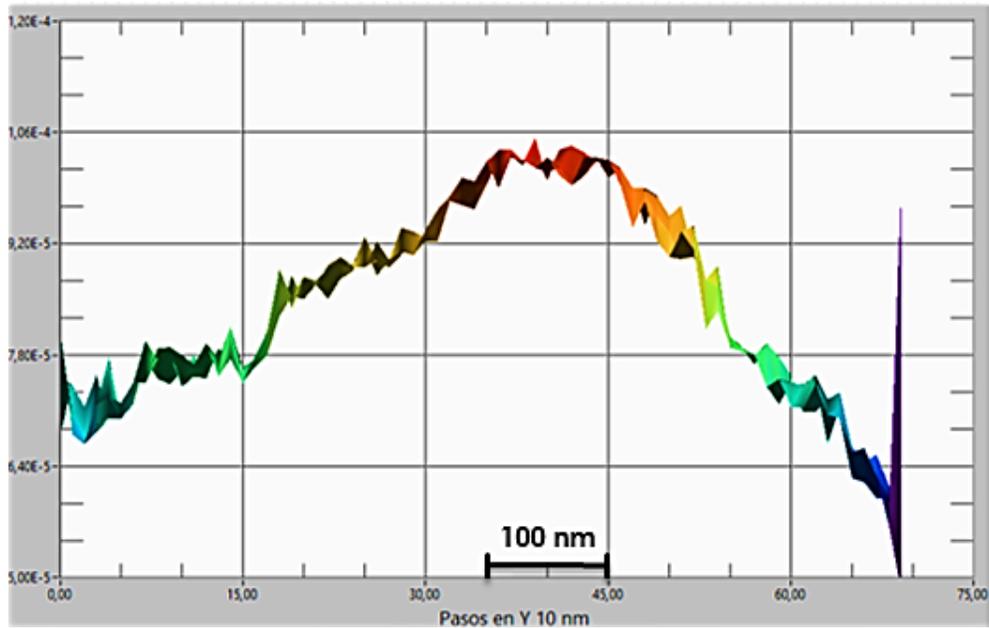


Figura 163. Formación de un solo ciclo de la rejilla.

En la figura 164 se puede observar la formación de un solo ciclo del patrón mostrado por la rejilla de difracción, el cual se aprecia que la gráfica está más limpia, debido a que se aumentó a 25 el número de mediciones promediadas por punto y a que se implementó la técnica de reflectancia diferencial, en la cual se obtiene la diferencia entre las polarizaciones “S” y “P”, obteniendo así un mayor contraste y por lo tanto una mejor resolución en las mediciones realizadas.

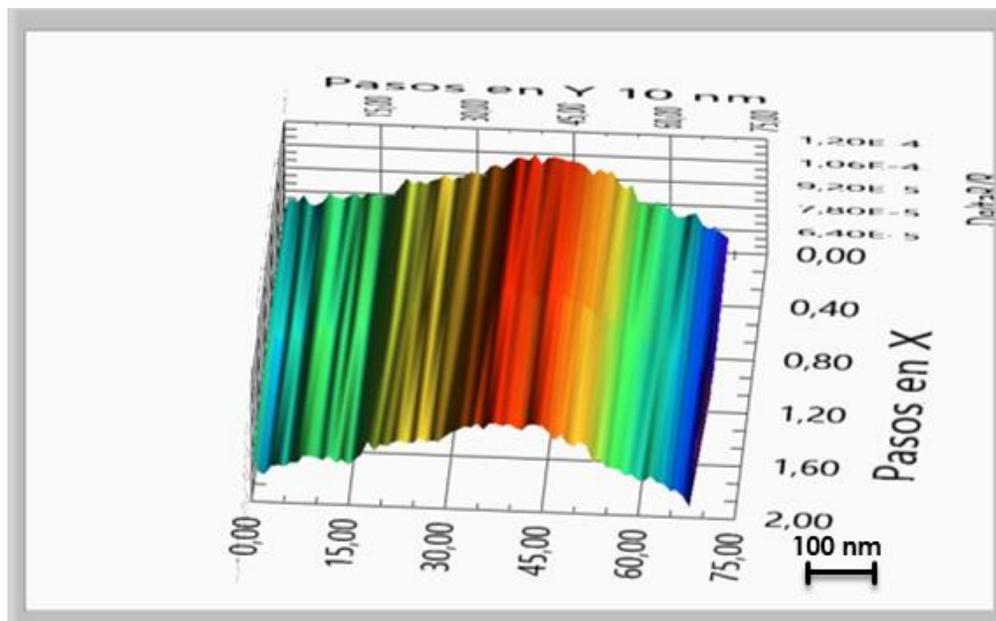


Figura 164. Muestra vista desde arriba.

Para poder observar que la rejilla de difracción cuenta con varios ciclos y que estos son lo más uniformes posibles, se realizó un nuevo escaneo de esta, pero en esta ocasión se realizó un cambio en los parámetros, la distancia de separación entre los pasos mediante los cuales se llevó a cabo el escaneo fue de 1 nm, y la longitud escaneada de 3 micras, por lo que en la figura 165 se muestra la formación de varios ciclos, ya que la medición bajo este esquema tarda demasiado tiempo se bajó el número de promedios por punto que se toman, por lo que la resolución baja un poco.

Esta medición se llevó a cabo con la finalidad de observar, que realmente se repiten los patrones mostrados por la rejilla de difracción en la figura 166, se puede observar con mayor detalle la formación de los ciclos, ya que se trata de una gráfica en tres dimensiones, es decir cada punto que es medido inmediatamente es graficado, lo cual ayuda a que si no es una área de interés la que se está midiendo, se puede cambiar de área y volver a comenzar la medición. Estas mediciones son guardadas en archivos de texto, para después ser reconstruidas mediante el software desarrollado o algún otro como MATLAB, Origin, Mathematica, etc., esto con la finalidad de que se pueda realizar un análisis más profundo.

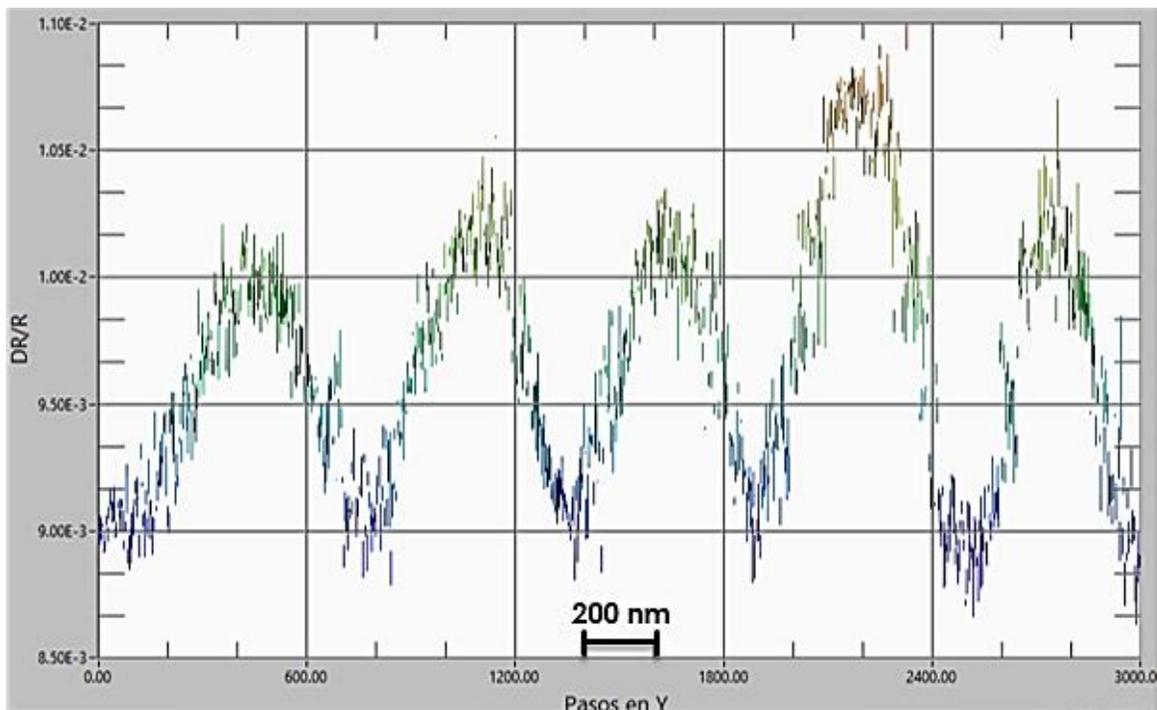


Figura 165. Formación de ciclos de la rejilla de difracción.

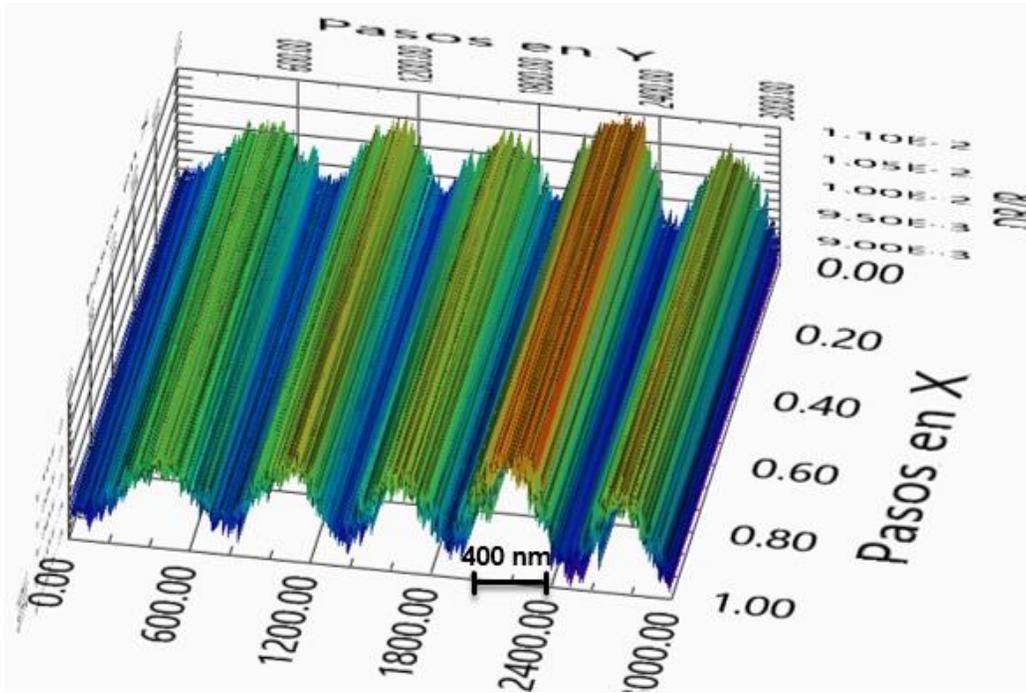


Figura 166. Vista aérea de la rejilla de difracción 1200 líneas por milímetro.

El sistema de microscopia desarrollado, cuenta con una cámara CCD, la cual es utilizada para colocar la punta de fibra óptica a unas cuantas micras de la muestra y en el vértice del ángulo formado por el haz incidente y reflejado del láser con que es iluminada esta (Fig. 167).

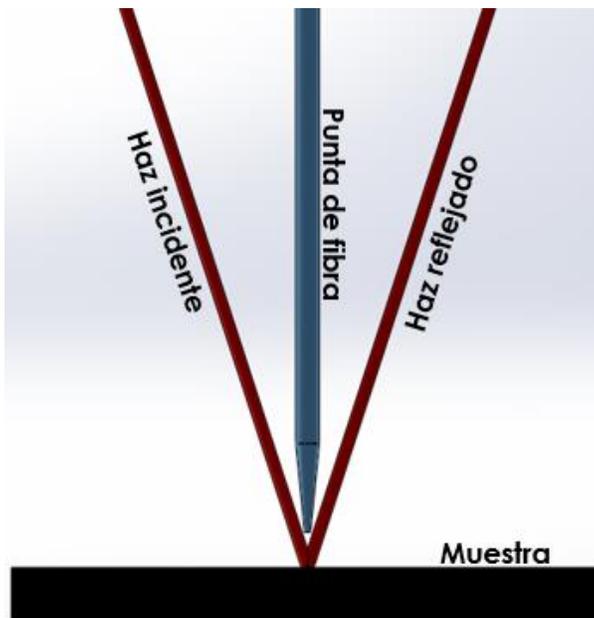


Figura 167. Acomodo de punta de fibra óptica con respecto a la muestra y laser que la ilumina.

Con el arreglo óptico que se tiene con la cámara CCD se puede observar la transmisión del haz laser que incide sobre la rejilla de difracción como se observa en la figura 168, la cual es una fotografía tomada con el software desarrollado.

Ya que la rejilla de difracción tiene un recubrimiento de aluminio, su cara se presenta como un espejo, por lo que se pueden apreciar dos puntas de fibra, la que se muestra en la parte superior es la real, mientras que la inferior solo es el reflejo.

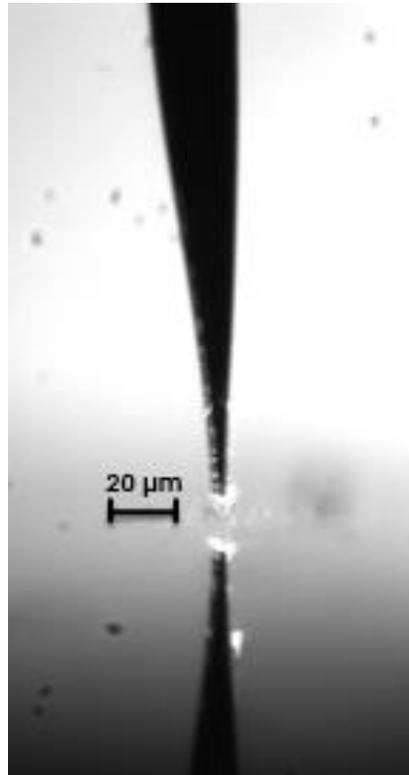


Figura 168. Reflectancia mostrada en la rejilla de difracción.

## 6. Caracterización de sistemas interés tecnológico y científico

En la actualidad se realiza el estudio de nuevos materiales semiconductores, con la finalidad de desarrollar sistemas mucho más eficientes, con un consumo de energía menor, un ejemplo de esto se encuentra en la generación de lámparas led (Fig. 169), las cuales con una potencia de 9 watts pueden sustituir a las bombillas tradicionales de 60 watts generando un ahorro de energía de al menos el 80%, [70] con una duración de hasta 15 años, en el Paul Drude Institute de Alemania se están desarrollando led's de alta eficiencia basados en nano alambres de nitruro de galio.



Figura 169. Bombilla led. [71]

Existe una gran tendencia a realizar un gran almacenamiento de datos en espacios cada vez más pequeños o del mismo tamaño, tal como se dio en la evolución de los discos compactos ópticos donde en sus inicios eran capaces de almacenar hasta 700 Mb, con el desarrollo de nuevas tecnologías se inventó el disco versátil digital, con un mayor tamaño de almacenamiento de datos, mientras que el tamaño físico se sigue conservando y gracias a que son tan sencillos de usar y que fueron bien aceptados por las personas, se prosiguió con la investigación hasta el desarrollo de los discos Blu-ray, los cuales tienen una capacidad de almacenamiento de hasta los 128 Gb, que es equivalente a tener cerca de 180 discos compactos.

Lo cual se logró fabricando las pistas donde se guarda la información cada vez más pequeñas como se puede observar en la figura 170, con lo cual se comprueba que existe una gran tendencia a la miniaturización de sistemas y que estos sean de mayor capacidad.

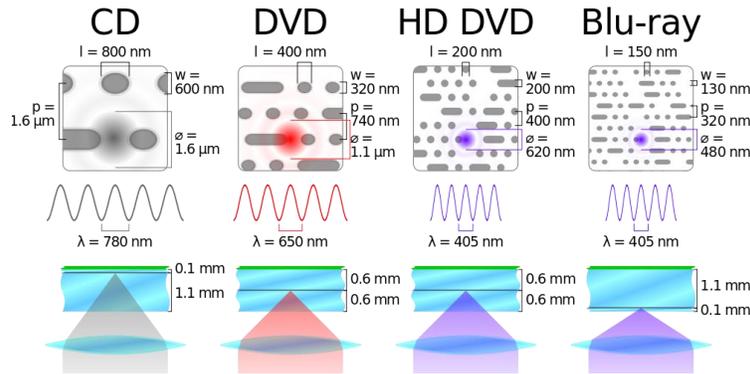


Figura 170. Características de los dispositivos de almacenamiento ópticos. [72]

Con los avances tecnológicos que suceden de forma más rápida cada vez, se ha desarrollado la nanotecnología que es el estudio y desarrollo de sistemas a escala nanométrica, es decir esta se encarga de estudiar la materia desde un nivel de resolución nanométrico (Fig. 171), a esta escala los fenómenos que suceden, al igual que las propiedades que presentan los materiales son totalmente nuevos. Estas propiedades son aprovechadas para resolver múltiples problemas que enfrentamos los seres humanos, para poder caracterizar estas propiedades es necesario contar con los instrumentos adecuados, es por este motivo la importancia del desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano, con el cual se pueden caracterizar una gran cantidad de materiales y sistemas interés tecnológico y científico.

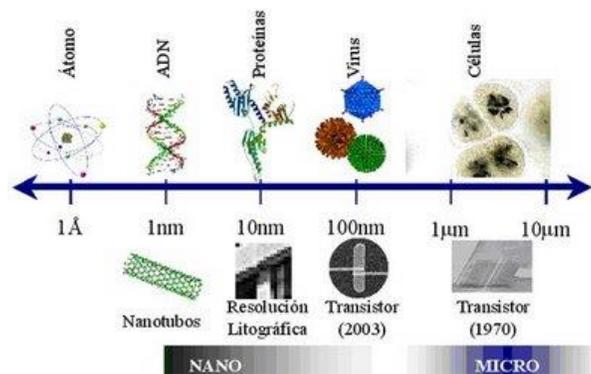


Figura 171. Escala de sistemas y su unidad de medida a la que pertenecen. [73]

## 6.1 Grabado de defectos estructurales en materiales semiconductores mediante ataques químicos

Los cristales son materiales que se encuentran constituidos por átomos, moléculas o iones, los cuales se encuentran generalmente dispuestos periódicamente, es decir, que se pueden constituir mediante la superposición de bloques idénticos distribuidos a lo largo del espacio, a los cuales se les denomina base y la forma en que se distribuyen en el espacio, red cristalina. Estos constituyentes están unidos entre sí mediante diferentes tipos de fuerzas interatómicas (enlaces químicos), tales como el enlace metálico, el enlace iónico, el covalente, las fuerzas de van der Waals, entre otros.

Las redes cristalinas (Fig. 172), son también nombradas redes de Bravais, de las cuales existen 14 diferentes y que se encuentran agrupadas en 7 sistemas cristalinos <sup>[74]</sup>, de las cuales el sistema cubico, es el que muestra máxima simetría y es el que muestran los semiconductores usuales tales como silicio y germanio.

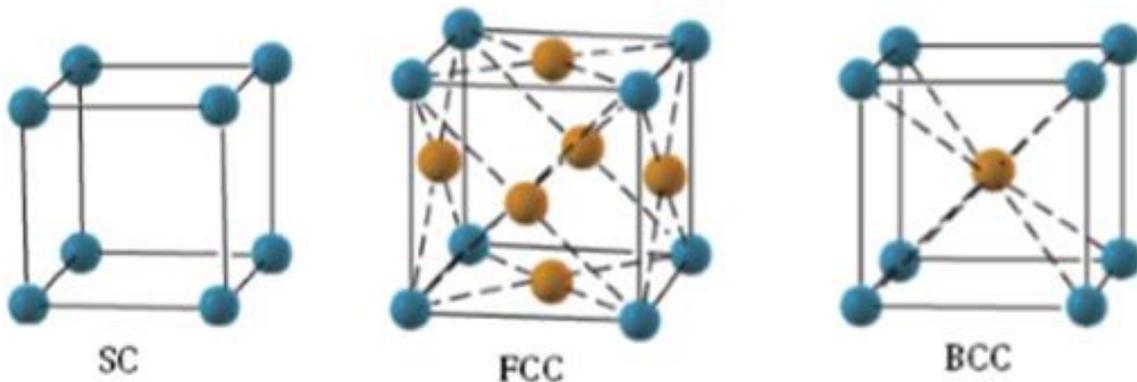


Figura 172. Estructuras cristalinas cúbicas. <sup>[75]</sup>

El parámetro de red se refiere a la distancia constante de las celdas unitarias con respecto a su misma estructura cristalina, la coincidencia de estos parámetros entre dos materiales distintos semiconductores permite la formación de una región con un ancho de banda prohibido sin variar la red cristalina, con lo cual se pueden construir led's y/o diodos laser, un ejemplo de esto es el Arseniuro de Galio (GaAs), el Arseniuro de Galio-Aluminio (AlGaAs) y el Arseniuro de Aluminio (AlAs), en la tabla 7 se muestran los parámetros de red.

semiconductor	Å
Diamante	3.668
SiC	4.3596
Si	5.4307
Ge	5.6575
GaP	5.4504
GaAs	5.6533
InAs	6.0584
InP	5.8688

Tabla 7. Parámetros de red de semiconductores. [76]

Para realizar la identificación de los diferentes planos y direcciones de un cristal se utilizan los índices de Miller, los cuales se pueden definir considerando como es que el plano corta a los ejes cristalográficos principales del sólido. Estos índices se utilizan en las dislocaciones para indicar la dirección de su línea y plano de deslizamiento.

Cuando las uniones de los átomos se rompen por algún efecto surgen los llamados pits (Fig. 173), que son agujeros o depresiones que se forman en la superficie del material en bruto, los cuales llegan a tener cierta forma dependiendo de la orientación de los ejes cristalográficos del material, estos pits se generan en mayor o menor cantidad dependiendo de qué tan fuertes sean los enlaces entre los átomos. La generación de pits en materiales semiconductores es ampliamente usada en diferentes áreas de aplicación como la fabricación de celdas solares.



Figura 173. Pits generados en oblea de silicio mediante ataque químico con KOH.

Una de las técnicas más usadas para la generación de pits en materiales semiconductores, es el ataque químico mediante hidróxido de potasio (KOH), que es compuesto químico inorgánico, una base fuerte de uso común [77], donde se explota su reactividad con ácidos y su corrosividad natural.

Para la realización de este proceso (Fig. 174), el material que va a ser grabado es sumergido en la solución de KOH, en donde en primer lugar se lleva a cabo la difusión de los iones o moléculas de la película expuesta sobre la superficie de la oblea, después se forman subproductos que son solubles y/o gaseosos esto debido a la reacción química entre la solución y la película expuesta, y por último el subproducto de la reacción se difunde desde la superficie de la oblea a través de la capa límite en la mayor parte de la solución que está realizando el ataque químico [78], lo que representa una desventaja para este tipo de grabado, ya que las condiciones iniciales de la solución cambian afectando la velocidad con la que se lleva a cabo la difusión de los iones y si el proceso se requiere reproducir nuevamente se tiene realizar la preparación de una nueva solución de KOH, que no contenga contaminantes de la muestra.

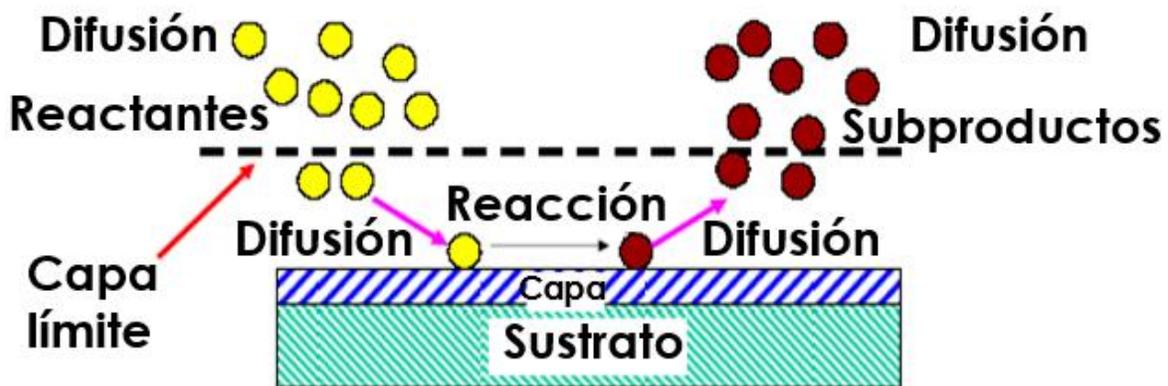


Figura 174. Proceso de formación de pits. [79]

Esta técnica presenta las siguientes ventajas:

- ❖ Es simple de realizar.
- ❖ Es la técnica más económica.
- ❖ La contaminación de partículas puede ser filtrada.

- ❖ El tamaño de los pits está definido por el tiempo que la oblea permanece sumergida en la solución.
- ❖ La velocidad de grabado puede acelerarse aumentando el porcentaje de saturación de KOH en la solución.

Ya que este es un proceso de interés científico y tecnológico, para el desarrollo de nuevos dispositivos electrónicos basados en materiales semiconductores, es necesario llevar a cabo la caracterización de la morfología de la pits generados mediante esta técnica, ya que una de las desventajas que presenta, es que el cambio de temperatura se ve reflejado en la velocidad de grabado de pits.

En los siguientes subtemas se lleva a cabo el ataque químico y la caracterización de muestras de obleas de silicio (Fig. 175) y arseniuro de galio, desarrolladas en el laboratorio de química del instituto.

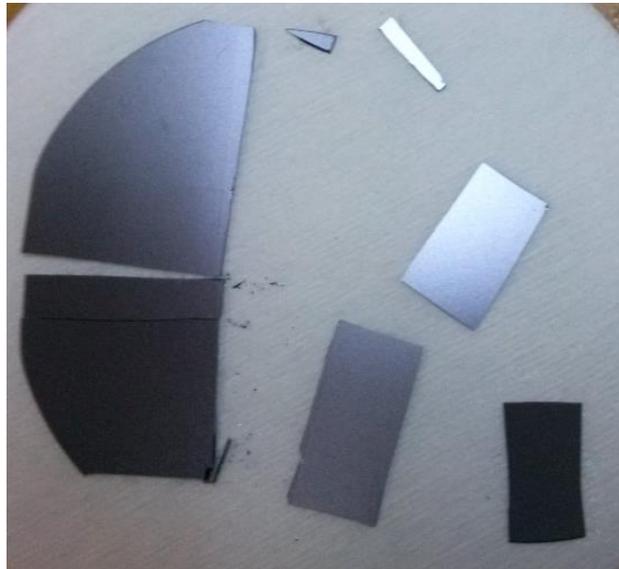


Figura 175. Oblea de silicio virgen.

### 6.1.1 Caracterización de defectos estructurales en Silicio generados por ataque químico

El silicio es un material electropositivo y el más abundante en la corteza terrestre, es utilizado para dar mayor resistencia al aluminio, magnesio, cobre y otros metales, teniendo una pureza de entre el 98 y 99%, es utilizado como materia prima en la manufactura de compuestos organosilícicos y resinas de silicona <sup>[80]</sup>, elastómeros y aceites, mientras que los chips de silicio se emplean en la fabricación de circuitos integrados. Las celdas solares que se encargan de convertir la energía solar en eléctrica, hacen uso de obleas cortadas de cristales simples de silicio de grado electrónico, en donde entre más puro sea el silicio de mejor calidad serán las celdas solares.

Este material semiconductor presenta un enlace covalente, lo que quiere decir que cada átomo se encuentra unido a otros cuatro compartiendo sus electrones de valencia, por lo que cuando se le aplica energía externa, se logran romper los enlaces quedando un electrón libre por cada enlace roto, y a su vez se tiene un hueco vacío <sup>[81]</sup>, con lo que de esta forma se obtiene corriente eléctrica, mediante el movimiento de los electrones. El silicio tiene una estructura cristalina (Fig. 176) de octaedros, cubica centrada en las caras.

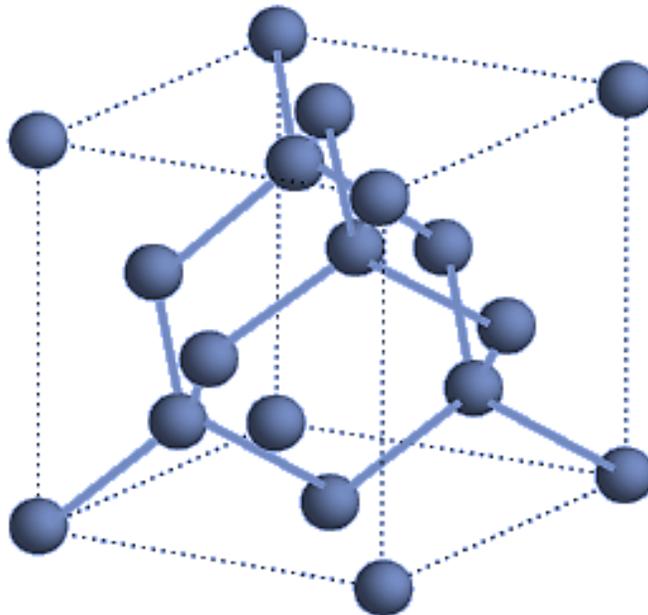


Figura 176. Estructura cristalina del silicio. <sup>[82]</sup>

Debido a la estructura cristalina que presenta el silicio, al realizar el ataque químico a una oblea de silicio con orientación (100), se graban en esta pits (cavidades) rectangulares en la superficie, que como ya se había mencionado el ataque se lleva a cabo mediante hidróxido de potasio (KOH), en donde el tamaño de los pits depende del tiempo, en que se encuentre sumergida la oblea de silicio en la solución, pero también de la saturación que está presente, otro de los parámetros que intervienen es la temperatura, solo si los cambios son muy grandes ya que si los cambios de temperatura son pequeños no existirá mucha diferencia en la velocidad de crecimiento del pit. En la figura 177 se muestra la gráfica de la reacción del ataque químico a una oblea de silicio con orientación (100), utilizando una solución de KOH al 20%.

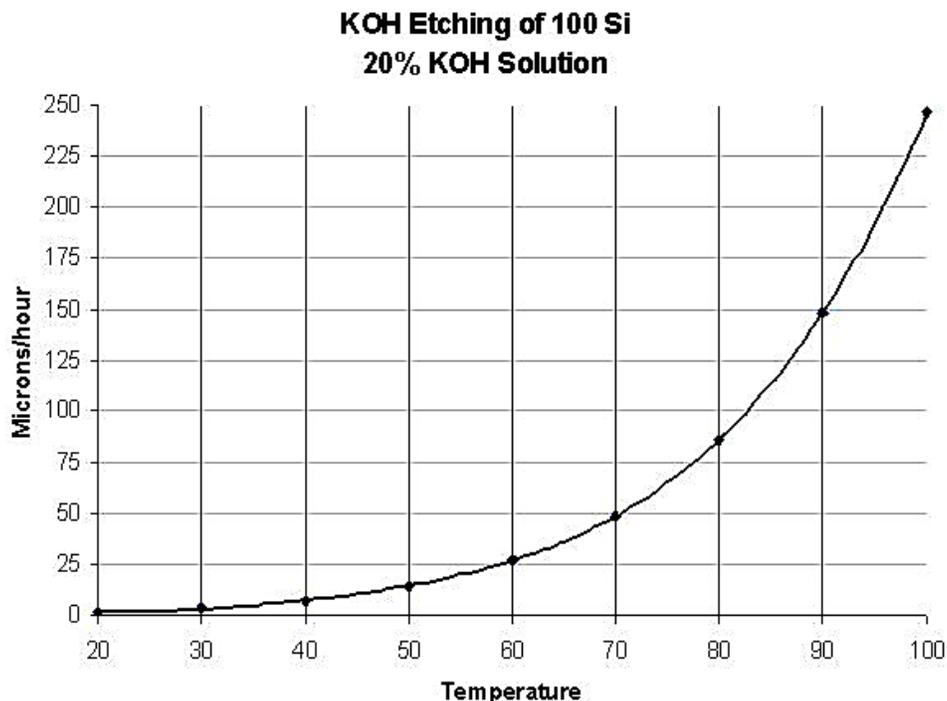


Figura 177. Gráfica de la velocidad de grabado de la oblea de silicio (100) en solución de KOH al 20%. [83]

En esta grafica se puede observar que mientras mayor es la temperatura, también se vuelve mayor la velocidad de grabado, pero sucede que si la concentración de la solución de KOH aumenta la velocidad disminuye como se puede ver en la figura 178, donde se muestra la gráfica de la reacción para la misma oblea de silicio, pero en este caso se emplea una concentración del 45%.

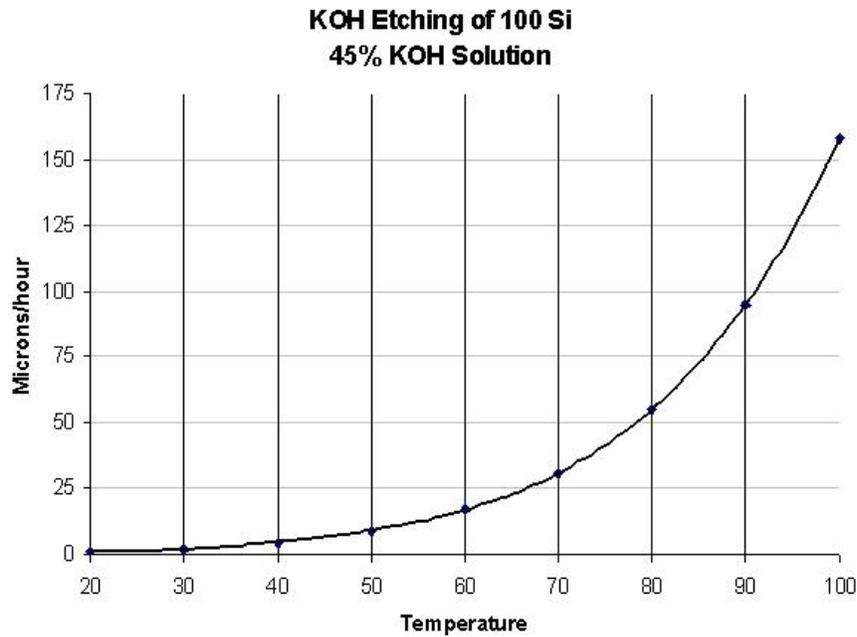


Figura 178. Grafica de la velocidad de grabado de la oblea de silicio (100) en solución de KOH al 45%. [83]

Al ser más lenta la reacción de grabado, se puede controlar el crecimiento de los pits de una forma más adecuada, por lo cual se pueden obtener tamaños más exactos de los pits, por lo cual se llevó a cabo el grabado de agujeros en muestras de obleas de silicio con orientación (100) y una de sus caras pulidas, mediante la técnica de ataque químico con hidróxido de potasio al 45%, con una temperatura de 80 °C, obteniendo los resultados mostrados en las figuras 179 a 182, en donde se observó que el grabado de los pits se lleva a cabo de forma más rápida en la cara que no se encuentra pulida.

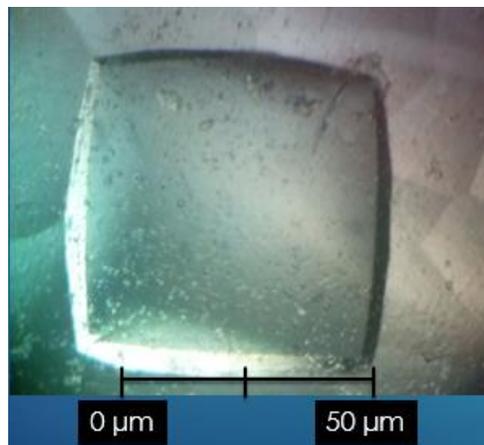


Figura 179. Muestra 1, duración del ataque 1 hora.

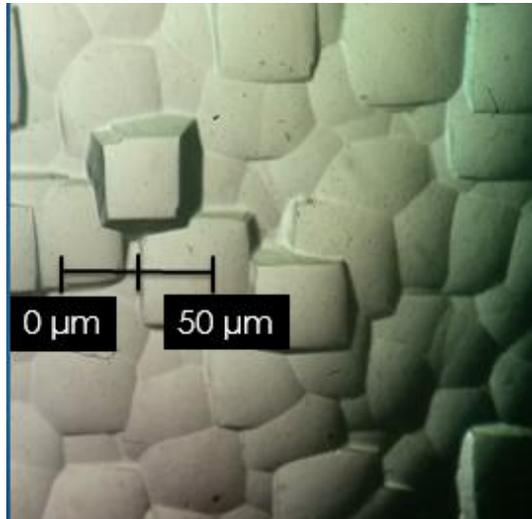


Figura 180. Muestra 2, duración del ataque 35 minutos.

Debido a que la solución se calentó, en el horno del laboratorio de química del instituto y a este no le funciona el termopar, la temperatura no era constante, es decir esta se llegaba a elevar hasta los 100 °C cuando el horno se encendía y en caso contrario cuando el horno se apagaba la temperatura descendía hasta los 73 °C, causando variaciones en el crecimiento de los pits, sin embargo estas muestras son excelentes para su caracterización en el microscopio de barrido de campo cercano, ya que cuentan con un grabado bien definido de los pits y estos se pueden encontrar en toda la superficie de la muestra, ya que esta fue sumergida completamente en la solución de KOH.

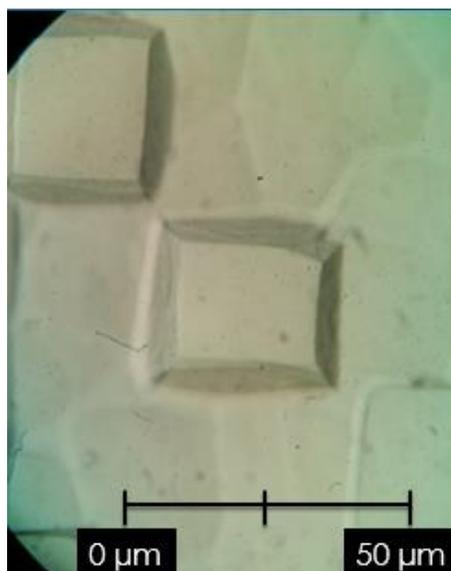


Figura 181. Muestra 3, duración del ataque 40 minutos.

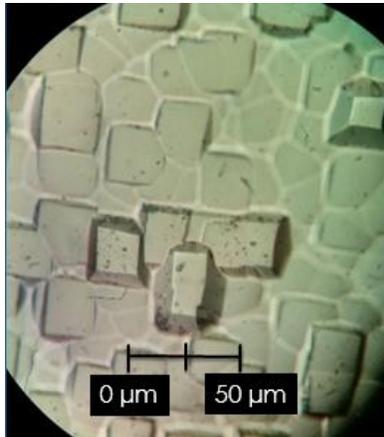


Figura 182. Muestra 4, duración del ataque 35 minutos.

Una vez que se llevó a cabo el ataque químico a las muestras de silicio, se procedió a realizar la caracterización de la muestra número 4 en el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, ya que en esta se encuentran en mayor cantidad los pits y además estos son de un tamaño mediano y regular, comparados con los que se formaron en el proceso de grabado de las muestras 1 a 3.

Se realizó el montaje de esta muestra en el sistema de microscopia de alta resolución y se procedió a realizar la medición con una distancia de separación de 1  $\mu\text{m}$  entre paso y paso, con la configuración de microscopio de fuerza atómica (AFM), por lo que la punta de fibra óptica realiza la función de un cantiléver, de la medición realizada se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 183 y 184.

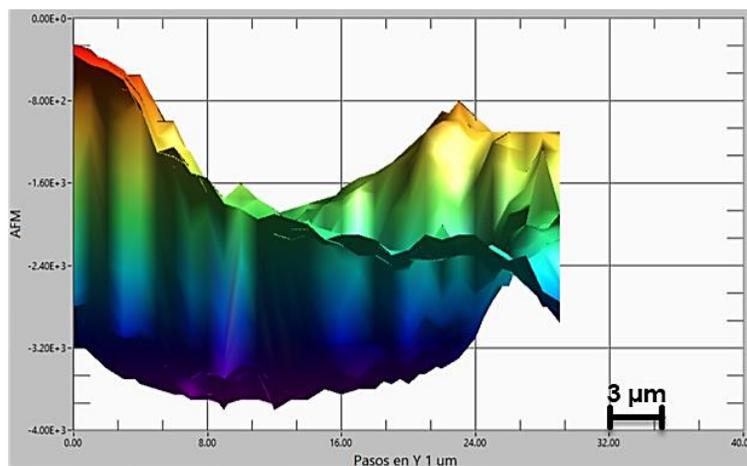


Figura 183. Vista lateral de la medición de la muestra 4 de Si, orientación (100) en configuración de AFM.

El eje z de las gráficas presentadas de las mediciones realizadas, con el microscopio de barrido de campo cercano en su configuración de AFM, se encuentra dado en nanómetros. Ya que el sistema de escaneo acerca la muestra a la punta en pasos de 10 nanómetros, hasta que la vibración en esta cambia indicando que ambas se encuentran en campo cercano, con lo cual nunca entran en contacto protegiéndose ambas. Por medio de esto se realiza una reconstrucción de la morfología que presenta la muestra, en esta medición se puede apreciar uno de los pits grabados en la muestra de silicio, observando que la forma concuerda con la vista en el microscopio óptico, mediante lo cual se comprueba que el correcto funcionamiento del sistema en su configuración como microscopio de fuerza atómica.

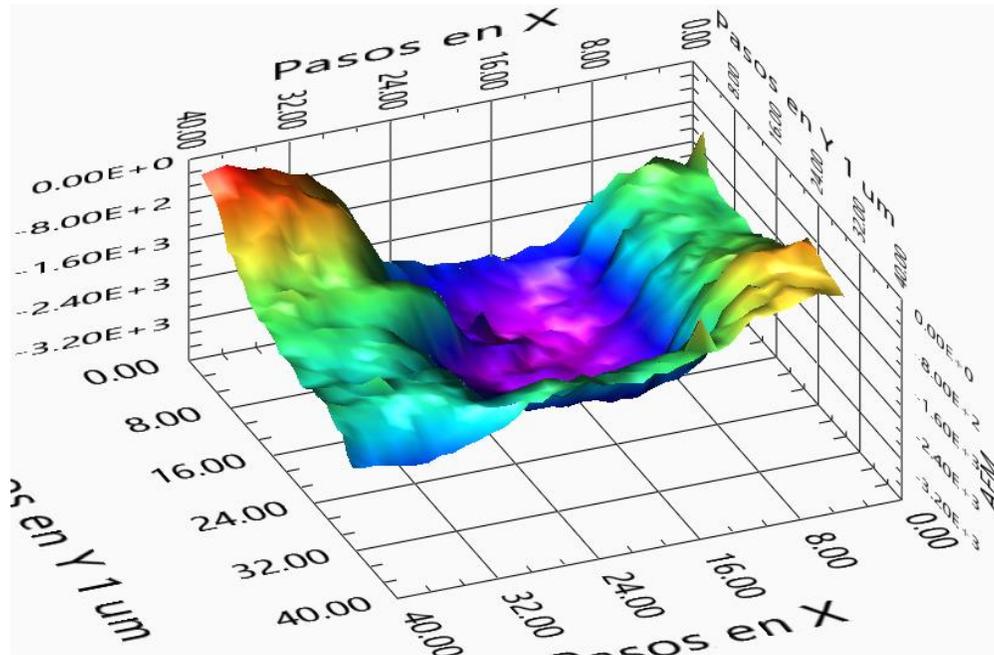


Figura 184. Vista aérea de la medición de la muestra 4 de Si, orientación (100) en configuración de AFM.

Al mismo tiempo que se realiza la medición de la muestra 4, con la configuración de AFM, se lleva a cabo la caracterización de la reflectancia y reflectancia diferencial (Fig. 184) que presenta esta, mostrándose en la figura 185 la primera de ellas. El poder llevar a cabo las mediciones de forma simultánea es otra de las ventajas que

presenta el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado.

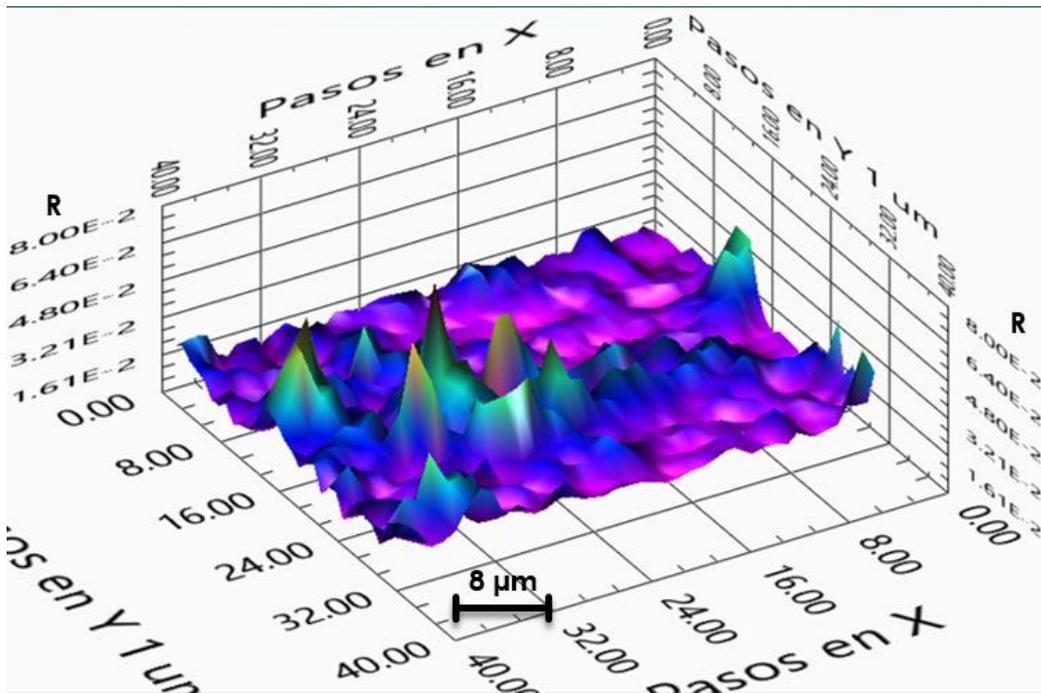


Figura 185. Grafica de la reflectancia mostrada por la muestra 4 de Si (100).

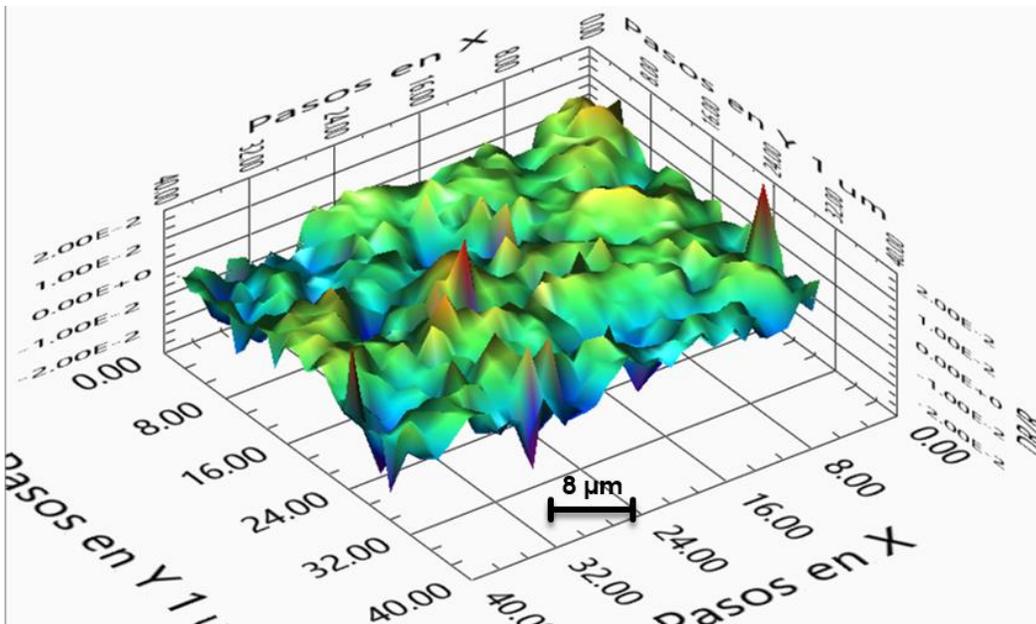


Figura 186. Grafica de la reflectancia diferencial mostrada por la muestra 4.

Ya que las pruebas realizadas de reflectancia no son concluyentes, se realiza una comparación entre los resultados obtenidos por el sistema configurado como

microscopio de fuerza atómica y reflectancia diferencial, multiplicando esta última con la finalidad de que estas tengan la misma amplitud, lo cual se muestra en la figura 187, sin embargo no se encuentran coincidencias.

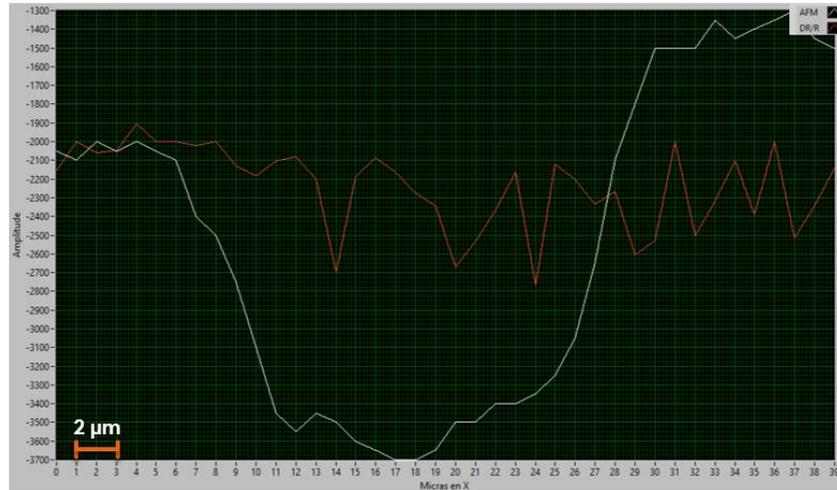


Figura 187. Comparación entre AFM y reflectancia diferencial de las mediciones realizadas a la muestra 4 de Si (100) con resolución de 1 µm.

Ya que la resolución mostrada en la medición anterior es baja (pasos de 1 µm), se caracterizo nuevamente, pero en esta ocasión la separación entre los pasos fue de 100 nanómetros, con lo cual se aumenta la resolución de la imagen que se obtiene de la morfología de la muestra como se puede observar en las figuras 188 y 189.

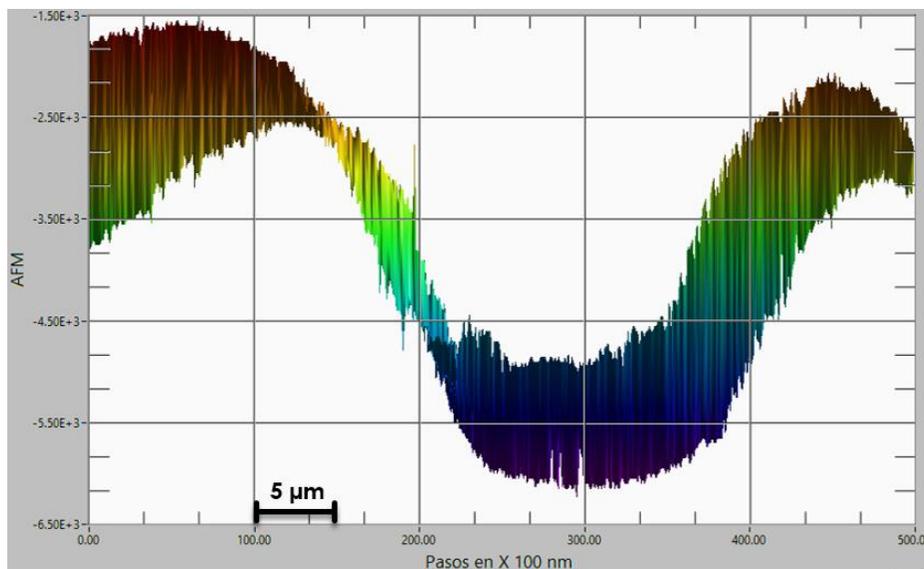


Figura 188. Vista lateral del AFM generado por el sistema de la muestra de Si (100) con resolución de 100 nanómetros.

En esta medición se puede observar que los cambios en la morfología de la muestra ya no son tan abruptos, de forma que se pueden ver mejor los detalles y las transiciones existentes, la única desventaja que se encuentra es que el tiempo en que se lleva a cabo la medición se eleva, puesto que es una cantidad mucho mayor de puntos que se caracterizan.

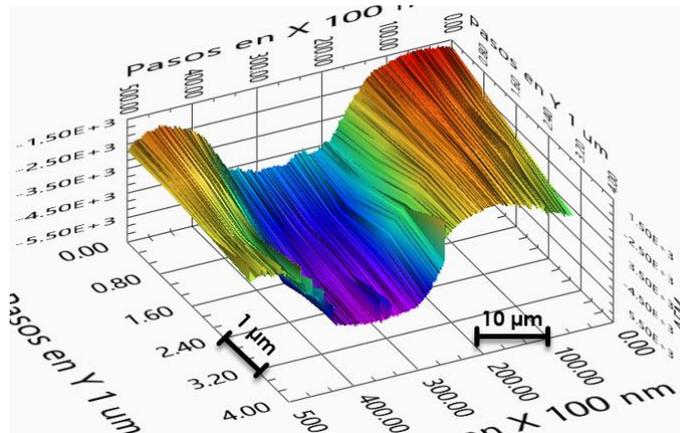


Figura 189. Vista aérea del AFM generado por el sistema de la muestra de Si (100) con resolución de 100 nanómetros.

Para el desarrollo de esta medición, el escaneo se realizó con distancias de separación entre los pasos, diferentes para cada eje, en el eje "X" esta fue de 100 nm, mientras que para el eje "Y" fue de 1 μm, esto se puede llevar a cabo ya que el control del sistema de escaneo es independiente para cada eje coordenado.

De igual forma se realiza una comparación entre la morfología de la muestra y la reflectancia que esta presenta, ya que los resultados obtenidos de las reflectancias no son concluyentes, como se puede observar en la figura 190.

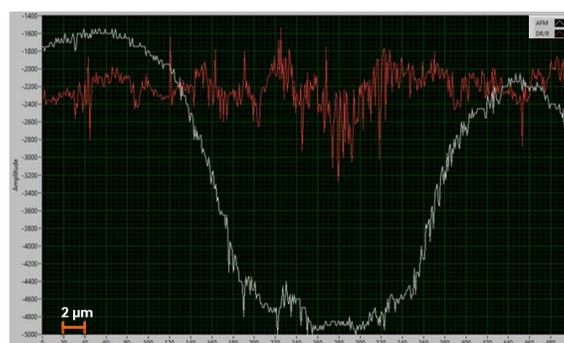


Figura 190. Comparación entre AFM y reflectancia diferencial de las mediciones realizadas a la muestra de Si (100) con resolución de 100 nm.

### 6.1.2 Caracterización de defectos estructurales en GaAs conductor generados por ataque químico

El Arseniuro de galio (GaAs) es un compuesto formado por galio y arsénico el cual cuenta con propiedades semiconductoras, por lo cual se utiliza para la fabricación de dispositivos electrónicos tales como: diodos emisores de luz infrarroja, diodos laser, circuitos integrados, celdas fotovoltaicas, etcétera, que trabajan a frecuencias de microondas. El ancho de su banda prohibida es mayor que en el silicio y el germanio, por lo cual la movilidad de sus electrones también es mayor y la de los hueco muy similar a los del silicio <sup>[83]</sup>, también se sabe que los electrones en arseniuro de galio se aceleran a mayores velocidades, por lo cual tardan un menor tiempo en cruzar el canal de un transistor.

El GaAs aparte de tener propiedades semiconductoras, también es utilizado en la óptica para la realización de lentes y espejos traseros en sistemas de laser de CO<sub>2</sub> de media y alta potencia, ya que presenta dureza y durabilidad en entornos con polvo o partículas abrasivas <sup>[84]</sup> y el cual presenta una estructura cristalina, esta se muestra en la figura 191.

# GaAs

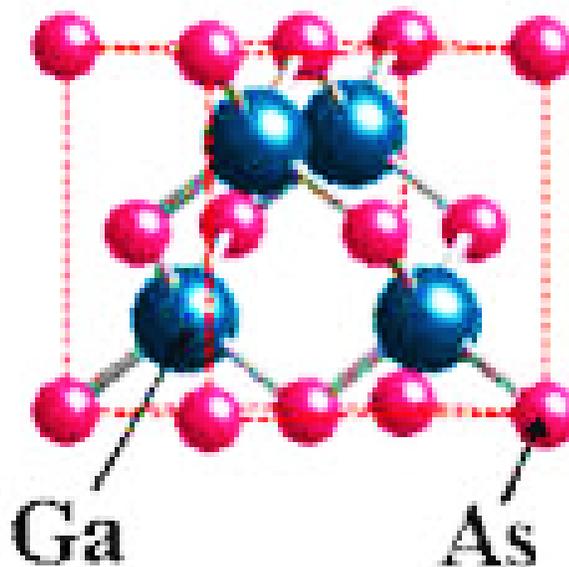


Figura 191. Estructura cristalina del Arseniuro de galio. <sup>[85]</sup>

Su uso es más reciente que el del silicio o el germanio y por lo tanto es menos usado que estos, más sin embargo este se empieza a popularizar ya que cuenta con las siguientes ventajas: <sup>[84]</sup>

- ❖ Ofrece casi el doble de eficiencia en aplicaciones solares con respecto a la ofrecida por el silicio.
- ❖ Se pueden depositar múltiples capas de material sobre las obleas, con lo cual se obtiene un mayor rendimiento.
- ❖ Los componentes electrónicos fabricados con GaAs se encienden 10 veces más rápido que los de silicio.
- ❖ Su tiempo de vida es mayor al estar transmitiendo señales analógicas, comparado con el germanio o el silicio.
- ❖ Los chips de GaAs no necesitan de cantidades grandes de energía para su funcionamiento.
- ❖ Cuenta con propiedades opto-electrónicas.
- ❖ Tiene emisión en el infrarrojo, por lo que es utilizado en láser.
- ❖ Su temperatura de fusión es de 1238 °C.

Investigadores descubrieron y estudiaron el movimiento ultrarrápido de los electrones en los cristales de arseniuro de galio, el cual se encontraba expuesto por un corto tiempo a un campo eléctrico de gran intensidad. Donde se mostró por primera vez un movimiento oscilatorio colectivo de los electrones a una frecuencia muy alta, este descubrimiento puede desempeñar un papel muy importante en la miniaturización de dispositivos electrónicos <sup>[86]</sup>, mediante lo cual se popularizaría su uso, generando que su estudio se vuelva de gran relevancia para la comunidad científica.

Como ya se había mencionado en el tema anterior el ataque químico con hidróxido de potasio es utilizado para el grabado de pits en obleas de silicio, pero también en materiales como antomoniuro de indio (InSb), antomoniuro de galio (GaSb), antomoniuro de aluminio (AlSb), arseniuro de indio (InAs), arseniuro de galio (GaAs), fosfuro de indio (InP), fosfuro de galio (GaP). <sup>[87]</sup>

Al realizar un ataque químico con hidróxido de potasio (KOH) a estructuras de GaAs con orientación (100), se graban deformaciones o agujeros también llamados pits, esto es debido a que no existe una buena unión entre los átomos, por lo que existe un rompimiento en sus enlaces. Los pits que se generan tienen la forma de pirámides con base de rombos alargados, en donde su tamaño depende del tiempo de exposición en la solución de KOH, la temperatura a la cual se encuentre esta y la concentración de la misma. Este tipo de solución no es muy comúnmente usada para realizar el grabado de pits en GaAs, ya que su acción es más lenta que en el silicio y para acelerarla se tiene que aumentar la temperatura a más de 350 °C, por lo que generalmente se utilizan soluciones de ácidos.

Para la fabricación de pits en muestras de obleas de arseniuro de galio orientación (100), se utilizó una solución de KOH con una saturación del 45% a una temperatura aproximada de 80 °C, ya que el control de temperatura del horno no funciona, por lo cual esta se controló de forma manual, los pits generados en el laboratorio de química se muestran en la figuras 192 y 193, los cuales se caracterizaron mediante el microscopio metalográfico.

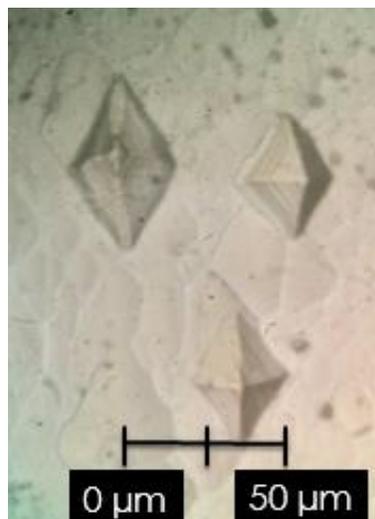


Figura 192. Pits generados en GaAs conductor orientación (100), duración del ataque 45 minutos.

El grabado de los pits generados en las muestras de arseniuro de galio con orientación (100), se caracterizaron en el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, mediante un escaneo en la configuración

del sistema como microscopio de fuerza atómica, el cual se llevó a cabo con pasos de  $1\ \mu\text{m}$  de separación entre ellos, ya que los pits son muy grandes, además de ser una forma de detectarlos rápidamente dentro de la morfología de la muestra, además al mismo tiempo se obtuvieron la reflectancia y reflectancia diferencial de esta en cada uno de los puntos medidos, todo esto se llevó a cabo en tiempo real, los datos se grafican en imágenes de tres dimensiones, los resultados obtenidos se pueden observar de la figura 194 a la 198.

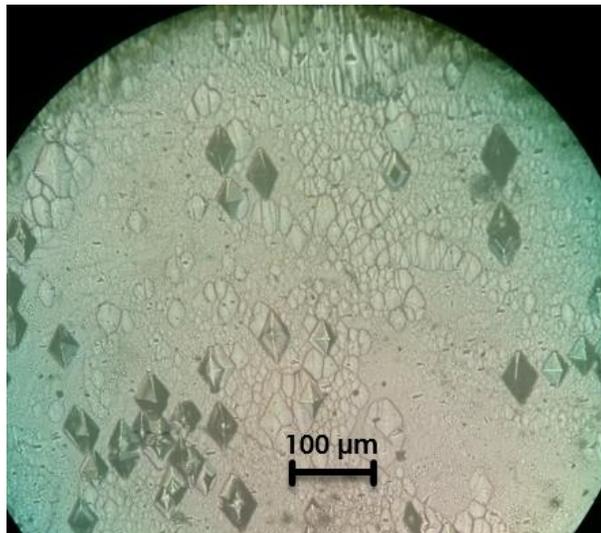


Figura 193. Pits generados en GaAs conductor orientación (100), duración del ataque 70 minutos.

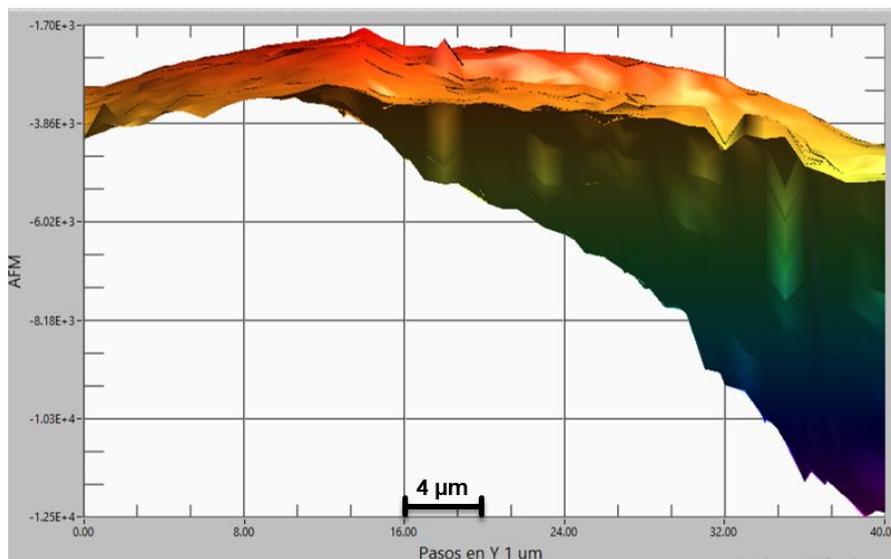


Figura 194. Vista lateral de la medición de la muestra de GaAs orientación (100), en configuración de AFM

Como se puede observar en las mediciones realizadas con la punta de fibra óptica, mediante el microscopio de barrido desarrollado, en la modalidad de AFM, este es funcional ya que se muestran la mitad de un pit, generado mediante el ataque químico realizado a la estructura de GaAs, además las medidas obtenidas de los pits coinciden con las caracterizadas mediante el microscopio óptico, donde se observó que estos no conservan una medida constante.

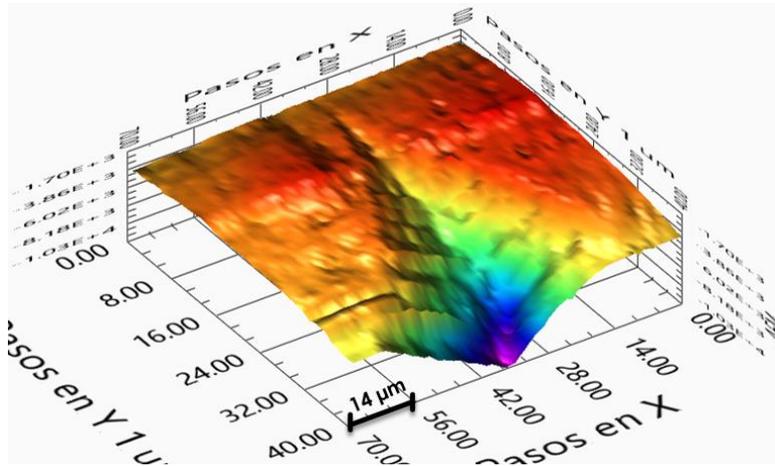


Figura 195. Vista en 3 D de la medición como AFM de los pits generados en GaAs.

El eje Z de esta medición está dado en nanómetros, ya que los mecanismos de posicionamiento, permiten realizar un acercamiento de la muestra y la punta con avances de hasta 0.2 nm. Para esta medición estos tienen una separación 5 nanómetros, al ser cada vez menores estos, el tiempo en que se lleva a cabo la medición es mayor, pero como ventaja se obtiene una mayor resolución de la muestra que se está midiendo. Por lo tanto se podrán observar detalles de mucho menor tamaño que se encuentren presentes en las muestras, la limitación que se tiene es el diámetro de la punta de fibra óptica al igual que el tamaño de los cantilévers en el microscopio de fuerza atómica.

Ya que el microscopio de barrido de campo cercano tiene la capacidad de medir reflectancia y reflectancia diferencial, al mismo tiempo que se realiza el escaneo de la muestra en la configuración de microscopio de fuerza atómica, en las figuras 197 y 198 se muestran las vistas de la gráfica 3D, de los datos obtenidos de la reflectancia que presenta la muestra de GaAs con orientación (100).

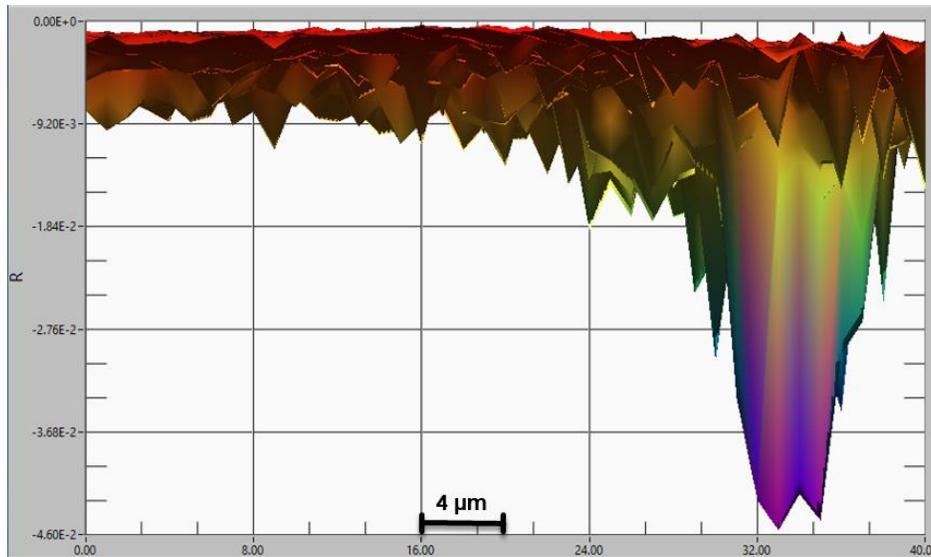


Figura 196. Vista lateral de la medición de la reflectancia de los pits generados en GaAs con orientación (100).

El mayor punto de reflectancia se muestra en el pico de la pirámide formada por el pit grabado en la muestra, además se observa que hacia las puntas esta disminuye y en la superficie de la muestra donde no se encuentran pits, la reflectancia es casi nula y se presenta de una forma constante sin cambios grandes. Al observar la reflectancia diferencial de la muestra, no es concluyente, ya que en esta se observa la existencia de puntos irregulares y no constantes, como los mostrados en la medición de la reflectancia.

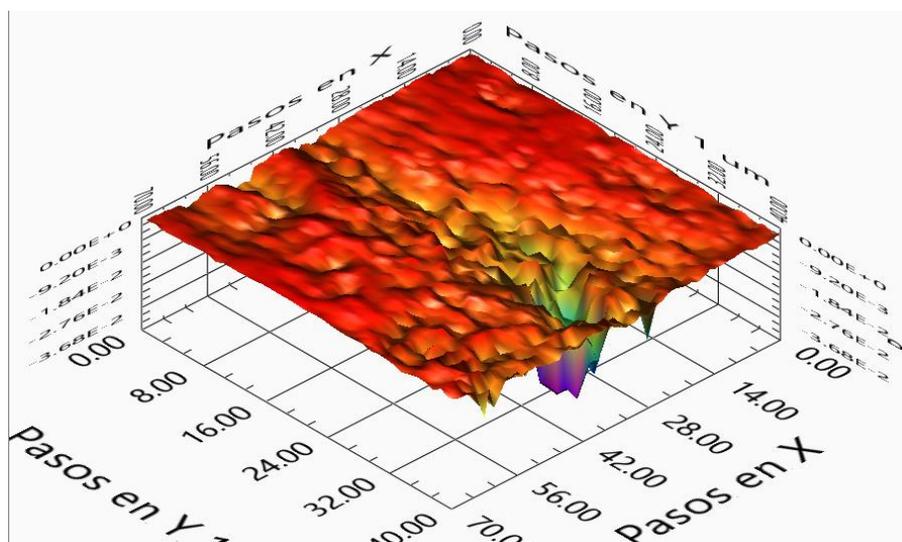


Figura 197. Vista aérea de la medición de la reflectancia de los pits generados en GaAs con orientación (100).

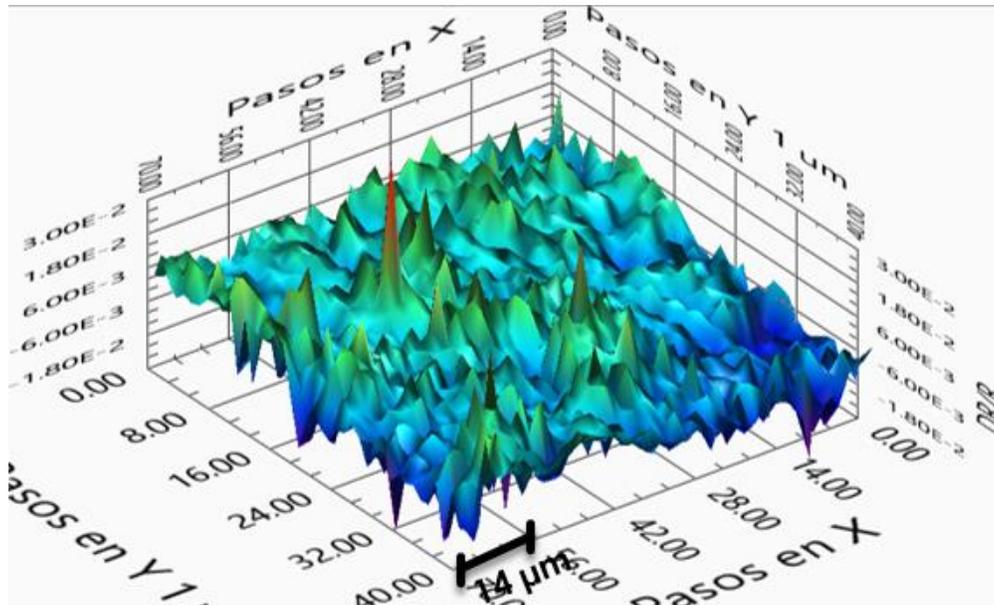


Figura 198. Vista aérea de la medición de la reflectancia diferencial de los pits generados en GaAs con orientación (100).

Ya que la reflectancia diferencial no es concluyente, se realiza una comparación entre esta y los resultados obtenidos de la morfología que presenta la muestra, mediante el software desarrollado nombrado “Reconstruir AFM y SNOM”, en el cual se puede multiplicar por una constante los datos obtenidos de la reflectancia diferencial y agregar un offset de forma que ambos resultados se puedan comparar, al realizar esta prueba se puede observar la existencia de dos picos muy pronunciados donde comienza y termina el pit y que además estos se encuentran invertidos uno con respecto al otro como se observa en las figuras 199 y 200.



Figura 199. Comparación de AFM y reflectancia diferencial, sección intermedia.

La comparación de la morfología de la muestra y la reflectancia diferencial se lleva a cabo en secciones, por lo que cada una de ellas puede ser analizada de forma individual y así poder visualizar que es lo que sucede en cada una de ellas, esto es posible debido a que al mismo tiempo que se caracteriza la morfología de la muestra se miden tanto reflectancia como reflectancia diferencial, y en donde en esta última se pueden observar otros efectos gracias a la polarización del láser y su modulación.



Figura 200. Comparación de AFM y reflectancia diferencial, sección inicial.

Después de haber medido el pit anterior, se desplazó la muestra para realizar la caracterización de una nueva deformación, la cual se muestra en las figuras 201 y 202, en donde se puede observar que se midió un pit completo, el cual conserva la forma de pirámide con base de rombo alargado, sin embargo las medidas de este cambian siendo menores.

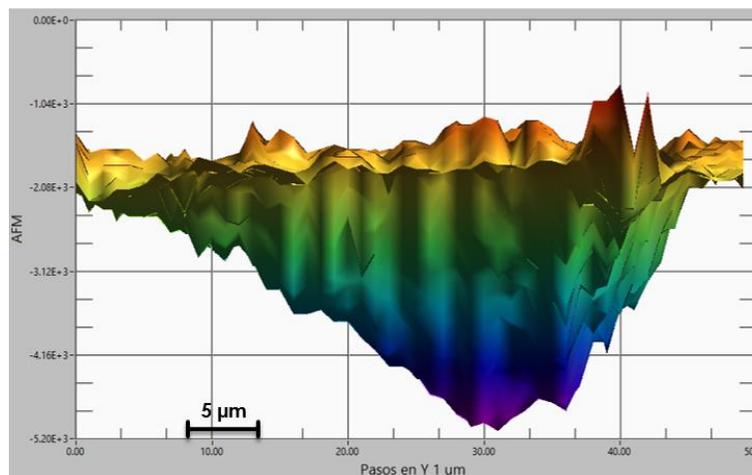


Figura 201. Vista lateral de la medición como AFM de un pits completo generados en GaAs orientación (100).

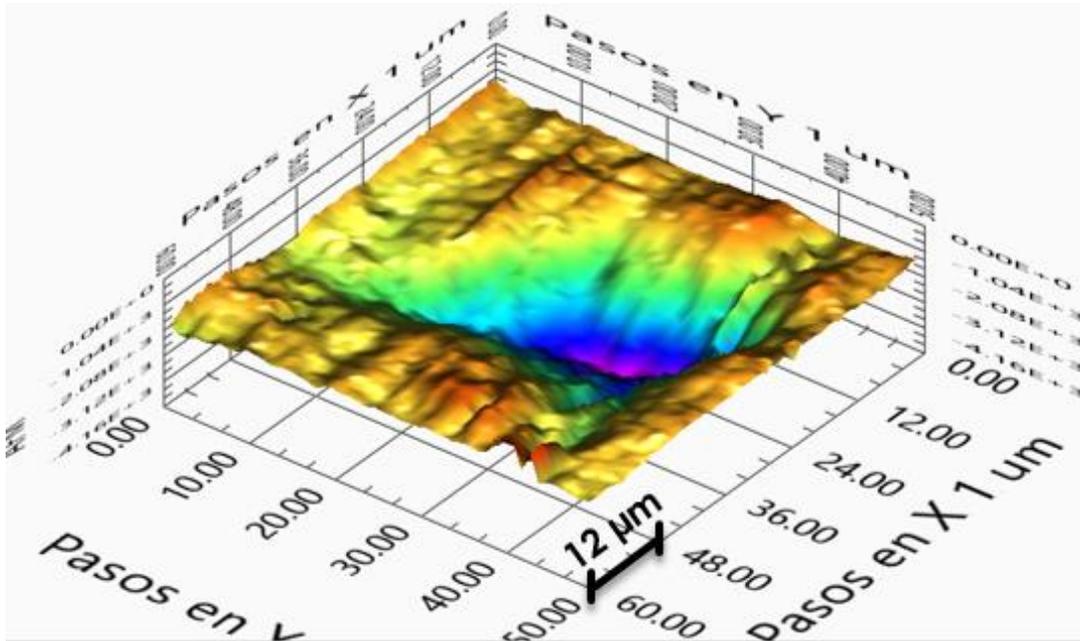


Figura 202. Vista en aérea de la medición como AFM de un pits completo generados en GaAs orientación (100).

Al igual que en la medición anterior también se realizó la caracterización de la reflectancia (Fig. 203) y reflectancia diferencial (Fig. 204), donde esta última tampoco es concluyente a simple vista, por lo que también se compara con la morfología de la muestra, para encontrar algunas coincidencias.

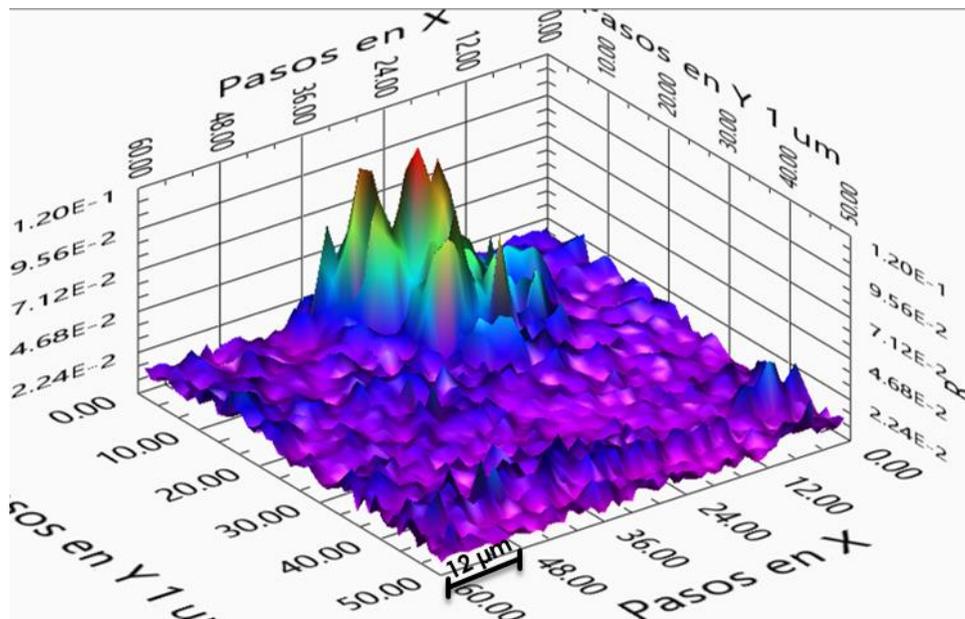


Figura 203. Vista aérea de la medición de la reflectancia de un pit completo generado en GaAs con orientación (100).

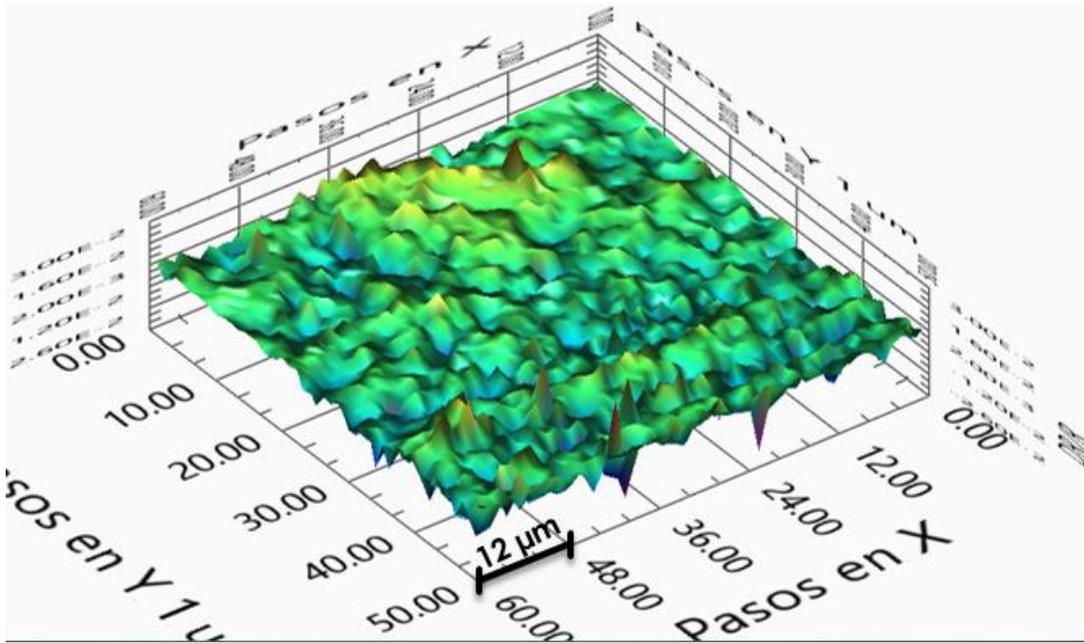


Figura 204. Vista aérea de la medición de la reflectancia diferencial de un pit completo generado en GaAs con orientación (100).

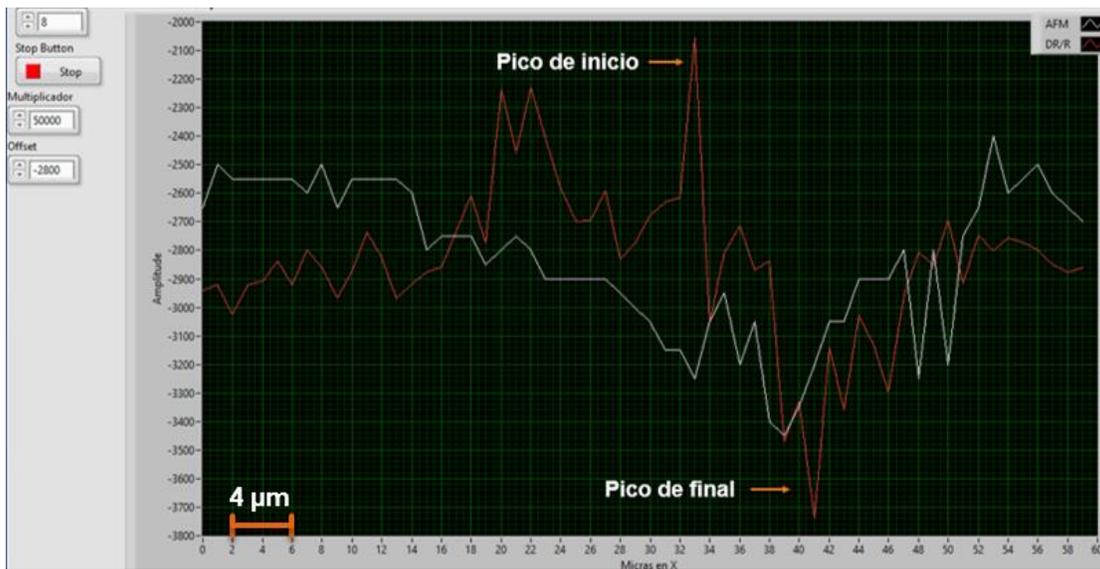


Figura 205. Comparación de AFM y reflectancia diferencial, sección inicial.

Al realizar la comparación entre la morfología de la muestra y la reflectancia diferencial (Fig. 205) que esta muestra, se vuelve a encontrar la existencia de un pico al inicio del pit y otro invertido al final de este, esto se puede atribuir a que en estos puntos existe un cambio en los átomos de los materiales que conforman la

muestra de arseniuro de galio, por lo que en la muestra de silicio al ser de un solo material estos no están presentes.

En la figura 206, se puede observar la colocación de la punta de fibra óptica sobre uno de los pits de la muestra de GaAs, lo cual se pudo observar con la cámara CCD y la lente telecéntrica que se encuentran montadas en el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado.

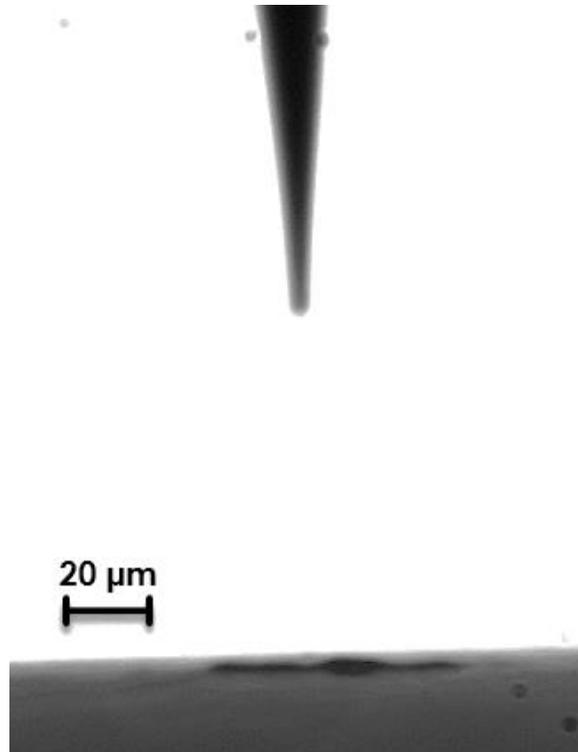


Figura 206. Posicionamiento de fibra óptica sobre pit.

## 6.2 Caracterización de nanolistones de grafeno

El grafeno es un material de dos dimensiones, el cual consiste de una sola capa de átomos de carbono puro (Fig. 207), con el espesor de un átomo, en la cual estos se encuentran unidos por una estructura de panal de abeja, este se obtiene a partir del grafito, material que es muy abundante en la naturaleza. <sup>[88]</sup>

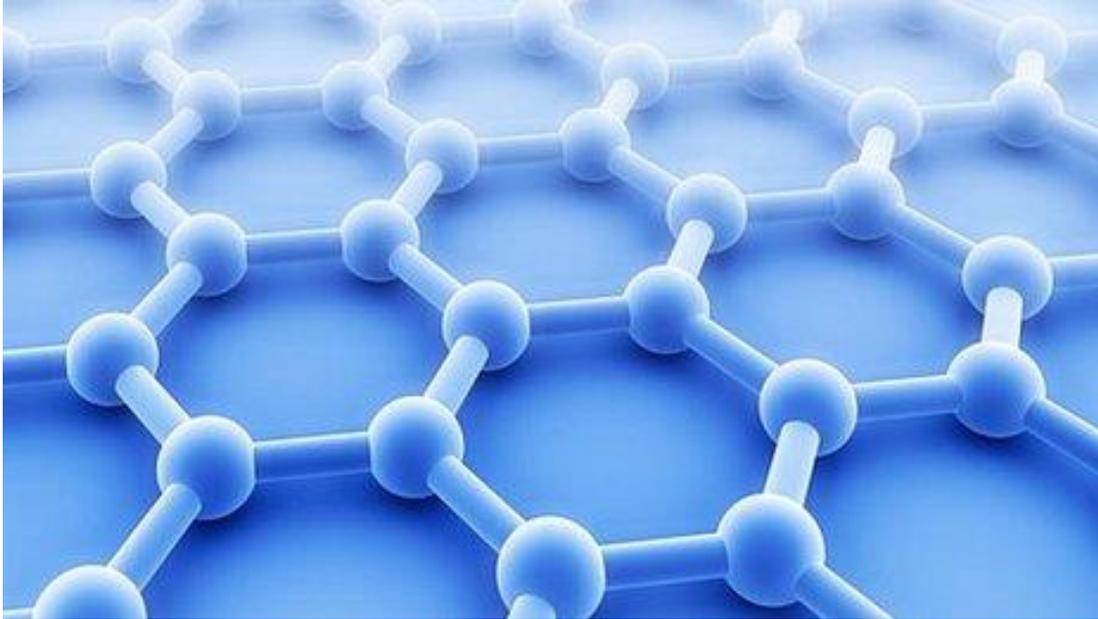


Figura 207. Estructura del grafeno. <sup>[89]</sup>

La estructura del grafeno fue teorizada alrededor de hace 70 años atrás, pero fue hasta el año del 2004 cuando fue sintetizado por primera vez, por científicos de la universidad de Manchester <sup>[90]</sup>, aunque no tiene mucho tiempo que ha sido sintetizado, este ya tiene muchas aplicaciones gracias a que se trata de un material muy duro, resistente, flexible, ligero, conductor de la electricidad y el calor, dentro de las cuales están:

- Celdas solares.
- Automóviles.
- Teléfonos celulares.
- Chips electrónicos de escala nanométrica.
- Baterías de mayor duración y menor tiempo de carga.
- Prótesis de grafeno.

Por lo que el grafeno es un material muy interesante para ser estudiado, ya que mediante este se pueden realizar grandes avances en la ciencia y en la tecnología, que ayuden a la humanidad, además como ya se había mencionado es tan delgado que se pueden generar sistemas muy pequeños y de gran resistencia. En el Paul Drude Institut en Berlín, Alemania se encuentran trabajando en técnicas de obtención de grafeno y en la generación de sistemas basados en este material, con la generación de muestras de nano hilos, los cuales tienen las características que a continuación se enuncian:

- FG163R (Figs. 208 y 209) - quasi-free-standing bilayer graphene nanoribbons on semi-insulating SiC(0001). The nanoribbons are formed at the step edge regions of the SiC surface. The average width of the ribbons (obtained by AFM measurements) is in this case 240 nm.

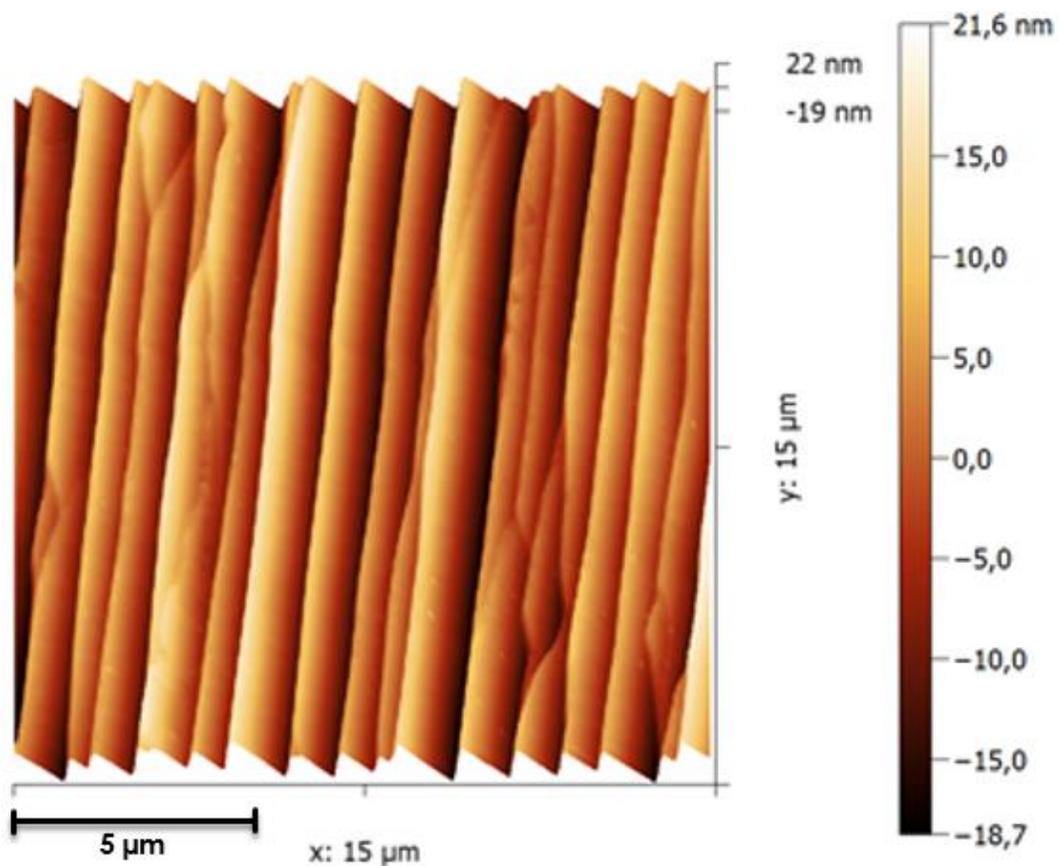


Figura 208. Muestra FG163R, vista aérea de la medición de AFM realizada.

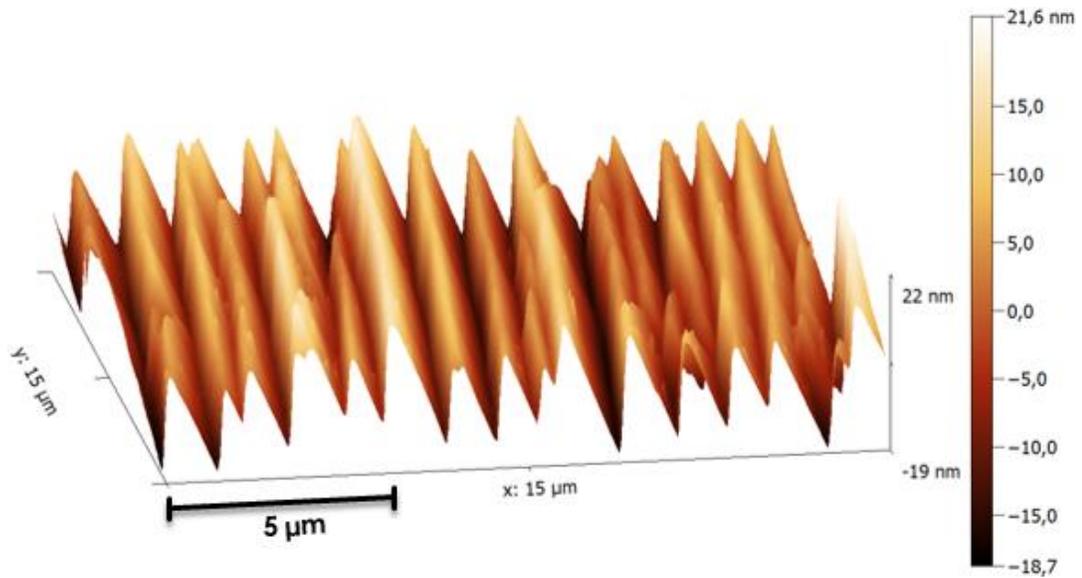


Figura 209. Muestra FG163R, vista lateral de la medición de AFM realizada.

- FG166L (Figs. 210 y 211) - quasi-free-standing bilayer graphene nanoribbons on semi-ins. SiC(0001). Same as sample FG163R, but with an average width of 120 nm.

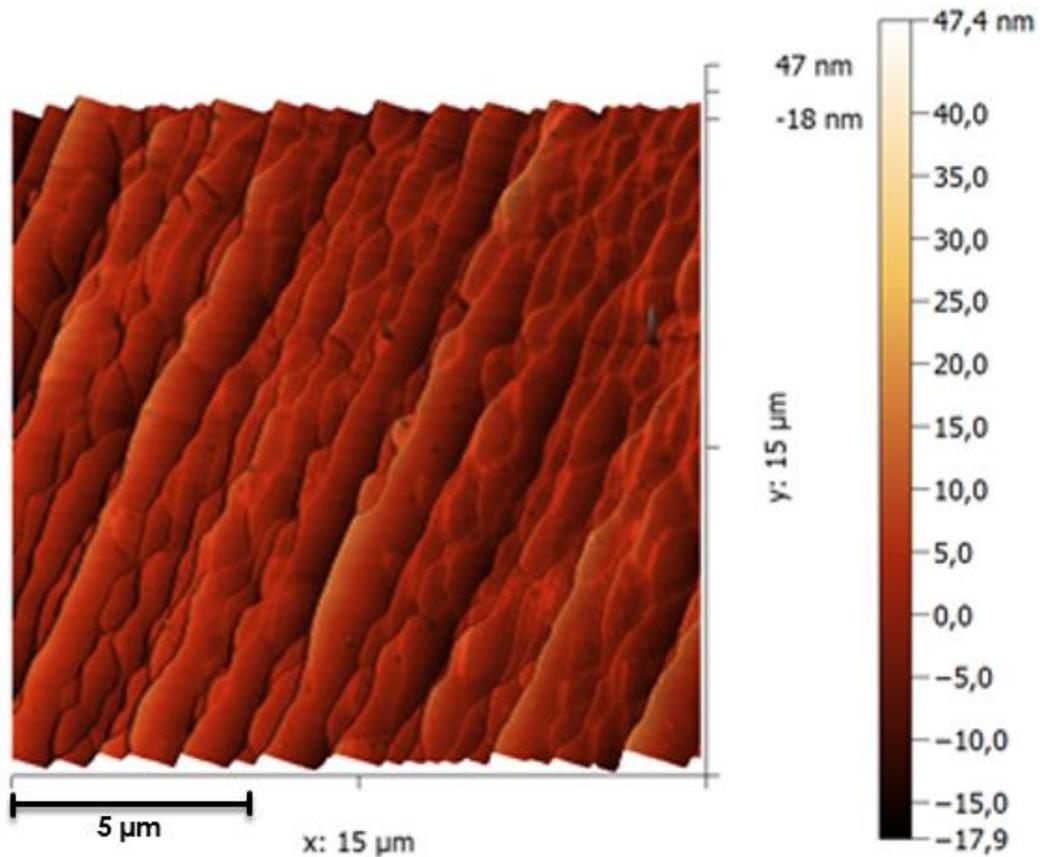


Figura 210. Muestra FG166L, vista aérea de la medición de AFM realizada.

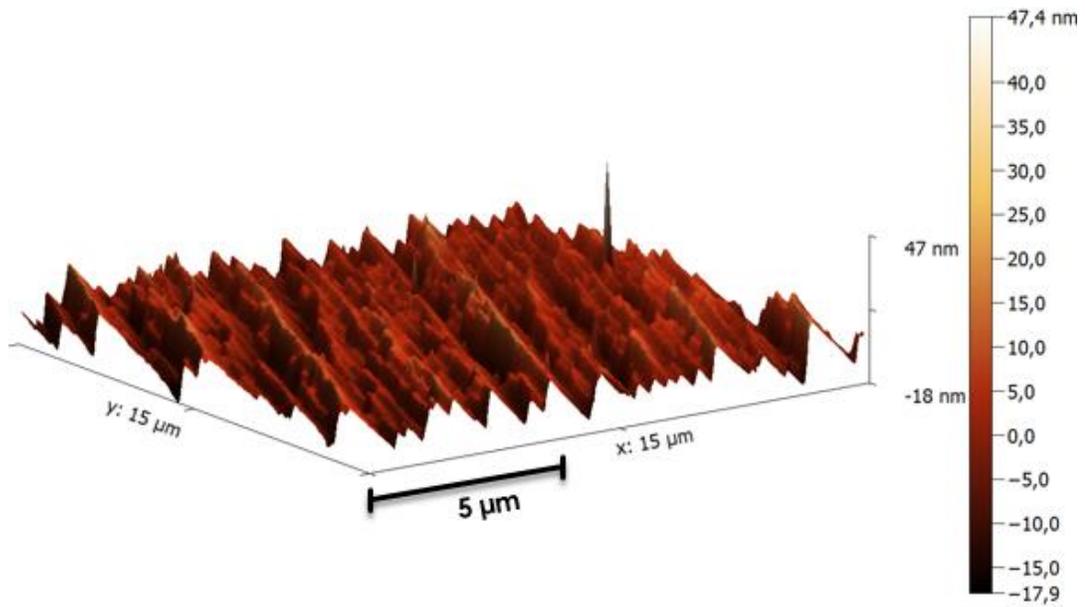


Figura 211. Muestra FG166L, vista lateral de la medición de AFM realizada.

- FG166R (Figs. 212 y 213) - quasi-free-standing bilayer graphene nanoribbons on semi-ins. SiC(0001). Same as the samples above, but with an average width of 210 nm.

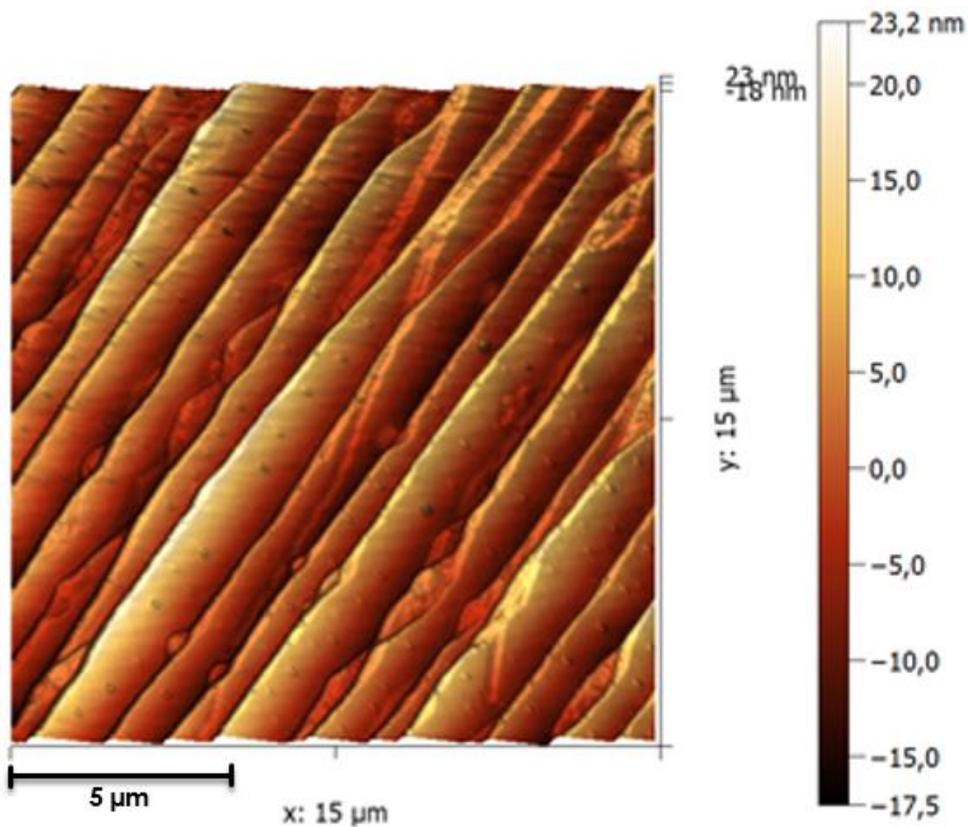


Figura 212. Muestra FG166R, vista lateral de la medición de AFM realizada.

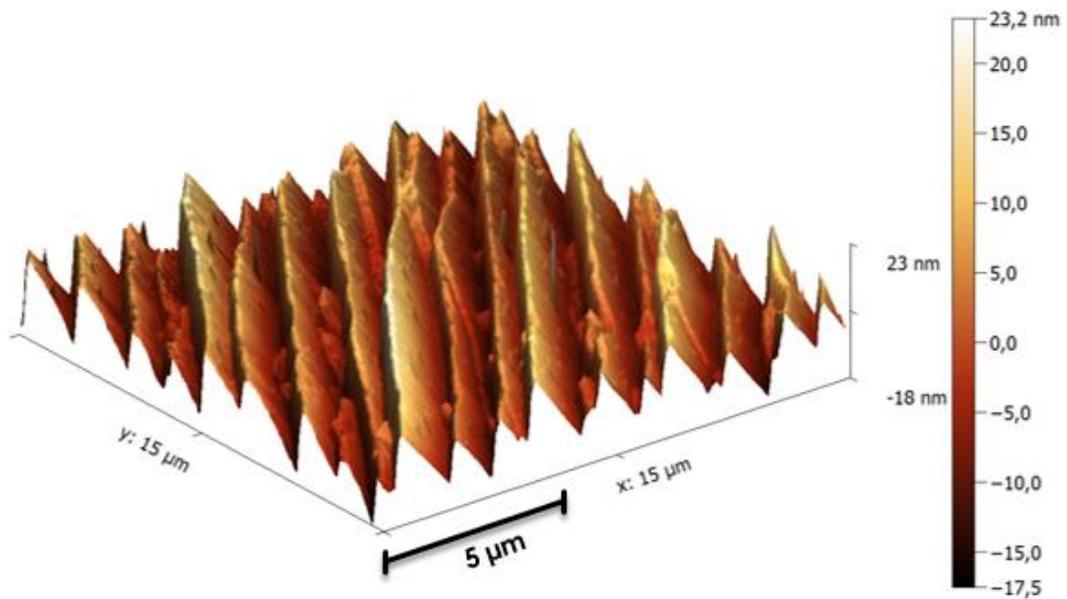


Figura 213. Muestra FG166R, vista lateral de la medición de AFM realizada.

- n-type SiC(0001) – reference.
- FG271 - epitaxial monolayer graphene on n-type SiC(0001).

Las figuras de la 208 a la 213 mostradas anteriormente, fueron obtenidas de la caracterización de las muestras en el microscopio de fuerza atómica del instituto, con la finalidad de conocer la orientación de los escalones en donde se encuentran depositados los nanolistones de grafeno.

Estas muestras se caracterizaron en el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado, en donde se obtuvieron resultados tanto de reflectancia diferencial, como de reflectancia, al realizarse las mediciones se pudo observar que la orientación de estas cambia los resultados, por lo que también se muestran resultados con diferentes orientaciones, los cuales se pueden ver a continuación:

La caracterización de la muestra FG163R, se llevó a cabo de forma que los nanoribbons se encuentren paralelos a la polarización del láser y los escalones donde se encuentran depositados los nanolistones de grafeno se colocan de bajada, con respecto a la forma en que se realizó el escaneo como se puede observar en la figura 214.

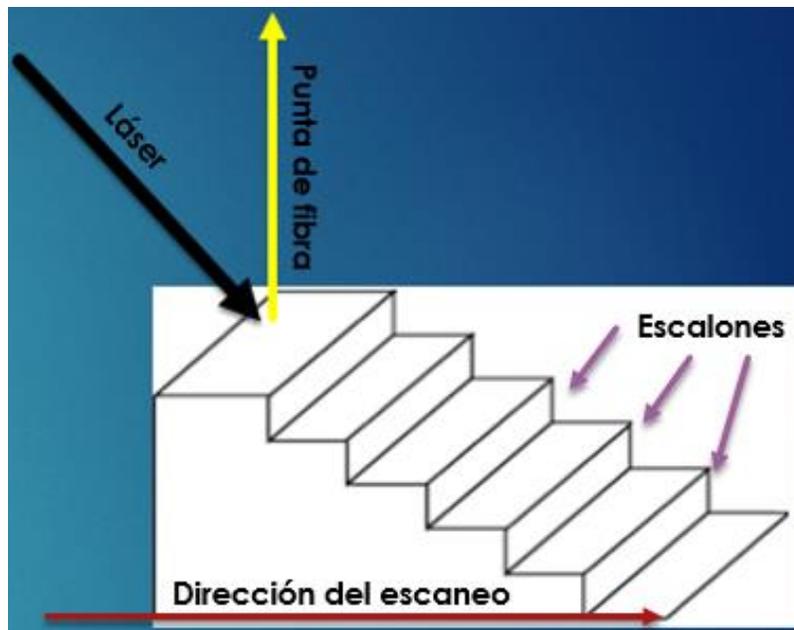


Figura 214. Posición de colocación de la muestra de los nanolistones.

En la medición realizada bajo este esquema, se encontraron oscilaciones tanto en reflectancia diferencial (Figuras 215 y 216), como en reflectancia (Figuras 217 y 218), las cuales son generadas por la presencia del grafeno depositado en la muestra. El láser mediante el cual se ilumina la muestra, tiene con una longitud de onda 405 nanómetros, para asegurar que el haz se encuentre polarizado, se coloca un polarizador a la salida de este.

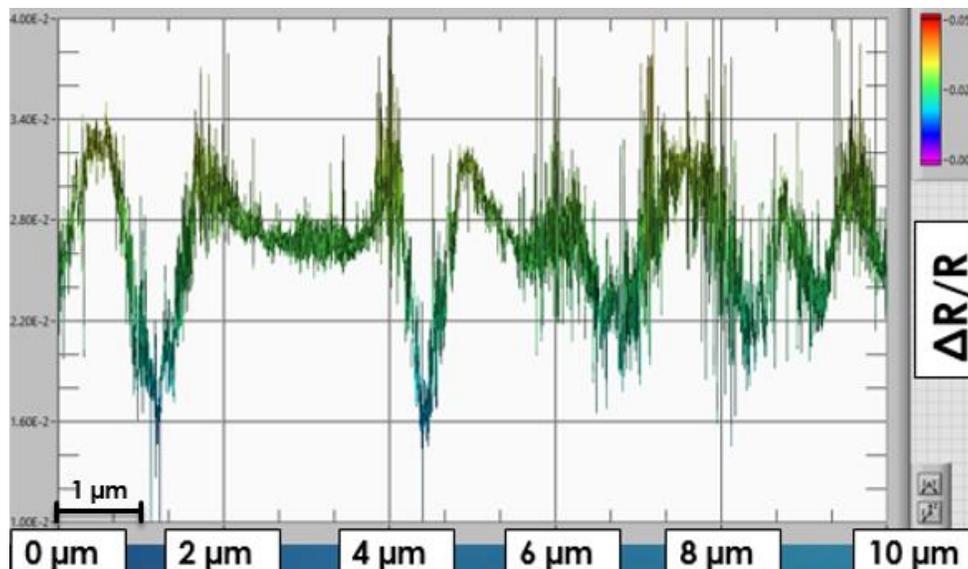


Figura 215. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela.

El escaneo para la caracterización de esta muestra se realizó con pasos de 10 nm en el eje “Y”, mientras que la separación de estos en el eje “X” fue de 100 nm, lo que permite tener un mayor detalle en el ancho de los escalones y abarcar una mayor longitud de estos, con lo cual se puede saber si el efecto de las oscilaciones se encuentra presente en todo el escalón o solo en algunas regiones, esta forma de escanear la muestra se logra debido a que cada eje de movimiento nanométrico se encuentra independiente y ayuda a que el tiempo en que se lleva a cabo el escaneo sea menor.

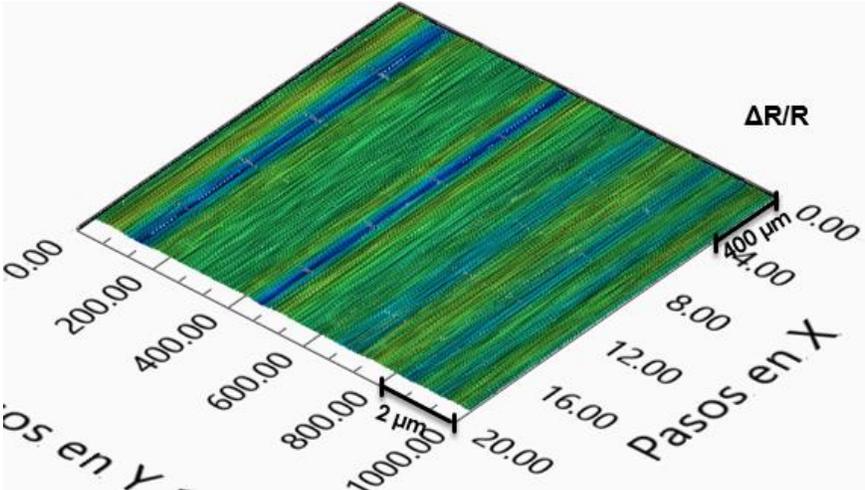


Figura 216. Vista aérea de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela.

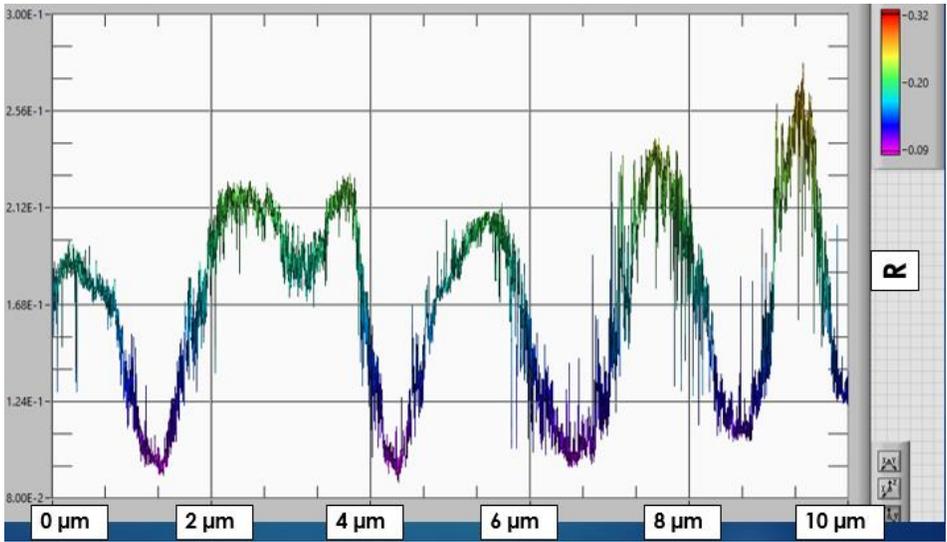


Figura 217. Vista lateral de la Reflectancia de la muestra FG163R en polarización paralela.

Es importante mencionar que las gráficas generadas por el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado, son provenientes de los datos obtenidos, del arreglo de mediciones promediadas en cada punto que conforma el escaneo, sin pasar por ningún filtraje o procesamiento adicional, por lo cual aún pueden apreciarse algunos puntos que hacen que la medición tenga ruido.

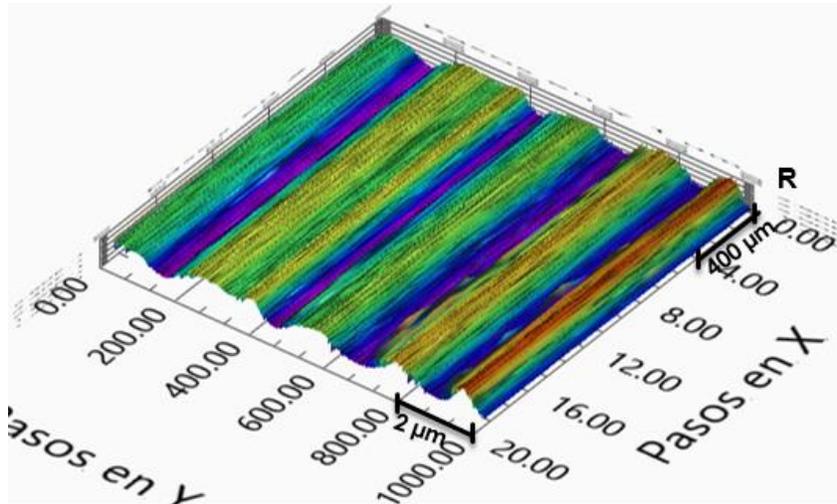


Figura 218. Vista aérea de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela.

Ya que los escalones que presenta la muestra ascienden en una dirección en la que el haz láser iluminada directamente la superficie de estos, se decidió rotar la muestra 180°, de forma que ahora los escalones se encuentren de subida con respecto al escaneo que se realiza, pero aun con la polarización del láser paralela a estos, como se muestra en la figura 219.

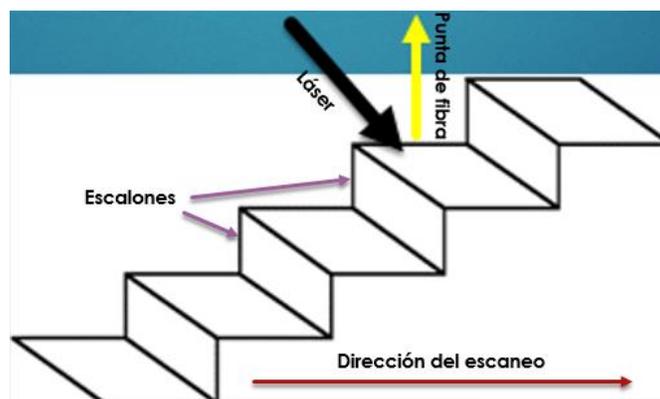


Figura 219. Posición de colocación de la muestra de los nanolistones rotada 180°.

Para el caso de rotar la muestra a un ángulo de  $180^\circ$  y ahora observar los escalones de subida, las oscilaciones ya no se encuentran presentes, sin embargo aún se encuentra una señal promedio (no desaparece por completo o se muere la señal), tanto en la reflectancia como en la reflectancia diferencial, lo cual se puede observar de la figuras 220 a la 222 que a continuación se muestran:

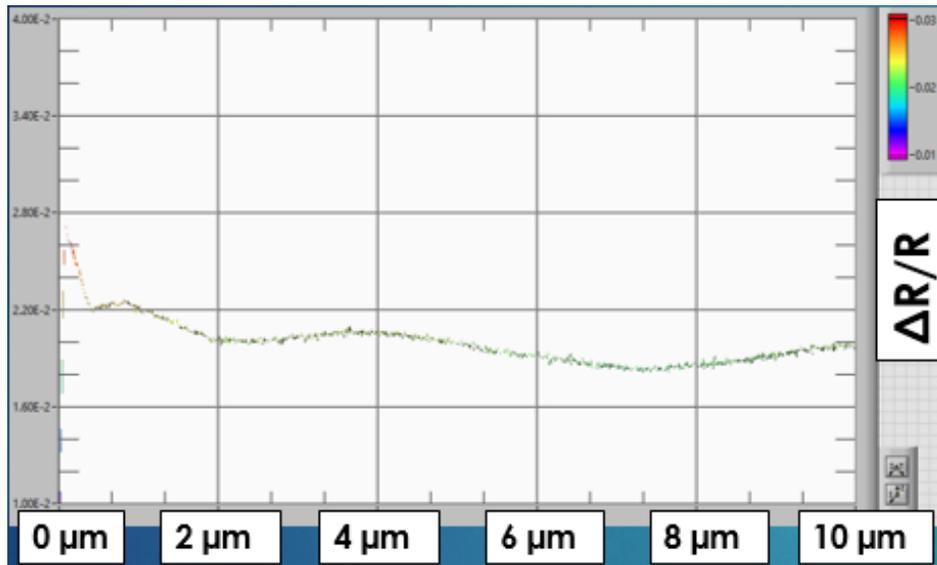


Figura 220. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada  $180^\circ$ .

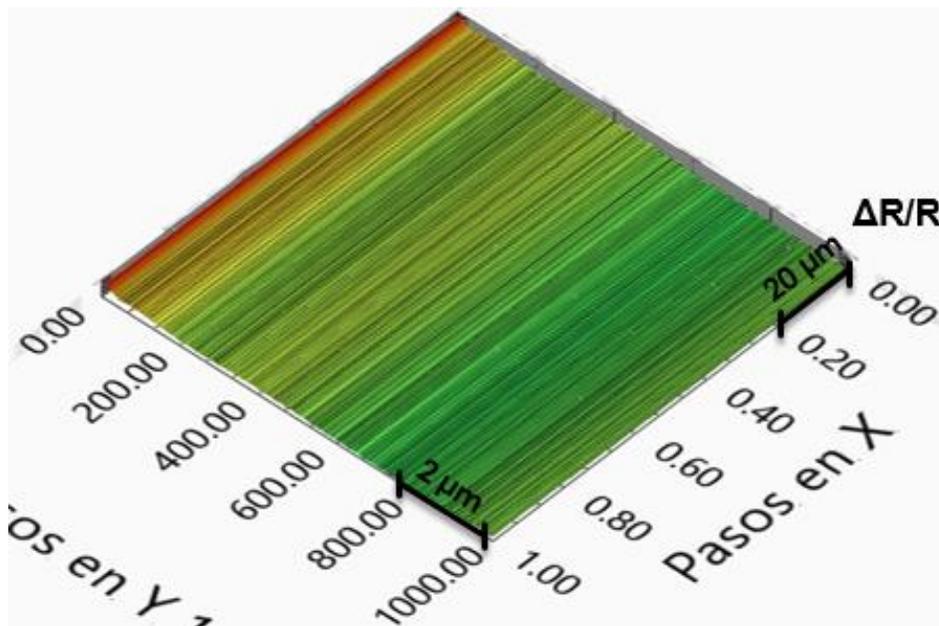


Figura 221. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada  $180^\circ$ .

El escaneo de la muestra se realizó bajo los mismos parámetros, con la finalidad de que los datos no se vean afectados por alguna otra variable, las oscilaciones no se encuentran presentes debido a que el sistema de esta forma no detecta los nanolistones de grafeno.

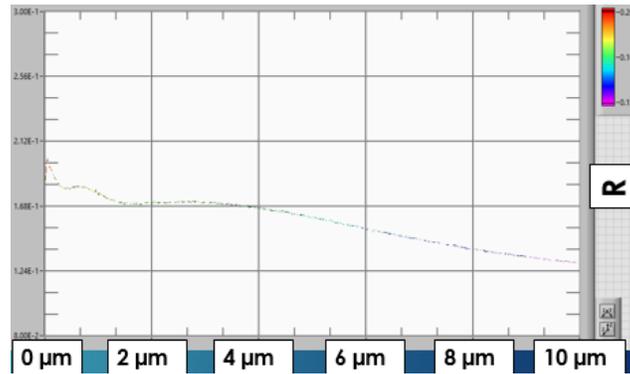


Figura 222. Vista lateral de la Reflectancia de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 180°.

Al observar este fenómeno se decidió rotar nuevamente la muestra FG163R, para continuar con el análisis de esta, en este caso el ángulo de rotación fue de 90°, con respecto a la primer posición, de forma que se realiza el montaje mostrado en la figura 223, en donde la polarización del haz laser que incide sobre la muestra ya no es paralela, sino que esta ahora es perpendicular a los escalones y por lo tanto el escaneo se lleva a cabo a lo largo de estos, en los resultados obtenidos se puede observar que el valor de la reflectancia diferencial cae a valores muy pequeños, y no se encuentran oscilaciones en esta, mientras que los valores de la reflectancia se mantienen promedio, pero sin realizar oscilaciones, como se muestra en las figuras 224 y 225:

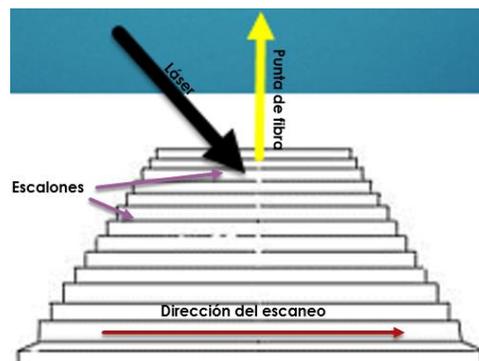


Figura 223. Posición de colocación de la muestra de los nanolistones rotada 90°.

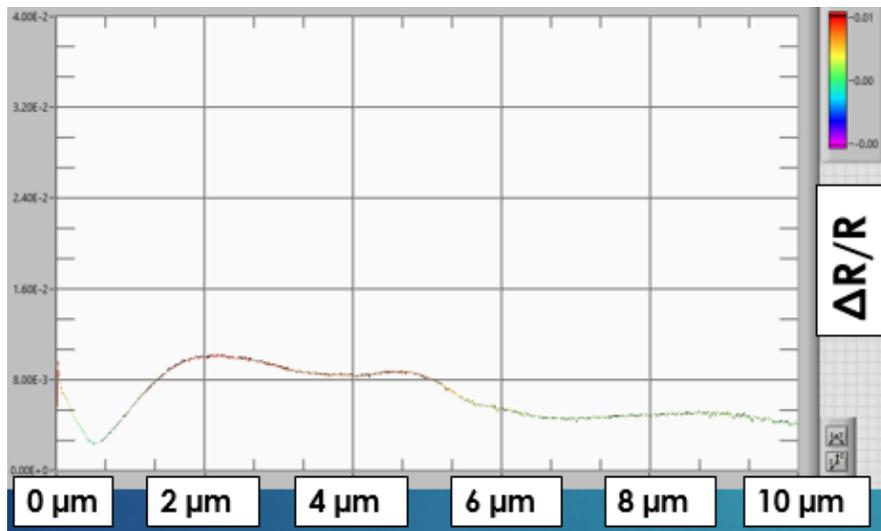


Figura 224. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 90°.

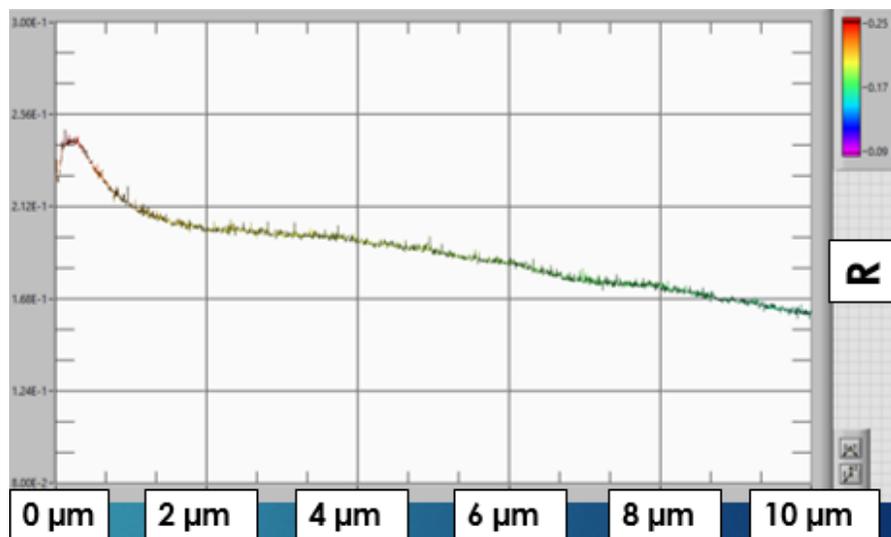


Figura 225. Vista lateral de la Reflectancia de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 90°.

Con las caracterizaciones realizadas mediante el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano y el AFM, se observó la presencia de los nanolistones de grafeno depositados en los escalones de la muestra FG163R, con lo cual se comprueba el correcto funcionamiento del microscopio desarrollado, para observar si este efecto se encuentra presente en las demás muestras de los nanolistones de grafeno, se procedió a realizar los mismos experimentos a la muestra FG166R, la cual cuenta con características muy similares

a excepción de que la altura de los escalones es de 210 nm, los resultados obtenidos se pueden observar de la figura 226 a la 230.

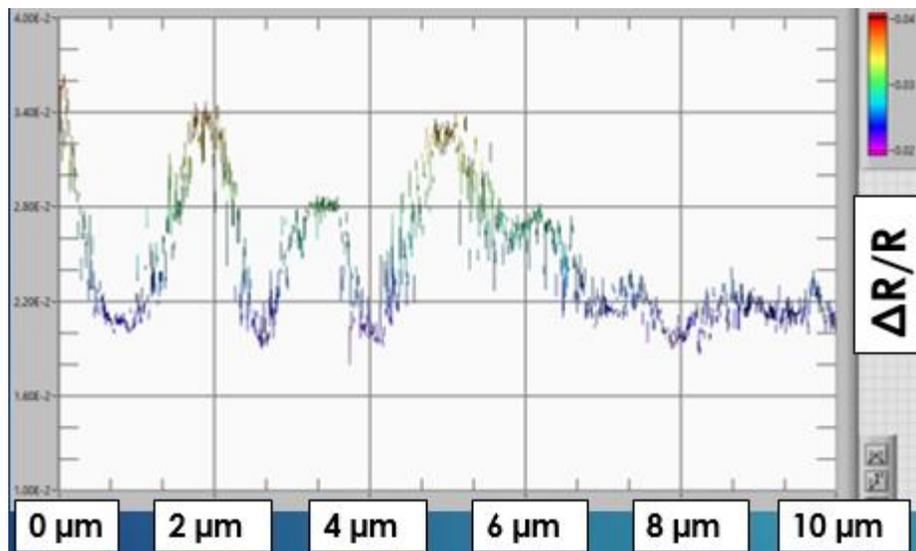


Figura 226. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166R polarización paralela.

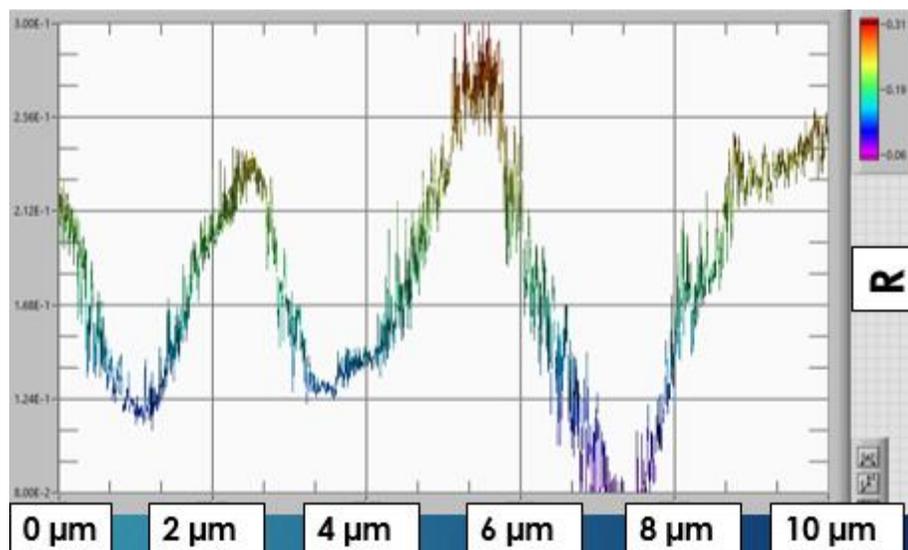


Figura 227. Reflectancia de la muestra FG166R polarización paralela.

La orientación para la colocación de la muestra FG166R, se tomó en base a los resultados obtenidos mediante el microscopio de fuerza atómica, donde se observó que los escalones no se encuentran paralelos al eje cristalográfico, sino alrededor de un ángulo de 45°, por lo cual para repetir estos resultados se debe tener cuidado con la orientación de los escalones donde fueron depositados los nanolistas de grafeno.

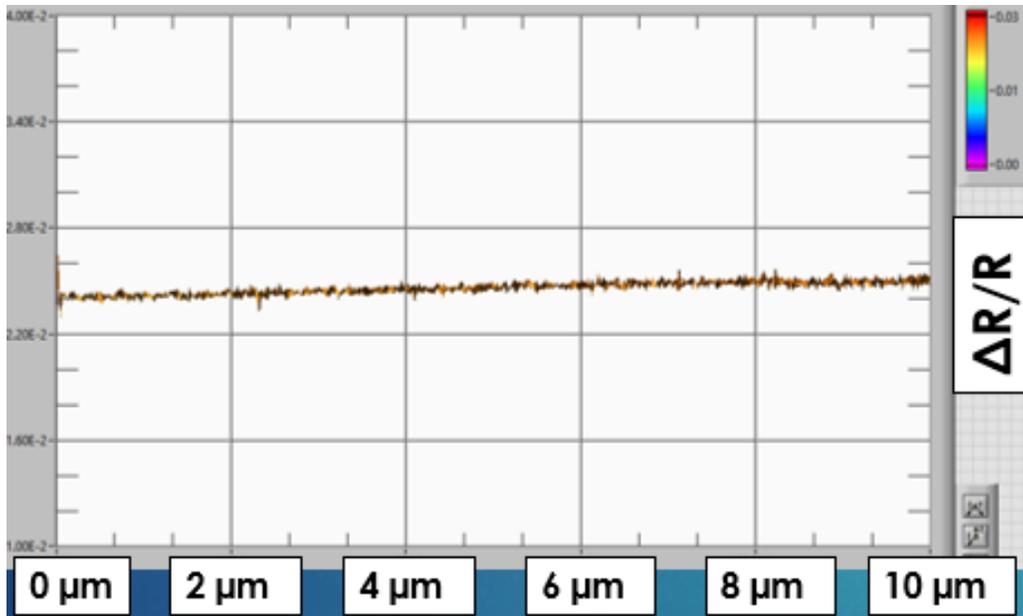


Figura 228. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166R rotada 180°.

Para comprobar que las oscilaciones presentes en reflectancia y **RD** se encuentran solo cuando los escalones son vistos de bajada, esta muestra también se roto a diferentes ángulos y se caracterizó mediante el sistema desarrollado, se encontró que las oscilaciones desaparecen cuando los escalones son escaneados de subida y la polarización es paralela a estos, sin embargo la señal muere (va a niveles muy bajos) cuando la polarización es perpendicular, es decir cuando la muestra se encuentra a 90 y 270° de su posición original.

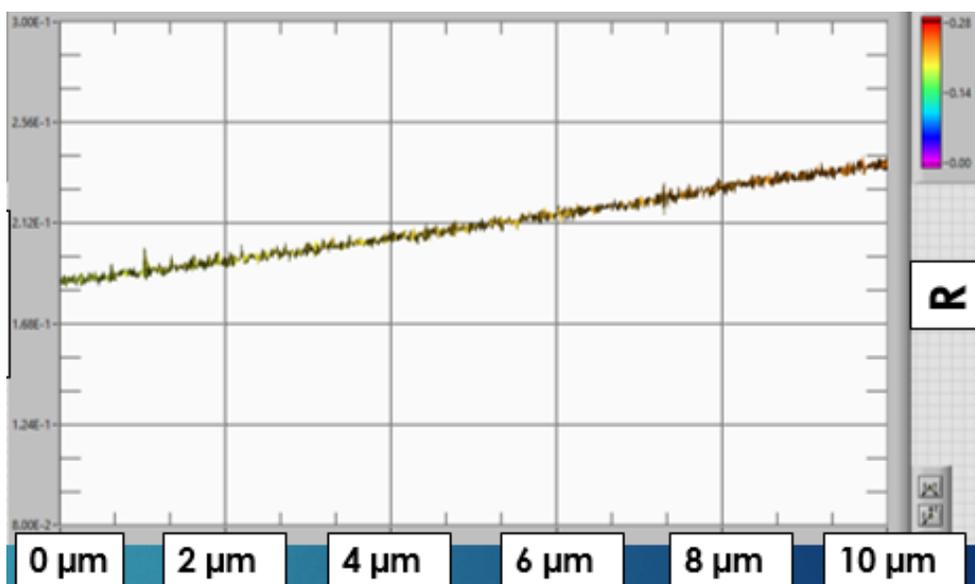


Figura 229. Reflectancia de la muestra FG166R rotada 180°.

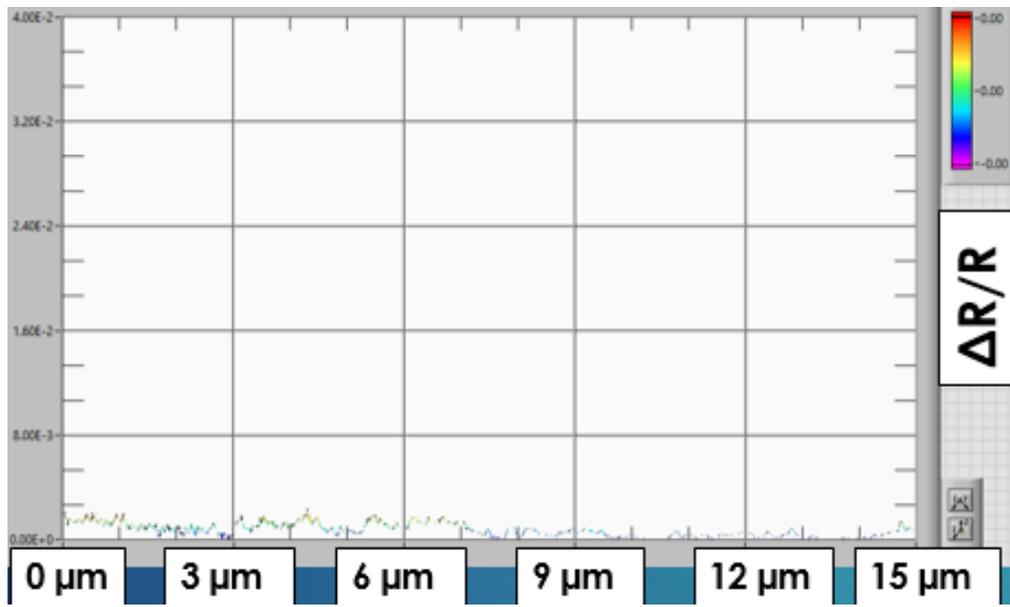


Figura 230. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166R rotada 90°.

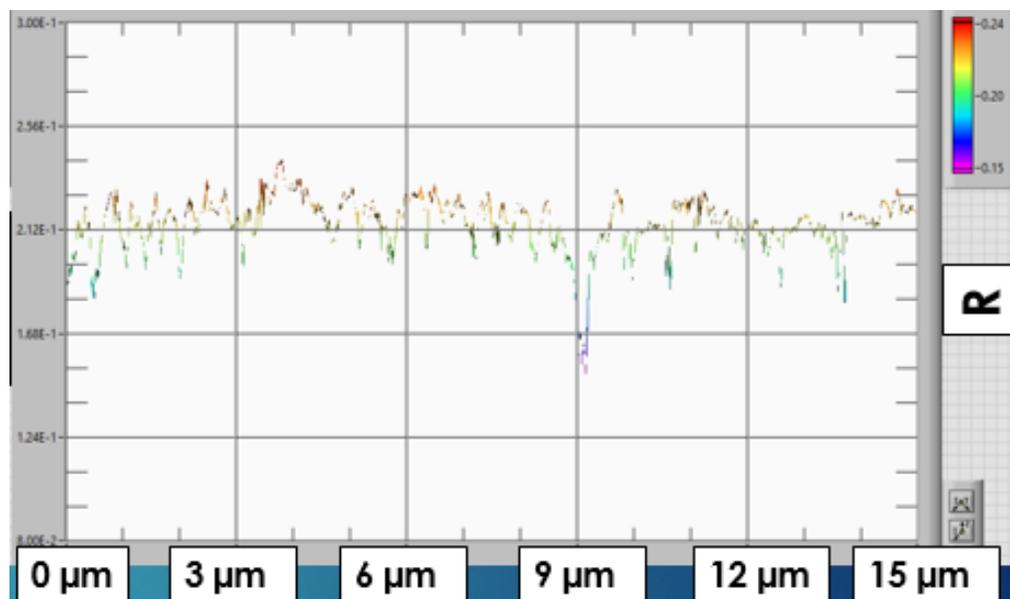


Figura 231. Reflectancia de la muestra FG166R rotada 90°.

Realizados estos experimentos, se llegó a la conclusión de que el comportamiento mostrado por ambas muestras depende de la orientación de los escalones donde se encuentran depositados los nanolistones de grafeno y de la polarización del láser con el cual se está iluminando, que en ambos casos se trata de un láser azul con una longitud de onda de 405 nm, continuando con la investigación se procedió a medir la muestra FG166L, donde la altura del escalón es de 120 nm, y en la cual se obtuvieron los resultados mostrados en las figuras 232 a la 235.

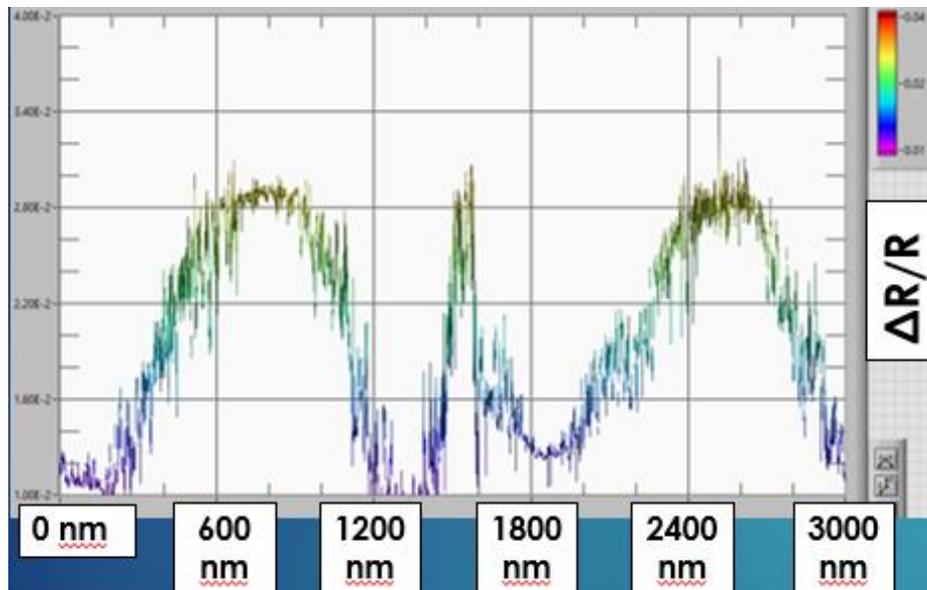


Figura 232. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166L polarización paralela.

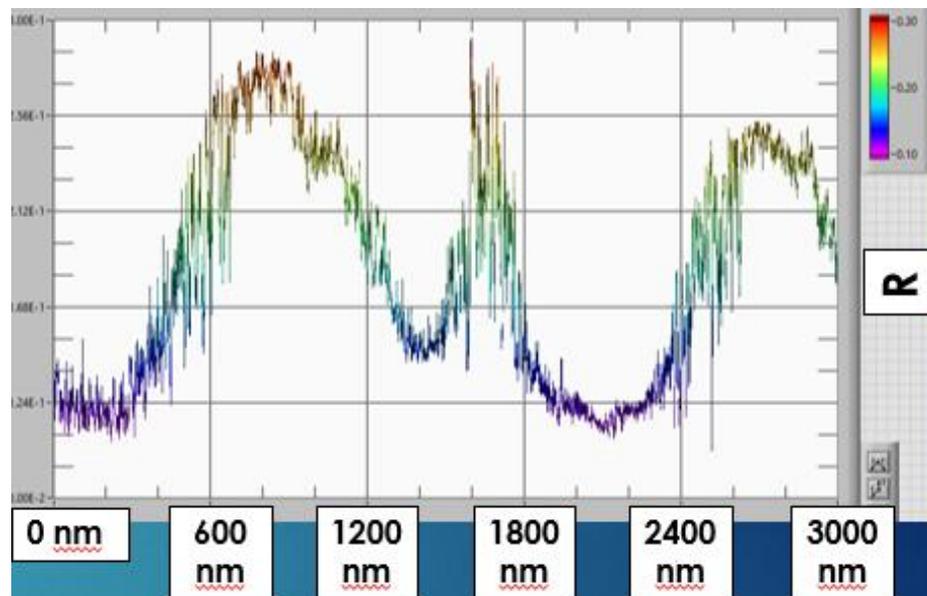


Figura 233. Reflectancia de la muestra FG166L polarización paralela.

Mediante la caracterización de las distintas muestras, se observó y se comprobó que las oscilaciones presentadas tanto en **RD**, como en reflectancia son debidas a la presencia del grafeno depositado en los escalones y a la orientación de la muestra, el eje cristalográfico de la muestra FG166L se encuentra alrededor de  $60^\circ$  con respecto al eje "X" del sustrato, por lo que la orientación de los escalones depende de la altura que tengan estos y tiene relación a la forma en que estos son generados.

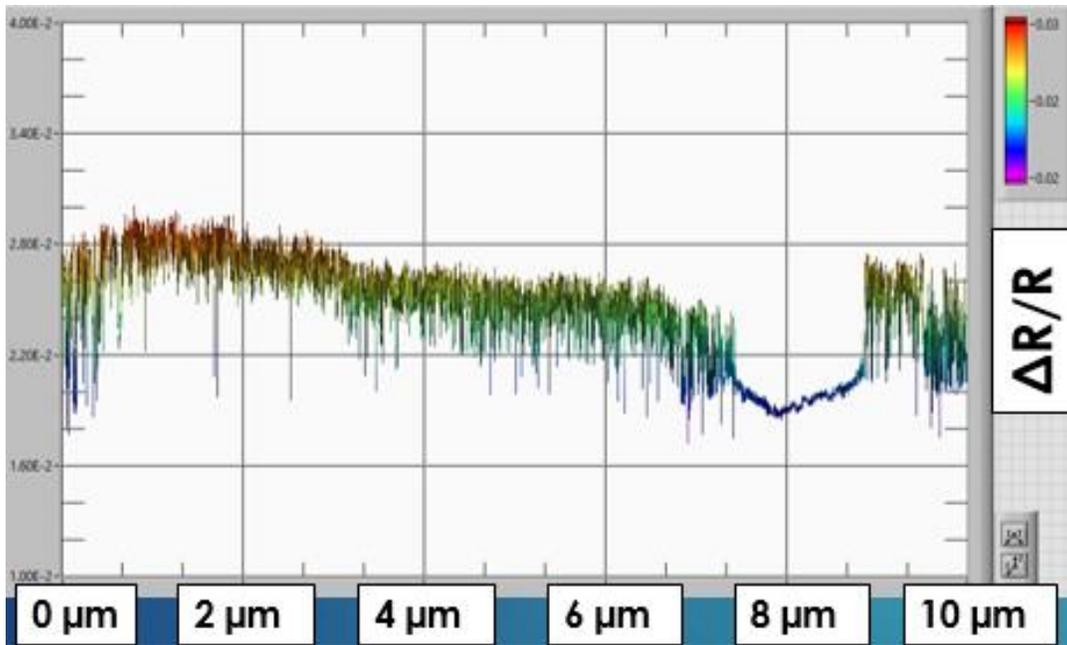


Figura 234. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166L rotada 180°.

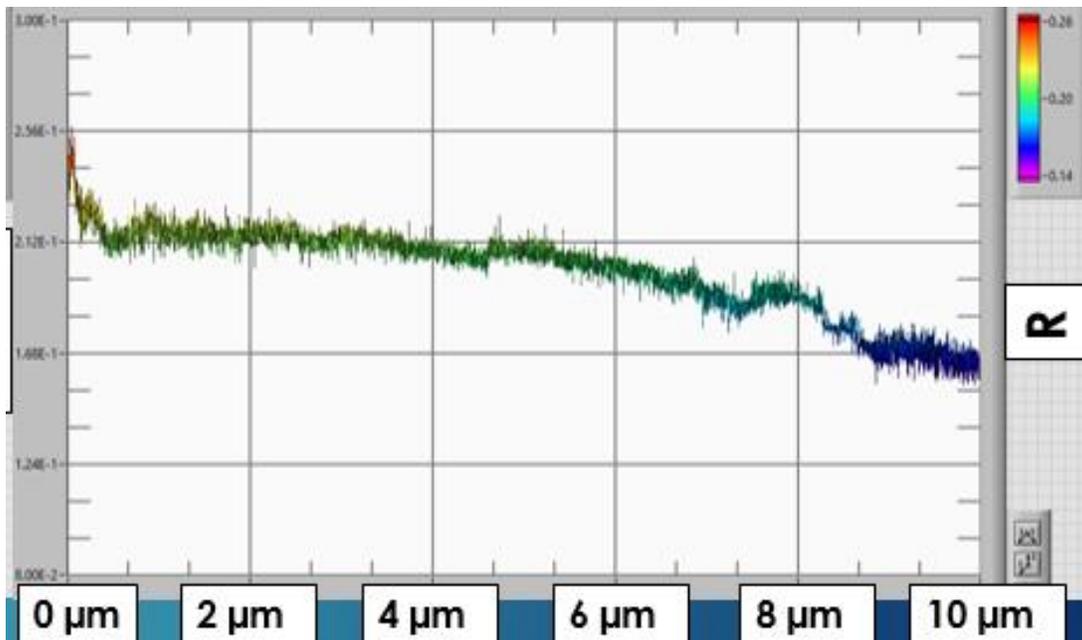


Figura 235. Reflectancia de la muestra FG166L rotada 180°.

Dentro de las muestras enviadas por el PDI se encuentra la FG271, la cual solo tiene depositada solo una monocapa de grafeno, mientras las muestras anteriormente caracterizadas son bicapa, otra de las diferencias que muestra es que los escalones son mucho más grandes y se encuentran alrededor de las 10 y 11 micras de ancho.

Los resultados obtenidos de medir esta muestra se observan en las figuras 236 y 237, en las cuales es claro que existe el grafeno, ya que se obtienen oscilaciones como en los experimentos anteriores.

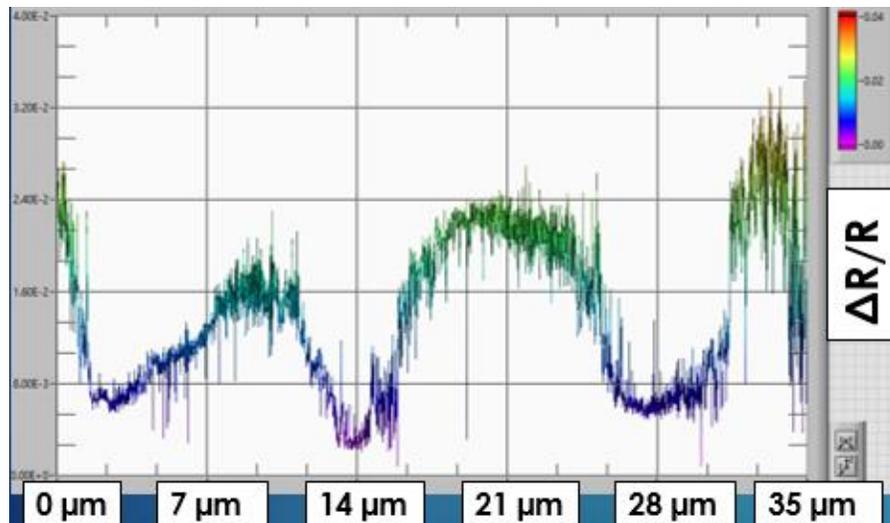


Figura 236. Reflectancia Diferencial de la muestra FG271 polarización paralela.

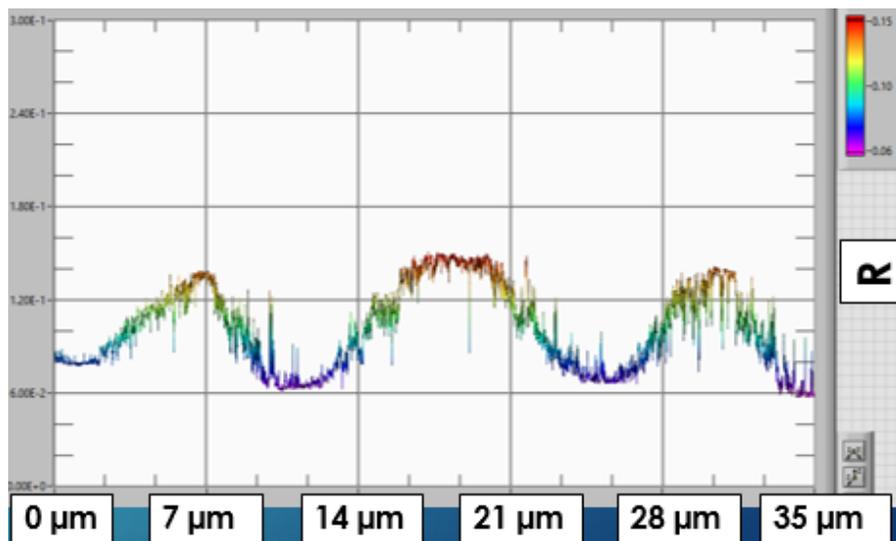


Figura 237. Reflectancia de la muestra FG271 polarización paralela.

Aun siendo los escalones demasiado anchos en comparación con las muestras FG166L, FG166R y FG163R, se encuentran las oscilaciones de reflectancia y de **RD**, con lo cual se concluye que el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado tiene la capacidad de medir los nanolistones de grafeno depositado en los escalones de las muestras, aun cuando se trata de solo una monocapa depositada.

En conclusión la orientación de las muestras caracterizadas permite o no ver los escalones, en donde se encuentran depositados los nanolitos de grafeno y debido al hecho de que el ángulo de incidencia no es cero, la orientación de la muestra rotada por un ángulo de  $180^\circ$  a lo largo de un eje perpendicular a la superficie no será equivalente, por lo que cuando la luz reflejada se encuentra enfocada en la sonda, esta tiene la capacidad de detectar las componentes procedentes de las terrazas de SiC (0001) y parte de la bicapa de los nanolitos de grafeno que se encuentran situados en esta área pero no de los escalones como se ilustra en la figura 238, en donde en color azul se muestran los escalones donde se encuentran depositados los nanolitos de grafeno y en color gris las terrazas.

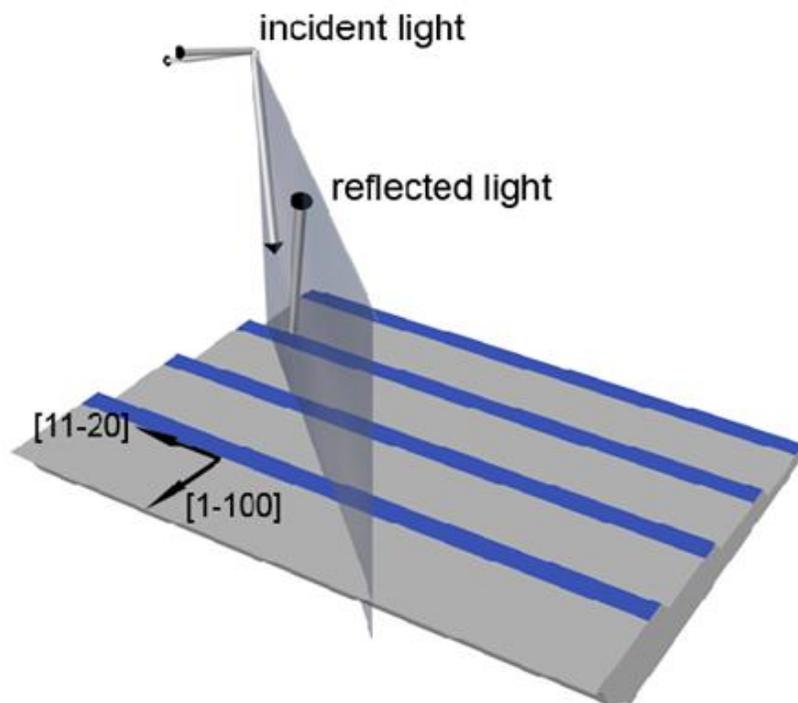


Figura 238. Orientación de las muestras de nanolitos de grafeno en las cuales no se detectan los escalones.

En esta orientación aún se encuentran pequeñas componentes de los nanolitos, debido a que en el proceso de fabricación de la muestra es difícil controlar que estos solo crezcan o se depositen en los escalones, sin dejar rastro de ellos en las terrazas, por lo cual al realizar la caracterización de la muestra bajo esta orientación

la reflectancia se mantiene en un nivel promedio, es decir la señal no muere o es muy pequeña.

Cuando la muestra se rota 180° a lo largo del eje perpendicular a la superficie, la luz que es reflejada toma una componente adicional (a las componentes que ya eran vistas), que proviene directamente de los escalones como se muestra en la figura 239, por lo que de esta forma se puede realizar la caracterización de los nanolistones de grafeno.

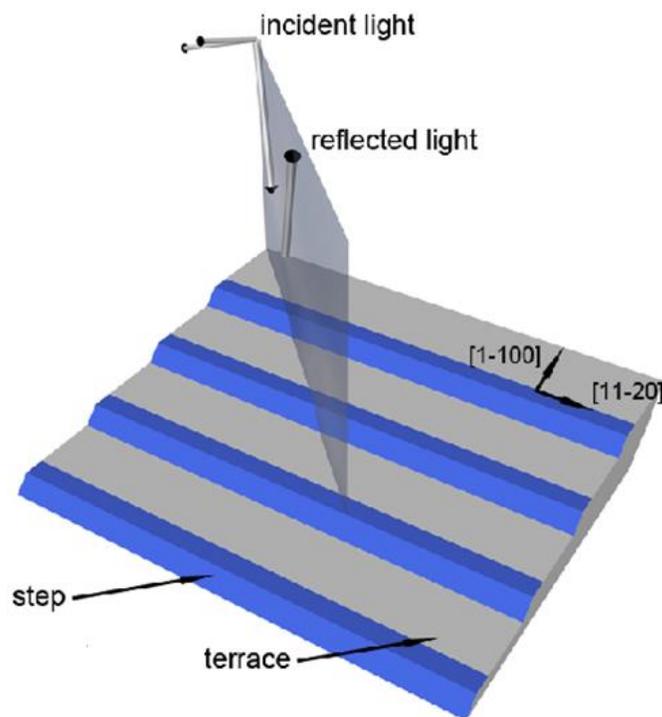


Figura 239. Orientación de las muestras de nanolistones de grafeno en las cuales si se detectan los escalones.

Los escalones son altamente anisotrópicos no sólo por razones geométricas; el eje  $c$  de SiC es perpendicular a la superficie de las terrazas, mientras que la superficie del escalón está orientada a 24°. <sup>[91]</sup> La diferencia en la reflectancia tendrá una fuerte componente asociada a la diferencia entre el índice de refracción a lo largo de los ejes ópticos  $c$  y  $a$  (o  $b$ ). <sup>[92]</sup>

Cuando los escalones son observados de bajada (orientación mostrada en la Fig. 239), tanto en reflectancia como en RD se observan oscilaciones muy marcadas correspondientes a los escalones donde se encuentran depositados los

nanoliones de grafeno, esto se puede observar en la figura 240, que es la gráfica tridimensional (vista aérea y lateral) obtenida de la caracterización de RD de la muestra FG163R.

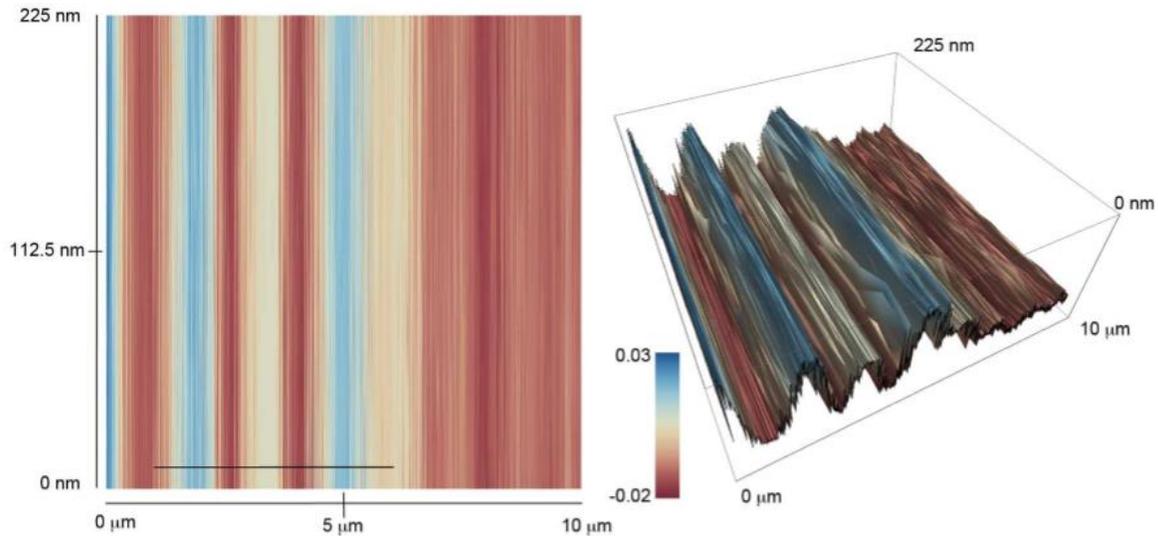


Figura 240. Vista aérea y lateral de la caracterización de RD de la muestra FG163R, con microscopio desarrollado.

Esta muestra también fue caracterizada con mediante el NSOM comercial, en el cual se caracterizó la morfología de la muestra y de forma simultanea la reflectancia obteniendo los resultados mostrados en las figura 241a y 241b.

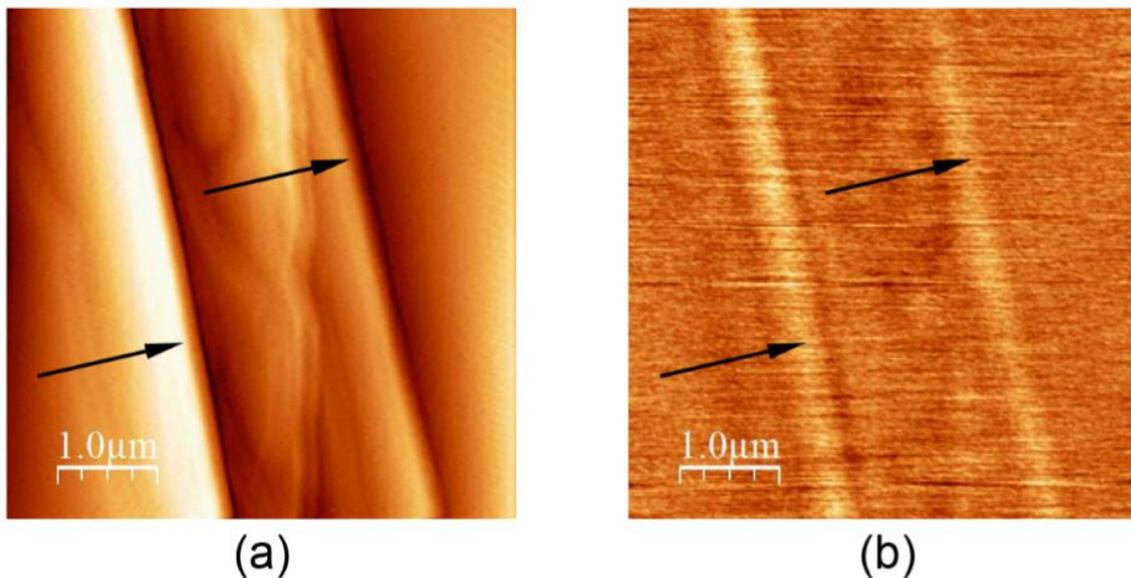


Figura 241. Mapas obtenidos de la muestra FG166R a) AFM, b)NSOM.

Con estas nuevas pruebas realizadas se comprobó la dependencia de la orientación de la muestra con la señal de reflectancia, ya que las flechas muestran la orientación de los escalones, la cual corresponde a la mostrada en la figura 239, cabe mencionar que estos experimentos han sido realizados en campo cercano.

A continuación en la figura 242 se muestra una comparación de los perfiles de reflectancia y de RD medidos simultáneamente de la muestra FG163R, con el sistema de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado.

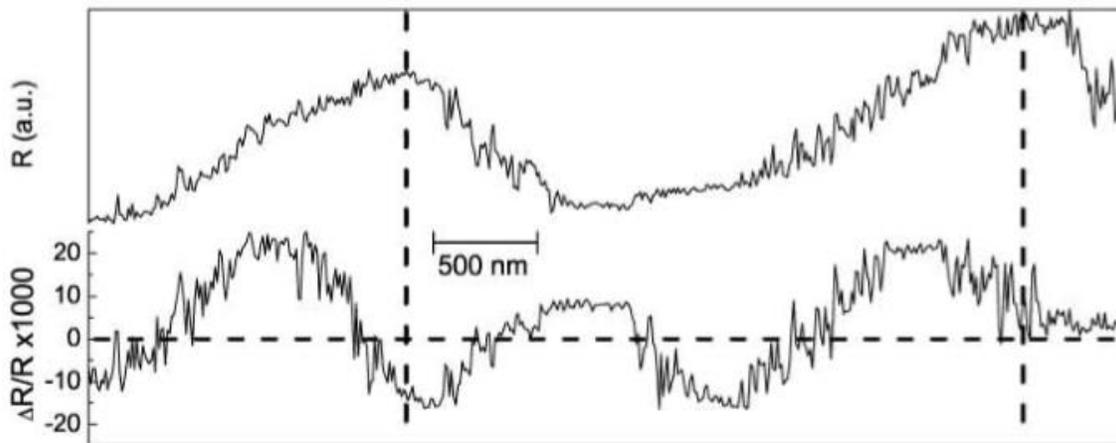


Figura 242. Comparación de perfiles de reflectancia y RD.

En donde la posición de los escalones de SiC, corresponde a la máxima amplitud mostrada por la reflectancia, los cuales son indicados con líneas punteadas, además se puede observar que mientras la señal de esta oscila una vez, la señal de RD oscila dos veces, lo cual puede deberse al hecho de que los escalones y las terrazas de SiC deben tener en general anisotropía diferente considerando que cada una pertenece a superficies diferentes, es decir, para terrazas el eje c es perpendicular a la superficie y para los escalones el eje c está orientado  $24^\circ$ .<sup>[92]</sup>

### 6.3 Caracterización de nanotubos de nitruro de galio (GaN)

En la actualidad se busca tener un ahorro de energía, en casi todos los dispositivos electrónicos, por lo cual se han realizado modificaciones importantes en estos, pero un campo en el que se han tenido avances significativos es el desarrollo de led's, los cuales han sustituido a las bombillas convencionales y ahorradoras de energía ya que como se había mencionado anteriormente estas logran tener un ahorro de hasta más de un 80%, además se pueden encontrar en diferentes tonalidades, lo que ayuda al ojo humano a tener una menor fatiga trayendo consigo múltiples beneficios.

El nitruro de galio es un material semiconductor inorgánico resistente a la corrosión y a las altas temperaturas, por lo cual puede operar a voltajes y corrientes más altos, transistores construidos con este material cuentan con una mayor velocidad de conmutación que sus equivalentes hechos de silicio <sup>[93]</sup>, una de las ventajas que presenta en la fabricación de led's, es que los nitruros permiten aumentar el rango de la región de funcionamiento de estos hasta la región del ultravioleta.

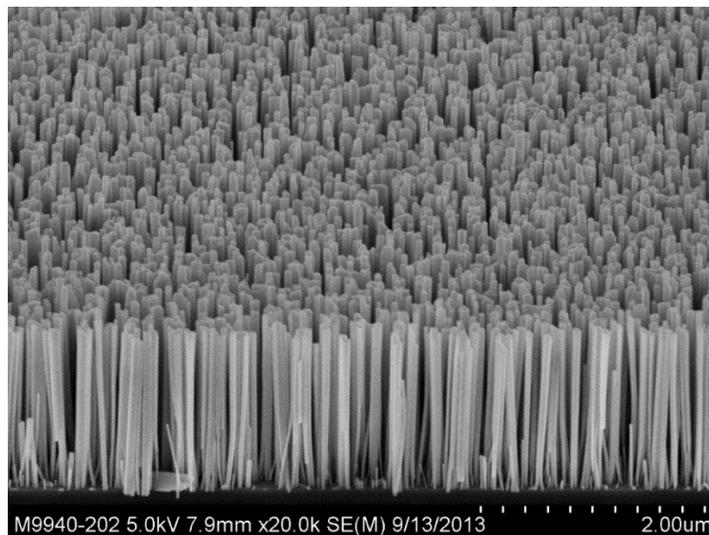


Figura 243. Imagen de SEM de los nanowires.

El GaN ya es utilizado en la construcción de diodos emisores de luz utilizados en los flashes de los teléfonos celulares, faros de automóviles, en la iluminación interior de diferentes medios de transporte, etc., como el trabajo que se realiza por el doctor

Garrido del Paul Drude Institut (PDI), de Berlín, donde se busca generar led's de alta potencia mediante el crecimiento de nanotubos de GaN sobre nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), los cuales tienen un diámetro aproximado 50 nm (Fig. 243), el cual es variado como se puede observar a continuación en las imagen 244 tomada mediante el Microscopio de Barrido Electrónico (SEM).

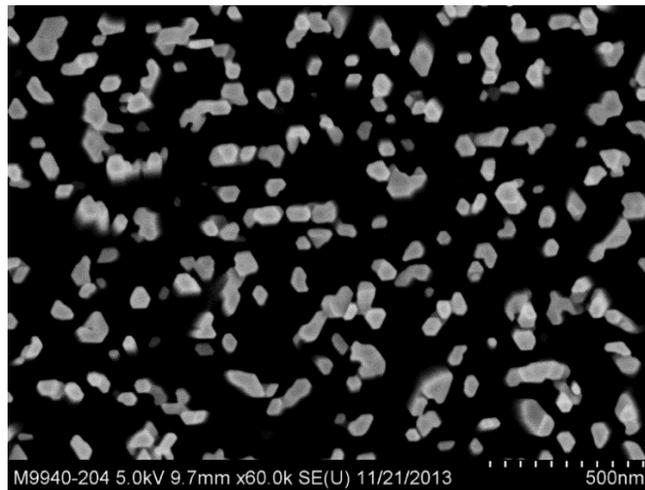


Figura 244. Imagen de SEM de los nanowires vista aérea.

Esta muestra denominada M9940 no se midió en el AFM, con la finalidad de no llegar a dañar los nanotubos, por lo que se llevó a cabo la medición de reflectancia diferencial en el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado, en donde el escaneo se realizó con una separación entre los pasos de 10 nm y sin ninguna orientación en especial, obteniendo los resultados mostrados en las figuras 245 y 246:

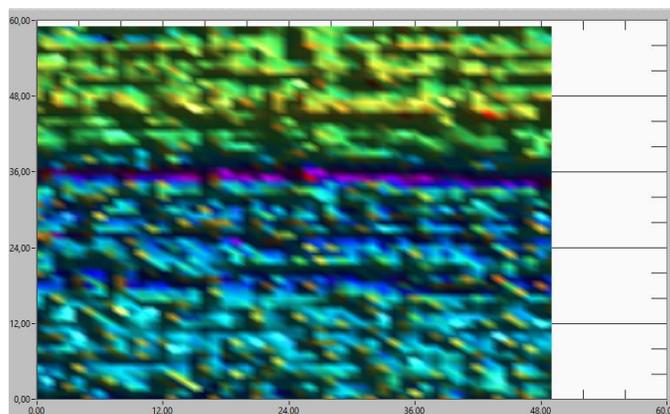


Figura 245. Vista aérea de la reflectancia diferencial obtenida del escaneo de los nanotubos de GaN.

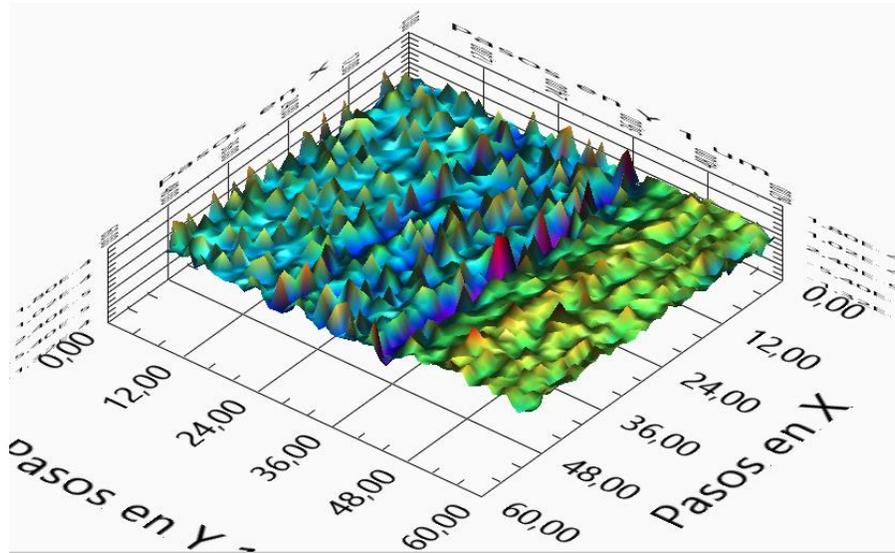


Figura 246. Vista aérea en 3D de la reflectancia diferencial obtenida del escaneo de los nanotubos de GaN.

De la muestra de los nanotubos, se pudo observar que el margen de repetitividad de las mediciones realizadas es muy bajo y que además el amplificador Lock-IN no se estabilizaba en un rango de voltajes (existen cambios en el voltaje medido que oscilan de forma caótica), por lo que se implementó la programación del instrumento virtual para el control del analizador de espectros mediante la transformada rápida de Fourier (FFT), modelo SR760 de Stanford Research Systems (Fig. 247), mediante el cual se pueden medir las frecuencias que se encuentra presentes al momento que están llevando a cabo las mediciones, esto con la finalidad de encontrar cual es el motivo de que las mediciones realizadas no repitan o no se obtengan datos concluyentes.



Figura 247. Caratula del analizador de espectros modelo SR760.

La muestra M9940 está compuesta por un sustrato de silicio, sobre el cual se encuentra crecida una capa de nitruro de silicio y después los nanotubos de nitruro de galio, al realizar la caracterización de las frecuencias se encuentran varias de ellas muy marcadas, las cuales son provenientes de los distintos materiales que componen la muestra, como se observa en la figura 248, por lo cual se analizó una muestra fabricada con los mismos materiales y bajo el mismo proceso, solo que no se llevó al punto donde se crecen los nanotubos, por lo cual estos no se encuentran presentes en esta muestra.

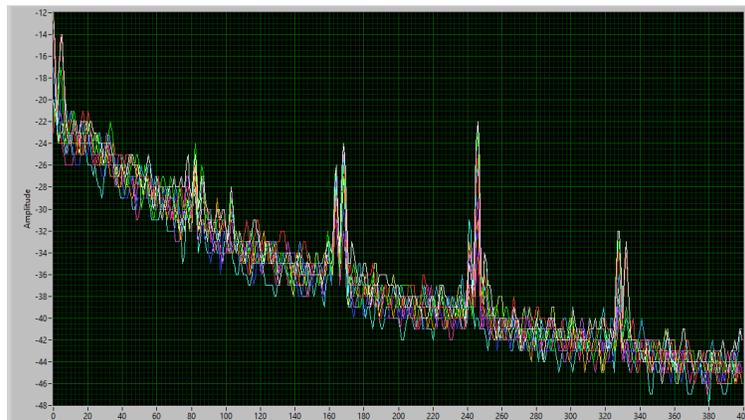


Figura 248. Frecuencias obtenidas en la medición de la muestra de nanowires.

Al realizar la medición de las frecuencias presentes en la muestra sin nanotubos, se puede observar que las frecuencias bajas menores a 5 Hz desaparecen, sin embargo existen ciertas coincidencias como el pico localizado alrededor de los 80 Hz, como se observa en la figura 249.

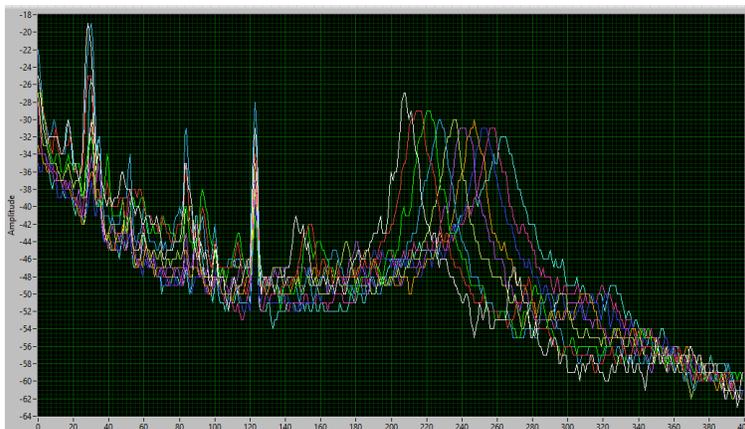


Figura 249. Frecuencias obtenidas en la medición de la muestra de nitruro de silicio.

Para concluir el estudio, se cuenta con una muestra del sustrato de silicio cara (111) utilizado para el desarrollo de la muestra de los nanotubos, a la cual también se le caracterizan las frecuencias presentes, obteniéndose como resultado la gráfica de la figura 250, que se muestra a continuación:

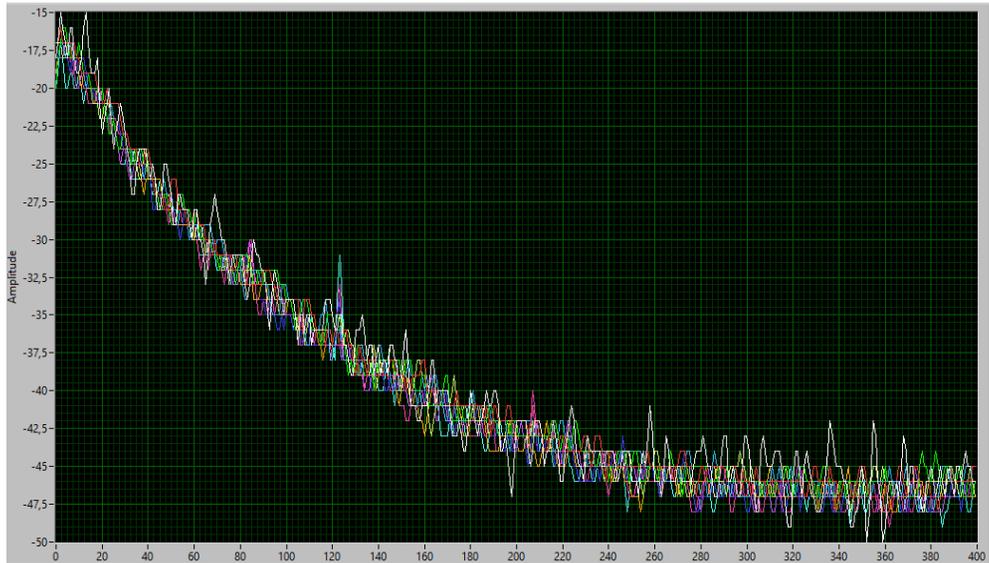


Figura 250. Frecuencias obtenidas en la medición del sustrato de silicio.

Al realizar estas mediciones, se pudo observar que existen vibraciones que provenían del medio ambiente (caminar en el laboratorio, puertas que se abren y se cierran, corrientes fuertes de aire, etc.), que afectan el trabajo realizado, por lo tanto el sistema de microscopia de alta resolución debe de encontrarse aislado de forma que los factores externos no afecten las mediciones, por lo cual actualmente el sistema se encuentra montado sobre una mesa óptica antivibración, en la cual las vibraciones provenientes del suelo no afectan, el laboratorio de espectroscopia 2 se encuentra aislado de los rayos del sol (se trata de un cuarto oscuro), la frecuencia de 120 Hz es debida a que la iluminación del laboratorio se encuentra encendida, por lo cual las mediciones deben de llevarse a cabo con esta apagada y como medida adicional evitar la entrada y salida frecuentes, ya que esto provoca corrientes de aire, las cuales provocan que la punta de fibra óptica vibre con una frecuencia diferente.

La muestra de los nanotubos se caracterizó en mediante el microscopio de campo cercano (NSOM) comercial de la marca NANONICS, que se encuentra en el

laboratorio de espectroscopia 2 a cargo del Dr. Ricardo Castro García, este sistema también cuenta con la capacidad de realizar la caracterización de la morfología de las muestras mediante un sistema muy parecido al que utiliza el AFM, solo que en lugar de utilizar cantilever's, hace uso de puntas de fibra ópticas adelgazadas y recubiertas de aluminio, que se encuentran montadas sobre una base especial para su fácil colocación.

La morfología de la muestra M9940 fue caracterizada en un área de  $25 \mu\text{m}^2$ , mediante la cual se pueden observar los nanotubos ya que estos tienen un diámetro de unas cuantas decimas de nanómetros, los resultados obtenidos se muestran en la figura 251.

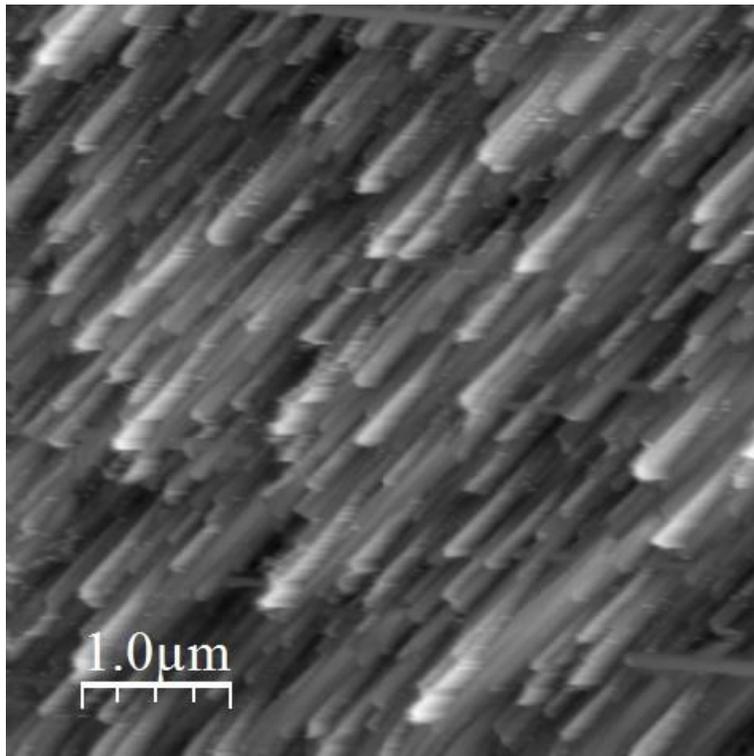


Figura 251. Morfología de la muestra M9940.

Al analizar la morfología de la muestra y realizar la comparación con los resultados obtenidos mediante SEM, se observó que los nanotubos se encuentran acostados y no de forma vertical y con diferentes diámetros, la caracterización de RD se llevó a cabo con un láser verde cuya longitud de onda es de 532 nm, el resultado obtenido se muestra a continuación (Fig. 252):

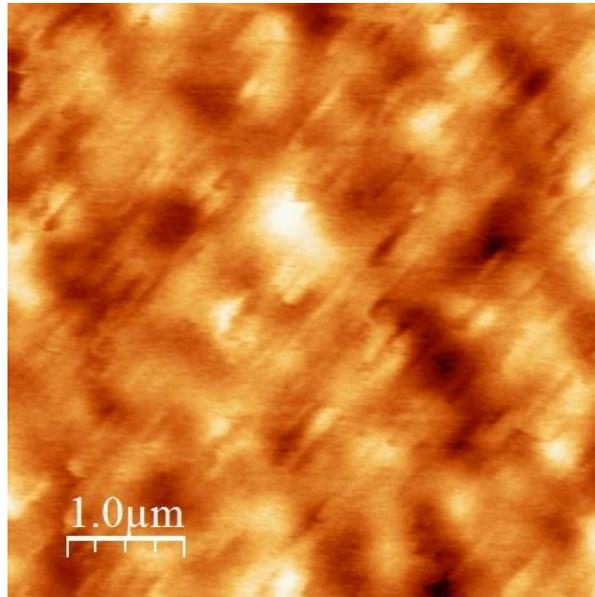


Figura 252. RD de la muestra M9940, caracterizada mediante NSOM.

La RD de la muestra no es muy concluyente, pues no hay cambios tan significativos que se observen en la caracterización de esta y se vuelve un poco difícil de observar, ya que solo se trata de una figura de dos dimensiones, por lo cual realizaron operaciones matemáticas en las cuales combinaron los resultados obtenidos de AFM y NSOM, mediante software adicional al que el sistema utiliza para su funcionamiento obteniéndose como resultado la gráfica mostrada en la figura 253.

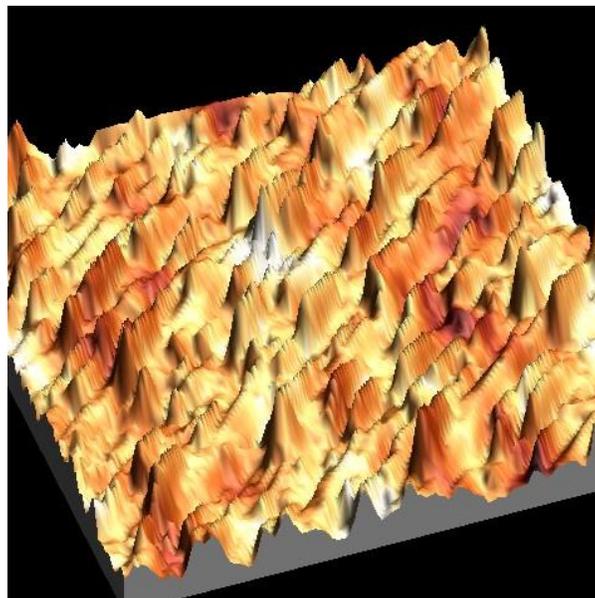


Figura 253. Combinación de los resultados de AFM y NSOM.

La distancia de separación entre los pasos en el escaneo realizado es de 19.608 nm, ya que al sistema se le introduce el área a medir y este realiza las divisiones de los pasos. Ya que los resultados obtenidos son de baja resolución se realiza una nueva caracterización en la cual se escaneo un área de  $1.5625 \mu\text{m}^2$ , existiendo una separación entre los pasos de 4.902 nm (Figs. 254 y 255).

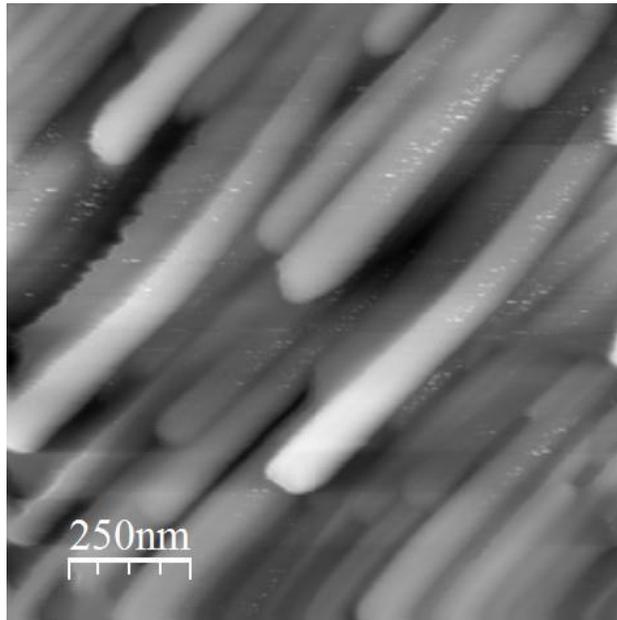


Figura 254. Morfología de la muestra M9940, mayor resolución.

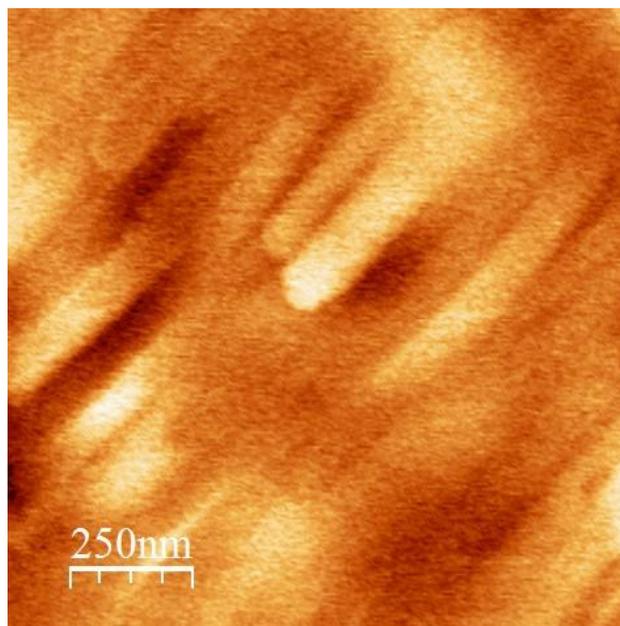


Figura 255. RD de la muestra M9940, caracterizada mediante NSOM, resolución mayor.

En la medición de RD, al aumentar la resolución se pueden observar los nanotubos de GaN, resaltando los que se encuentran en la parte superior de la muestra, para obtener mejores resultados se realizó mediante métodos matemáticos la combinación de RD y NSOM, obteniéndose como resultado la figura 256.

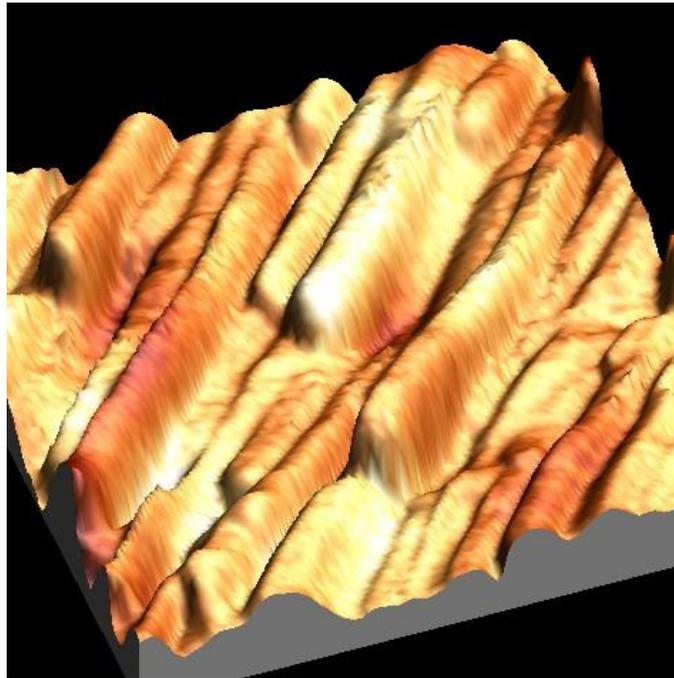


Figura 256. Combinación de los resultados de AFM y NSOM, mayor resolución.

Al realizar la combinación de los resultados obtenidos de la morfología de la muestra y de RD, se observan los nanotubos mayormente definidos aunque solo son los que tienen una mayor altura y los que se encuentran más abajo desaparecen. Una vez obtenidos los resultados anteriores, se procedió a la caracterización de la muestra M9940 en el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, colocándola en la misma orientación que fue medida en el sistema comercial de NANONICS.

El escaneo para la caracterización de la reflectancia y de RD, se llevó a cabo con un láser de color azul cuya longitud de onda es de 405 nm, una separación entre los pasos de 10 nm y un área total de 4  $\mu\text{m}^2$ , donde en la primera medición de reflectancia (Fig. 257) se observan algunos montes provenientes de los nanotubos de GaN.

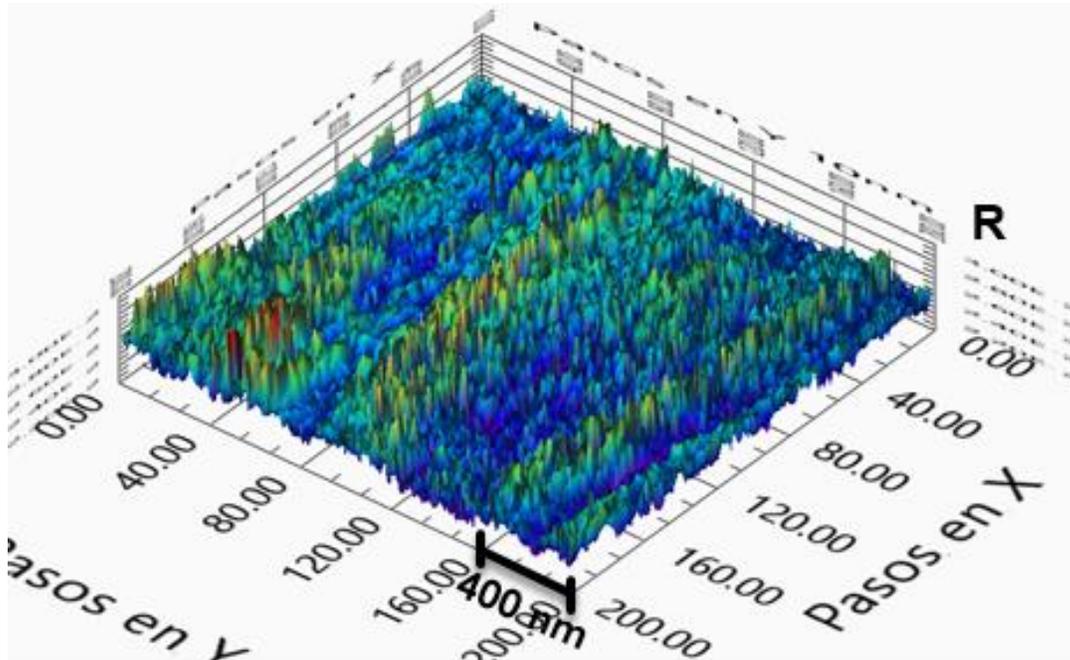


Figura 257. Grafica de la reflectancia de la muestra M9940.

Sin embargo en los datos obtenidos de RD los nanotubos (Fig. 258) son mucho más apreciables, se encuentra una mayor definición de estos y no se llevó a cabo ningún procesamiento matemático para la obtención de estos, ya que esta es una de las ventajas que presenta el sistema desarrollado, además de presentarse los datos en graficas de tres dimensiones.

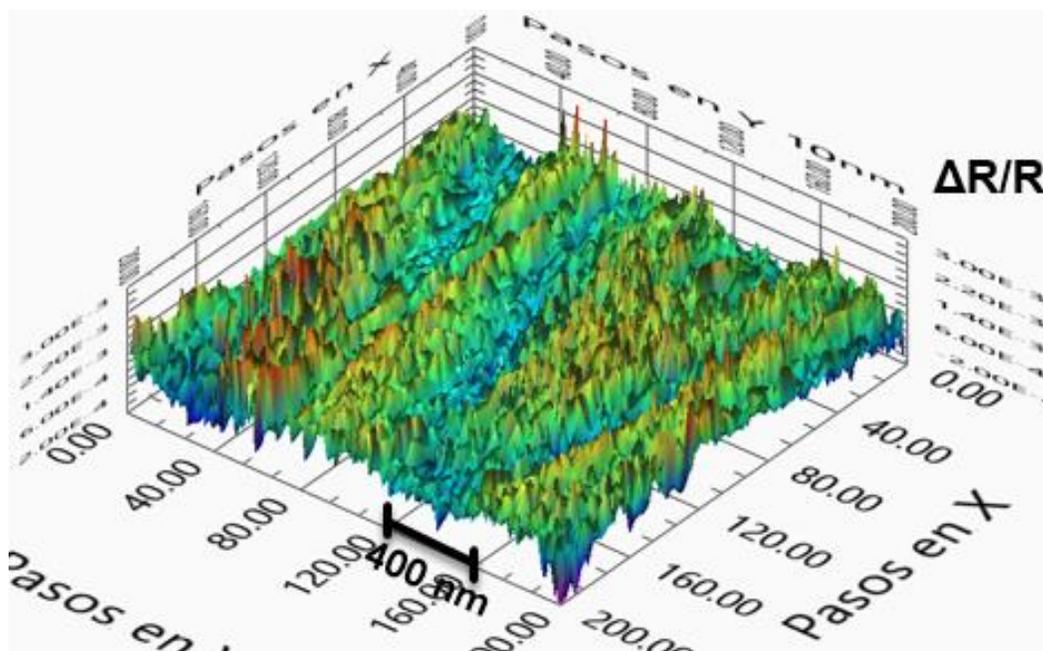


Figura 258. Grafica de RD de la muestra M9940.

Para aumentar la definición de los nanotubos, se aumentó el número de promedios por puntos (NPP) tomados y se caracterizó una nueva área, bajo el mismo esquema de escaneo que el anterior, con lo cual se observa una mayor cantidad de montes aun no muy ordenados, pero en los cuales se puede apreciar la existencia de los nanotubos de la muestra como se observa en la figura 259.

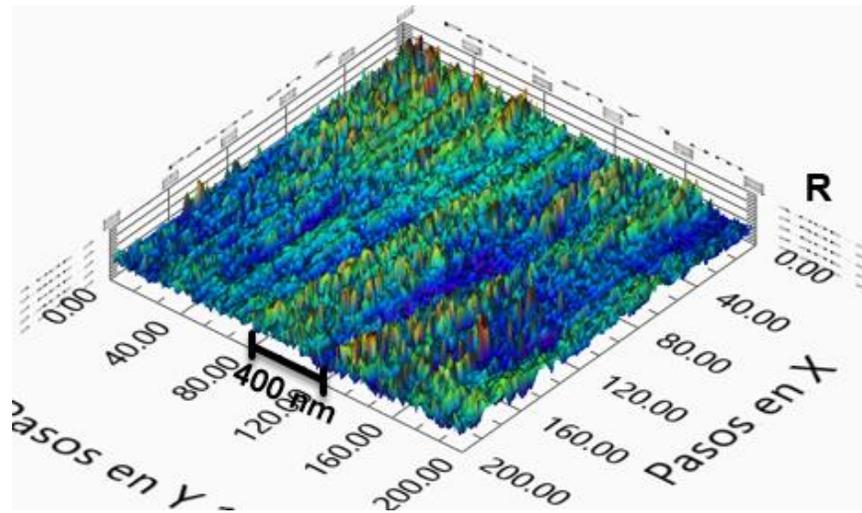


Figura 259. Grafica de la reflectancia de la muestra M9940, mayor NPP.

En la gráfica de RD, los nanotubos de GaN son mucho más visibles que en reflectancia, los cuales se pueden observar en la figura 260, para lograr este resultado solo se tuvo que aumentar el NPP, siendo el avance entre pasos de 10 nm, si la resolución se requiere aumentar entonces el avance deberá disminuirse a la cantidad deseada.

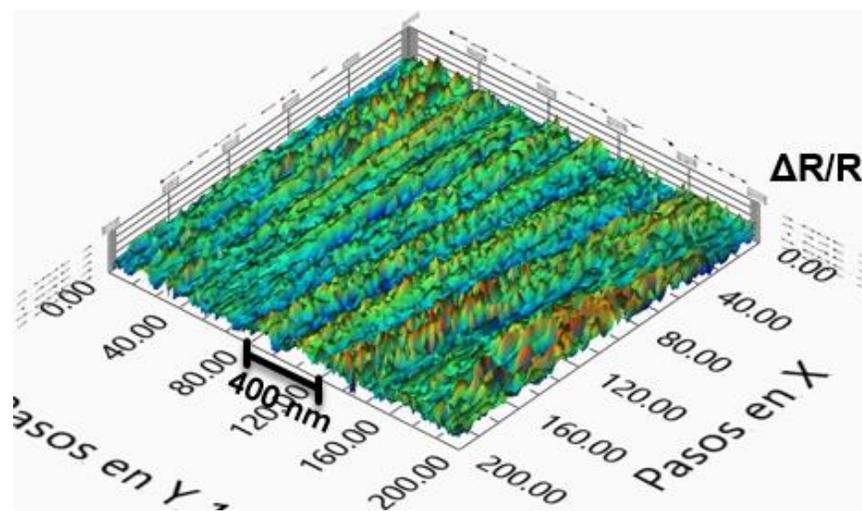


Figura 260. Grafica de RD de la muestra M9940, mayor NPP.

## 6.4 Grafito Pirolíticamente Altamente Orientado (HOPG)

El grafito pirolíticamente altamente orientado, es una variante altamente pura y ordenada de grafito sintético, que se caracteriza porque sus cristales individuales se encuentran bien alineados entre sí, el cual es un material producido por la aplicación de presión uniaxial sobre pirocarburos depositados a muy altas temperaturas, la mayoría de las veces mayor a  $3000^{\circ}\text{C}$  [94], ya que el grafito pertenece a los materiales laminares y consta de planos idénticos, los átomos de carbono dentro de un solo plano interactúan mucho más fuerte que con los planos adyacentes.

La red de átomos de carbono conectados por los enlaces más cortos parece un nido de abeja. Este plano grueso bidimensional y de átomo único se llama "grafeno". En la figura 261 se muestra la estructura de los cristales de grafito hexagonal en donde las líneas discontinuas muestran los ejes de la celda unitaria, insertos laterales: vista superior del plano basal de grafito y representación esquemática de la estructura superficial del grafito más vistos por SPM, donde cada otro átomo es resaltado (vista lateral derecha) visto bajo condiciones ideales [95].

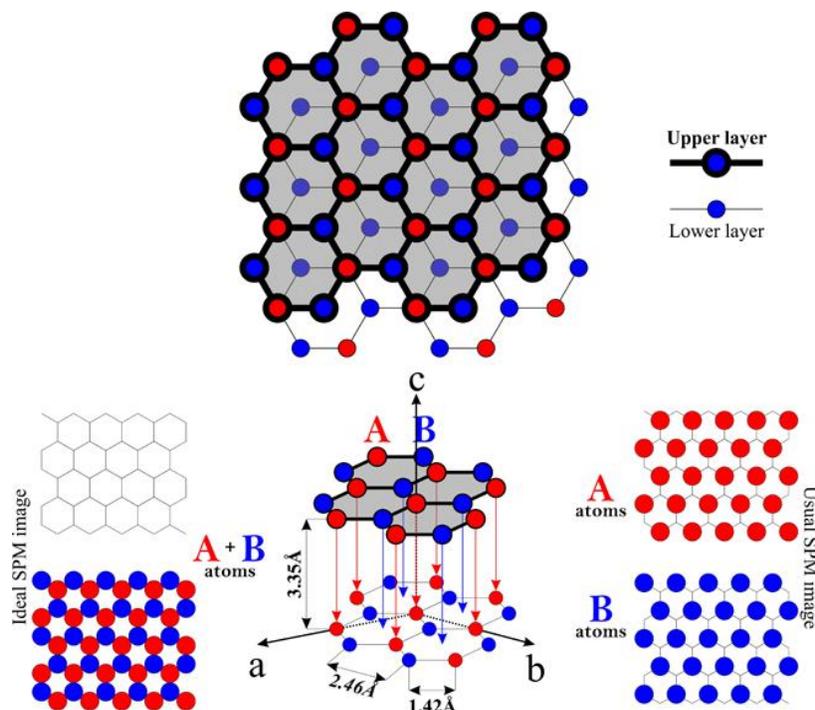


Figura 261. Representación esquemática de la estructura de los cristales de grafito hexagonal [95].

El HOPG es altamente empleado para la caracterización y calibración de sistemas de microscopia de sonda por barrido, debido a que su estructura se encuentra altamente definida, con planos muy ordenados de átomos de carbono en la orientación (002). Ya que esta muestra venia incluida en el sistema de microscopia de campo cercano (NSOM) comercial de la marca NANONICS, a cargo del Dr. Ricardo Castro, fue en el primer sistema en que fue caracterizada la muestra, utilizando un láser de color verde cuya longitud de onda es de 532 nm, con una separación entre los pasos de 1.961 nm, en un área total de 0.25  $\mu\text{m}^2$ , la morfología obtenida del escaneo se muestra en la figura 262.

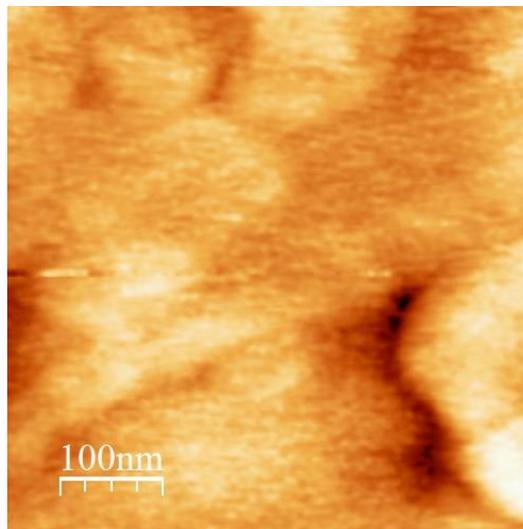


Figura 262. Morfología del HOPG obtenida mediante NSOM en función de AFM.

En esta no es muy apreciable la forma o rasgos característicos que tenga presentes la muestra, pues los cambios encontrados en las variaciones de las alturas no son mayores a 2 nm, sin embargo hay que tener en cuenta que el diámetro de la apertura de la punta es de 100 nm y con el recubrimiento de aluminio la punta es de un diámetro mayor, por lo cual no es apreciable a grandes rasgos la morfología de la muestra.

La figura 263 muestra la medición de NSOM realizada, en la cual solo se aprecia una gran cantidad de líneas horizontales, pero tampoco se encuentra algún rasgo característico o determinante que indique que morfología tiene la muestra, por lo cual realizaron mediante métodos matemáticos y software adicional al incluido en el

sistema una combinación de los datos obtenidos de AFM y NSOM, obteniéndose como resultado la gráfica de la figura 264.

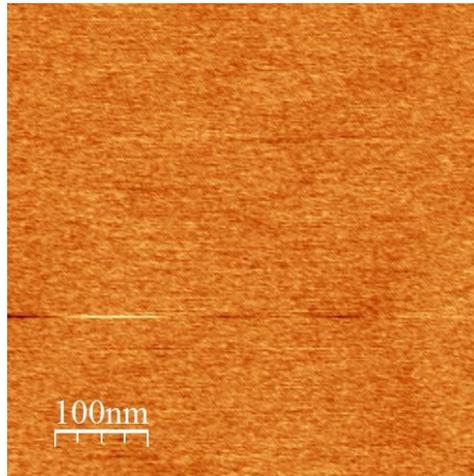


Figura 263. NSOM del HOPG.

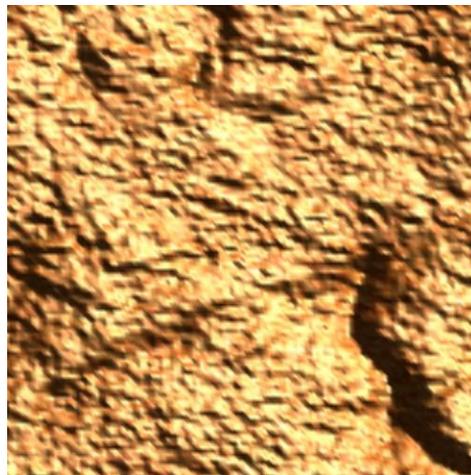


Figura 264. Combinación de AFM y NSOM de la muestra HOPG.

Aun después de haber realizado, la combinación de los resultados obtenidos no es muy distintiva la morfología de la muestra y no se llevaron a cabo una mayor cantidad de estudios con este sistema, ya que al realizar este se rompieron dos puntas de fibra óptica.

Por lo cual se procedió a la caracterización del HOPG, mediante el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado y presentado en este trabajo, para el escaneo de la muestra se utilizó un láser de color azul cuya longitud de onda es de 405 nm, la separación entre los pasos de 1 nm y el área de  $0.04 \mu\text{m}^2$ .

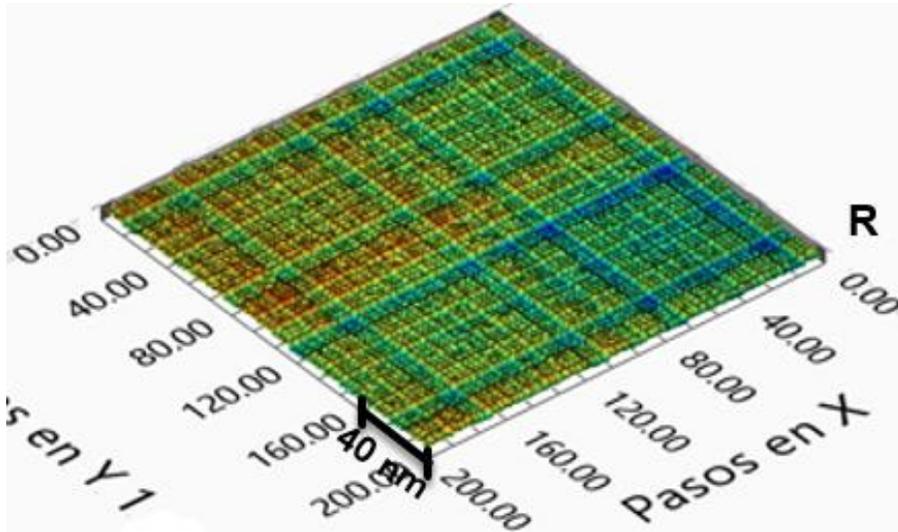


Figura 265. Reflectancia de la muestra HOPG.

En la reflectancia mostrada por el HOPG (Fig. 265), se puede observar un ordenamiento de puntos muy bien definidos en ambos ejes coordenados, aunque existe una variación en el tamaño de estos, sin embargo en RD el ordenamiento de los puntos que se midieron no es tan visible, como se puede observar en la figura 266.

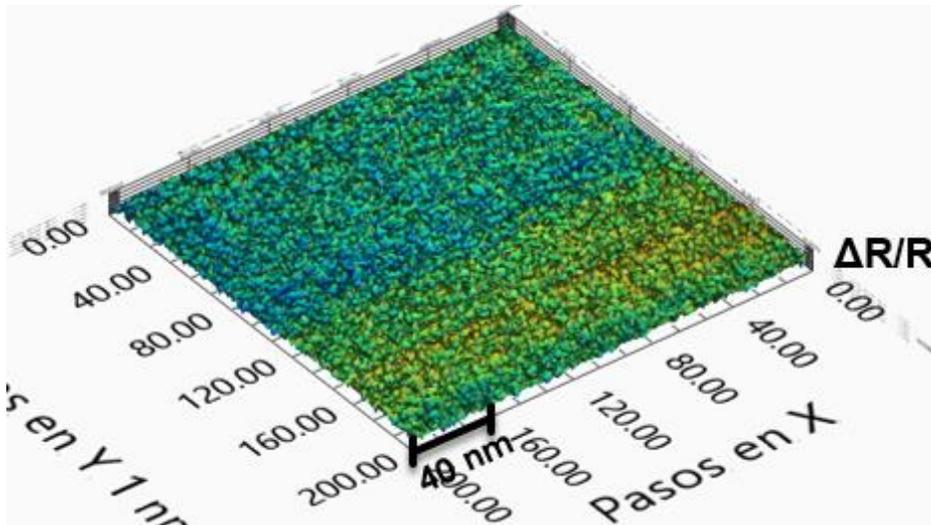


Figura 266. RD obtenida de la muestra HOPG.

Para mejorar la calidad de la medición y ver si el ordenamiento de los puntos se encuentra presente, esta se realizó nuevamente aumentando el número de mediciones promediadas por punto, inicialmente este era de un promedio de 10

mediciones y se aumentó a 20, sin cambiar ningún otro parámetro ni el área sobre la cual se realizó el escaneo, obteniéndose la reflectancia mostrada en la figura 267.

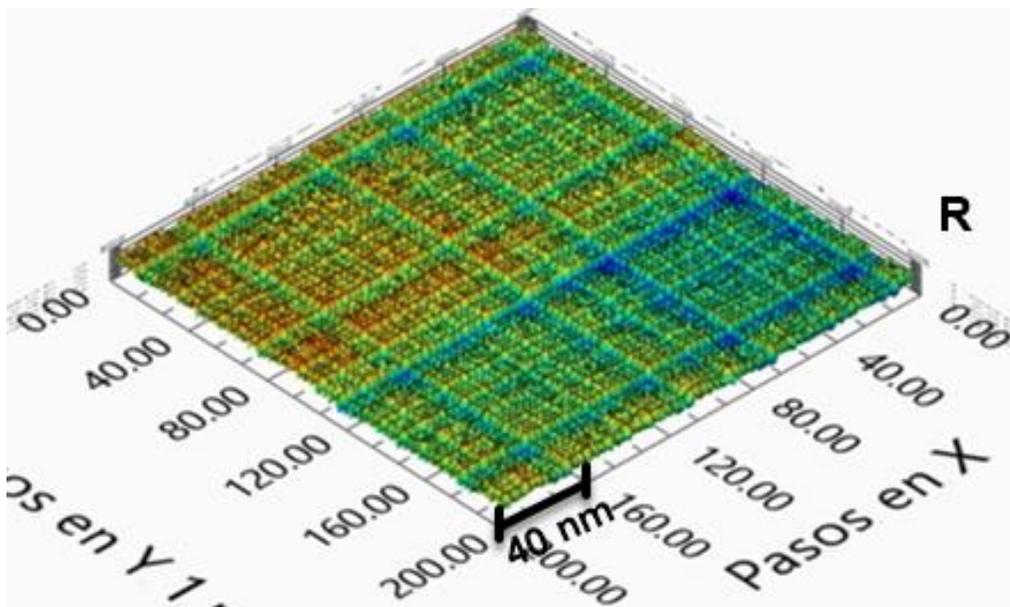


Figura 267. Reflectancia de la muestra HOPG, mayor NPP.

De igual forma en esta nueva caracterización realizada de la reflectancia, se aprecia un ordenamiento de puntos en ambos ejes coordenados y este se observa más marcado ya que se aumentó el NPP, en cuanto a los resultados obtenidos de RD (Fig. 268) se encuentra una mejor vista de los puntos y su distribución aunque no tan marcado el ordenamiento como en el caso de la reflectancia

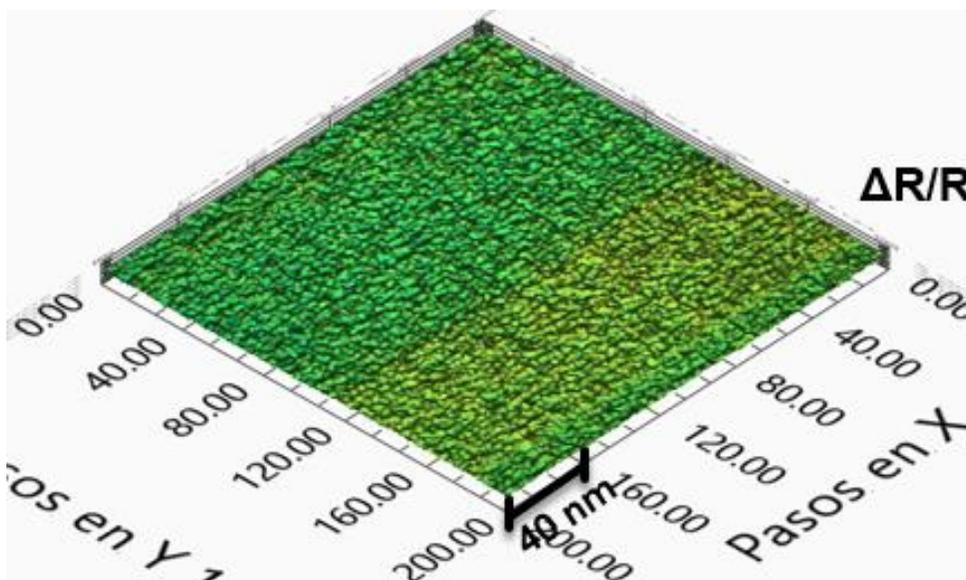


Figura 268. RD de la muestra HOPG, mayor NPP.

Como prueba final se realizó la medición del HOPG sin alterar los parámetros del escaneo, solo cambiando el área y el tamaño de esta, que en este caso fue de  $0.01 \mu\text{m}^2$  (Fig. 269), esto con la finalidad de ver si la estructura encontrada se encuentra distribuida en toda la muestra o solo en algunas regiones, además de asegurar que los resultados obtenidos son correctos, ya que estos difieren un poco de los obtenidos mediante el microscopio comercial de NANONICS.

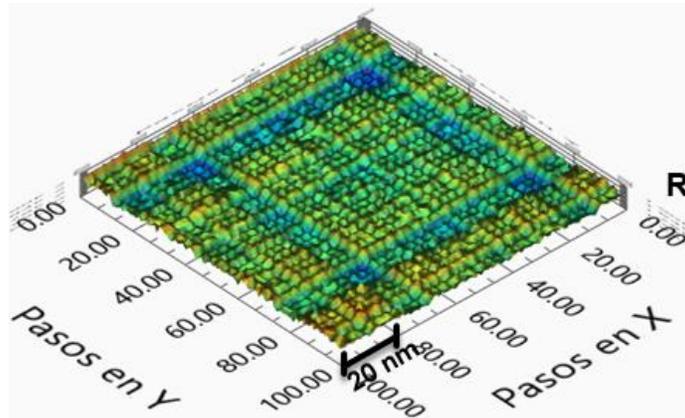


Figura 269. Reflectancia de la muestra HOPG, mayor NPP, nueva área.

Al igual que en las mediciones anteriores, la reflectancia muestra una serie de puntos altamente ordenados en ambos ejes coordenados, que es algo de lo cual se esperaba pues esta muestra es utilizada para realizar la caracterización y calibración de microscopio de barrido por sonda, en cuanto a RD (Fig. 270) el ordenamiento no es muy apreciable, pero sin embargo se sigue repitiendo el patrón mostrado en las mediciones anteriores.

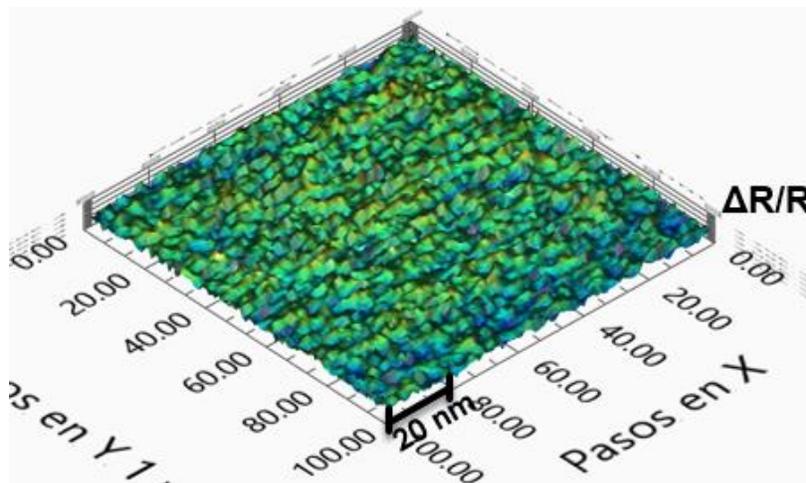


Figura 270. RD de la muestra HOPG, mayor NPP.

El HOPG tiene una estructura morfológica a nivel de angstroms, la cual no se puede caracterizar con el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado, ya que la apertura de la punta con la cual se realiza el escaneo y caracterización de las muestras es de 100 nm, para que esto suceda la punta debe tener una apertura menor, sin embargo la morfología de la muestra también forma estructuras de mayor tamaño como se muestra en la figura 271, a las cuales se les llama superestructuras [96] las cuales también se encuentran altamente ordenadas y que es la estructura que se caracteriza con el sistema desarrollado.

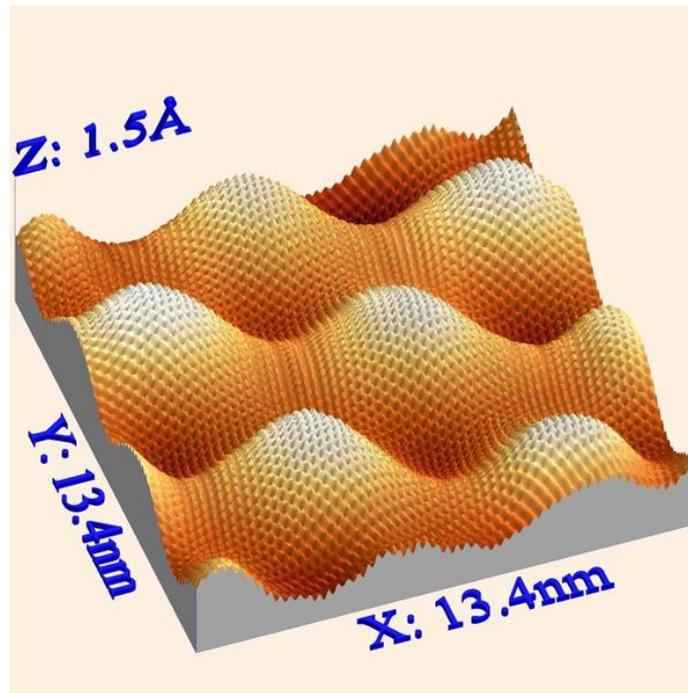


Figura 271. Imagen STM del HOPG con orientación (0001). [97]

## 7. Conclusiones

El hombre busca encontrar respuestas y explicaciones a fenómenos, que no había podido observar ni caracterizar anteriormente por la falta de instrumentos ópticos, ya que estos son mucho más pequeños de lo que se puede observar mediante el uso de sistemas que usan lentes (lupa, microscopio óptico, etc.), para obtener imágenes ampliadas de los objetos de estudio. Es importante el desarrollo de sistemas ópticos de medición y caracterización, mediante los cuales se logre romper el límite de resolución de los microscopios ópticos convencionales y que además no dependan del límite de difracción. El sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano presentado en este trabajo, permitirá caracterizar la morfología, reflectancia y reflectancia diferencial que presentan diferentes tipos de muestras, y por lo tanto se lograran entender los fenómenos que suceden a nivel micrométrico y nanométrico dentro del campo cercano de las muestras estudiadas.

El microscopio de barrido de campo cercano desarrollado y presentado en este trabajo de tesis, muestra las siguientes ventajas en relación a sistemas ya existentes:

- La resolución no depende de la longitud de onda que se utiliza para la iluminación de la muestra, sino más bien del diámetro de la apertura de la punta de fibra óptica que se utiliza y del sistema de posicionamiento para realizar el escaneo.
- La medición se lleva a cabo en tiempo real, es decir cada punto que es medido, este es graficado inmediatamente, lo que permite observar si realmente el área que se está caracterizando es de interés, en caso de no ser así no será necesario esperar a que termine la medición para detenerla y cambiar de área, ocasionando una pérdida significativa de tiempo.
- Los datos son representados en graficas 3 D, donde se pueden interpretar de una forma más práctica y además observar a detalle las características

de las muestras medidas. Estas graficas pueden ser manipuladas al mismo tiempo en que se está llevando a cabo la medición.

- El sistema cuenta con la capacidad de realizar la caracterización de la morfología, la reflectancia y la reflectancia diferencial al mismo tiempo, lo que nos permite realizar una comparación entre estas, realizando un análisis más profundo de las muestras que se analizan, permitiendo entender los fenómenos que se presentan.
- Ya que los datos obtenidos de las mediciones necesitan ser analizados en más de una ocasión estos son guardados en matrices, dentro de archivos de texto, los cuales son nombrados con la fecha en la cual se lleva a cabo la medición y con el prefijo al final de la característica analizada, debido al tipo de archivo en que son almacenados los datos, estos pueden ser reconstruidos mediante los siguientes programas: LabVIEW, Excel, Wolfram Mathematica, Origin y Matlab.
- Para aumentar la resolución del sistema de microscopia desarrollado, solo es necesario utilizar puntas de fibra óptica con una apertura de un menor diámetro, puesto que el sistema de escaneo con que se cuenta tiene la capacidad de generar desplazamientos de hasta 0.2 nanómetros, de igual forma si la punta es optimizada para un cierto rango de longitudes de onda, se puede medir con diferentes tipos de láser.
- El área que el sistema puede caracterizar es de 6.25 cm<sup>2</sup>, la cual es mucho mayor a la que presentan sistemas comerciales, esto se debe a que el sistema de escaneo nanométrico, se encuentra montado sobre un sistema micrométrico, los cuales se complementan para medir una mayor área.
- Para mejorar la calidad de las mediciones realizadas, solo es necesario aumentar el número de promedios por punto que se toman, esto se verá reflejado en el aumento de tiempo en que se realiza la medición, sin embargo si se desea realizar una medición rápida para saber si esta se realiza en un área de interés solo será necesario disminuir el número de promedios por punto, de esta forma también disminuye el tiempo empleado en realizar la caracterización.

- Debido a que todos los componentes del sistema fueron automatizados mediante el software LabVIEW, y por lo tanto se les desarrollo un instrumento virtual de forma individual, no es necesario el uso de ningún otro software de control diferente al desarrollado para que el sistema de microscopia desarrollado funciones de manera correcta.
- Las muestras que serán caracterizadas en el microscopio de barrido de campo cercano no necesitan una preparación previa, es decir no es necesario que se encuentren al vacío o se les dé un tratamiento especial, por lo cual solo es necesario que se coloquen en el portamuestras y el sistema se ponga a funcionar para que estas sean medidas.
- Una de las ventajas más importantes que tiene el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, es que la punta de fibra óptica se encuentra vibrando a una frecuencia determinada, mientras la muestra se acerca de forma automática mediante el sistema piezoeléctrico, esta frecuencia es captada mediante un detector y en el momento que esta cambia, el sistema deja de acercar la muestra a la punta, esto es debido a que en el campo cercano se encuentran presentes fuerzas electrostáticas, las cuales interactúan con la punta de fibra óptica cambiando la frecuencia, por lo cual la muestra y la punta nunca llegan a entrar en contacto, evitando que estas lleguen a dañarse.
- El sistema cuenta con dos tipos de portamuestras, por lo cual estas se pueden caracterizar de forma horizontal como lo realizan la mayoría de los sistemas comerciales y de forma vertical, la cual nos permite conocer el espesor de los materiales que conforman la muestra que se caracteriza.
- El láser se encuentra montado sobre una base magnética, al igual que la cabeza del modulador fotoelástico y el cabezal del chopper óptico, con lo cual se puede cambiar el ángulo al cual se hace incidir el haz laser sobre la muestra.
- La longitud de onda del láser con la cual se ilumina la muestra puede variarse, actualmente se ha medido con tres láseres distintos cuyas longitudes de onda son 638, 632.8 y 405 nm, con lo cual se puede

caracterizar un mayor número de muestras, ya que si estas absorben el haz laser con que son iluminadas, se puede cambiar de laser por otro de mayor o menor longitud de onda sin tener que realizar otro tipo de modificaciones al sistema.

- El sistema trabaja con luz polarizada, lo que permite medir reflectancia diferencial, con lo cual se mejora la resolución del sistema debido a que se obtiene una diferencia entre las polarizaciones “S” y “P” (Fig. 272), obteniéndose mejores contrastes de la morfología que presenta la muestra.

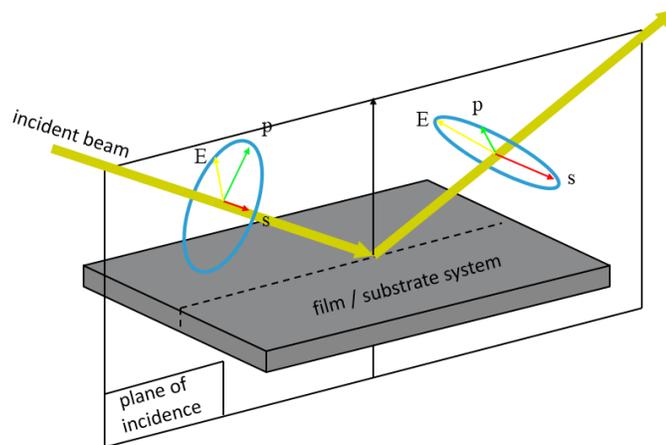


Figura 272. Orientación de las polarizaciones “S” y “P”. [98]

Un sistema que se desarrolla para cumplir un cierto número de funciones en específico, puede ser mucho más funcional que uno de tipo comercial, ya que ciertas características se pueden mejorar o aumentar, mediante adaptaciones para que ejecute un mayor número de funciones, esto se observa en el sistema de microscopia desarrollado y presentado en este trabajo, el cual se muestra en la figura 273, en donde se puede observar que la gran mayoría de sus instrumentos que lo componen son móviles, permitiendo realizar diferentes configuraciones y cambios, una de las principales desventajas que se presentan es que el tiempo de alineado de estos instrumentos ópticos que lo conforman toma demasiado tiempo sino se tiene práctica adecuada, al quedar alguno de estos instrumentos desalineados puede causar que las mediciones que se estén llevando a cabo sean erróneas, tengan demasiado ruido y que la señal recogida por la sonda sea demasiado pequeña, por lo tanto se tendrá que realizar nuevamente la alineación.

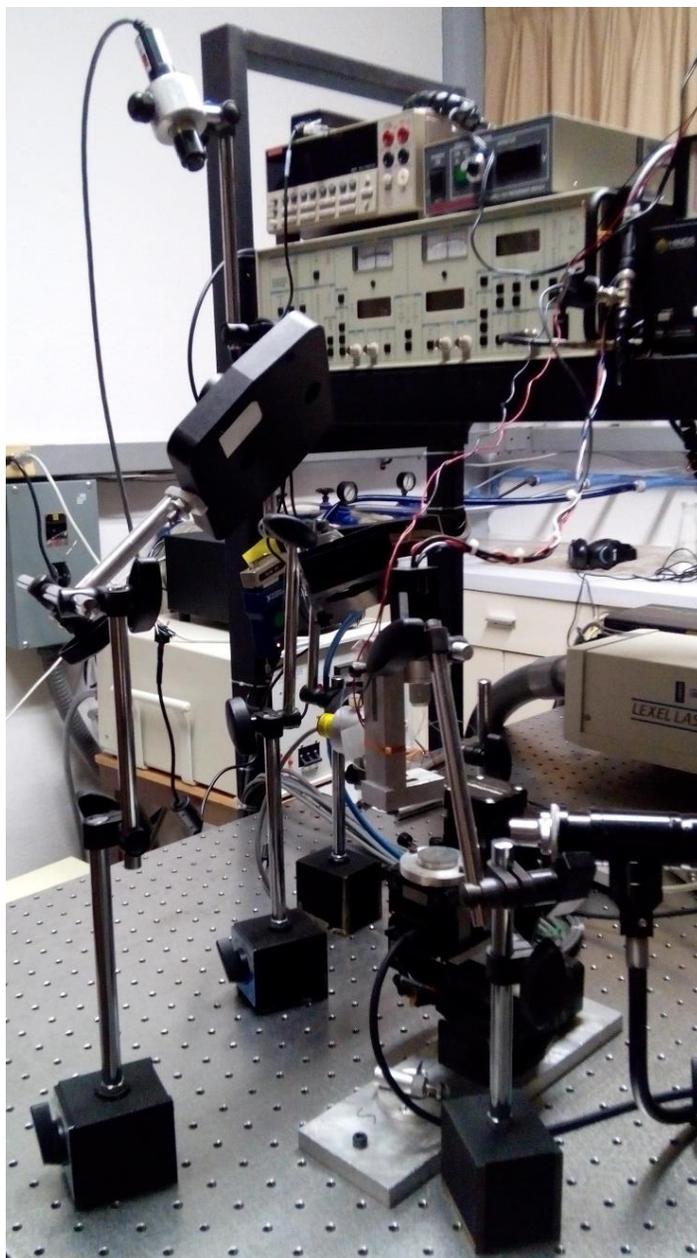


Figura 273. Sistema de microscopia de alta resolución desarrollado.

Ya que se trata de un desarrollo, que parte desde cero fue muy importante haber realizado la medición de muestras patrón, las cuales muestran características que se encuentran muy bien definidas y estandarizadas por el fabricante, de tal forma que se puede conocer si el microscopio de barrido de campo cercano se encuentra funcionando de forma correcta y cuáles son las limitaciones que este presenta, además el repetir más de una vez la misma medición bajo las mismas condiciones

ayuda a conocer la precisión del sistema. Lo cual se pudo observar en la caracterización de las muestras:

- CD.
- DVD.
- Blu-ray.
- DADC SONY
- Rejillas de difracción.
- Rejilla de calibración de estructuras de vanadio depositadas sobre cuarzo (SNG-01).

Además de haber realizado la calibración del microscopio de barrido de campo cercano con las muestras anteriormente mencionadas se realizó el estudio de las siguientes muestras de interés científico y tecnológico:

- Defectos estructurales en Silicio generados por ataque químico.
- Defectos estructurales en GaAs generados por ataque químico
- Nanolistones de Grafeno crecidos sobre SiC.
- Alambres de GaN crecidos sobre Si.
- Grafito pirolítico altamente orientado (HOPG).

Las cuales además de encontrarse caracterizadas por el fabricante o el laboratorio donde fueron desarrolladas, en su mayoría se midieron mediante el microscopio de fuerza atómica del instituto, con la ayuda del Dr. Jorge Ortega, microscopio metalográfico, microscopía holográfica digital y NSOM comercial con lo cual se tiene una mayor certidumbre de los datos que se obtuvieron.

Además de las ventajas que muestra el sistema de microscopía desarrollado, en comparación a sistemas comerciales, las mediciones realizadas en este ayudaron al entendimiento de fenómenos que ocurrieron en la caracterización de las muestras de nanolistones de grafeno y que además se presentó en la caracterización de la reflectancia que presentan estas, realizadas en el laboratorio de espectroscopia por la licenciada en física Gabriela Flores, en donde se encontraron similitudes que ayudaron a entender mejor los fenómenos presentes en las muestras.

Debido a lo que se mencionó anteriormente y a los resultados obtenidos en la caracterización de las distintas muestras, se concluye que el sistema se encuentra trabajando de una forma adecuada, con ventajas que lo hacen sobresalir de los sistemas comerciales y que aún puede sufrir ciertas adaptaciones con la finalidad de que realice un mayor número de funciones como:

- ❖ La adaptación de un láser multilínea, para poder medir espectros en diferentes longitudes de onda, sin alterar las condiciones bajo las cuales se realiza la medición.
- ❖ La colocación de un portamuestras con una celda peltier, para realizar la caracterización de muestras elevando su temperatura.
- ❖ Cambiar la punta de fibra óptica, por otra que trabaje en un mayor rango de longitudes de onda y que además cuente con un diámetro menor y de esta forma poder aumentar la resolución lateral con que cuenta el sistema.

Las características de funcionamiento del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado se muestran a continuación:

Resolución lateral mostrada: 50 nm.

Resolución mostrada en Z: 5 nm.

Área de escaneo: 6.25 cm<sup>2</sup>

Resolución de las mesas de escaneo: 0.2 nm.

Longitudes de onda usados: 638, 632.8 y 405 nm.

Apertura de la sonda: 100 nm.

## 8. Apéndice

### 8.1 Apéndice A: Fabricación de puntas de fibra óptica para el microscopio de barrido de campo cercano.

Ya que el sistema de microscopia de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, no depende de la longitud de onda del haz laser con que es iluminada la muestra, sino más bien de que la muestra y la sonda se encuentren en campo cercano y esta última tenga una apertura demasiado pequeña, lo cual en gran parte determina la resolución del sistema, ya que también existe una dependencia del sistema mecánico, para la realización del escaneo y la colocación de la sonda y la muestra en campo cercano.

Como ya se había visto en los Capítulos anteriores, se cuenta con un sistema de mesas de posicionamiento tanto micrométricas como nanométricas, las cuales brindan un avance mínimo de 200 angstroms que brindan una gran resolución al sistema desarrollado, por lo que también se planteó el desarrollo de las puntas de fibra óptica, con la finalidad de que sean usadas en el sistema como sondas para la adquisición de las señales ópticas provenientes de la muestra, las cuales tengan un diámetro de en su apertura de 100 nm o menor, para que la resolución del sistema sea mayor a la de los microscopios comerciales.

Para que la sonda tenga una apertura con un diámetro demasiado pequeño esta se debe de adelgazar, ya que su diámetro exterior es de 125  $\mu\text{m}$ , lo cual es demasiado grande para romper la resolución de los microscopios ópticos.

Uno de los métodos para el adelgazamiento de fibras ópticas es el de realizar el calentamiento de la fibra y después estirla hasta que se adelgace al diámetro requerido, esto sucede en la parte central de la fibra como se observa en la figura 274, por lo que debe de realizarse un corte en la parte central.

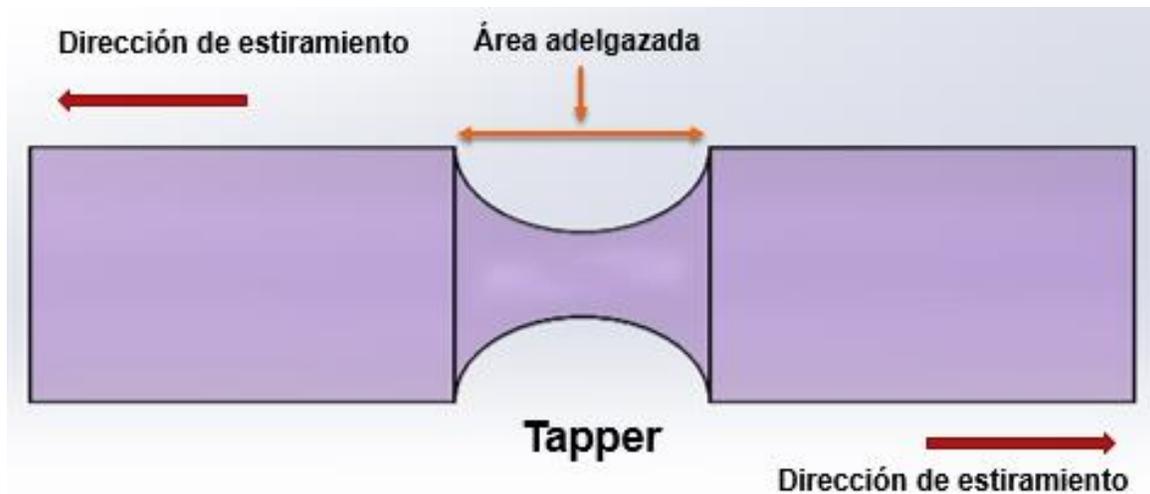


Figura 274. Fibra óptica estirada también llamada Tapper.

En el instituto se cuenta con una mesa de adelgazamiento de fibras ópticas, la cual tiene la capacidad de adelgazar estas hasta un diámetro exterior de alrededor de 3  $\mu\text{m}$ , por lo que se procedió a la fabricación de puntas de fibra óptica con un diámetro menor a los 10  $\mu\text{m}$ , a continuación se muestran algunas de las imágenes (Figs. 275 y 276), de las puntas observadas por el sistema implementado en el microscopio, en las cuales se pueden observar diversos daños, por lo cual no pueden ser usadas para la fabricación de sondas para el sistema desarrollado.

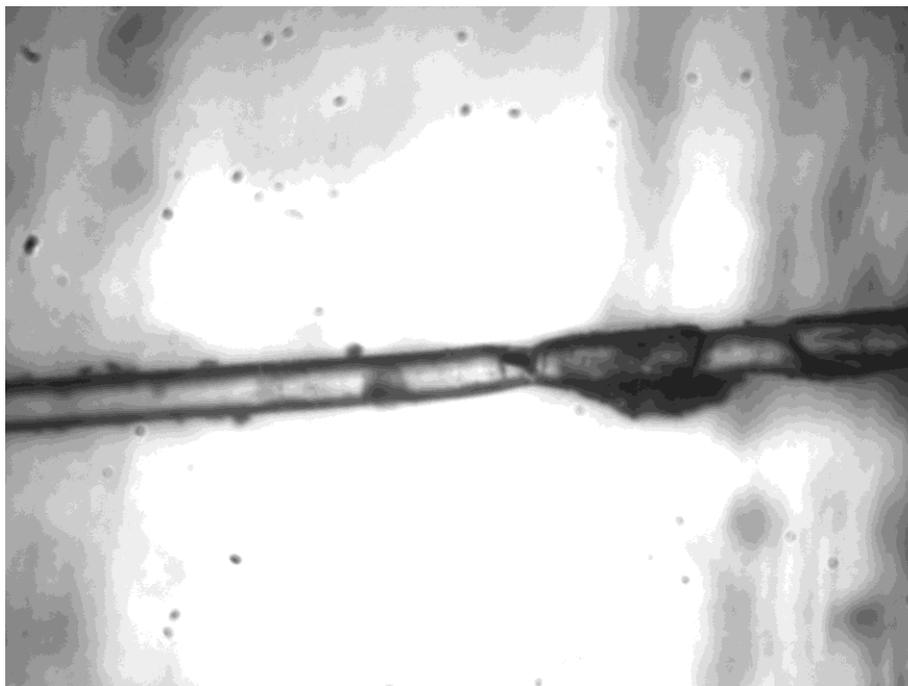


Figura 275. Fibra óptica dañada 1.

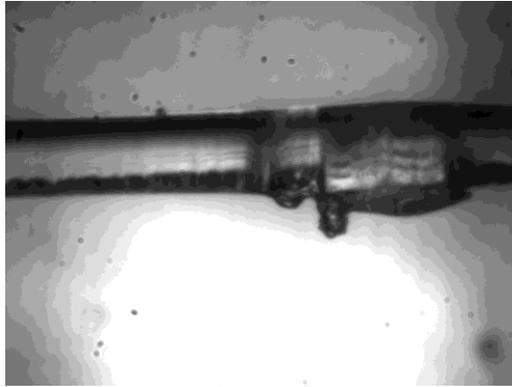


Figura 276. Fibra óptica dañada 2.

Como se puede observar en las figuras 275 y 276, algunas de las fibras que se fabricaron dentro del instituto presentan una deformación causada por la vibración que presenta la maquina con la que se estiran las fibras ópticas, de un 100% de estas solo el 25% a estos diámetros pequeños, no presentan errores de fabricación, entre los errores más comunes que se presentan se tienen los siguientes:

- Tramos de fibra óptica que presenta rupturas.
- Regiones donde se puede observar que el núcleo se encuentra roto, más sin embargo, el recubrimiento óptico se encuentra en perfectas condiciones.
- Regiones en las cuales se presentan deformaciones muy pronunciadas, como se puede observar en la figura 276.
- Regiones de adelgazamiento que no pertenecen a la cintura de la fibra óptica estrechada, lo que en ocasiones causa que exista la ruptura no precisamente en el centro de la fibra como se puede observar en la figura 277.

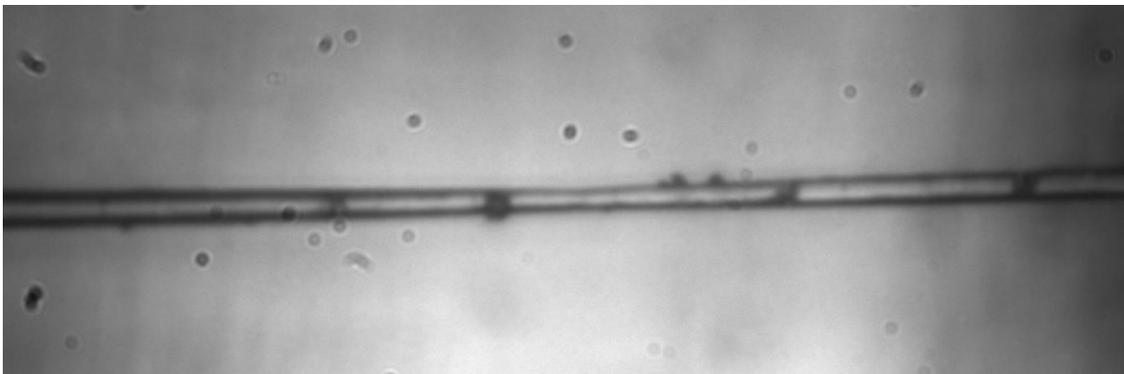


Figura 277. Fotografía de fibra óptica que presenta adelgazamiento fuera de la cintura.

Todos estos defectos se han podido observar con el sistema desarrollado que se tiene montado dentro del laboratorio de espectroscopia 2, el cual muestra una mejor resolución que el microscopio óptico, en donde la imágenes no son tan nítidas y definidas como se muestra en la figura 278.



Figura 278. Fibra óptica observada con el microscopio.

Del 25% de las fibras ópticas estrechadas, que no presentaban deformaciones o algún defecto en su fabricación solo un 17% se puede usar como punta, para realizar mediciones, ya que aproximadamente un 8% se pierde por un mal corte (clivado), por lo que esta técnica se vuelve ineficiente además de que el diámetro de la punta debe de ser mucho menor, en la figura 279 se puede observar la fotografía tomada a una punta de fibra óptica, a la cual se le realizo un clivado correcto. El realizar un clivado correcto permite que los fotones sean conducidos por la fibra óptica de manera adecuada sin tener el problema de conducir haces que provienen de reflejos, además se tendrá una buena transmisión de estos.

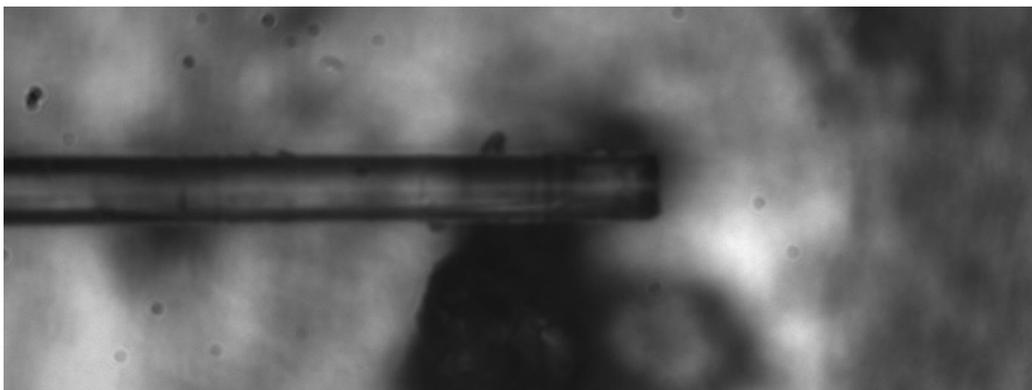


Figura 279. Punta de fibra óptica con un buen clivado.

Otra de las técnicas para el adelgazamiento de fibras ópticas para el desarrollo de sondas es el adelgazamiento por medio de ataque químico con ácido fluorhídrico y un solvente.

Esta técnica consiste en llevar a cabo la realización de una solución de ácido fluorhídrico, con una concentración específica, a la cual se le agrega un solvente (alcohol isopropílico, aceite mineral, aceite de silicona, octanol, etc.), esta solución no se mezcla por lo que el ácido fluorhídrico se mantiene en el fondo y el solvente se encuentra en la superficie, siendo que al momento de introducir la fibra óptica sin su recubrimiento plástico, en la interface entre los dos químicos se forma un menisco como se ilustra en la figura 280, esto debido a la tensión superficial de los dos componentes, este menisco es el que le da forma a la punta de la fibra óptica.

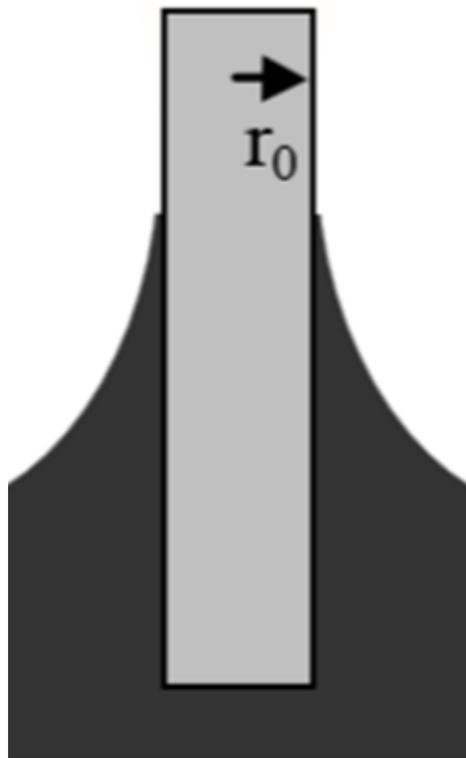


Figura 280. Menisco formado en la interface.

El principio de la formación de la punta de fibra óptica por ataque químico se debe a la forma cónica que se obtiene por la disminución regular de la altura del menisco relacionado con una disminución del diámetro de la punta, lo cual se puede observar en la figura 281.

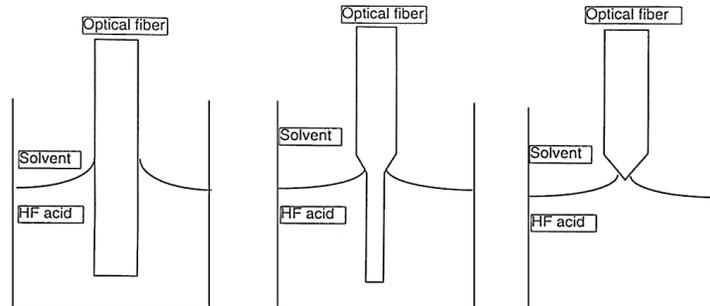
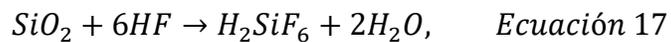


Figura 281. Disminución de diámetro de la punta. [99]

El que la disminución en el diámetro de la punta sea constante es debido a que existe muy poca concentración de material desprendido de la fibra óptica, en comparación con la concentración de la solución, esto se puede observar en la reacción química entre la solución y el material desprendido de la fibra óptica en la formación de la punta. [97]



La concentración de material residual de la punta de fibra óptica dentro de la solución es de menos del 1%, por lo que esto nos asegura que la disminución del diámetro de la punta va a ir disminuyendo de manera constante, generalmente la concentración del ácido fluorhídrico es del 49.5%, diluido en agua, pero en el instituto solo se cuenta con ácido fluorhídrico con una concentración del 40%, se realizaron pruebas con aceite de silicona y aceite mineral como solvente, en la figura 282, se pueden observar dos recipientes con la solución preparada para la fabricación de puntas de fibra óptica, en esta figura en el recipiente de la derecha se puede observar claramente la interfaz entre el ácido fluorhídrico y el aceite mineral.



Figura 282. Soluciones preparadas para el adelgazamiento de fibra óptica.

Ya que la fibra óptica tiene que estar sumergida por largos periodos de tiempo dentro de la solución, sin tener movimiento alguno se diseñó y fabricó una base especial en la cual se pudieran sostener las fibras de forma vertical, en la cual además se puede ajustar la altura de sumersión de estas, por lo que se obtuvo el siguiente resultado físico mostrado en la figura 283.



Figura 283. Base fabricada para la colocación de fibras ópticas y su adelgazamiento.

Esta base fabricada, tiene las siguientes características:

1. Se puede ajustar la altura, para determinar la longitud de fibra óptica sumergida en la solución.
2. Ajuste de ángulo horizontal, mediante el cual se asegura que la fibra se encuentre muy cerca o en el centro del recipiente, de forma que no llegue a estar en los límites del recipiente formando meniscos no deseados.
3. Ajuste de ángulo vertical, con el cual tenemos la seguridad de que las fibras se encuentran totalmente verticales y no se formaran deformaciones en esta por una mala colocación.

Una vez realizado el sistema se procedió a la colocación de las puntas de fibra óptica en la base y a su sumersión dentro de las soluciones de ácido fluorhídrico, las cuales se colocaron dentro de una campana de extracción de vapores, donde se pudo observar que no se encuentra totalmente regular la superficie y tiene algunos desniveles, provocando que las puntas fabricadas tuvieran algunas deformaciones, como las mostradas en las figuras 284 a 286, por lo cual se procedió a nivelar la base y los recipientes de las soluciones como se muestra en la figura 268, con la finalidad de obtener mejores resultados.

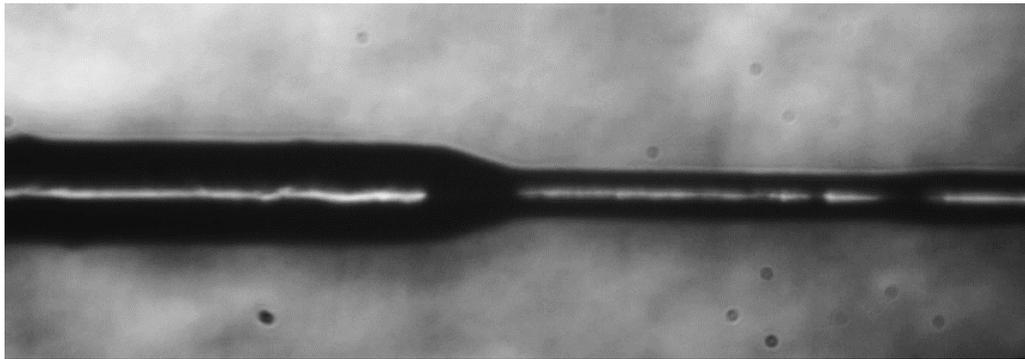


Figura 284. Fibra óptica sumergida en ácido fluorhídrico y aceite de silicona.

En la figura 284 se puede observar claramente que se comienza a formar la punta debido al adelgazamiento continuo, pero sin terminar, esta imagen fue obtenida con el mismo instrumento virtual que se había desarrollado anteriormente, por lo que no fue necesario acudir a un microscopio.

La figura 285 muestra la punta de fibra obtenida mediante se sumersión en ácido fluorhídrico y aceite mineral, en ella se puede observar claramente que el adelgazamiento se llevó a cabo de forma completa, por lo que se llegó a la conclusión de que con diferentes solventes, se forma un menisco diferente, aun estando las puntas de fibra óptica sumergidas el mismo tiempo y bajo las mismas condiciones.

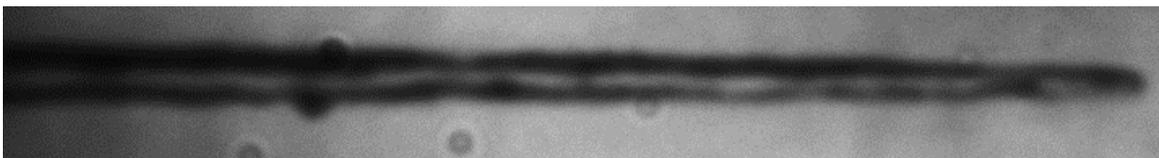


Figura 285. Fibra óptica sumergida en ácido fluorhídrico y aceite mineral.

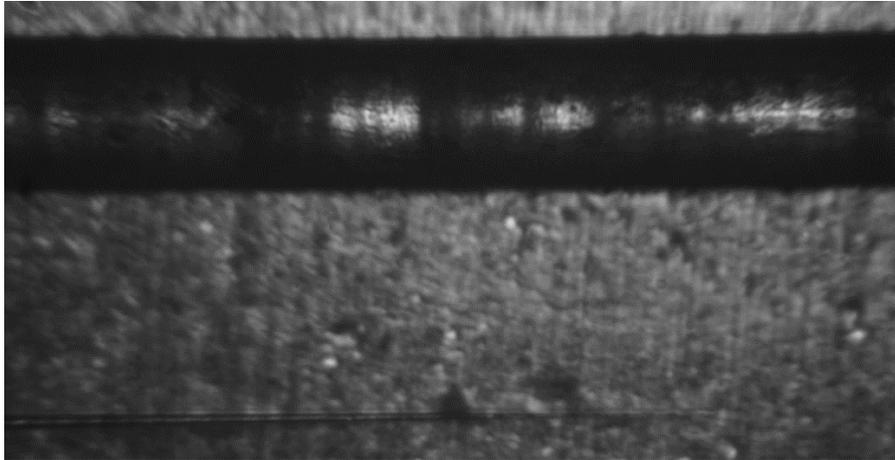


Figura 286. Comparación entre fibra óptica sin adelgazar y fibra óptica adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite mineral.

Como se puede observar en la figura 286, existe una gran diferencia en los diámetros de las fibras ópticas, por lo cual se llega a la conclusión de que esta técnica es favorable para el desarrollo que se está realizando ya que:

- ❖ La longitud de adelgazamiento es muy pequeña.
- ❖ Solo se necesitan 12 cm de fibra óptica para la fabricación de una punta.
- ❖ El tiempo de fabricación es menor comparado con la técnica de calentamiento y estiramiento
- ❖ La vibración no destruye la punta, ya que no es muy larga.
- ❖ No se presentan deformaciones en el núcleo debidas al estiramiento.



Figura 287. Sistema de adelgazamiento de puntas de fibra óptica nivelado.

Una vez realizada la nivelación se procedió a la fabricación de nuevas puntas de fibra óptica adelgazadas por medio de ataque químico mediante el sistema de adelgazamiento desarrollado (Fig. 287), con las soluciones preparadas de ácido fluorhídrico-aceite mineral y ácido fluorhídrico-aceite de silicona, obteniéndose los siguientes resultados:

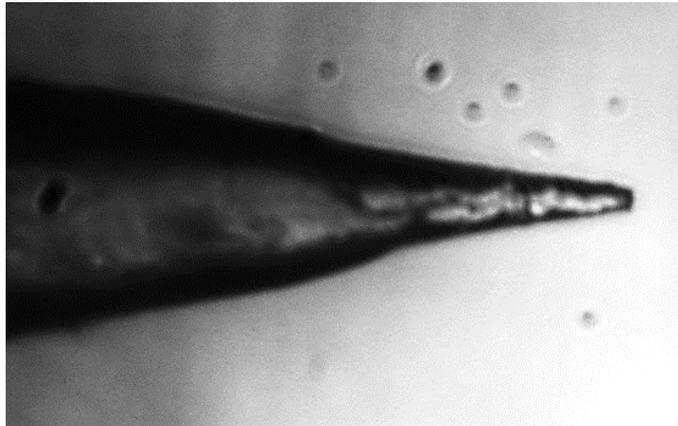


Figura 288. Primera prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite de silicona.

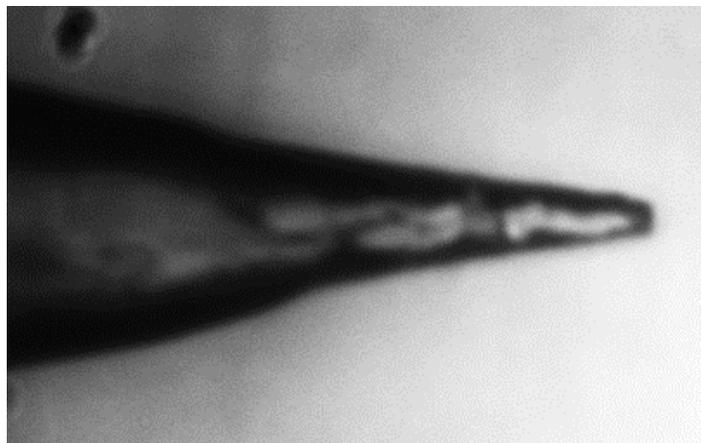


Figura 289. Segunda prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite de silicona.

Realizando una comparación entre la primera y la segunda prueba, realizada con ácido fluorhídrico y aceite de silicona, se puede observar mucha similitud, lo que nos indica que este proceso se puede repetir, lo cual es importante ya que se podrán fabricar varias puntas bajo las mismas características, utilizando las mismas condiciones de ataque químico.

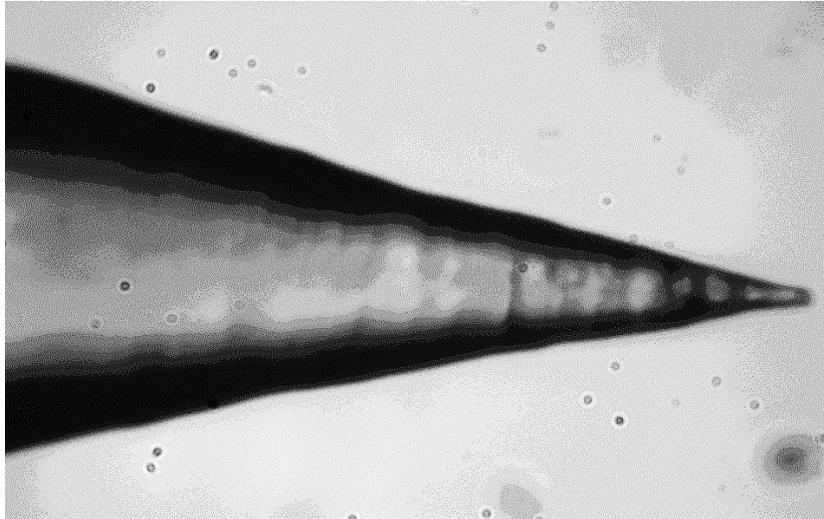


Figura 290. Primera prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite mineral.

Si se realiza una comparación entre las puntas fabricadas con ácido fluorhídrico-aceite de silicona (figuras 288 y 289) y ácido fluorhídrico-aceite mineral (figura 290 y 291), se puede observar claramente que tienen una mejor terminación las últimas.

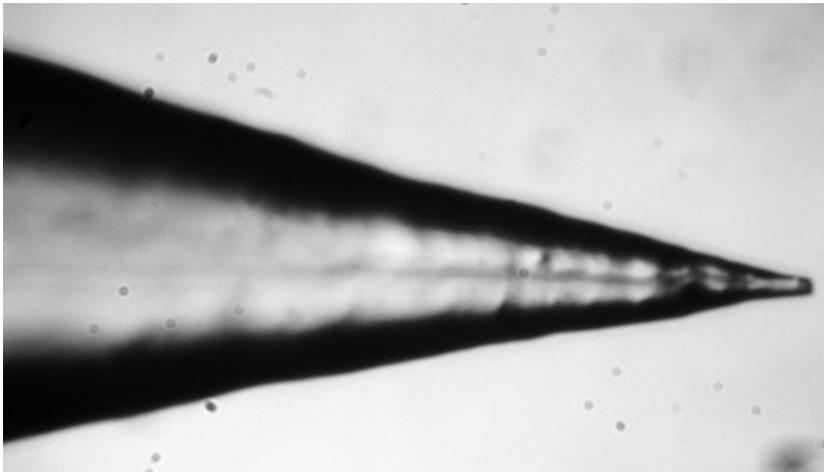


Figura 291. Segunda prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite mineral.

Para la caracterización de las puntas de fibra óptica desarrolladas, ya se contaba con el instrumento virtual nombrado “sistema de medición óptico”, visto en los Capítulos anteriores, el cual controla la cámara CCD y las mesas de posicionamiento XYZ, para la focalización de las puntas que se desean caracterizar, además nos indica que diámetro tienen estas mediante el procesamiento de

imagen, a continuación se muestra la caratula del instrumento virtual desarrollado (Fig. 292):

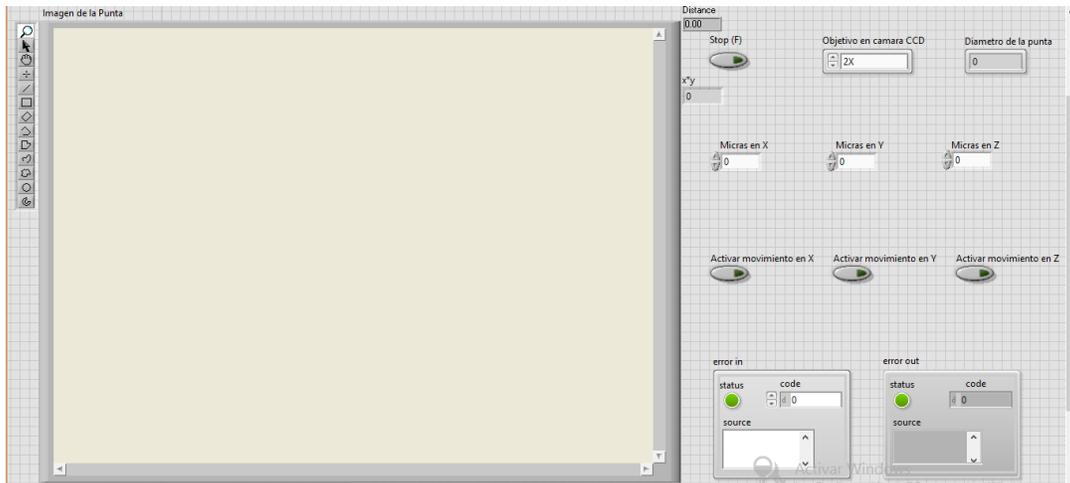


Figura 292. Panel frontal del instrumento desarrollado para la caracterización de puntas de fibra óptica.

Para la caracterización correcta de las puntas de fibra óptica fabricadas, se calibro el instrumento virtual desarrollado mediante el uso de un pin hole con un diámetro de  $12.5\mu\text{m}$  (Fig. 293), obteniéndose como resultado un diámetro de  $12\mu\text{m}$ , ya que el sistema no se encontraba preparado para medir fracciones, lo que fue un resultado excelente, ya que se comprueba que el instrumento virtual desarrollado funciona de forma adecuada, solo se tenía que realizar la modificación necesaria para que el programa pudiese medir fracciones de micrómetros.

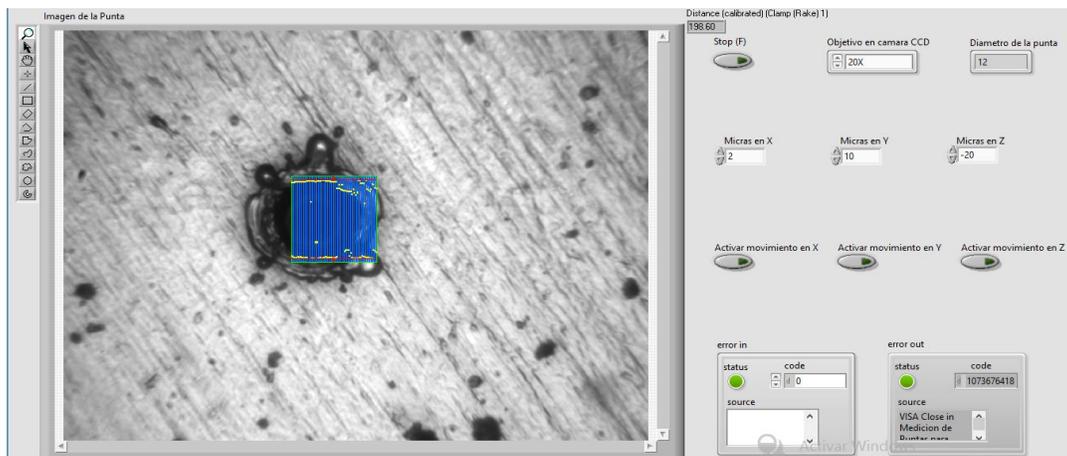


Figura 293. Imagen del panel frontal del instrumento virtual desarrollado, en el la medición de un pin hole de  $12.5\mu\text{m}$  de diámetro.

Ya que las puntas desarrolladas llegan a tener diámetros menores a  $12.5\mu\text{m}$  se realizó la calibración mediante el uso de rejillas de difracción, las cuales cuentan con 600 y 1200 líneas por milímetro, es decir cada línea tiene un ancho de  $1.66\mu\text{m}$  y  $0.833\mu\text{m}$ , lo suficiente para poder calibrar el instrumento, con el cual se obtuvieron los resultados obtenidos en las figuras 294 y 295.

En la figura 294, se puede observar la rejilla de difracción reflejante medida con el instrumento virtual modificado, para la obtención de una mejor definición en las medidas proporcionadas y nos indica, que el ancho de la línea es de  $1.63\mu\text{m}$ , es decir que solo tiene un error en la medición de 30 nanómetros aproximadamente, esto resulta muy importante, ya que resoluciones menores son muy difíciles de conseguir debido a que se utilizan objetivos de microscopio, los cuales se encuentran limitados por el fenómeno de difracción, por lo que se realizó, esta misma experimentación pero ahora con la rejilla de difracción reflejante de 1200 líneas por milímetro.

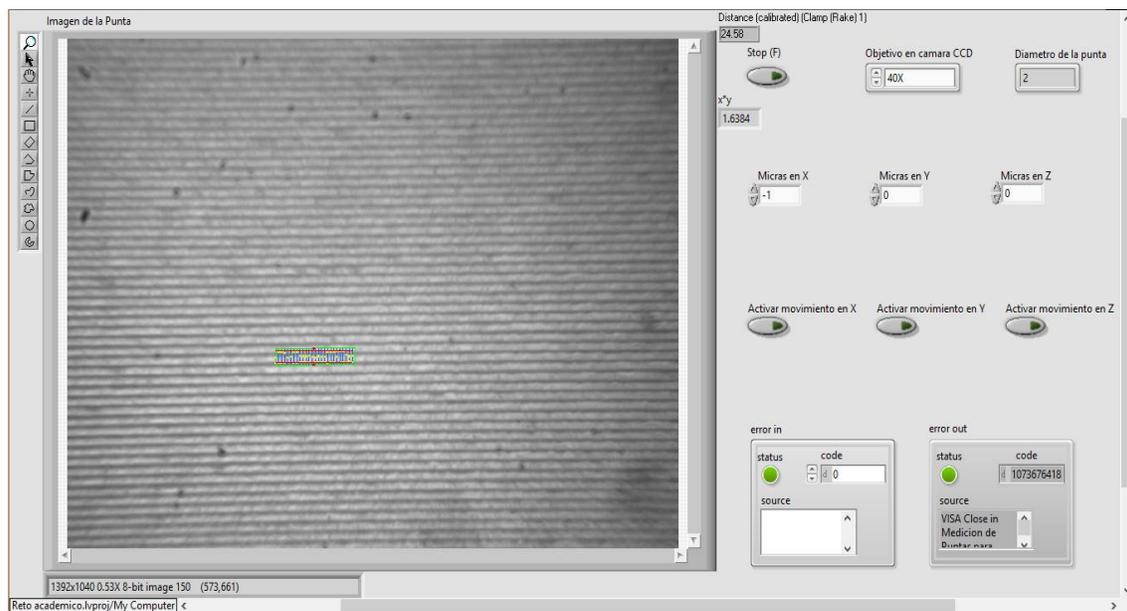


Figura 294. Panel frontal con medición de rejilla de difracción de 600 líneas por milímetro.

En la figura 295 se puede observar que la calibración del instrumento ha sido llevada a cabo de forma correcta, ya que en la medición realizada por este instrumento virtual se puede verificar que el ancho medido de las líneas es de  $0.866$

$\mu\text{m}$ , mientras naturalmente debería de ser de  $0.833 \mu\text{m}$ , lo que nos vuelve a indicar que tenemos un error aproximado de 30 nanómetros en la medición, al ser esto constante se puede corregir, aunque de momento podría considerarse despreciable, pues las características ópticas del instrumento, no permiten tener resoluciones ópticas mayores.

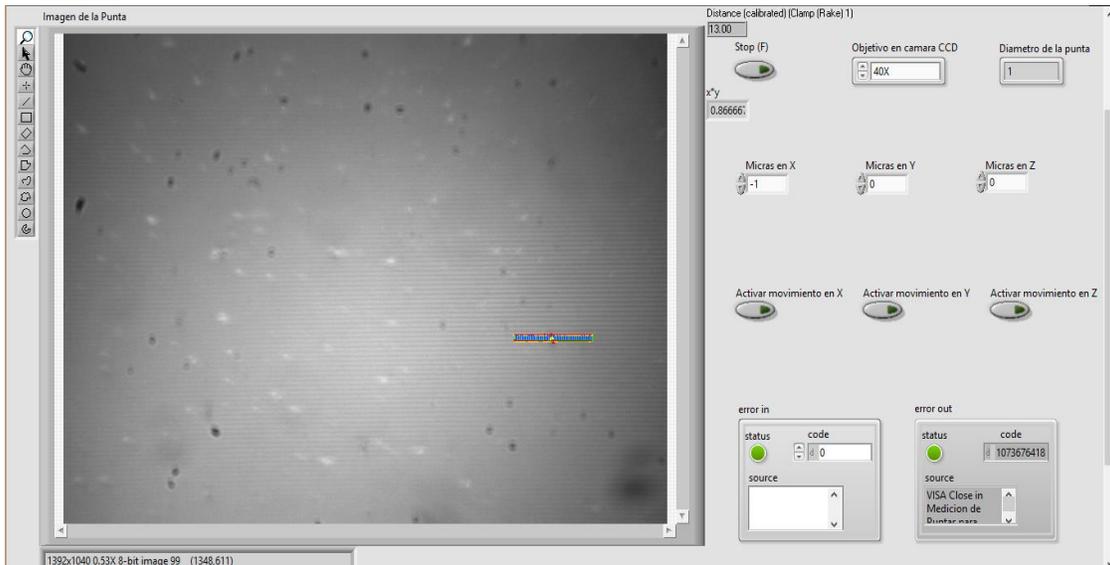


Figura 295. Panel frontal con medición de rejilla de difracción de 1200 líneas por milímetro.

Una vez calibrado el instrumento se procede a la medición de las puntas de fibra óptica y algunos de los resultados obtenidos se muestran en las figuras 296 y 297.

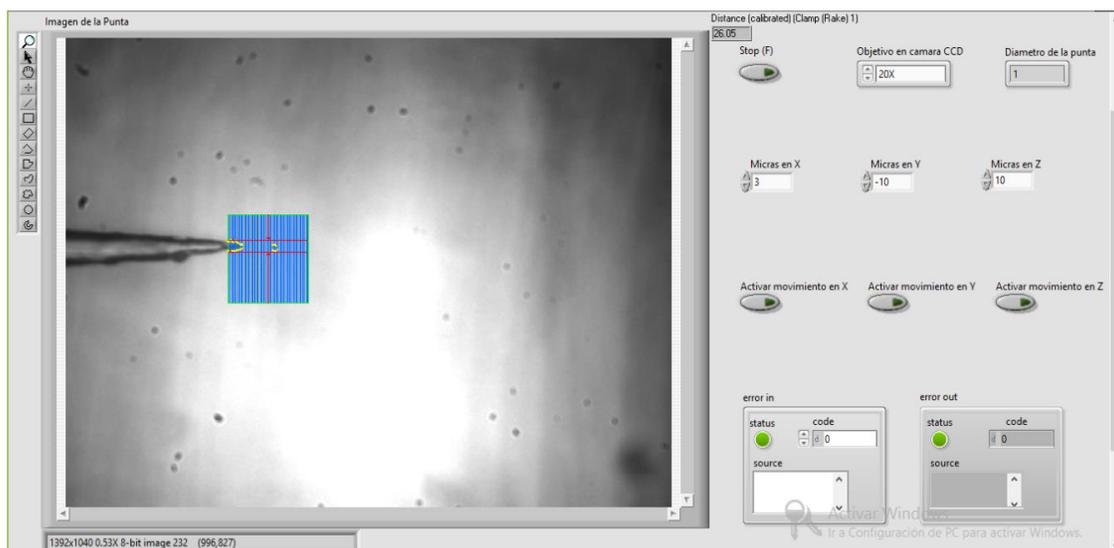


Figura 296. Panel frontal en la medición de punta con diámetro  $< 1 \mu\text{m}$ .

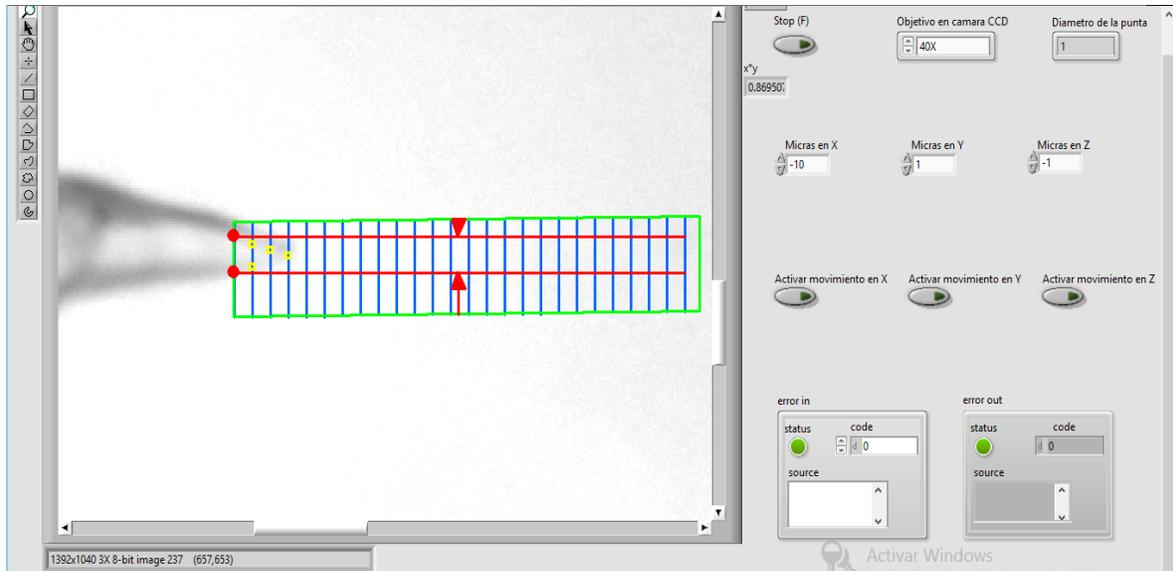


Figura 297. Panel frontal en la medición de punta con diámetro <math>< 1\mu\text{m}</math>.

En la figura 297 se puede observar claramente que la punta llega a tener un diámetro menor al medido, solo que ya no se puede apreciar claramente, la distancia medida entre las líneas rojas es de  $0.869\mu\text{m}$ , por lo tanto se puede observar a simple vista que la punta de fibra óptica puede tener un diámetro de menos de 100 nanómetros, lo cual ya no se puede resolver con el instrumento desarrollado, pero mediante el cual podemos comprobar claramente, que las puntas de fibra óptica fabricadas, tienen diámetros muy pequeños y que la técnica aplicada es la correcta, teóricamente el diámetro de la punta debe de ser de 50 nm.

Una vez realizada la caracterización de las puntas de fibra óptica se realizó la tabla 8, en la que se muestra la temperatura, tiempo y diámetro de algunas de ellas.

Ya que con esta técnica la fibra pierde su recubrimiento óptico, el núcleo queda descubierto, por lo que la fibra deja de guiar la luz, para que esto no suceda se tiene que realizar un recubrimiento mediante la evaporación de aluminio o de algún otro metal (se eligió aluminio por su disponibilidad y baja temperatura de evaporación), para que exista una diferencia entre el índice de refracción del núcleo y el recubrimiento de forma que la luz nuevamente se guíe por la fibra, la evaporación se llevó a cabo dentro del laboratorio de química del instituto

Concentración	Temperatura	Tiempo	Diámetro
40%	14°	60 min	< 1µm
40%	16°	63 min	< 1µm
40%	19°	72 min	< 1µm
40%	20°	74 min	< 1µm
40%	25°	80 min	< 1µm
40%	13°	50 min	1 µm
40%	16°	52 min	1 µm
40%	17°	55 min	1 µm
40%	20°	62 min	1 µm
40%	25°	68 min	1 µm
40%	12°	48 min	2 µm
40%	15°	54 min	2 µm
40%	18°	56 min	2 µm
40%	21°	59 min	2 µm
40%	23°	64 min	2 µm

Tabla 8. Caracterización de puntas de fibra óptica fabricadas.

Uno de los cuidados que se tiene que tener al realizar el recubrimiento de la fibra óptica con aluminio, es que este no tape la punta, la cual servirá, para recolectar los fotones del haz laser cuando se estén midiendo las muestras, por lo que es importante cuidar la altura a la que se coloca la punta de fibra óptica dentro de la evaporadora como se muestra en la figura 298.

Una vez colocada la punta de fibra óptica, se procedía a cortar la cantidad de aluminio foil que se evaporaría, se pone en la resistencia de tungsteno, la cual sirve para realizar el calentamiento del aluminio hasta su evaporación, la cual sucede alrededor de los 600° centígrados, una vez que se encuentre colocado todo en su

lugar, se pone la campana de vacío y se encienden la bombas, las cuales comienzan a sacar el aire que se encuentra dentro generando el vacío.



Figura 298. Colocación de la punta de fibra óptica.

Una vez colocada la punta de fibra óptica, se procede a cortar la cantidad de aluminio foil que se evapora, se coloca en la resistencia de tungsteno, la cual sirve para realizar el calentamiento del aluminio hasta su evaporación, esto sucede alrededor de los 600° centígrados, una vez que se encuentra colocado todo en su lugar, se posiciona la campana de vacío y se encienden la bombas, las cuales comienzan a sacar el aire que se encuentra dentro de esta generando el vacío necesario.

Para que el sistema funcione correctamente se debe de llenar un depósito con nitrógeno, el cual sirve para enfriar la evaporadora y esta no alcance temperaturas muy altas que lleguen a dañar otros componentes, una vez alcanzada la presión de vacío que se requiere, se enciende la fuente de la resistencia de tungsteno, la cual aplica una corriente de 25 amperes a esta, haciendo que se caliente hasta evaporar el aluminio, este proceso de evaporación tiene una duración de unos cuantos

segundos hasta un par de minutos, una vez realizada la evaporación se procede a apagar la fuente, esperar que la resistencia se enfríe, apagar las bombas de vacío y abrir la llave que nos permita el paso del aire hacia la campana, por lo que la presión baja y se puede retirar la campana y la fibra óptica con el recubrimiento de aluminio.



Figura 299. Proceso de evaporación de aluminio.

Después de haber evaporado aluminio (Fig. 299) a la punta de fibra óptica se procedió, a la observación de esta en el laboratorio de espectroscopia 2, en el sistema de alta resolución basado en el efecto de campo cercano mediante el uso de la cámara CCD, con el instrumento virtual desarrollado para la caracterización de las sondas.

En las primeras evaporaciones de aluminio que se llevaron a cabo, solo se recubría una de las caras de la fibra óptica, por lo que era necesario realizar una segunda evaporación a la misma fibra de manera que esta quedara totalmente recubierta, pues de no ser así, se tendría una fuga de fotones o transmisión de reflejos o haces

provenientes del medio ambiente hacia el multiplicador, mediante lo cual no se podría apreciar la morfología de la muestra que se estuviera midiendo.

A continuación se muestran algunos resultados obtenidos de las evaporaciones realizadas.



Figura 300. Primera evaporación.

La evaporación mostrada en la figura 300, fue la primera realizada, por lo que se puede observar que se encuentra totalmente deforme y que debido a las dos evaporaciones de aluminio que se le realizaron, tiene de un lado una mayor concentración, por lo que en las siguientes evaporaciones realizadas se midió la cantidad de aluminio a evaporar, aun así se realizaron algunos intentos fallidos, pues también se tiene que medir la altura a la cual se coloca.



Figura 301. Fibra con suciedad incrustada.

Otro de los factores que influyen, para que las puntas de fibra óptica tengan otro acabado, es que se encuentren sucias, con pelusas o polvo como la mostrada en la figura 301, en la cual se observa que se realizó un buen recubrimiento de aluminio, pero que partículas de suciedad quedaron incrustadas en la punta, esta fibra puede ser considerada para realizar mediciones.

Para evitar este problema se decidió realizar la fabricación de las puntas mediante el adelgazamiento por ácido e inmediatamente proceder a realizar el recubrimiento de esta con aluminio, de manera que la fibra óptica no se llenara de polvo o se contaminara con algún elemento no deseado.

En las figuras 302 y 303 se muestran algunos resultados de las mejores evaporaciones de aluminio para el recubrimiento de las puntas de fibra óptica, para lo cual se midió la altura a la que se colocaron las fibras y la cantidad de aluminio que se evaporó.

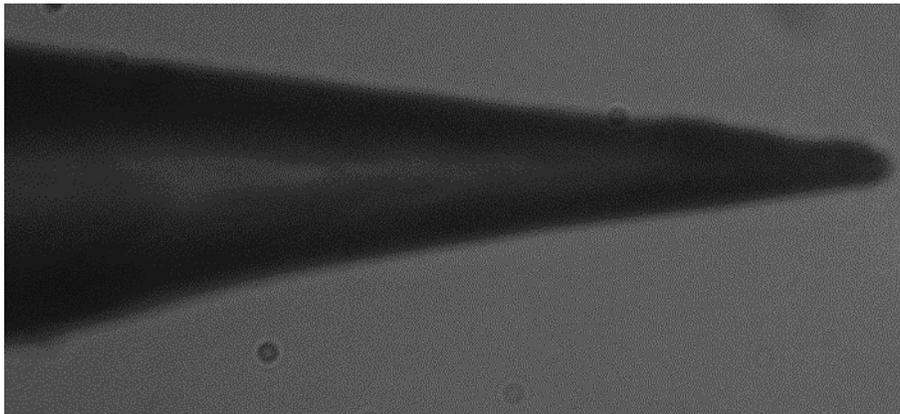


Figura 302. Punta de fibra óptica mejores resultados.

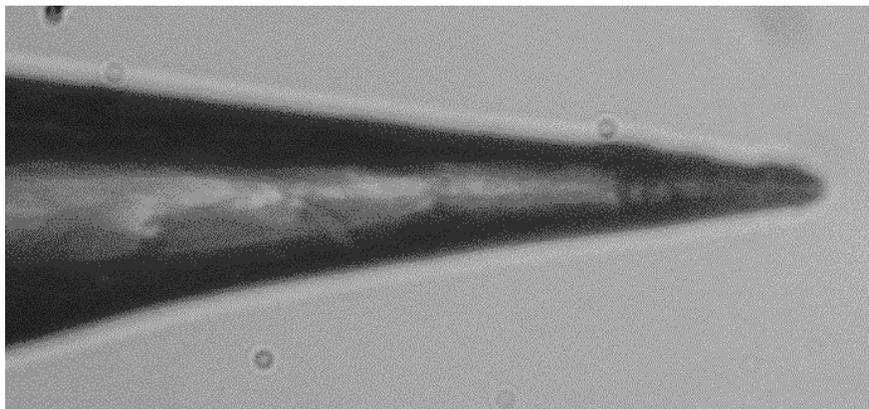


Figura 303. Punta de fibra óptica mejores resultados 2.

De los resultados obtenidos se puede realizar una comparación como se muestra en las figuras 304 y 305, en ellas se puede observar la gran similitud en el acabado final que tienen las fibras ópticas, lo que muestra que los resultados obtenidos, son de buena calidad.

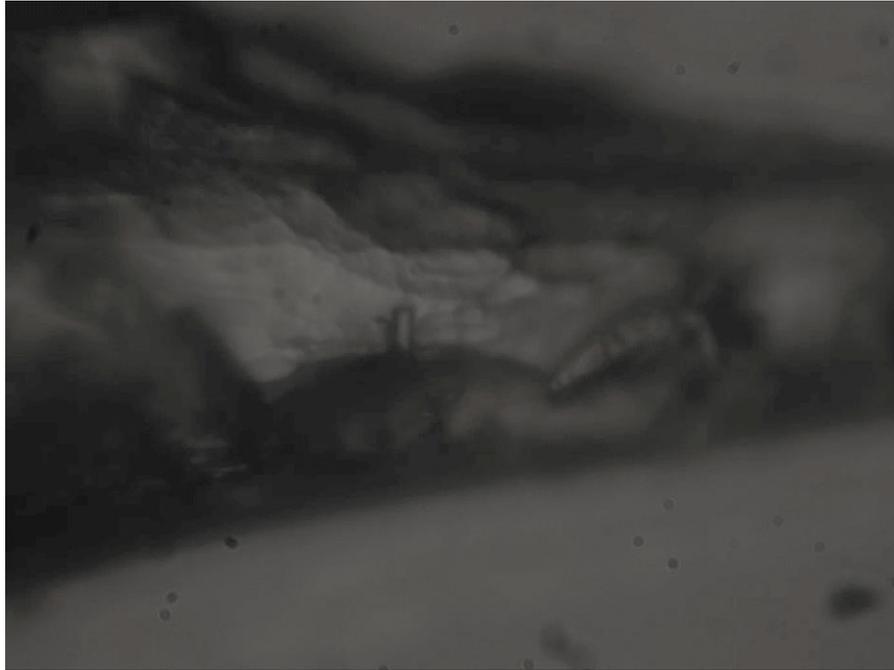


Figura 304. Acabado de la punta de fibra óptica desarrollada.

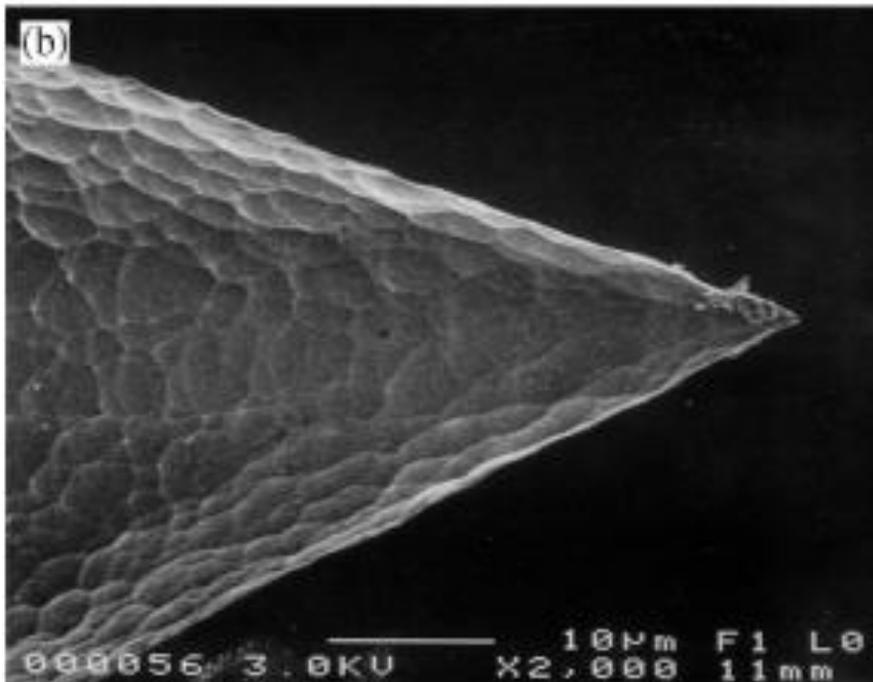


Figura 305. Acabado de punta de fibra óptica visto mediante SEM. [97]

## 8.2 Apéndice B: Manual de operación

En este Capítulo se realiza la explicación de funcionamiento y puesta en marcha del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado, para ver el funcionamiento específico de cada uno de los sistemas que lo conforman, es necesario realizar la revisión del Capítulo 4, donde se detalla el software desarrollado para el control de cada instrumento de forma individual.

Antes de realizar la explicación por pasos de la puesta en marcha del sistema hay que tener en cuenta las siguientes consideraciones importantes para no dañar alguno de los componentes:

- Mientras se encuentre encendida la iluminación del laboratorio, debe de encontrarse cerrado el iris que se encuentra en el porta fotomultiplicador, ya que con esto se evita que la fibra óptica guíe una cantidad excesiva de luz hacia el detector y por consiguiente lo dañe.
- Antes de encender cualquier instrumento es importante verificar que el cabezal del modulador fotoelástico se encuentre conectado a su controlador, ya que de no ser así, este último sufre daños.
- Al inicio y al final de cada caracterización es aconsejable alejar la muestra de la punta, una distancia considerable, ya que si estas se encuentran aún en campo cercano, si existe el movimiento involuntario o por error de la base magnética que sostiene la sonda, esta se puede dañar, ya que la separación solo es de unos cuantos nanómetros.
- Mientras se encuentre encendida la iluminación del laboratorio es aconsejable que no se encienda el amplificador Lock-IN, ya que su entrada de voltaje máxima es de un volt y en caso de saturarse el fotomultiplicador su fuente da una salida máxima de hasta 15 volts, provocando que se dañe el amplificador.
- Antes de apagar o realizar una nueva caracterización, la sensibilidad del amplificador Lock-IN debe de encontrarse en el rango máximo y preferentemente desconectar el cable de entrada.

- Al igual que la iluminación del laboratorio los rayos del sol afectan la caracterización de la muestra, por lo que deben de mantenerse las cortinas cerradas, además que evitan las corrientes las corrientes de aire
- Tratar de no estar entrando y saliendo del laboratorio mientras se realiza la caracterización de las muestras, pues esto provoca que exista ruido tanto de corrientes de aire como de vibraciones causadas por movimientos bruscos o golpes a la mesa.
- El mover alguno de los componentes ópticos que se utilizan para que el haz laser tenga polarización y modulación, significa que se tendrá que realizar nuevamente la alineación, ya que de no ser así las diferencia entre las polarizaciones “S” y “P”, no será la correcta arrojando datos erróneos de RD.
- Se aconseja que al terminar de usar el equipo se apaguen los láseres del microscopio de barrido de campo cercano, ya que tienen un determinado tiempo de vida y esto los acorta, al igual que el modulador fotoelástico, cuyo cristal activo se deteriora.
- Las fuentes de voltaje se encuentran calibradas a los voltajes, que requieren los sistemas que se encuentran alimentando, por lo que modificar estos voltajes dañarían de inmediato a tales sistemas.

Los pasos a seguir para poder realizar la caracterización de la reflectancia y RD de una muestra son los siguientes:

Paso 1. Encender la computadora de control, pues mediante esta se realizara la manipulación de cada uno de los sistemas que conforman el microscopio de barrido de campo cercano desarrollado.

Paso 2. Encender los controladores de las mesas de movimiento micrométrico, con la finalidad de poder desplazar, la base donde se colocara la muestra para su caracterización.

Paso 3. Abrir mediante el software LabVIEW, el proyecto titulado “nanometro”, con lo cual se abrirá la ventana que se muestra en la figura 306, en la cual se encuentran ordenados todos los instrumentos virtuales desarrollados mediante carpetas.

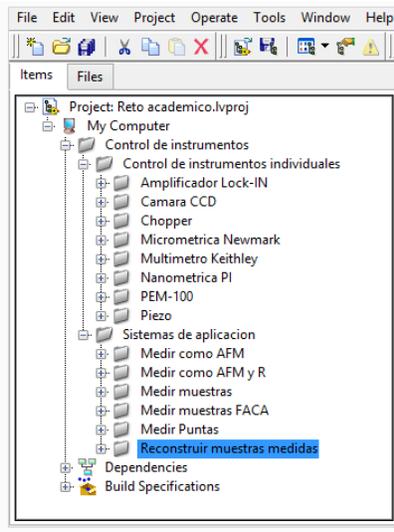


Figura 306. Ventana del proyecto desarrollado.

Paso 4. En la ventana abierta se puede seleccionar el control individual de los instrumentos si se requiere manipular por separado uno de ellos en particular o en caso de requerir realizar control de los sistemas ya programados se pueden seleccionar de la carpeta nombrada “Sistemas de aplicación”, ya que se debe realizar la colocación de la muestra, es necesario abrir el instrumento virtual de “Movimiento micrométrico XYZ” (Fig. 307), con lo cual se puede manipular el desplazamiento de las mesas donde se colocara la muestra de tal forma que al colocarla no se dañe la sonda.

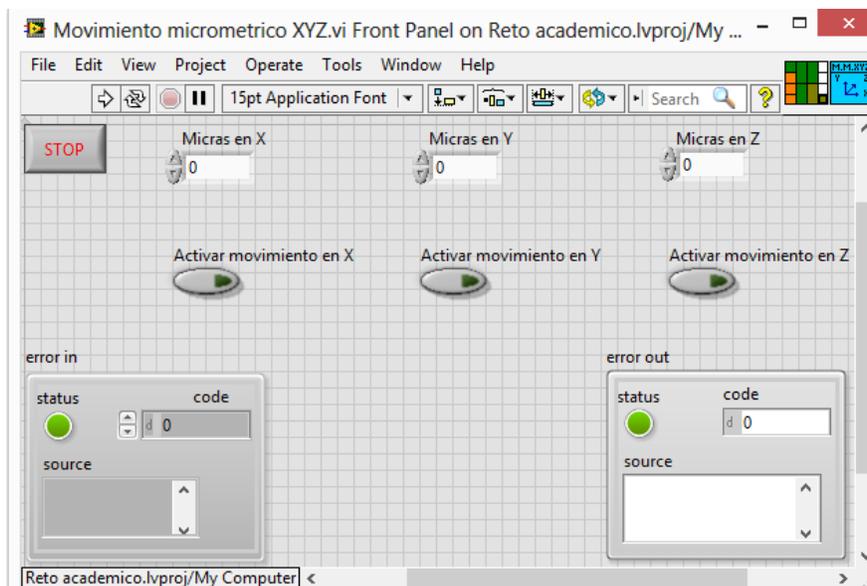


Figura 307. Panel Frontal del VI “Movimiento micrométrico XYZ”.

Paso 5. Una vez que se tiene abierto el instrumento virtual, se aleja el portamuestras de la punta de fibra óptica, realizando la activación del eje Z, hasta que exista una separación considerable, para que se pueda llevar a cabo la colocación de la muestra sin dañar la sonda, se recuerda que el movimiento realizado es absoluto por lo que valores negativos alejaran la muestra de la sonda, mientras positivos las acercaran.

Paso 6. Se realiza la colocación de la muestra con la orientación deseada, esta puede cambiarse aun cuando la muestra es colocada, ya que la parte superior del portamuestras tiene la capacidad de girar, sin embargo se recomienda que la rotación se realice existiendo una separación de unas cuantas micras.

Paso 7. Ya que se colocó la muestra se puede encender la cámara CCD, junto con la lámpara de leds desarrollada, para poder acercar la muestra y la sonda sin que lleguen a entrar en contacto, para lo cual es necesario encender la fuente a la cual están conectados estos instrumentos, que se trata de una Kepco Power Supply (Fig. 308), la cual ya se encuentra calibrada al voltaje necesario.



Figura 308. Fuente de voltaje Kepco Power Supply.

Paso 8. Abrir el software de control de la cámara CCD (Fig. 309), el cual se encuentra en la carpeta de control de instrumentos, dentro de la subcarpeta titulada Camara CCD, esto con la finalidad de poder visualizar el acercamiento de la muestra y la sonda, sin que estas entren en contacto y se lleguen a dañar.

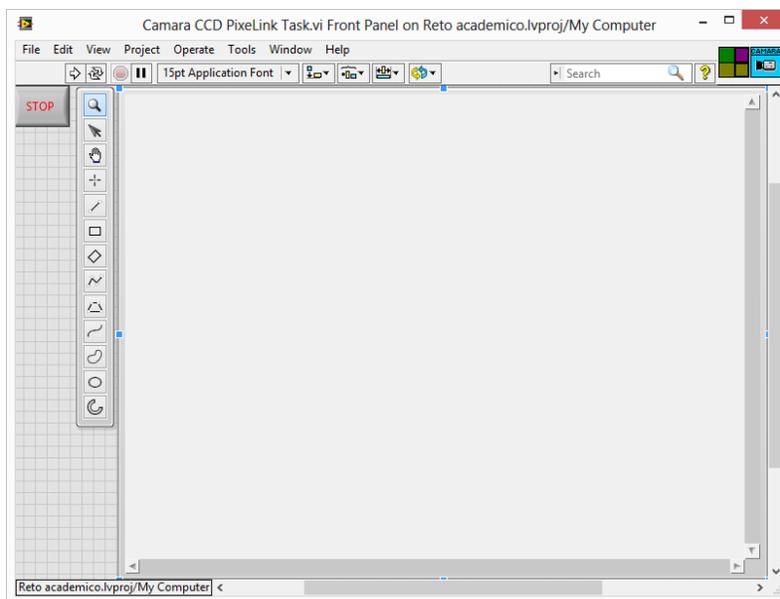


Figura 309. Panel Frontal del VI “Camara CCD”.

Paso 9. Visualizando la imagen obtenida en tiempo real de la cámara CCD, acercar la muestra y la punta de fibra óptica, hasta encontrarse a unas cuantas micras de separación.

Paso 10. Encender el láser mediante el cual se llevara a cabo la iluminación de la muestra, para el desarrollo del microscopio de barrido de campo cercano se han utilizado dos tipos diferentes láseres uno de color rojo cuya longitud de onda es de 638 nm y uno de color azul con longitud de onda 405 nm, cada uno de ellos cuenta con su propia fuente que solo hay que energizar conectándola a un contacto de 120 VCA.

Paso 11. Verificar que la sonda se encuentre en el vértice del ángulo formado por el haz incidente y reflejado que forma el láser con el cual se ilumina la muestra, que como ya se había mencionado anteriormente esto nos brindara que las mediciones realizadas tengo una mejor amplitud y no sean tan ruidosas, en caso de que esto no sea así, se deberá de ajustar la posición del láser.

Paso 12. Encender el controlador de las mesas de movimiento nanométricas y el láser mediante el cual se ilumina la punta de fibra óptica, para generar el patrón de difracción, mediante el cual se detecta la frecuencia de vibración de la punta de fibra óptica.

Paso 13. Realizar el encendido de la fuente controladora del piezoeléctrico (Fig. 310), mediante el cual se brinda la frecuencia de vibración de la sonda, la palanca del interruptor encontrándose hacia abajo enciende la fuente, mientras la posición de arriba es para apagarla.



Figura 310. Fuente para el control del piezoeléctrico.

Paso 14. Ya que la fuente se encuentra conectada a la tarjeta NI myDAQ, la cual nos permite, la generación de distintos tipos de señales con frecuencias y amplitudes específicas, es necesario abrir el software para su control, lo cual se lleva a cabo abriendo el software NI Launcher, el cual se muestra en la figura 311, de donde se seleccionara la opción de NI ELVISmx for NI ELVIS & NI myDAQ.

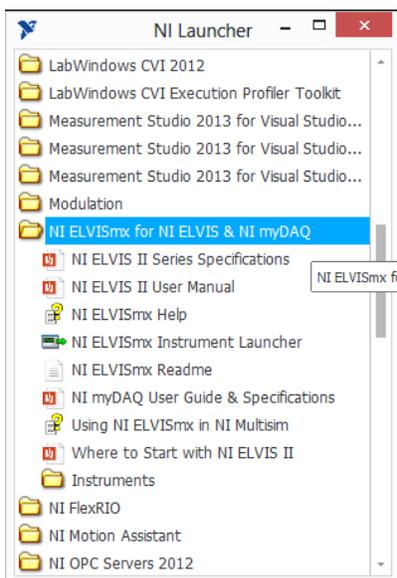


Figura 311. Ventana de NI Launcher.

De ahí se abrirá el software NI ELVISmx Instruments Launcher, lo cual desplegará una nueva ventana (Fig. 312), de la cual se seleccionará FGEN desplegándose la ventana de Function Generator - NI ELVISmx (Fig. 313).

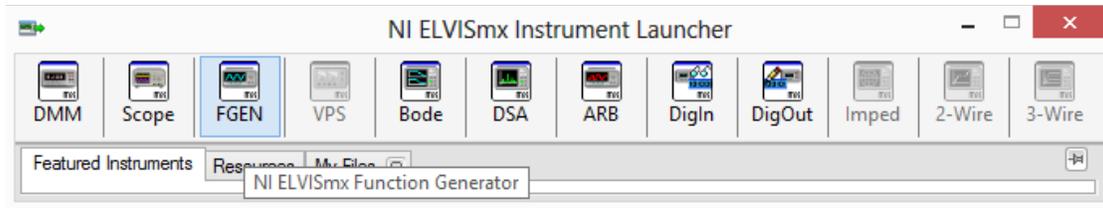


Figura 312. Ventana NI ELVISmx Instruments Launcher.

Paso 15. Seleccionar el tipo de señal cuadrado, la frecuencia de 200 Hz la cual ha sido asignada ya que no es múltiplo o submúltiplo de 60 Hz, con la finalidad de que no existan interferencias con la línea eléctrica, en cuanto a la amplitud se configura a 2 volts y un offset de 1 volt, ya que la señal de entrada de la fuente del piezoeléctrico es de 0 a 10 volts, una vez establecidos estos parámetros se da clic en el botón de correr, mediante lo cual comenzará a vibrar la sonda.

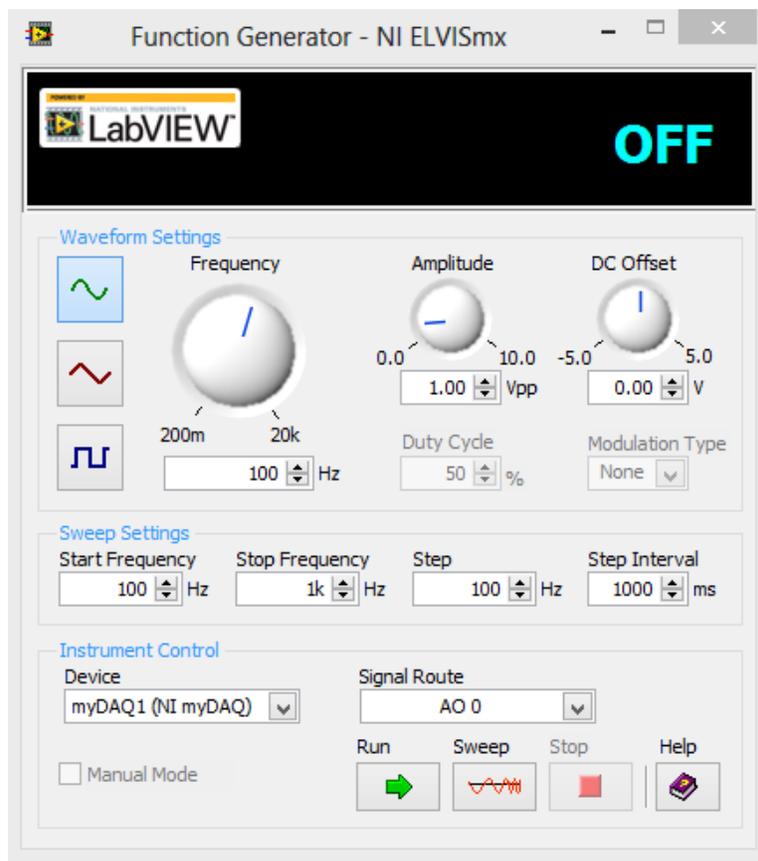


Figura 313. Generador de funciones.

Paso 16. Abrir el software principal de control llamado “Medir AFM y R” (Fig. 314), el cual se encuentra en la ventana del proyecto, en la carpeta de sistemas de aplicación.

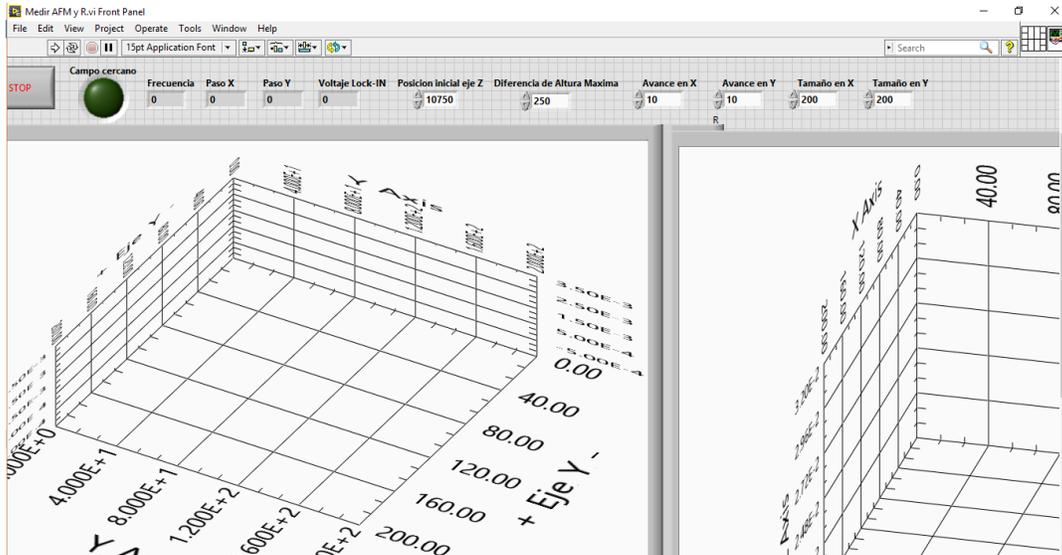


Figura 314. Panel frontal del VI Medir AFM y R.

Paso 17. Realizar la configuración de los parámetros para realizar la caracterización de la muestra:

- ❖ Posición inicial del eje Z: cuando se realiza el acercamiento de la muestra y la sonda, mediante el avance grueso (mesas de desplazamiento micrométricas), solo es posible observar la distancia de separación de la muestra y la punta hasta unas cuantas micras, por lo que al iniciar el funcionamiento del sistema estas aún pueden tener una separación mayor a 5 micras, con lo cual si el tiempo de caracterización será demasiado grande, por lo que se recomienda realizar una medición previa, detener el sistema y declarar una posición inicial en el eje Z de forma que la separación entre sonda y la muestra sea menor a una micra, con lo cual se disminuye el tiempo de caracterización. Esta distancia está definida en nanómetros.
- ❖ Diferencia de altura máxima: este control es utilizado para evitar ruido en las mediciones, provenientes de la vibración causada por corrientes de aire o movimiento accidental de alguno de los componentes del arreglo óptico, por lo que sí es conocido el volar de los cambios de altura en la morfología de la

muestra, pueden declararse, para cuando exista un cambio que sea muy grande la medición de ese punto en particular pueda ser descartada y realizada nuevamente en forma automática, si la morfología realmente tiene ese cambio la distancia volverá a ser la misma y se tomara como un dato correcto, este control también se define en nanómetros.

- ❖ Avance en X: se define la distancia de separación entre cada punto que es escaneado en la muestra en el eje coordenado X, está definido en nanómetros, pero al tratarse de un control de tipo doble puede ser fraccionario el avance declarado, esto es debido a que se trata de un sistema basado en piezoeléctricos con una resolución de 200 angstroms. Hasta el momento la separación mínima utilizada en la caracterización de muestra ha sido de 1nm, ya que la apertura de la punta de fibra óptica que se utiliza es de 100 nm, con lo cual la resolución del sistema no puede ser menor.
- ❖ Avance en Y: define la distancia de separación entre cada paso de avance en el eje coordenado Y, al igual que el eje coordenado X se declara en nanómetros. Una de las grandes ventajas que tiene el sistema es que no necesariamente tienen que ser iguales los avances, estos pueden ser totalmente diferentes para realizar algunas caracterizaciones especiales.
- ❖ Tamaño en X: se declara el número de puntos que conformaran la matriz del escaneo que se llevara a cabo, mediante este también se determina el área de la muestra que se caracterizara en el eje coordenado X, la distancia puede obtenerse multiplicando el valor declarado aquí por el valor configurado en el avance en X.
- ❖ Tamaño en Y: se utiliza para realizar la configuración de la distancia que se caracterizara en el eje coordenado Y, el cual puede tomar valores diferentes a los del control de tamaño en X, solo se pueden declarar datos enteros.

Un ejemplo de esto se puede observar en la figura 315 en donde: la altura inicial en el eje Z es de 10.75  $\mu\text{m}$ , la diferencia de altura máxima entre pasos es de 250 nm, la distancia de separación entre cada paso es de 10 nm, tanto en el eje coordenado X como en el Y, el área a escanear será de 4  $\mu\text{m}^2$ , siendo que el tamaño de la matriz

formada será de 200x200 puntos y una distancia total tanto en el eje X como en el Y de 2  $\mu\text{m}$ .

Frecuencia	Paso X	Paso Y	Voltaje Lock-IN	Posición inicial eje Z	Diferencia de Altura Máxima	Avance en X	Avance en Y	Tamaño en X	Tamaño en Y
0	0	0	0	10750	250	10	10	200	200

Figura 315. Ejemplo de configuración para escaneo.

Paso 18. Una vez realizada la configuración del escaneo de la muestra, si la iluminación del laboratorio sigue encendida será necesario apagarla, con la finalidad de no saturar y dañar el fotomultiplicador.

Paso 19. Abrir el iris del fotomultiplicador (Fig. 316) para que la señal óptica proveniente de la muestra sea guiada por la punta de fibra hasta este.

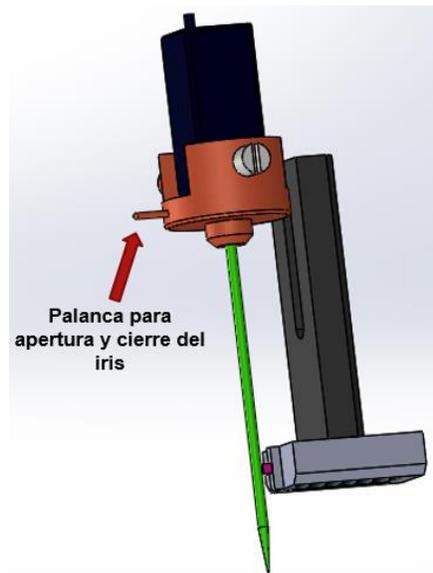


Figura 316. Palanca para apertura y cierre del iris.

Paso 20. Encender el multímetro digital KEITHLEY y la fuente de control del fotomultiplicador, con lo cual se conocerá el voltaje brindado por la señal óptica guiada por la sonda y convertida en una señal eléctrica por el fotomultiplicador.

Paso 21. Si la señal se salida de la fuente del fotomultiplicador es menor a un volt encender y conectar la entrada del amplificador Lock-IN.

Paso 22. Ajustar la sensibilidad del amplificador Lock-IN, de forma que esta sea optima y no sea demasiado baja o que llegue a causar saturación, por lo que también es necesario ajustar la fase.

Paso 23. Ajustada la sensibilidad del amplificador, se puede poner en marcha el programa “Medir AFM y R”, al hacerlo comienza su operación de forma automática, no se tiene que declarar el nombre de los archivos donde se guardaran las mediciones, ya que estos se guardan con la fecha en que se realiza la medición, con la terminación de la característica de las cual se trata como se muestra en la figura 317.

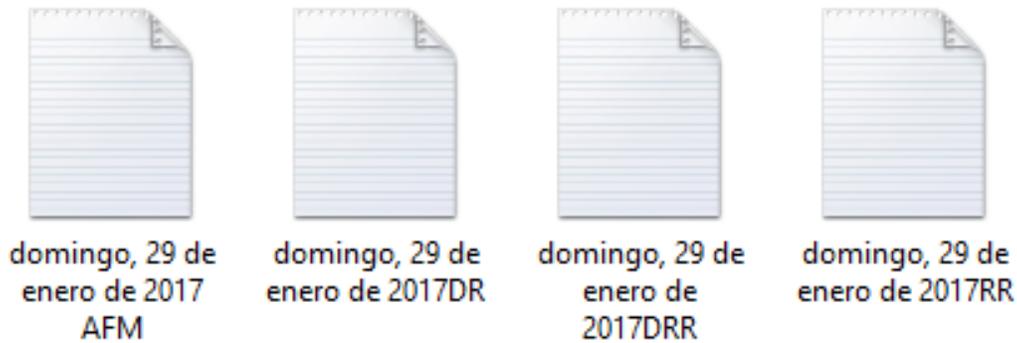


Figura 317. Archivos generados por el sistema desarrollado.

Paso 24. Esperar a que transcurra la medición (Fig. 318), para volver a dejar el sistema en su posición inicial y no se dañen los sistemas que componen al sistema de alta resolución basado en el efecto de campo cercano desarrollado.

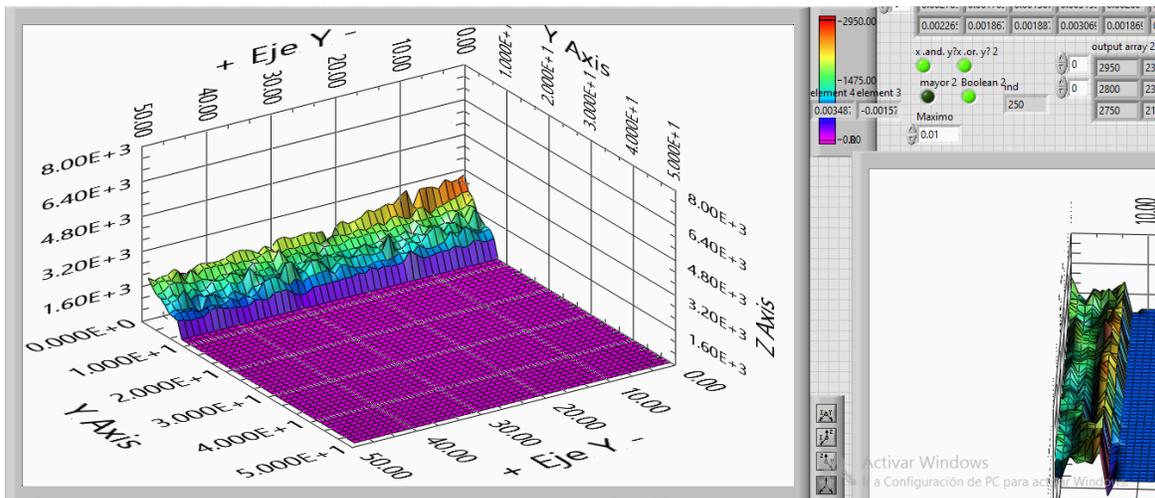


Figura 318. Microscopio desarrollado en funcionamiento.

Paso 25. Para realizar el apagado del equipo es necesario subir la sensibilidad al máximo del amplificador Lock-IN, desconectar el cable de su entrada y apagarlo, para que al iniciar una nueva jornada este no llegue a tener daños.

Paso 26. Mediante las mesas de desplazamiento micrométrico, principalmente manejando el eje coordenado Z, alejar la muestra de la sonda una distancia considerable (1 centímetro) de forma que se pueda retirar la muestra sin que esta dañe la punta de fibra óptica.

Paso 27. Apagar todos los componentes que conforman el microscopio de barrido de campo cercano (láseres, fuentes, controladores, etc.), para que no haya ningún daño y su tiempo de vida sea mayor.

Paso 28. Apagar la computadora y desmontar la muestra si es requerido.



## Structural Characterization of a Capillary Microfluidic Chip Using Microreflectance

Luis F. Lastras-Martínez<sup>1</sup>, Raul E. Balderas-Navarro<sup>1</sup>,  
Ricardo Castro-García<sup>2</sup>, Karen Hernández-Vidales<sup>1</sup>,  
Juan Almendarez-Rodríguez<sup>1</sup>, Rafael Herrera-Jasso<sup>1</sup>,  
Adrian Prinz<sup>3</sup>, and Iris Bergmair<sup>3</sup>

### Abstract

The structural characterization of capillary microfluidic chips is important for reliable applications. In particular, nondestructive diagnostic tools to assess geometrical dimensions and their correlations with control processes are of much importance, preferably if they are implemented in situ. Several techniques to accomplish this task have been reported; namely, optical coherence tomography (OCT) jointly with confocal fluorescence microscopy (CFM) to investigate internal features of lab-on-a-chip technologies. In this paper, we report on the use of a simple optical technique, based on near-normal incidence microreflectance, which allows mapping internal features of a microfluidic chip in a straightforward way. Our setup is based on a charge-coupled device camera that allows a lateral resolution of  $\sim 2.5 \mu\text{m}$  and allows us to measure in the wavelength range of 640–750 nm. The technique takes advantage of the Fabry–Perot interferences features in the reflectance spectra, which are further analyzed by a discrete Fourier transform. In this way, the amplitude of the Fourier coefficients is modulated by the presence of a microfluidic channel.

### Keywords

Capillary microfluidic chip, dimensional metrology, microreflectance, microscopy, tomography

Date received: 20 June 2016; accepted: 23 August 2016

### Introduction

There is a growing interest for the integration of microelectronic circuits to carry out signal processing stemming from biosensing. In particular, lab-on-a-chip systems are good candidates for biomedical applications,<sup>1</sup> wherein an important component is capillary microfluidic chips (CMC).<sup>2</sup> Such CMC are designed for a wide range of applications including mixing fluids,<sup>3</sup> micro-reactions,<sup>4</sup> and stem cell biology<sup>5</sup> among others.<sup>6</sup> Besides, microelectronics components have been implemented in CMC to monitor transport and chemical properties in microfluid systems.<sup>7,8</sup>

Typically, the capillaries forming CMC rely on the formation of a buried channel when bonding, for instance, two similar materials with one of them containing the capillary. Upon bonding, a direct assessment of the channel topography can be a difficult task. In this regard, the characterization of the buried channels in CMC is essential to assure fluid dynamics uniformity. Optical techniques to characterize the surface topography along the channel are very attractive as they are noninvasive and can be applied online during the manufacture process. Both, optical

coherence tomography (OCT) and confocal fluorescence microscopy (CFM) have been reported for critical parameters including channel width, height, and cross-sectional area.<sup>9</sup> Although having high sensitivity, they can be expensive and require interferometry-based setups. Additionally, digital holographic microscopy (DHM) has been used to develop a three-dimensional (3D) phase-imaging microscope to study fluid dynamics, interaction of biomolecules, and cell activities.<sup>10</sup>

Considering that the optical techniques are quite convenient to study not only the structure of the CMC but also

<sup>1</sup>Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, San Luis Potosí SLP, México

<sup>2</sup>CONACyT-Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, San Luis Potosí SLP, México

<sup>3</sup>STRATEC Consumables GmbH, Anif, Austria

### Corresponding author:

Luis F. Lastras-Martínez, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, Alvaro Obregón 64, CP 78000, San Luis Potosí SLP, México.  
Email: lflm@cactus.iico.uaslp.mx

fluid dynamics, we have developed a simple microreflectance ( $\mu\text{R}$ ) approach to measure features of channels in a microfluidic chip. The  $\mu\text{R}$  is based on a spectrometer that uses a charge-coupled device (CCD) camera as a light detector. By means of this spectrometer, it is possible to measure the reflectance spectra coming from a region of  $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}^2$  from the CMC under study.

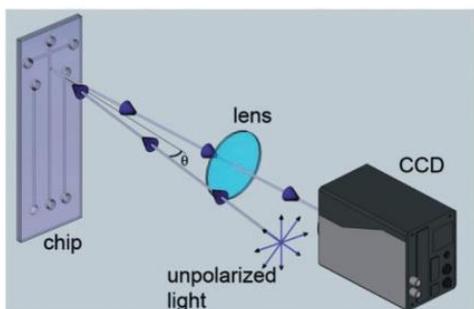
In the presence of a channel, the  $\mu\text{R}$  spectra comprises interference fringes caused by the changes of refractive index between the composing interfaces of the CMC. The analysis of the fringes is accomplished by using a three-phase model and a Fourier space approach in order to extract the periodicity of the fringes and thus to retrieve the associated tomography of the CMC. The analysis is straightforward and can be implemented readily in existing production lines.

The paper is organized as follows: in the first section we give a description of the  $\mu\text{R}$  spectrometer design and a description of the characterized CMC. In the second section we describe the fundamentals of the reflectance model used to interpret the spectra. In the third section a discussion of the experimental results and the description of the tomography maps obtained is given. Finally, we give the conclusion of the work.

## Microreflectance Spectrometer and Sample Description

### Experimental Setup

The experimental setup of the  $\mu\text{R}$  spectrometer used to characterize the chip is shown in Figure 1. The light coming from a 100 W Tungsten lamp is focused at the entrance of a 0.5 m focal length monochromator. The unpolarized light



**Figure 1.** Experimental setup used to measure the microreflectance. Light coming from a monochromator is focused onto the chip. The reflected light is focused on a CCD camera. Images are recorded for different wavelengths, in the range of 640–750 nm. The acquisition time of each image was 300 ms and the angle of incidence is  $\sim 4.6^\circ$ . The overall spatial resolution of the system is  $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}$ .

exiting from the monochromator is focused onto the CMC sample within a region that comprises a channel or group of channels. The reflected light by the CMC sample is focused on the surface of a CCD camera with a size of  $512 \times 512$  pixels. These images were recorded with a step size of 1 nm in the wavelength range of 640–750 nm. The acquisition time of each image was 300 ms and the angle of incidence is  $\sim 4.6^\circ$ . The system can analyze the reflectance spectrum coming from one pixel, and thus an overall spatial resolution of  $2.5 \times 2.5 \mu\text{m}^2$ .

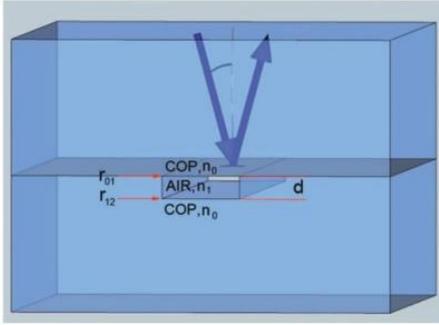
### The Capillary Microfluidic Chip

The CMC used is a cyclo-olefin-polymer (COP)-based device in a microscope format (length 75 mm, width 25 mm, thickness 2 mm) manufactured by STRATEC Consumables GmbH. The CMC has different channel geometries with different widths and depths including a cross-section as shown in Figure 1. The channels are buried between two COP slides (thickness 1 mm). The CMC are designed to perform biological or chemical tests, microfluidic experiments such as diffusion and transport of nanoparticles and biochemical species, low-scale biochemical reactions and micromanipulations. In the spectral range used (640–750 nm), the COP exhibits a high transparency and the reflection coming from the back surface induces parasitic signals. In order to minimize such back reflections, the back surface of the CMC was covered with a semi-transparent tape to increase its effective roughness. In that way, we were able to isolate the information coming from a buried channel. We have analyzed regions of the CMC with channels of different width, depths, and geometries.

### Three-Phase Model

Consider first the reflectance coming from a slide of COP with a thickness of 2 mm. In the wavelength range used in the present work (640–750 nm), a simulation of the reflectance using the three-phase model of the layer system air/COP(2 mm)/Air gives “high frequency” resonances due to the large thickness of the COP. However, the reflectance spectrum measured experimentally does not show any track of these resonances and no oscillations are observed. This can be understood by considering that the models assume perfect flat surfaces of the COP slice. Therefore, by taking into account that our lateral resolution is  $2.5 \mu\text{m}$ , any variation in a nanometric scale of the slide morphology through the surface (roughness) will destroy these resonances.

To simplify the analysis and avoid the “high frequency” resonances due to the large thickness of the COP layer ( $\sim 1.0 \text{ mm}$ ), we have assumed the three-phase model COP/Air(channel)/COP shown in Figure 2. For such a system the complex reflection coefficient for a channel of



**Figure 2.** Three-phase model (COP/AIR/COP) employed to characterize the micro channels. Each COP slide has a thickness of 1 mm. The periodicity of the multiple reflections produced by the AIR layer is used to estimate the depth  $d$  of the AIR channel.

depth  $d$  can be written as:<sup>11</sup>

$$r(d) = \frac{r_{01} + r_{12}e^{-2i\delta}}{1 + r_{01}r_{12}e^{-2i\delta}} \quad (1)$$

where  $\delta = 2\pi n_1 d/\lambda$ .  $r_{01}$  and  $r_{12}$  are the complex reflectance between COP/AIR and AIR/COP interfaces, respectively. The reflectance  $R(d)$  measured by our setup is related to  $r(d)$  by  $R(d) = r^*(d)r(d)$ . The refractive index  $n_0$  for the COP was supplied by the manufacturer, while for air we have used the value  $n_1 = 1$ .

The effective optical path  $\delta$  through the AIR channel induces oscillations in  $r(d)$  that can be modeled by taking  $d$  as adjustable parameter in Eq. 1. Note that in a region of the CMC that does not comprise a channel  $d=0$ , the reflectance  $r(0)$  becomes constant. In this case oscillations in  $R(0)$  are not present and the reflectance is simply due to the COP slide.

## Discussion and Experimental Results

### Reflectance Spectra

To avoid parasitic signals coming from the optical structure of the system and to isolate the reflectance  $R(d)$  coming from the CMC, we have normalized the spectrum and analyzed the difference in reflectance defined as

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R(d) - R(0)}{R(0)} \quad (2)$$

where  $R(0)$  stands for the reflectance in a region not containing a channel. The multiple reflections through the AIR channel induce interferences in the spectrum  $\Delta R/R$ .

The periodicity of the interference fringes can be used to determine the depth  $d$  of the air channel by using Eqs. 1 and 2. We illustrate such analysis in Figure 3, which shows a region of the CMC with channel (squares) and without

channel (circles) in the wavelength range of 640–750 nm. The spectrum corresponds to the signal of one pixel of the CCD. The dotted line is the best fit obtained by using the expression for  $\Delta R/R$  and the value of  $d=30.8$  nm. This depth is in good agreement with the nominal value of  $d=29.0$  nm as reported by the manufacturer. We note that it is not strictly necessary to measure in the whole range illustrated in Figure 1 to obtain an accurate value of  $d$ . We show the spectra in this range to illustrate the approach but for practical reasons a shorter wavelength range covering a less number of oscillations can be used.

### Tomography Analysis

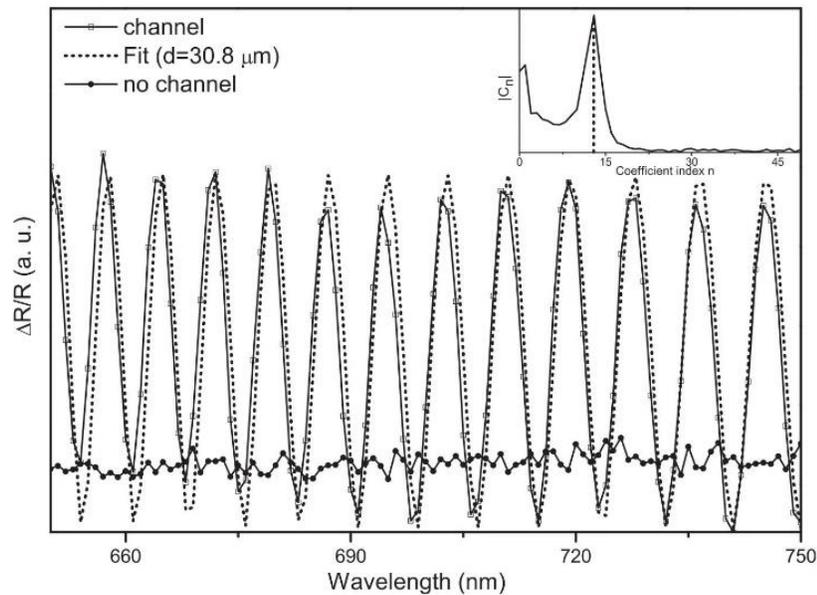
The oscillations indicate the presence of a channel and its depth can be quantified by fitting the expression for  $\Delta R/R$  as is illustrated by the dotted line in Figure 3. In order to obtain a map of the channels depth through the frequency of the oscillations in a simple and fast way, we have analyzed in the Fourier space the  $\Delta R/R$  spectra (see the inset of Figure 3) instead of using a direct space analysis. In the direct space approach, each spectrum is fitted by using Eqs. 1 and 2. The value for  $d$  for each spectrum can be obtained by using a least square algorithm. However, in many cases there is no convergence and no valid values for  $d$  are estimated. Additionally, a least squares algorithm takes more computing time considering that we must analyze a considerable number of spectra.

In the Fourier space approach, each spectrum is cut in the selected wave range and consequently endpoint discontinuities in the spectra and in its slope are generated. In order to reduce the endpoint discontinuities induced by the cut of the spectra in the measured spectral range, we have used a formalism reported in the literature<sup>12</sup> to perform the Fourier analysis. The amplitude of the Fourier coefficient  $|C_n|$  (corresponding to the frequency of the oscillations in Figure 3) is modulated by the presence of a channel. Thus, by employing the coefficients  $|C_n|$  of each  $\Delta R/R$  spectrum, mappings of the channel depth can be readily obtained.

In the Fourier analysis  $C_n$  is given by:<sup>12</sup>

$$C_n = \frac{2}{M} \sum_{j=1}^{j=M} \frac{\Delta R_j}{R_j} e^{in\theta_j} \quad (3)$$

where  $M$  is the number (odd) of data points of spectrum  $\Delta R_j/R_j$ ,  $\theta_j = 2\pi(j - j_0)/M$  and  $j_0$  is the index of the central data. Note that the coefficients  $C_n$  describe an artificial periodic function that comprises information of the spectrum under consideration and of the periodic function generated by the artificial cut of the spectrum. The cut of the spectra gives in general discontinuities in the function and its slope at the first and last data points that induces errors in the values of the Fourier coefficients  $|C_n|$ . Such discontinuities can be eliminated if appropriated smoothly varying functions are subtracted to the spectra. Thus, we have



**Figure 3.** The spectrum indicated by squares is the  $\Delta R/R$  for a region that comprises a channel. The dotted line is the simulation obtained by using Eqs. 1 and 2, the refractive index of COP, and the parameter  $d = 30.8 \mu\text{m}$ . The periodicity of the spectrum determines the depth of the channel. Dotted symbols are the spectrum obtained in a region without channels. Note the excellent agreement with our model. The inset shows the amplitude of the Fourier coefficients of the  $\Delta R/R$  spectrum. The dashed vertical line indicates the position of the maximum value of the coefficient. The amplitude of the coefficient at this position is associated to a channel depth of  $d = 30.8 \mu\text{m}$ .

applied to the coefficients obtained by means of Eq. 3 the endpoint discontinuities formalism.<sup>12</sup>

The procedure to generate the tomography maps can be summarized as follows:

- (1) An area of the CMC containing a channel is selected.
- (2) The spectra of several pixels of the CCD corresponding to different regions within the channel are analyzed in real space by using Eqs. 1 and 2. From these selected pixels, the deepest region of the channel is identified and the maximum value of  $d$  is obtained.
- (3) The spectrum corresponding to the maximum value of  $d$  is analyzed in the Fourier space and the index  $n_{max}$  and the maximum value for  $|C_{n_{max}}|$  is obtained.
- (4) The Fourier coefficients  $|C_n|$  of the spectra corresponding to the whole selected area of the CMC are calculated. The map is generated by taking the values of  $|C_n|$  at the index  $n_{max}$  for each spectra.
- (5) The vertical axis of the map is scaled by the amplitude value of the coefficient  $|C_{n_{max}}|$  obtained in point (3) outlined above.

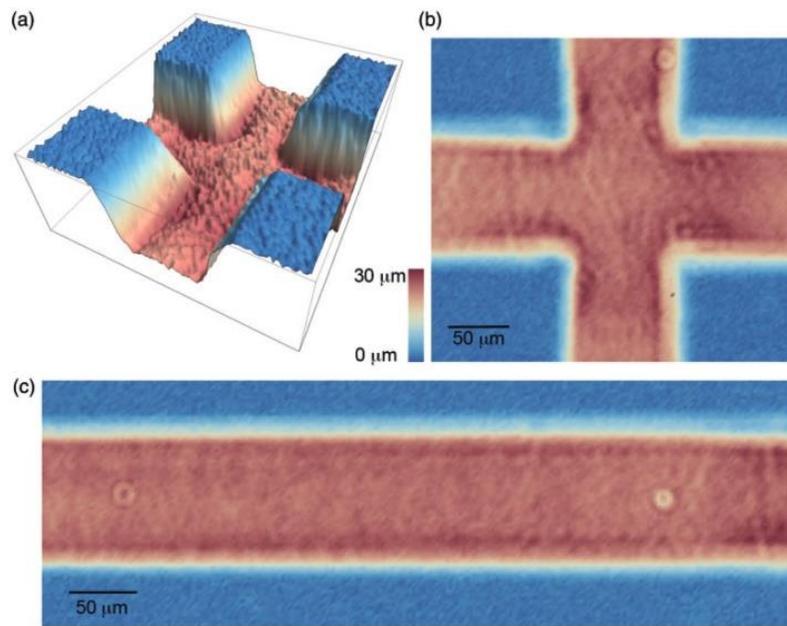
### Tomography Maps

The tomography maps obtained by using the approach described in the last sections are shown in Figure 4.

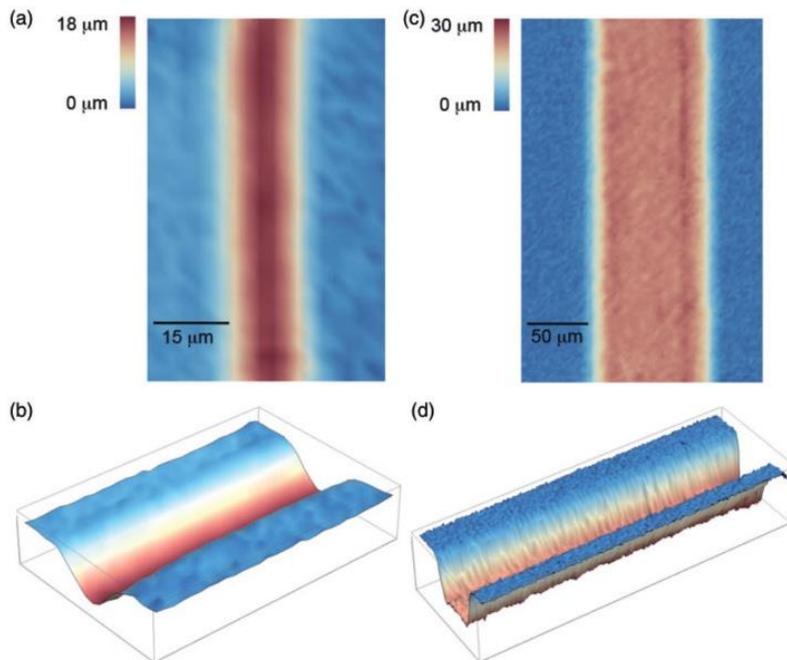
The blue color corresponds to CMC regions with no oscillation ( $d = 0$ , i.e., oscillations with zero amplitude). The brown color corresponds to the maximum amplitude of the oscillations (maximum value of  $d$ , i.e., maximum depth). In particular, Figure 4a displays a 3D image comprising an intersection of two channels of the same depth. A plain view (two-dimensional [2D]) of the same region is shown in Figure 4b. The depth and the width are approximately  $d \sim 30.8 \mu\text{m}$  and  $\sim 100.0 \mu\text{m}$ , respectively. Note that the intersection is quite well formed and the shapes of the channels walls are abrupt as is expected by the manufacturer.

Another region of the CMC that comprises a single channel is also shown in Figure 4c. The depth and the width are approximately  $d \sim 30.8 \mu\text{m}$  and  $\sim 100.0 \mu\text{m}$ , respectively. Again, as in the case of the Figure 4a and 4b, the geometry and the values obtained by our approach and the  $\mu\text{R}$  spectrometer is in good agreement with the data reported by the manufacturer.

We illustrate in Figure 5 additional regions of the CMC containing channels of different depths and widths. The channels are displayed in both 2D and 3D images. The obtained depths and width are approximately  $d \sim 18 \mu\text{m}$  and  $\sim 19 \mu\text{m}$ , respectively, for the channel of Figure 5a and 5b. For the channel of Figure 5c and 5d, the obtained depths and width are approximately  $d \sim 30 \mu\text{m}$  and  $\sim 100 \mu\text{m}$ , respectively. As in Figure 4, the



**Figure 4.**  $\Delta R/R$  tomography maps obtained by using the amplitude of the Fourier coefficients. The blue and brown colors correspond to CMC regions with minimum depth ( $d=0$ ) and maximum depth (maximum value of  $d$ ), respectively. The channel crossing is shown in (a) tridimensional and (b) plain views. The depth and width of both channels are the same. (c) Plain view of a single channel. In both cases, the depth and the width are approximately  $\sim 30.8 \mu\text{m}$  and  $\sim 100.0 \mu\text{m}$ , respectively. These values are in excellent agreement with the nominal values reported by the manufacturer.



**Figure 5.**  $\Delta R/R$  tomography maps of different regions of the CMC. The blue and brown colors correspond to CMC regions with minimum depth ( $d=0$ ) and maximum depth (maximum value of  $d$ ), respectively. (a) Plain and (b) tridimensional views of a channel with a depth of  $\sim 18 \mu\text{m}$  and a width of  $\sim 19 \mu\text{m}$ . (c) Plain and (d) tridimensional views of a channel with a depth of  $\sim 30 \mu\text{m}$  and width of  $\sim 100 \mu\text{m}$ . The depth and width obtained are in excellent agreement with the nominal values as reported by the manufacturer.

nominal depths and widths agree quite well with the reported by the manufacturer. Note, however, that the profile of the thinner channel (Figure 5b) is not well resolved, and the shapes of the channel walls are not as abrupt as reported by the manufacturer. We attributed this fact to the resolution limit of our optical system. However, an improvement of the optical resolution can be accomplished by increasing the optical power of our system up to the diffraction limit.

## Conclusions

We have used a  $\mu$ R setup to characterize the buried micro channels in a capillarity microfluidic chip without the need to be mounted on a stepping motorized stage. By analyzing the reflectance coming from different regions of the chip, we were able to make a 3D image of the chip. The estimated shapes and dimensions of the channels are in agreements with the nominal values reported by the manufacturer. The method is simple, nondestructive, and can be very useful to characterize the chips either in a research laboratory or in situ during their fabrication in a production line. Finally, a further improvement of the optical resolution will allow much finer details of the CMC.

## Acknowledgments

We would like to thank E. Ontiveros, F. Ramírez-Jacobo, L.E. Guevara-Macías, and J. Gonzalez-Fortuna for their skillful technical support.

## Conflict of Interest

The authors report there are no conflicts of interest.

## Funding

This work was supported by Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Grants Nos. 130009 and 81316) and Cátedras CONACyT (Project No. 1577).

## References

1. P. Yager, T. Edwards, E. Fu, K. Helton, K. Nelson, M.R. Tam, B.H. Weigl. "Microfluidic Diagnostic Technologies for Global Public Health". *Nature*. 2006. 442: 412–418.
2. Y. Temiz, R.D. Lovchik, G.V. Kaigala, E. Delamarche. "Lab-on-a-Chip Devices: How to Close and Plug the Lab?". *Microelectron. Eng.* 2015. 132: 156–175.
3. L. Chia-Yen, W. Wen-Teng, L. Chan-Chiung, F. Lung-Ming. "Passive Mixers in Microfluidic Systems: A Review". *Chem. Eng. J.* 2016. 288: 146–160.
4. A.J. deMello. "Control and Detection of Chemical Reactions in Microfluidic Systems". *Nature*. 2006. 442: 394–402.
5. K. Gupta, D.H. Kim, D. Ellison, C. Smith, A. Kundu, J. Tuan, K.Y. Suh, A. Levchenko. "Lab-on-a-Chip Devices as an Emerging Platform for Stem Cell Biology". *Lab Chip*. 2010. 10: 2019–2031.
6. D. Mark, S. Haeberle, G. Roth, F. von Stetten, R. Zengerle. "Microfluidic Lab-on-a-Chip Platforms: Requirements, Characteristics and Applications". *Chem. Soc. Rev.* 2010. 39: 1153–1182.
7. P. Truman, P. Uhlmann, M. Stamm. "Monitoring Liquid Transport and Chemical Composition in Lab on a Chip Systems Using Ion Sensitive FET Devices". *Lab Chip*. 2006. 6: 1220–1228.
8. F. Perdígones, C. Aracil, J. Quero, M. Gutiérrez, C. Jiménez, P. Giménez. "Integration Method of Silicon Sensors on SU(8) Based Microfluidic Platforms". *Microsyst. Technol.* 2015. 21(1): 155161.
9. D.R. Reyes, M. Halter, J. Hwang. "Dimensional Metrology of Lab-on-a-Chip Internal Structures: A Comparison of Optical Coherence Tomography with Confocal Fluorescence Microscopy". *J. Microsc.* 2015. 259(1): 26–35.
10. V. Prabhu Pandiyan, R. John. "Optic Fluidic Bioimaging Platform for Quantitative Phase Imaging of Lab on a Chip Devices Using Digital Holographic Microscopy". *Appl. Opt.* 2016. 55(3): A54–A59.
11. O.S. Heavens. *Optical Properties of Thin Solid Films*. New York: Dover, 1965.
12. S.D. Yoo, D.E. Aspnes. "Elimination of Endpoint-Discontinuity Artifacts in the Analysis of Spectra in Reciprocal Space". *J. Appl. Phys.* 2001. 89(12): 8183–8192.

**Sometido a J. Appl. Phys. en proceso de revisión mayo 2017.**

**Optical detection of graphene nanoribbons synthesized on stepped SiC surfaces**

L. F. Lastras-Martínez,<sup>1,a)</sup> J. Almdarez-Rodríguez,<sup>1</sup> G. Flores-Rangel,<sup>1</sup> N. A. Ulloa-Castillo,<sup>1</sup> O. Ruiz-Cigarrillo,<sup>1</sup> C. A. Ibarra-Becerra,<sup>1</sup> R. Castro-García,<sup>2</sup> R. E. Balderas-Navarro,<sup>1</sup> M. H. Oliveira Jr.,<sup>3</sup> and J. M. J. Lopes<sup>4</sup>

<sup>1)</sup>*Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, Universidad Autónoma de San Luis Potosí,*

*Alvaro Obregón 64, 78000 San Luis Potosí, S.L.P., México.*

<sup>2)</sup>*CONACyT-Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, Universidad Autónoma de San Luis Potosí,*

*Alvaro Obregón 64, 78000 San Luis Potosí, S.L.P., México.*

<sup>3)</sup>*Departamento de Física, ICEx, Universidade Federal de Minas Gerais-UFMG, C.P. 702, 31270-901, Belo Horizonte, MG, Brazil.*

<sup>4)</sup>*Paul-Drude-Institut für Festkörperelektronik, Hausvogteiplatz 5-7, 10117 Berlin, Germany.*

(Dated: 7 April 2017)

Graphene nanoribbons (GNRs) are nanostructures considered to be promising building blocks for the realization of graphene-based devices. The optical properties of GNRs are hard to determine due to their nanoscopic dimensions. Reflectance Anisotropy Spectroscopy (RAS/RDS) is a powerful optical tool to characterize highly anisotropic structures. RAS has shown to be very useful to measure the optical response of materials including semiconductor heterostructures. The technique is non-destructive and can be used in air or in vacuum conditions. The GNRs used in the present work were synthesized on 6H-SiC stepped substrates and annealed on air to obtain quasi-free-standing bilayer graphene. For this system the isolation of the optical signal coming from the GNRs in the RAS spectra is not an easy task, due to the fact that both GNRs and the 6H-SiC stepped substrate are highly anisotropic. To study and characterize the GNRs, we present and discuss an experimental approach to isolate the RAS signal coming from the GNRs. We also have performed nano-RAS measurements by using a near-field scanning optical microscopy technique (nanometric resolution) that support our method. We show that RAS and nano-RAS are powerful complementary optical probes that can be used to characterize GNRs grown on SiC substrates.

PACS numbers: 61.48.Gh, 68.37.Uv, 68.65.Pq, 78.67.Wj

---

<sup>a)</sup>Electronic mail: lflm@cactus.iico.uaslp.mx

## I. INTRODUCTION

Graphene is a two-dimensional material that exhibits unique and interesting physical properties and that has been considered to be a promising material for device applications in semiconductor technology.<sup>1-4</sup> The linear energy dispersion at the Dirac point leads to substantially different charge transport characteristics. Optical properties are also quite interesting from the scientific and technological points of view.<sup>5-7</sup> For instance, absorption of graphene is given by fundamental constants and can be written as  $\alpha = e^2/\hbar c$ .<sup>7</sup> One atom thick graphene is found to absorb  $\pi\alpha = 2.3\%$  of the incident light.<sup>7</sup> By adding graphene layers the transmittance of white light (400 – 750 nm) decreases by 2.3% with each added layer.<sup>7</sup> Another work reports measurements of absorbance of monolayer and bilayer graphene in the energy range from 1.5 eV to 5.5 eV. In this range the line shape of the absorption spectrum is dominated by a saddle point at the M point in the Brillouin zone and it is well described by a Excitonic Fano Resonance model.<sup>8</sup> This Fano resonance describes a strongly coupled excitonic state and a band continuum. In both works the measurements were performed on free-standing graphene membranes.

Besides the interest on graphene extended layers, graphene nanostructures such as nanoribbons (GNRs) have attracted strong interest due to their potential for device applications. For instance, it has been shown that GNRs can offer an electronic band gap due to quantum confinement of charge carriers, which is strongly dependent on its lateral width and termination, and is required for switching devices,<sup>9</sup> and in tools for DNA sequencing.<sup>10</sup> Thus, the tailored production of GNRs with defined dimensions is of high importance. One of the most promising techniques to achieve this is the direct growth of GNRs on SiC surfaces.<sup>4,11,12</sup>

The optical characterization of graphene layers or GNRs grown on SiC(0001) stepped surfaces is not straightforward. For instance, the reflectance spectrum is dominated by the optical response of SiC(0001) and it is difficult to isolate the graphene contribution. Reflectance Anisotropy Spectroscopy (RAS/RDS) is a contrast technique that has shown to be very powerful to isolate the optical response of deposited thin layers from the one related to the substrate.<sup>13,14</sup> In particular, *in situ* RAS characterization of ultra-narrow armchair GNRs (0.74 nm of width) grown on Au(788) have been reported.<sup>15</sup> The optical response of the ultra-narrow armchair GNRs was found to be dominated by absorption features at 2.1,

2.3 and 4.2 eV.<sup>15</sup>

In the present work we report on RAS spectra of quasi-free-standing GNRs grown on SiC(0001) stepped surfaces measured in the energy range from 2.0 eV to 5.9 eV. Due to the steps, the samples do not present rotation symmetry by 180° around the axis perpendicular to the surface, inducing parasitic signals that dominates the RAS spectra. We show that these parasitic signals coming from the substrate can be diminished by aligning the sample in such way that the signal coming from the steps can be reduced. We support this approach by using a near field microscope that can measure the RAS signal (nano-RAS) with a resolution of  $\approx 100$  nm and using a laser of wavelength  $\lambda = 405$  nm. Both techniques are complementary and allows us to extract the optical response of the GNRs. The lineshape of the RAS spectra is found to be first derivative-like. This can be understood by taking into account the confinement of the carriers within the GNRs.

The paper is organized as follows: in the second section we give a description of the samples and the macro- and nano-RAS setups used. In the third section we describe the fundamentals of the reflectance model used to interpret the spectra. In the fourth section a discussion of the experimental results and a description of the near field maps are given. In fifth section, we discuss the experimental approach used to obtain the optical response of GNRs and the RAS lineshape. Concluding remarks are given at the end of the paper.

## II. SAMPLES AND REFLECTANCE ANISOTROPY SETUPS

### A. Samples

Bilayer GNRs were fabricated on SiC(0001) stepped semi-insulating substrates. Surface steps were developed by a H-etching procedure. During the synthesis process of the GNRs, the surface step edges act as nucleation centers for the graphene formation. After the growth of the GNRs the samples were annealed in air. Thus, quasi-free-standing bilayer GNRs are formed exclusively at step edge regions. More details about the preparation procedures are described in detail elsewhere.<sup>4</sup>

The samples used in the present work are described in table I. They contain GNRs with average widths of 240 nm, 210 nm and 120 nm. A bare semi-insulating SiC(0001) substrate was also investigated. Quasi-free-standing bilayer graphene grown on n-type SiC(0001)

TABLE I. Samples used in this work. GNRs grown on stepped semi-insulating SiC(0001) substrates. The average widths of the quasi-free-standing bilayer GNR obtained by AFM measurements, are indicated. Bilayer graphene sample grown on n-type SiC(0001) substrate.

Sample	Description	Average Width
Substrate	Semi-insulating SiC(0001)	
FG163R	quasi-free-standing bilayer GNR	240 nm
FG166R	quasi-free-standing bilayer GNR	210 nm
FG166L	quasi-free-standing bilayer GNR	120 nm
Substrate	n-type SiC(0001)	
FG272	quasi-free-standing bilayer graphene	

substrate<sup>16</sup> also was investigated in order to give further evidence of the GNRs RAS signal.

## B. Experimental setups

We have used a home-made macro-RAS/RDS spectrometer based on a photo elastic modulator.<sup>17</sup> The angle of incidence is approximately  $4.0^\circ$  and the spectral range of our measurements is from 2.0 to 5.9 eV. The size of the spot is approximately  $2.0 \times 2.0 \text{ mm}^2$ . The reflectance spectra of the sample were measured for polarization along  $[11\bar{2}0]$  (parallel to the GNRs axis) and  $[1\bar{1}00]$  (perpendicular to the GNRs axis) directions as it is illustrated in Fig. 1.

As we mentioned, the GNRs were synthesized on SiC(0001) stepped surfaces. Due to the fact that the angle of incidence is not zero, orientation of the sample rotated by  $180^\circ$  along an axis perpendicular to the surface will not be equivalent. Figure 1 illustrates this point. In Fig. 1(a), the reflected light that is focused on the detector comprises components coming from the SiC(0001) terraces and the bilayer GNRs lying on the terrace. Additionally to these components, by rotating  $180^\circ$  along an axis perpendicular to the surface, the reflected light comprises an additional component coming from the steps, as is illustrated in Fig. 1(b). Namely, for the orientation A the detector does not sense the steps.

The steps are highly anisotropic not only for geometric reasons; the  $c$ -axis of SiC is perpendicular to the terrace surface while the step surface is oriented  $24^\circ$ .<sup>11</sup> The difference in reflectance will have a strong component associated to the difference between the refractive

index along  $c$  and  $a$ (or  $b$ ) optical axis.<sup>13</sup> As we will show in the next sections, the resonance at 3.0 eV associated to SiC can be significantly reduced by orienting the sample in B position.

Additionally to the macro-RAS measurements, we have used a commercial near-field scanning optical microscope (NSOM) and a home-made nano-RAS/RDS system to characterize the samples at a nanoscopic scale. The NSOM system allows us to measure simultaneously NSOM and atomic-force microscopy (AFM). In our nano-RAS/RDS system, the light coming from a laser ( $\lambda = 405$  nm) is focused on the sample. The incident light is modulated by using a photoelastic-modulator and the polarization is switched as shown in Fig. 1. The reflected light is collected by means of an optical fiber tip (100 nm of diameter). The sample is mounted in a piezo-electric XYZ stage to reach the near-field regime and scan the sample. In order to contrast the reflectivity for A and B orientations an incident angle of  $30^\circ$  was used. This instrument allows us to measure reflectance and RAS/RDS with nanometric spatial resolution. A detailed description of our instrument is out the scope of the paper and it will be given elsewhere.<sup>18</sup>

### III. LINESHAPE MODEL

Excitonic Fano resonance dominates the absorbance in free-standing graphene around 4.5 eV.<sup>8</sup> The basic lineshape for the reflectance of such resonance (saddle M-point in the band structure) is given by

$$R_{\text{graphene}} = C \frac{\left(\frac{E-E_r}{\gamma/2} + q\right)^2}{1 + \left(\frac{E-E_r}{\gamma/2}\right)^2}, \quad (1)$$

where  $E_r$  is the energy of the exciton,  $\gamma$  is the width of the resonance,  $C$  is the strength of the resonance and  $q$  is the Fano parameter.<sup>8</sup>

Otherwise, the anisotropy signal is defined as

$$\frac{\Delta R}{R} = 2 \frac{R_{1\bar{1}00} - R_{11\bar{2}0}}{R_{1\bar{1}00} + R_{11\bar{2}0}}, \quad (2)$$

where  $R_{1\bar{1}00}$  and  $R_{11\bar{2}0}$  are the reflectance along  $[1\bar{1}00]$  and  $[11\bar{2}0]$  directions respectively. For the SiC(0001) surface,  $c$ -axis is oriented perpendicular to the surface. Thus, no anisotropy between  $R_{1\bar{1}00}$  and  $R_{11\bar{2}0}$  directions is expected. The same applies for graphene layers grown on this surface. However, due to symmetry, for the case of GNRs oriented along  $[11\bar{2}0]$ ,

an anisotropy is expected. A mechanism that could induce an anisotropy in GNRs is the quantum confinement of charge carriers. Along  $R_{1\bar{1}00}$  direction, carries are not confined, and move freely. However, along  $[11\bar{2}0]$  the carries feel the boundary of the GNR and a shift of the energy transitions is expected. For instance, for the case of the fundamental gap (Dirac point) of a monolayer GNRs, energy shifts of approximately 2.0 meV for a width of 100 nm have been reported.<sup>19</sup> In this case, the reflectance spectra for  $[1\bar{1}00]$  and  $[11\bar{2}0]$  must be shifted in energy and the difference in reflectivity  $\Delta R/R$  should be the first energy derivative lineshape with an strength given by the confinement energy.

From the above discussion, the difference between  $R_{1\bar{1}00}$  and  $R_{11\bar{2}0}$  must be proportional to the first energy derivative of  $R$ . In this case the anisotropy signal defined in Eq. (2) can be written as

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{1}{R_{graphene}} \frac{dR_{graphene}}{dE} \Delta E_r, \quad (3)$$

where  $R_{graphene}$  is the reflectance for unpolarized light of the GNRs given by Eq. (1) for the case of a excitonic Fano resonance. In Eq. (3)  $\Delta E_r$  is the shift in energy of the exciton energy due to confinement.

## IV. EXPERIMENTAL RESULTS

### A. Macro-RAS experiments

To illustrate the importance of the orientation of the sample, we show in Fig. 2 RAS spectra for FG166L sample with A (open circles) and B (solid line) orientation. The main difference between these spectra is the structure around 3.0 eV. The strength of this structure is indicated by the vertical line. The energy corresponds to the indirect band gap of SiC.<sup>20</sup> The physical origin of this structure is confirmed by its dominant presence in the semi-insulating SiC(0001)-reference RAS spectrum (shown in the lower part of the Fig. 2). Note that the strength of this structure is strongly reduced if the sample is oriented in the position B. As we discussed, in this position, light coming from the steps and terraces reaches the detector. If the optical structure is reduced significantly for this orientation, as it is observed experimentally, we could assume that the RAS signal coming from the terraces and steps should have different sign and by average reduce the RAS amplitude. Similar

spectra are obtained for FG166R and FG163R. Thus, to reduce the SiC structure as much as possible and to isolate the signal coming for the GNRs we analyze the RAS spectra in B orientation.

## B. Nano-RAS experiments

Further evidence of orientation dependence of the substrate RAS signal, were obtained by performing experiments in the near-field regime. Figure 3 shows (a) AFM and (b) NSOM maps measured simultaneously for sample FG166R. Arrows indicate the position of the steps. The maximum values of the NSOM (maximum reflectance) corresponds to the step position. Figure 3 (c) and (d) show the AFM and NSOM maps respectively, for the sample FG272. The topography of both samples is equivalent as can be seen in (a) and (c) AFM maps. Considering that for sample FG272 the graphene covers the whole SiC surface, no contrast in the refractive index is expected along the surface and as can be seen in (d) the NSOM map is quite flat, only a trace of the steps is lightly marked. This fact supports the interpretation that the maximum signal in the NSOM map (b) correspond to the GNRs and not correspond to the SiC steps.

Figure 4 displays the nano-RAS maps obtained for the sample FG166R oriented as in Fig. 1(b). A two- and three-dimensional views are shown in Fig. 4(a) and Fig. 4(b), respectively. A profile of the same sample is shown in Fig. 4(a). We have included the profiles of the reflectance (NSOM) and the RAS measured simultaneously. The position of the SiC steps, corresponding to the maximum reflectance, are indicated with dotted vertical lines. Note that while the reflectance signal oscillates once, RAS signal oscillates twice. This can be due to the fact that steps and terraces of SiC must have in general different anisotropy considering that each one belong to different surfaces, i.e. for terraces the  $c$ -axis is perpendicular to the surface and for steps the  $c$ -axis is oriented  $24^\circ$  from the surface of the steps,<sup>11</sup> leading to different signal strengths. Additionally, the RAS oscillations change sign, suggesting us an anisotropy in average equals zero. Otherwise, for sample orientation of Fig. 1(a), no oscillation are observed. These facts are consistent with the orientation dependence of the optical structure of SiC around 3.0 eV measured in macro-RAS.

## V. DISCUSSION

Figure 5(a) shows the macro-RAS spectra for FG166L, FG166R and FG163R samples oriented in B position. Note, that there is still a track of the SiC structure in the samples. Figure 5(b) shows the RAS spectra for the bare SiC(0001) substrate. As in the case of the GNRs samples, we found a strong dependence of the RAS lineshape with the orientation of the sample for the bare SiC(0001). These dependence is attributed to the miscut of the substrate and the hexagonal symmetry of the SiC. Two components were identified: i) the originated on the difference in reflectance for s and p polarization, and ii) the originated on the high anisotropy of the hexagonal crystal, i.e. due to the difference on refractive indexes between  $c$ - and  $a$ - (and  $b$ -) axes. The first component was obtained by using a RAS setup<sup>14</sup> to measure the difference on reflectivity between s and p polarization. The second component is the spectrum already shown in the lower part of Fig. 2. Both components are shown in Fig. 5(b). These are parasitic spectra and must be subtracted to the RAS spectra of the GNRs shown in Fig. 5(a) in order to isolate the optical response of the GNRs and reduce the dominance of the SiC substrate.

RAS spectra have been reported for ultra-narrow armchair GNRs (0.74 nm of width) in the energy range from 1.5 to 5.0 eV.<sup>15</sup> Experiments and *ab initio* calculations, shown that RAS spectra are dominated by absorption features of excitonic origin at 2.1, 2.3 and 4.2 eV.<sup>15</sup> These transitions correspond to highly unidirectional optical excitations (quasi-1 dimensional system). In our case, the GNRs are broader (120 nm - 240 nm), and the subband formation becomes less important and the GNRs band structure is expected to be more similar to the structure of a bilayer graphene (2 dimensional system) than to a 1 dimensional system.<sup>21-23</sup> Thus in the energy range measured in our case, the absorption must be dominated by the M-point transition around 4.7 eV.<sup>8</sup>

Figure 6 shows the numerical difference between each GNRs spectra of Fig. 5(a) and the SiC(0001)-reference lineshapes shown in Fig. 5(b). For samples FG163R and FG166R the spectra exhibit the same amplitude as it is expected due to their similar widths, while the amplitude of the signal for FG166L increases due to the reduction in its width. For the reflectance spectrum in Eq. (1) we have used the parameters,  $E_r = 4.5$  eV,  $q = -4.0$  and  $\gamma = 1.0$  eV which lie within the values reported in the literature.<sup>8</sup> Dashed lines are the fits obtained with these parameters and Eqs. (1) and (3).

Considering that the GNRs coverage on the SiC surface is around 10 %, <sup>4</sup> the strength of the GNRs anisotropy appears reduced by a factor of 10 in the spectra of Fig. 6. Taking into account this factor, the fits (indicated by the dashed lines in Fig. 6) obtained by taking  $\Delta E_r$  as an adjustable parameter in Eq. (3) gives values of  $\Delta E_r = 1$  meV for samples FG163R and FG166R and  $\Delta E_r = 2$  meV for FG166L sample. These values are of the same order in magnitude as the reported for the energy gap of GNRs.<sup>19</sup> As can be seen in Fig. 6, the experimental results and the model are in excellent agreement.

We have mentioned that the GNRs are wide enough to consider them with an electronic structure more 2-dimensional than 1-dimensional, *i. e.* with the band structure of a bilayer graphene with a carrier confinement of the order of meV in the direction perpendicular to the GNR axis and anisotropic from the point of view of the light polarization. To have further evidence that the anisotropy is associated to the GNRs geometry, we have measured the RAS spectra of the quasi-free-standing bilayer graphene (sample FG272) and its SiC substrate and performed the same approach used to obtain the RAS spectra of the GNRs displayed in Fig. 6. The RAS spectrum obtained is shown by the dotted line in Fig. 6(c). Note that in this case the anisotropy is negligible because there is no confinement in any direction along the surface and no difference in reflectance along  $[1\bar{1}00]$  and  $[11\bar{2}0]$  directions is expected. Thus, we can conclude that the structure reported in Fig. 6 originates from the GNRs.

## VI. CONCLUSIONS

We have used the RAS technique in macroscopic and nanoscopic ( $\approx 100$  nm) scales to characterize the optical response of GNRs synthesized on SiC(0001) stepped semi-insulating substrates. Macro-RAS was performed in the energy range from 2.0 eV to 5.9 eV, while nano-RAS was performed using a laser of wavelength  $\lambda = 405$  nm. Both techniques are complementary and very useful to characterize both the substrate and the GNRs. Besides of the strong optical structure of the SiC, we were able to isolate the GNRs excitonic resonance at M-point of the Brillouin zone. The line shape of the macro-RAS is found to be derivative-like, as it is predicted by a developed model, based on the the energy shift  $\Delta E_r$  of the resonance due to confinement of carriers in the GNRs. We conclude that both, the nano-RAS and micro-RAS, are very promising tools for the characterization of the confinement

effects in GNRs.

## ACKNOWLEDGEMENTS

We would like to thank E. Ontiveros, F. Ramírez-Jacobo, L. E. Guevara-Macías and J. Gonzalez-Fortuna for their skillful technical support. This work was supported by Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (Grants Nos. 254991, 130009 and 81316), and Cátedras CONACyT (Project No. 1577).

## REFERENCES

- <sup>1</sup>K.S. Novoselov, A.K. Geim, S.V. Morozov, D. Jiang, Y. Zhang, S.V. Dubonos, I.V. Grigorieva, A.A. Firsov, *Science* **306** (2004) 666–669.
- <sup>2</sup>A. Das, S. Pisana, B. Chakraborty, S. Piscanec, S.K. Saha, U.V. Waghmare, K.S. Novoselov, H.R. Krishnamurthy, A.K. Geim, A.C. Ferrari, A.K. Sood, *Nature Nanotechnology* **3** (2008) 210–215.
- <sup>3</sup>T.J. Echtermeyer, P.S. Nene, M. Trushin, R.V. Gorbachev, A.L. Eiden, S. Milana, Z. Sun, J. Schliemann, E. Lidorikis, K. S. Novoselov, A. C. Ferrari, *Nano Lett.* **14** (2014) 3733–3742.
- <sup>4</sup>M.H. Oliveira Jr, J.M.J. Lopes, T. Schumann, L.A. Galves, M. Ramsteiner, K. Berlin, A. Trampert, H. Riechert, *Nat. Commun.* **6** (2015) 7632.
- <sup>5</sup>K.F. Mak, M.Y. Sfeir, Y. Wu, C.H. Lui, J.A. Misewich, T.F. Heinz, *Phys. Rev. Lett.* **101** (2008) 196405.
- <sup>6</sup>K.F. Mak, J. Shan, T.F. Heinz, *Phys. Rev. Lett.* **106** (2011) 046401.
- <sup>7</sup>R.R. Nair, P. Blake, A.N. Grigorenko, K.S. Novoselov, T.J. Booth, T. Stauber, N.M.R. Peres, A.K. Geim, *Science.* **320** (2008) 1308.
- <sup>8</sup>D.H. Chae, T. Utikal, S. Weisenburger, H. Giessen, K. v. Klitzing, M. Lippitz, J. Smet, *Nano. Lett.* **11** (2011) 1379–1382.
- <sup>9</sup>M.Y. Han, J.C. Brant, P. Kim, *Phys. Rev. Lett.* **104** (2010) 056801.
- <sup>10</sup>T. Simil, C. R. Arunkumar, R. R. Mohammad, S. K. Kim, *J. Phys. Chem. C.* **118** (2014) 10855–10858.

- <sup>11</sup>M. Sprinkle, M. Ruan, Y. Hu, J. Hankinson, M. Rubio-Roy, B. Zhang, X. Wu, C. Berger, W.A. de Heer, *Nat. Nanotechnol.* **5** (2010) 727–731.
- <sup>12</sup>J. Baringhaus, M. Ruan, F. Edler, A. Tejada, M. Sicot, A. Taleb-Ibrahimi, An-Ping Li, Z. Jiang, E. H. Conrad, C. Berger, C. Tegenkamp, W. A. de Heer, *Nature* **506** (2014) 349–354.
- <sup>13</sup>L.F. Lastras-Martínez, R.E. Balderas-Navarro, R. Herrera-Jasso, J. Ortega-Gallegos, A. Lastras-Martínez, Y. Cordier, J.-Ch. Moreno, E. Frayssinet, F. Semond, *J. Appl. Phys.* **111** (2012) 023511.
- <sup>14</sup>L. F. Lastras-Martínez, N.A. Ulloa-Castillo, R. Herrera-Jasso, R.E. Balderas-Navarro, A. Lastras-Martínez, M. Pandikunta, O. Ledyayev, V. Kuryatkov, S. Nikishin, *Jpn. J. Appl. Phys.* **54** (2015) 021501.
- <sup>15</sup>R. Denk, M. Hohage, P. Zeppenfeld, J. Cai, C.A. Pignedoli, H. Söde, R. Fasel, X. Feng, K. Müllen, S. Wang, D. Prezzi, A. Ferretti, A. Ruini, E. Molinari, P. Ruffieux, *Nat. Commun.* **5** (2014) 1–7.
- <sup>16</sup>M. H. Oliveira Jr., T. Schumann, F. Fromm, R. Koch, M. Ostler, M. Ramsteiner, T. Seyller, J. M. J. Lopes, H. Riechert, *Carbon* **52** (2013) 83–89.
- <sup>17</sup>L.F. Lastras-Martínez, A. Lastras-Martínez, R.E. Balderas-Navarro, *Rev. Sci. Instrum.* **64** (1993) 2147–2152.
- <sup>18</sup>to be published.
- <sup>19</sup>M.Y. Han, B. Özyilmaz, Y. Zhang, P. Kim, *Phys. Rev. Lett.* **98** (2007) 206805.
- <sup>20</sup>C. Persson, U. Lindefelt, *J. Appl. Phys.* **82** (1997) 5496–5508.
- <sup>21</sup>K. Nakada, M. Fujita, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus, *Phys. Rev. B.* **53** (1996) 17954–17961.
- <sup>22</sup>Y.-M. Lin, V. Perebeinos, Z. Chen, and P. Avouris, *Phys. Rev. B.* **78** (2008) 161409(R).
- <sup>23</sup>K. Wakabayashi, K.-i. Sasaki, T. Nakanishi, T. Enoki, *Sci. Technol. Adv. Mater.* **11** (2010) 054504.

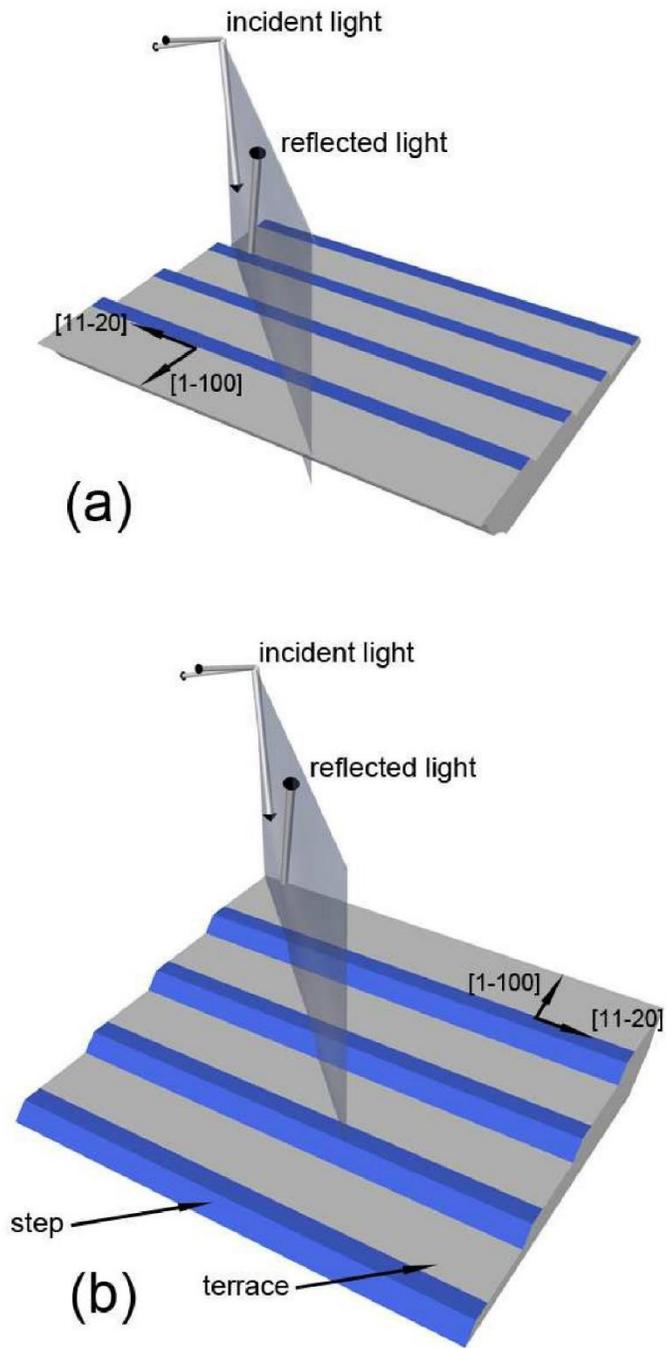


FIG. 1. Sample orientations used to determine the physical origin of the components in the RAS spectrum. The GNRs are indicated in blue color. They are formed at the step edge regions.<sup>4</sup> (a) indicates the A orientation in which the RAS spectrum comprises only signals coming from the terraces. (b) indicates the B orientation in which the detector senses the light coming from the terraces and steps of SiC. In order to reduce as much as possible the contribution of the SiC we have measured the samples in the B orientation (see text for details).

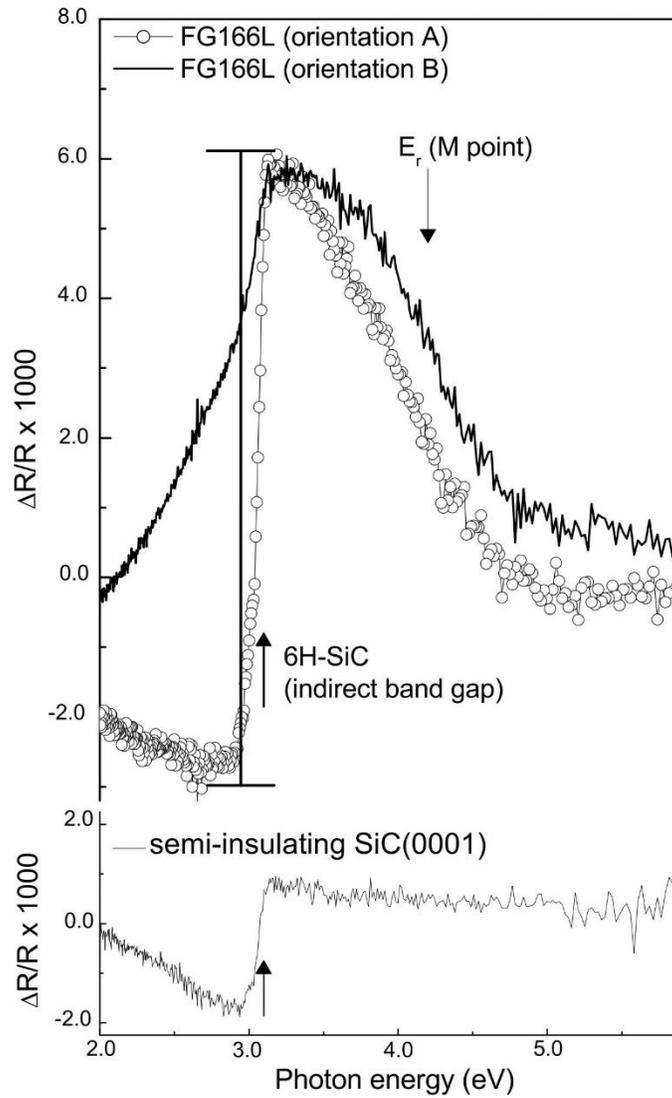


FIG. 2. RAS spectra of the sample FG166L with A (solid line) and B (open circles) orientation. The main difference between these spectra is the structure around 3.0 eV. This energy corresponds to the indirect band gap of 6H-SiC. The strength of the structure is indicated by the vertical line. Note that this structure almost disappears if the sample is oriented in position B. The spectrum in the lower part of the figure, corresponds to the RAS spectrum of the SiC reference sample, where the 3.0 eV structure dominates the RAS signal confirming that this structure is not associated to graphene.

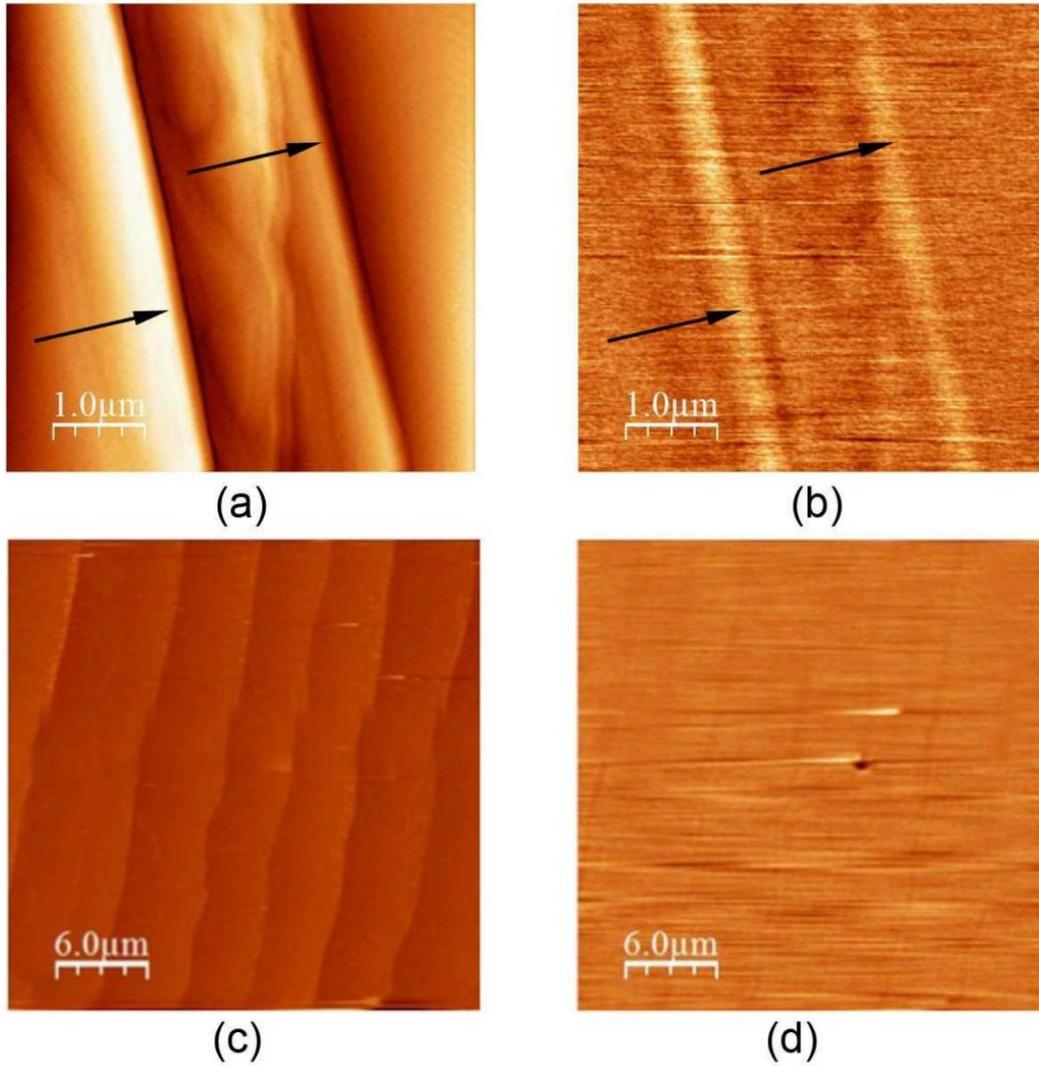


FIG. 3. (a) AFM and (b) NSOM maps obtained for sample FG166R. Both maps were measured simultaneously. The step position is indicated by arrows. Note that at the steps, the NSOM signal increases highly its strength. (c) and (d) show the AFM and the NSOM maps obtained for a quasi-free-standing Graphene bilayer grown on stepped SiC. Note that NSOM signal in (d) increases only slightly its strength at the steps, and only traces of the steps can be detected in the NSOM map.

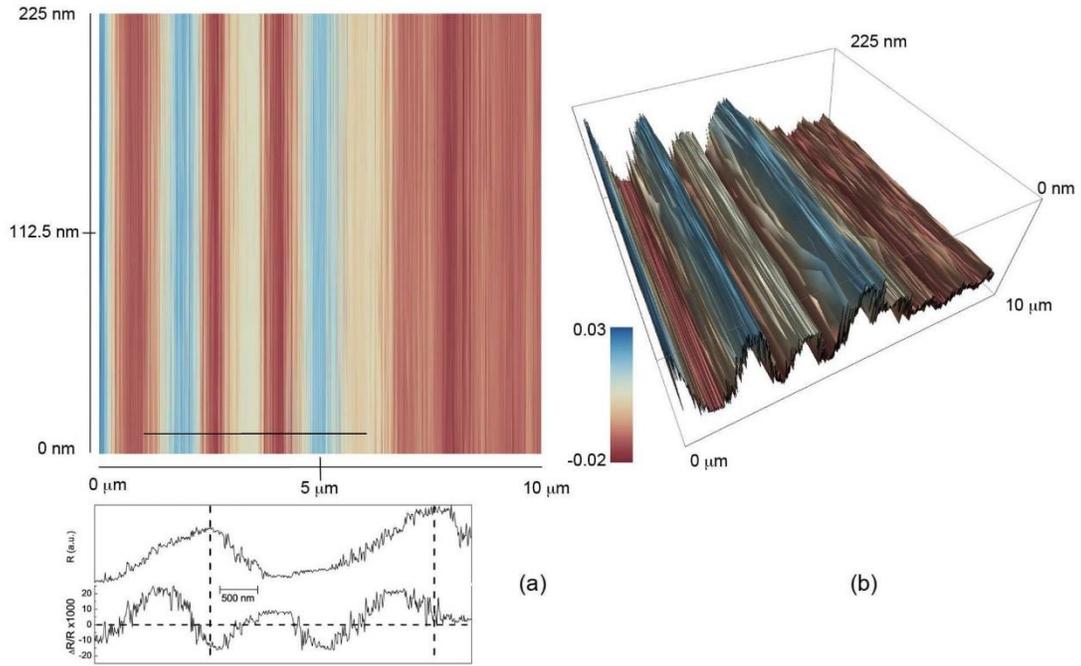


FIG. 4. Two- and three-dimensional views of the nano-RAS map obtained for sample FG166R for an area of  $10.0 \times 0.225 \mu\text{m}^2$ . We also show the profile taken through the solid line indicated in the two-dimensional map, for both, the reflectivity (NSOM) and the nano-RAS. Dashed lines indicate the position of the steps. Note that while the reflectivity comprises two maximums, nano-RAS oscillates around zero. The map was obtained for a B orientation of the sample. Similar measurements were performed for A orientation and no oscillations were detected, neither in the reflectance and RAS.

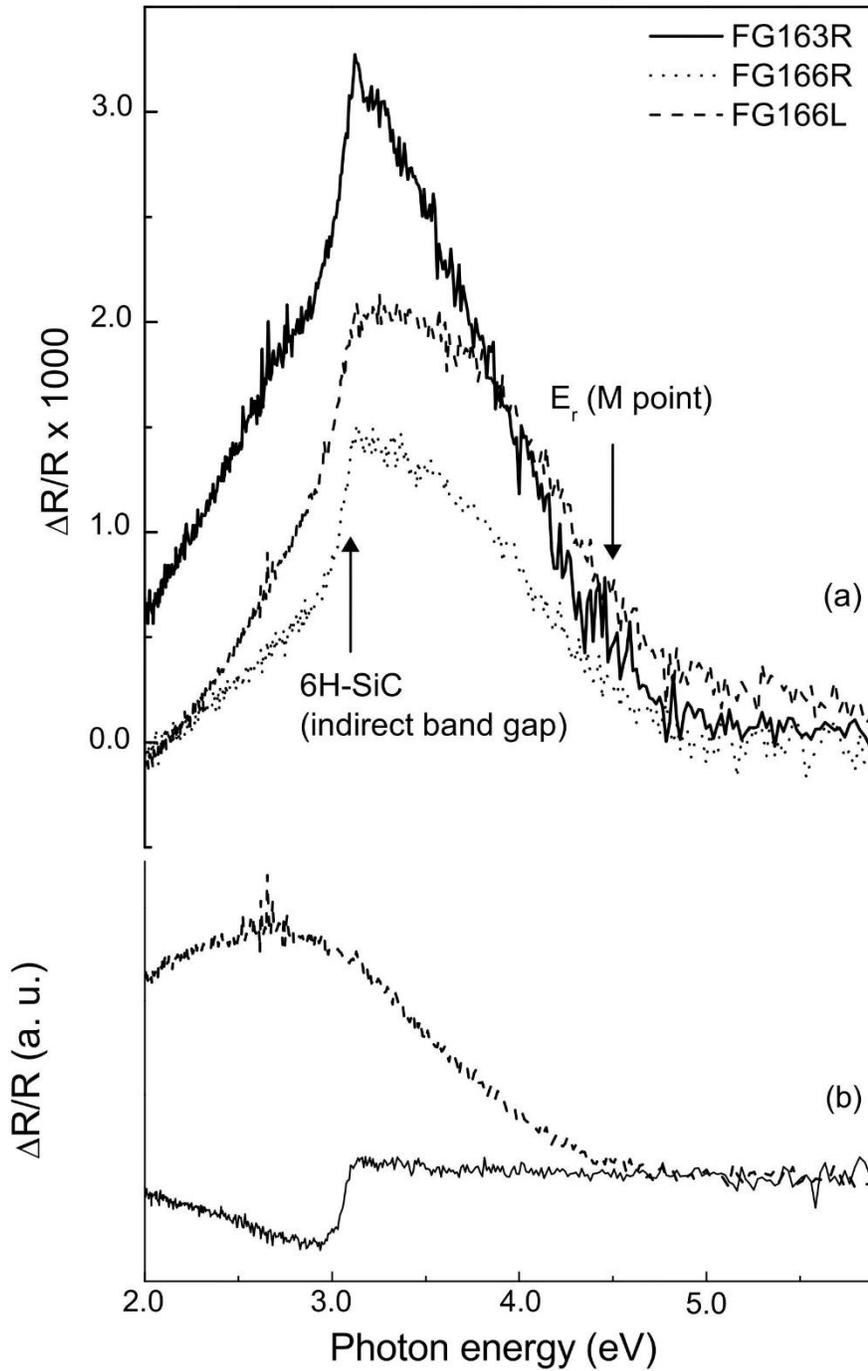


FIG. 5. (a) RAS spectra for the samples FG163R, FG166R and FG166L collected in the B orientation. The indirect band gap of 6H-SiC and the energy of the graphene exciton are indicated by arrows. (b) Components of the RAS spectra associated to the difference in reflectivity for s and p polarization (dashed line) and the originated on the high anisotropy of the hexagonal crystal (solid line).

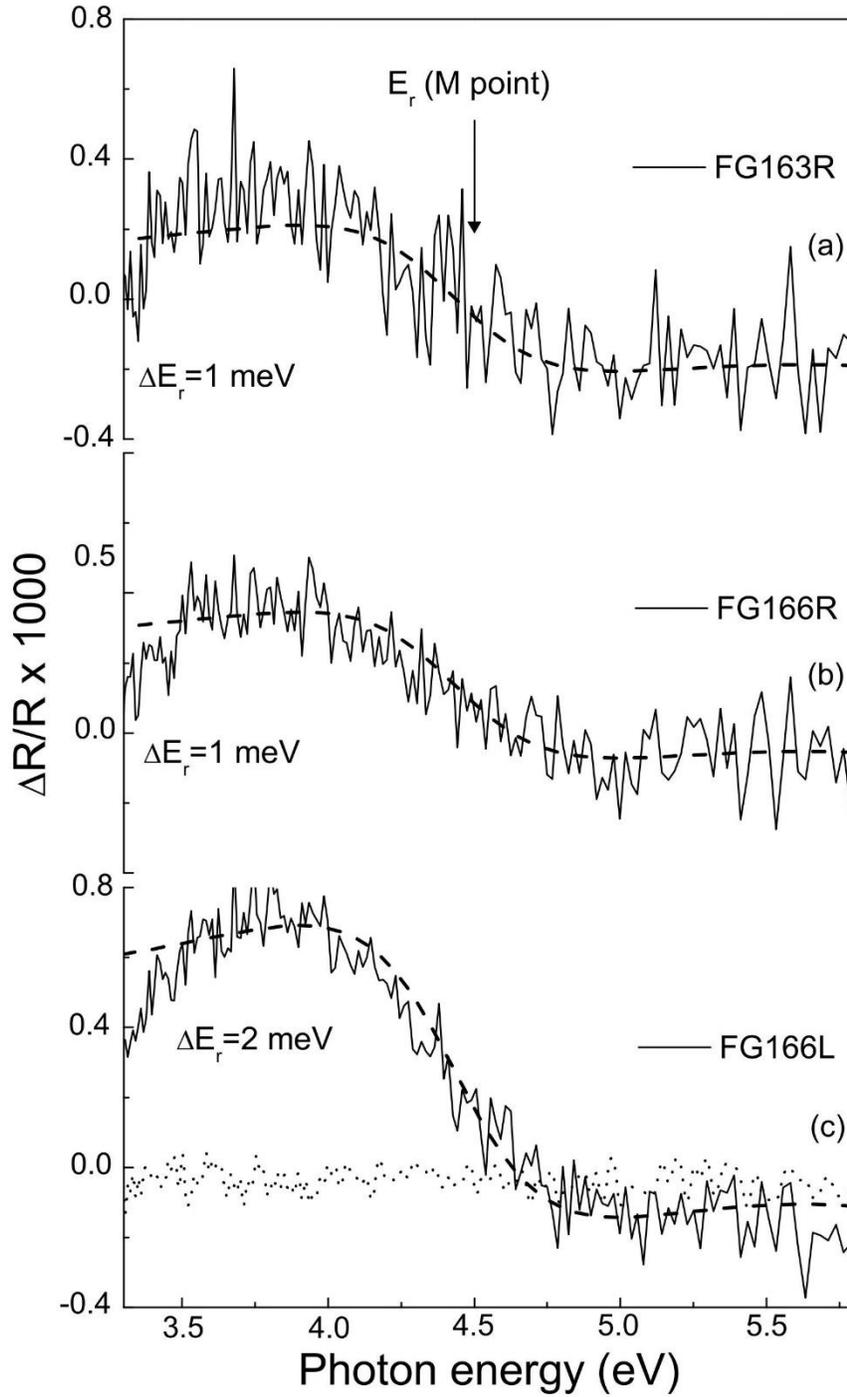


FIG. 6. Spectra obtained by the numerical difference between the spectra of samples FG163R, FG166R and FG166L and the SiC(0001)-reference sample. Note that the spectrum of the narrowest GNRs (FG166L) has a larger amplitude than the FG163R and FG166R spectra. This is due to a larger confinement of carriers. Dashed line are the fits obtained by using our model. The estimated confinement energy  $\Delta E_r$  is given for each spectra. Dotted spectrum in (c) is the one obtained for the quasi-free-standing bilayer graphene sample FG272.

## 8.4 Apéndice D: Participación en congresos.



### SISTEMA DE MICROSCOPIA DE ALTA RESOLUCIÓN BASADO EN EL EFECTO DE CAMPO CERCANO (SNOM)

M.C. Juan Almendárez Rodríguez, Dr. Luis Felipe Lastras Martínez

<sup>a</sup>Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, San Luis Potosí, S.L.P., adamfinix@live.com.mx, lflm@cactus.iico.uaslp.mx

#### RESUMEN

El Presente trabajo se trata del desarrollo, implementación y puesta en marcha de un sistema de microscopía de alta resolución basado en el efecto de campo cercano, en el cual se realiza una combinación de la interacción de los mecanismos de la microscopía óptica y la alta resolución de la microscopía de sonda, realizado en el Instituto de Investigación en Comunicación Óptica, con el cual se realizaran mediciones a muestras de semiconductores a nivel nanométrico, para su estudio y comprensión de efectos que estas puedan presentar.

#### 1. INTRODUCCIÓN

La tendencia a la miniaturización de sistemas y componentes, electrónicos, mecánicos, ópticos, obleas de semiconductores, etc., nos lleva a la búsqueda de nuevas técnicas de visualización y reconstrucción de imágenes, más allá del alcance de nuestra vista y del microscopio común. En un principio para poder observar objetos que son demasiado pequeños para observar a simple vista se empleó el microscopio, el cual se trata de un instrumento óptico que contiene dos o más lentes que permiten obtener una imagen aumentada del objeto y que funciona por refracción, lo que significa que normalmente dependen de la luz que atraviesa la muestra desde abajo hasta las lentes donde es aumentada la imagen de la muestra que se está observando, por lo tanto la resolución de los microscopios ópticos está restringida por un fenómeno llamado difracción que, dependiendo de la apertura numérica (AN o AN) del sistema óptico y la longitud de onda de la luz utilizada ( $\lambda$ ), establece un límite definido ( $\delta$ ) a la resolución óptica. Suponiendo que las aberraciones ópticas fueran despreciables, la resolución sería:

$$\delta = \frac{\lambda}{2 * A_N} (1)$$

Dos clases de técnicas para mejorar esta resolución, estudiadas ampliamente son:

- Radiación con longitudes de onda menores (electrones, rayos x).
- Microscopía de sonda (de efecto de túnel, fuerza atómica).

El problema de estas técnicas es que son: destructivas, de elevado costo, muy lentas, poco fiables, la muestra se tiene que preparar y deben de realizarse al alto vacío. La respuesta a este problema puede ser la combinación de la interacción de los mecanismos de la microscopía óptica y la alta resolución de la microscopía de sonda, llegando así a la creación de la técnica del Escaneo Óptico Microscópico de Campo Cercano conocido como SNOM por sus siglas en inglés (Scanning Near-Field Optical Microscopy), la cual nos permite formar imágenes más allá del límite de difracción. La técnica de SNOM permite reconstruir imágenes con una resolución del orden de  $\lambda/60$  o mayores, dependiendo de la resolución de los sistemas mecánicos y del tamaño de las puntas que se utilicen. Con el objeto de poder estudiar muestras de dimensiones menores al límite de difracción utilizando luz láser, se ha implementado un microscopio de campo cercano (SNOM).



En un sistema SNOM la luz es dirigida a la superficie de la muestra bajo estudio por medio de una fibra óptica cuya punta ha sido adelgazada en el límite de nanómetros. Esta punta se acerca algunos nanómetros a la superficie del sistema bajo estudio por medio de un piezo-eléctrico. La luz reflejada es capturada nuevamente por la fibra y colectada por un fotomultiplicador para su análisis. El sistema bajo estudio se monta sobre una plataforma piezo-eléctrica XYZ de resolución de nanométrica. De esta forma se hace un barrido XY y se reconstruye la imagen. Nuestro sistema permite el uso de luz polarizada para lograr un mayor contraste que los sistemas SNOM convencionales.

## 2. TEORÍA

En la técnica de Escaneo Óptico Microscópico de Campo Cercano (SNOM) se colecta la luz a través de una pequeña apertura de la punta de una fibra óptica estrechada (Taper), la cual es escaneada sobre la muestra, la luz es conducida desde la muestra a través de la fibra hasta el detector (Fototubo), donde este envía una señal hacia la computadora para su interpretación y posterior reconstrucción de la muestra.

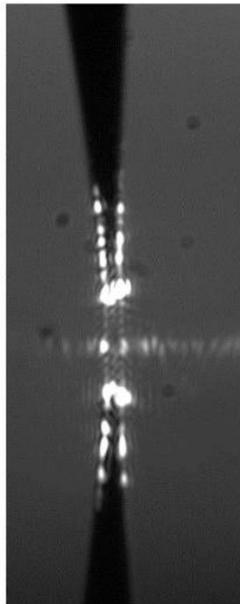


Figura 1. Punta de fibra óptica utilizada para colectar la luz.

Para la realización del escaneo es necesario contar con un sistema de posicionamiento de la muestra, que cuente con tres grados de libertad, los cuales sean lo más estables posibles durante el desplazamiento, ya que la punta de la fibra óptica debe permanecer a una altura constante para no alterar las mediciones. La altura existente entre la punta de la fibra y la muestra debe de ser de algunos pocos nanómetros, lo cual dará como resultado una mejor resolución en la medición y reconstrucción de la muestra.

La señal es recogida solo de una pequeña parte de la muestra, aproximadamente del tamaño de la apertura de la punta de la fibra óptica estrechada; la resolución del sistema no está limitada por el fenómeno de difracción, este depende del tamaño de la apertura de la fibra.



La luz láser de una longitud adecuada es acoplada en una fibra óptica a la cual se le ha fabricado una punta en uno de los extremos, el control de la polarización y del filtrado espectral es necesario antes de acoplar la luz láser a la fibra. La punta debe montarse sobre un soporte mecánico ya que a menudo es necesario alinear la fibra sobre el eje óptico de la muestra.

Para explotar completamente la técnica de SNOM son necesarios básicamente tres requerimientos:

- ❖ Una apertura óptica muy pequeña (en este caso se estrechaba fibra óptica para obtener una apertura muy pequeña y poder conducir la señal), la cual parcialmente define la resolución óptica del sistema SNOM
- ❖ Una manera de colocar la superficie de la muestra a una distancia menor a 100nm de altura de la punta de la fibra óptica estrechada, la cual debe permanecer constante.
- ❖ Una forma de reconstruir la muestra que se está midiendo mediante la punta, en este caso se realizara la reconstrucción de la imagen mediante la señal recogida por la fibra, la cual se procesara mediante un equipo de cómputo para reconstruir la imagen de la muestra obtenida.

A continuación la siguiente figura muestra una configuración básica en la aplicación de SNOM, incluyendo algunos de sus componentes básicos.

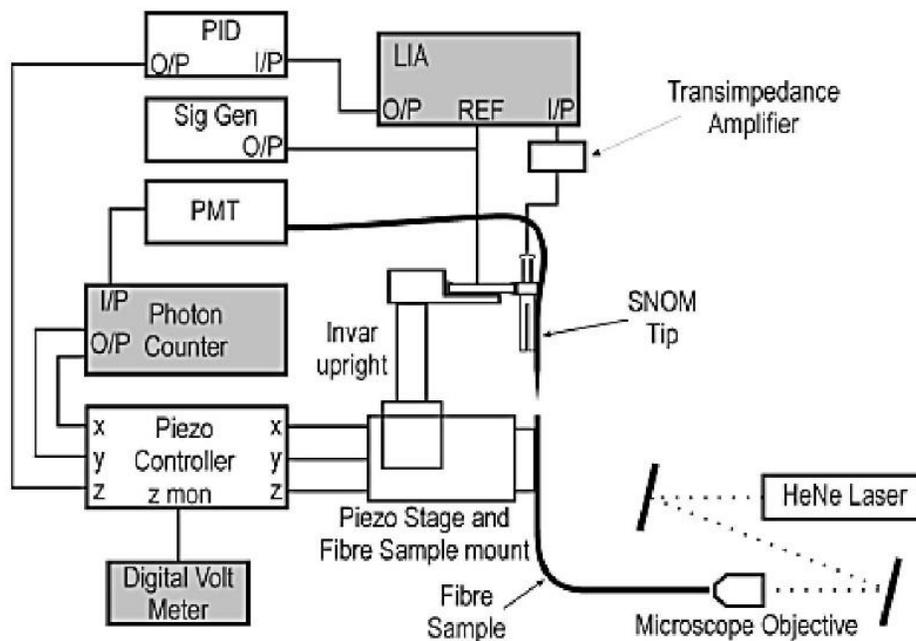


Figura 2. Configuración básica de un SNOM.

Las fuerzas electrostáticas existentes en los materiales nos permiten mantener la punta de fibra óptica a unos cuantos nanómetros de entrar en contacto directo con esta, ya que si la punta de fibra óptica se va acercando y esta se encuentra vibrando de manera constante, se podrá detectar el cambio en la vibración cuando la punta se encuentre a unos cuantos nanómetros de entrar en contacto con la muestra (figura 3).



Por lo que la punta de fibra óptica se pondrá a vibrar a una cierta frecuencia, mientras esta se acerca a nanómetros de la muestra, donde las fuerzas estáticas presentes en la muestra, harán que la frecuencia de vibración de la punta de fibra óptica cambie, este cambio podrá verse reflejado inmediatamente y por lo tanto así evitar que estas dos entren en contacto, así evitando dañar la muestra.

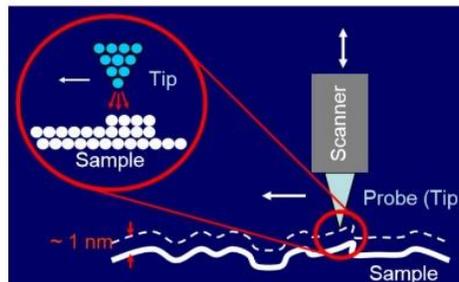


Figura 3. Fuerzas electrostáticas presentes.

Para realizar este desarrollo se requiere hacer vibrar la punta de fibra óptica adelgazada mediante algún medio, detectar el cambio en la vibración de esta antes de que se encuentre en contacto con la muestra, desarrollar puntas de fibra óptica con un diámetro menor a una micra, realizar la caracterización de estas mediante un instrumento que así nos lo permita, implementar el sistema automático que controle todos los mecanismos y además nos permita realizar la reconstrucción de la imagen en tiempo real y probar el sistema desarrollado buscando resoluciones ópticas menores a las ya obtenidas.

### 3. PARTE EXPERIMENTAL

Para hacer vibrar la fibra óptica se desarrolló un instrumento virtual, mediante el cual se envía una señal cuadrada, con una frecuencia y una amplitud variable, de acuerdo a la necesidad que se tenga, esta es enviada a una fuente DC-DC, con la finalidad de que el voltaje sea amplificado y este enviado aun cristal piezoeléctrico, que tiene la forma de un cubo y el cual mide 2 mm de arista, lo que lo hace un instrumento muy pequeño y difícil de manejar, pero adecuado para hacer que la punta de fibra óptica vibre.

Para hacer esto posible, se llevó a cabo una nueva implementación óptica, la cual se muestra a continuación (figura 4), en esta implementación se tuvieron que realizar modificaciones a mecanismos ya existentes, para hacerse compatibles con los nuevos a implementar, ya que el sistema óptico es importante para la resolución del sistema, los mecanismos fueron fabricados con la mayor exactitud posible.

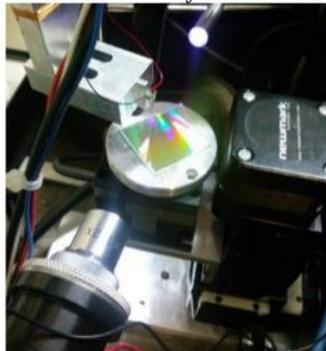


Figura 4. Implementación óptica.



Para la detección del cambio en la vibración de la punta de fibra óptica, se hace incidir un haz laser sobre esta, el cual genera un patrón de líneas de incidencia como el mostrado en la figura 5, este patrón es aprovechado y enviado a un fotodetector, el cual se encarga de convertir la señal de luz, en una señal eléctrica, la cual a su vez es enviada a una tarjeta de adquisición de datos, para ser interpretada en el instrumento virtual desarrollado, de tal forma que se pueda saber el valor de la frecuencia de vibración de la fibra, y poder ser así comparado con el valor de la frecuencia de vibración generado.

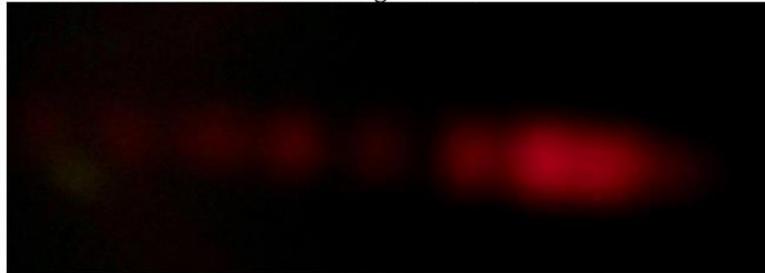


Figura 5. Patrón de difracción generado.

El patrón generado debe ser lo más claro posible, mostrando una buena separación entre líneas, para que solo una de ellas incida sobre el fotodetector, ya que en caso de incidir más de una se estará duplicando la frecuencia, a la cual la punta está vibrando generando así una medición errónea.

Al instrumento virtual dedicado a la generación de la señal de control del piezoelectrico se le agrego la parte de detección de vibración de la punta de fibra óptica, mediante una tarjeta de adquisición de datos DAQ6009 de la empresa National Instruments, con la finalidad de detectar en que momento, la punta se encuentra a unos cuantos nanómetros de altura de la muestra, a este instrumento virtual se le dio la forma completa para convertirse en un sub-VI, es decir se le desarrollo un icono, al cual se le asignaron entradas y salidas, con lo cual se puede incluir este con los otros instrumentos virtuales desarrollados.

Como se puede observar en la figura 6 la señal generada (señal cuadrada color rojo), que es enviada a la fuente DC-DC para el control del cristal piezoelectrico se encuentra en fase con la señal recibida por el fotodetector (señal triangular color blanco), esto se logra acercando o alejando el mismo del punto donde se genera la vibración de la punta de fibra óptica (Figura 6), el que se encuentren estas dos señales en fase benefician a que la comparación de frecuencias sea más exacta, además esta separación nos permite tener un mejor patrón de interferencia.

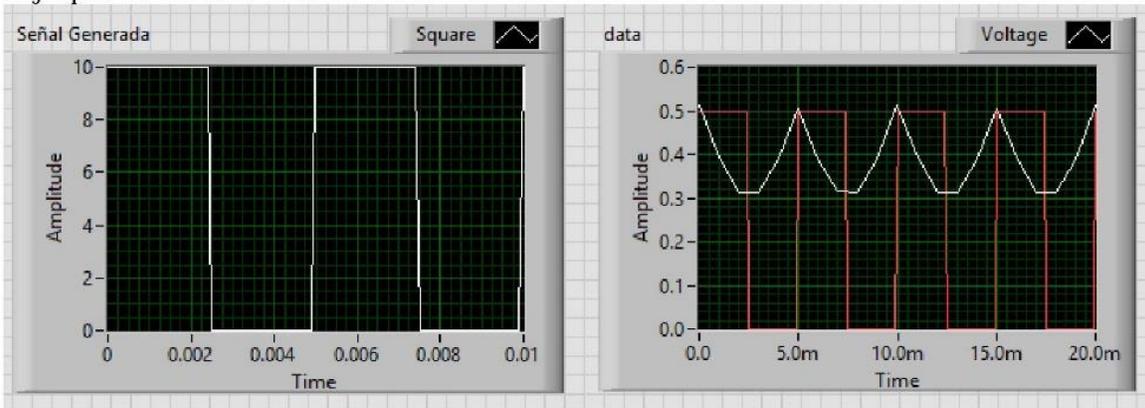


Figura 6. Señales Generadas.



Para la caracterización de estas puntas ya se contaba con un instrumento virtual, el cual controla una cámara CCD y una mesa de posicionamiento XYZ, para la focalización de las puntas a medir, además nos indica que diámetro tienen estas mediante el procesamiento de imagen a continuación se muestra la caratula del instrumento virtual desarrollado (figura 7):

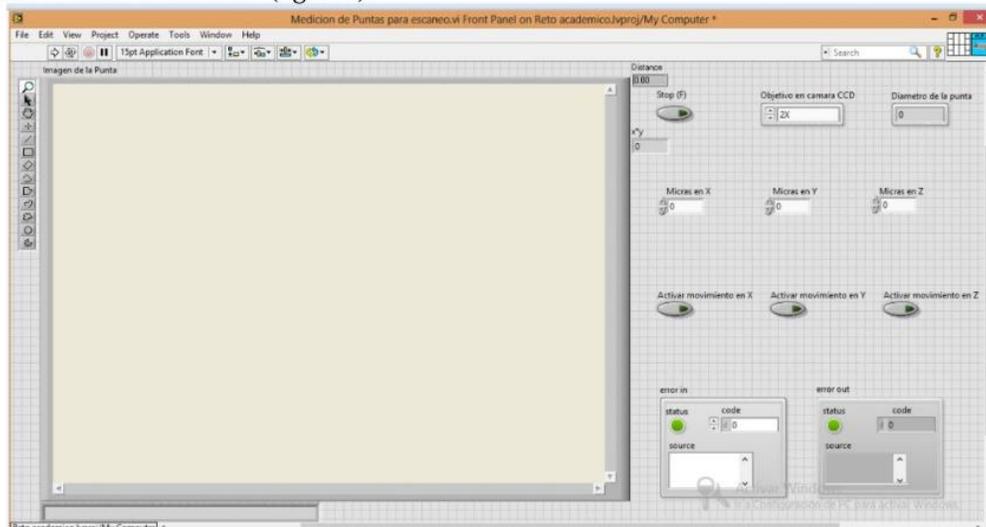


Figura 7. VI generado.

Después de haber realizado la caracterización de las puntas de fibra óptica, se procedió al desarrollo del instrumento virtual, para el control del sistema de medición, el cual cumple los siguientes puntos:

1. Generación de señal para la vibración del cristal piezoeléctrico.
2. Medición de la frecuencia a la cual está vibrando la fibra.
3. Acercamiento de la muestra a la punta en el eje Z.
4. Detección de proximidad por medio de la vibración.
5. Detener el avance en el eje Z antes de que la muestra y la punta entren en contacto.
6. Realizar las mediciones necesarias con el amplificador lock-in y el multímetro, para realizar una buena reconstrucción de la imagen.
7. Retirar la muestra de la punta hacia su posición original.
8. Moverse en el eje Y una cierta distancia.
9. Volver a repetir los pasos anteriores hasta realizar, la reconstrucción del área deseada.

Este instrumento virtual desarrollado, el cual cuenta internamente con varios de los instrumentos antes mencionados, ya que este es un instrumento de aplicación, y por lo tanto es de los más importantes para el desarrollo que se está llevando a cabo, en la figura 8 se puede observar su panel de control.

El panel frontal se puede observar que es relativamente sencillo y no cuenta con muchos botones o indicadores, esto se realizó con la intención de hacer una interfaz agradable para el usuario y sin tantas complicaciones.

El instrumento fue modificado para trabajar como microscopio de fuerza atómica AFM, además de SNOM, ya que es necesario posicionar la punta de fibra óptica a unos cuantos nanómetros de la muestra, sin que ambas entren en contacto, con el cual se obtuvieron los siguientes resultados mostrados en la figuras 9 y 10.

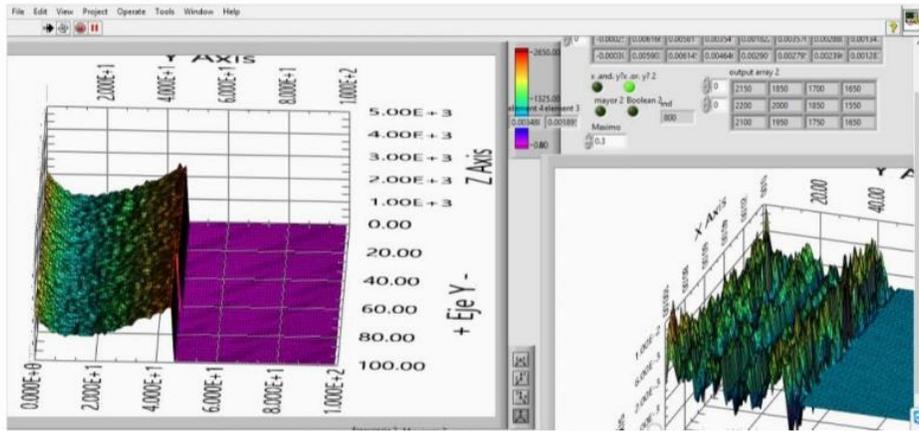


Figura 8. Panel Frontal del VI desarrollado.

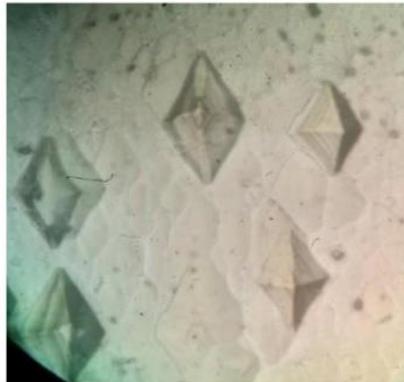


Figura 9. Pits de GaAS observados por microscopio óptico.

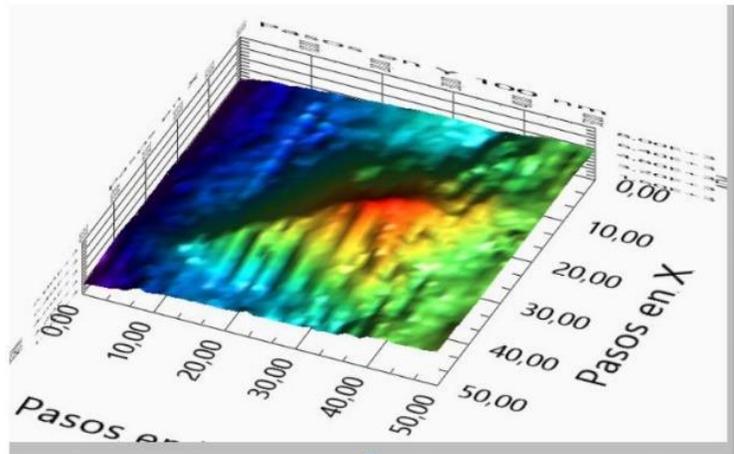


Figura 10. Imagen generada por la medicion realizada.



#### 4. CONCLUSIONES

Mediante la técnica de SNOM, pueden obtenerse resoluciones mayores a la de los microscopios ópticos, sin dañar la muestra, pues esta nunca entra en contacto con la punta.

#### BIBLIOGRAFÍA

1. [http://img.alibaba.com/photo/112154046/Keithley\\_2700\\_DMM\\_Meters.jpg&imgrefurl=http://spanish.alibaba.com/product-tp/keithley-2700-dmm-meters-112154046.html&h=405&w=790&sz=54&tbnid=Dw2QNbh6JVIDEM:&tbnh=62&tbnw=121&zoom=1&usg=\\_\\_boy-vjFbx0UX9\\_qMhxMXgHhnnVQ=&docid=2LvTu667hiQinM&itg=1&hl=es&sa=X&ei=tqp1UfTpAua50AHEu4DoBg&ved=0CIUBEPUBMAk](http://img.alibaba.com/photo/112154046/Keithley_2700_DMM_Meters.jpg&imgrefurl=http://spanish.alibaba.com/product-tp/keithley-2700-dmm-meters-112154046.html&h=405&w=790&sz=54&tbnid=Dw2QNbh6JVIDEM:&tbnh=62&tbnw=121&zoom=1&usg=__boy-vjFbx0UX9_qMhxMXgHhnnVQ=&docid=2LvTu667hiQinM&itg=1&hl=es&sa=X&ei=tqp1UfTpAua50AHEu4DoBg&ved=0CIUBEPUBMAk)
2. <http://www.hindsinstruments.com/products/photoelastic-modulators/pem-100-controller/>
3. [https://www.google.com.mx/search?hl=es&q=amplificador+lock+in+sr530&bav=on.2,or.r\\_cp.r\\_qf.&bvm=bv.45512109,d.dmQ&biw=1366&bih=673&um=1&ie=UTF-8&tbn=isch&source=og&sa=N&tab=wi&ei=ZrN1UarNDYjN0AHcnIEI#imgrc=njWn9PECrDRI9M%3A%3BRcclXP26bq7fjM%3Bhttp%253A%252F%252Fimg.directindustry.es%252Fimages\\_di%252Fphoto-g%252Famplificador-sincrono-bifasico-lock-in-7218-3183597.jpg%3Bhttp%253A%252F%252Fwww.directindustry.es%252Fprod%252Fstanford-research-systems%252Famplificadores-sincronos-bifasicos-lock-in-7218-984947.html%3B1929%3B843](https://www.google.com.mx/search?hl=es&q=amplificador+lock+in+sr530&bav=on.2,or.r_cp.r_qf.&bvm=bv.45512109,d.dmQ&biw=1366&bih=673&um=1&ie=UTF-8&tbn=isch&source=og&sa=N&tab=wi&ei=ZrN1UarNDYjN0AHcnIEI#imgrc=njWn9PECrDRI9M%3A%3BRcclXP26bq7fjM%3Bhttp%253A%252F%252Fimg.directindustry.es%252Fimages_di%252Fphoto-g%252Famplificador-sincrono-bifasico-lock-in-7218-3183597.jpg%3Bhttp%253A%252F%252Fwww.directindustry.es%252Fprod%252Fstanford-research-systems%252Famplificadores-sincronos-bifasicos-lock-in-7218-984947.html%3B1929%3B843)
4. [http://www.google.com.mx/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&frm=1&source=web&cd=1&ved=0C8QFjAA&url=http%3A%2F%2Fcursos.eie.ucr.ac.cr%2Fclaroline%2Fbackends%2Fdownload.php%3Furl%3DLzltVGFwZXJzLnBkZg%253D%253D%26cidReset%3Dtrue%26cidReq%3DADIEZ&ei=ibd1UdjbGPGK0QGQ6oDwCw&usg=AFQjCNFKErZTfp8bW4v-2p4t4x\\_k39Vzrw&sig2=S23VI\\_MXK\\_R3](http://www.google.com.mx/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&frm=1&source=web&cd=1&ved=0C8QFjAA&url=http%3A%2F%2Fcursos.eie.ucr.ac.cr%2Fclaroline%2Fbackends%2Fdownload.php%3Furl%3DLzltVGFwZXJzLnBkZg%253D%253D%26cidReset%3Dtrue%26cidReq%3DADIEZ&ei=ibd1UdjbGPGK0QGQ6oDwCw&usg=AFQjCNFKErZTfp8bW4v-2p4t4x_k39Vzrw&sig2=S23VI_MXK_R3)

## 9. Índice de figuras

Figura 1. Microprocesador de celular. <sup>[1]</sup> .....	- 1 -
Figura 2. Defectos estructurales generados por ataque químico en GaAs. ....	- 2 -
Figura 3. Microscopio óptico metalográfico. ....	- 3 -
Figura 4. Punta de fibra óptica, utilizada para el escaneo del microscopio de barrido de campo cercano desarrollado en este trabajo.....	- 5 -
Figura 5. Esquema de la configuración del equipo usado en el proceso de implementación y desarrollo de SNOM. ....	- 8 -
Figura 6. Configuración de la reflectividad “S” y “P”, para la obtención de un mayor contraste.....	- 9 -
Figura 7. Configuración de la reflectividad en dirección 1 y en dirección 2 para la obtención de un mayor contraste. ....	- 10 -
Figura 8. Campos y ángulos para los coeficientes de Fresnel. ....	- 14 -
Figura 9. Modos de escaneo de microscopios de campo cercano. <sup>[26]</sup> .....	- 20 -
Figura 10. Esquema de montaje de las mesas de movimiento micrométrico y nanométrico.....	- 21 -
Figura 11. Portamuestras. ....	- 22 -
Figura 12. Interacción de sonda con muestra mediante fuerzas electrostáticas. <sup>[27]</sup> .....	- 23 -
Figura 13. Piezoeléctrico para vibración de la punta de fibra óptica. <sup>[28]</sup> .....	- 23 -
Figura 14. Patrón generado por el láser incidente en la sonda. ....	- 24 -
Figura 15. Electrónica desarrollada para el fotodiodo detector. ....	- 24 -
Figura 16. Señal generada por el fotodiodo. ....	- 25 -
Figura 17. Panel frontal del VI de control de piezoeléctrico.....	- 25 -
Figura 18. Porta fotomultiplicador diseñado. ....	- 26 -
Figura 19. Porta piezoeléctrico.....	- 27 -
Figura 20. Montaje final del sistema de vibración.....	- 27 -
Figura 21. Montaje físico para realizar la vibración de la punta de fibra óptica. ....	- 28 -
Figura 22. Montaje físico de sistema de escaneo y adquisición.....	- 28 -
Figura 23. Montaje para incidencia de haz laser en sonda. ....	- 29 -

Figura 24. Colocación de fotodiodo e incidencia de haz sobre sonda.....	- 30 -
Figura 25. Sistema de microscopia con cámara CCD montada.....	- 31 -
Figura 26. Captura del acercamiento de la sonda y la muestra. ....	- 32 -
Figura 27. Arreglo óptico para polarización y modulación de haz laser e iluminación de muestra. ....	- 33 -
Figura 28. Colocación de sonda en ángulo formado entre haz incidente y haz reflejado.....	- 34 -
Figura 29. Transmisión de fotones provenientes de la muestra hacia la sonda.-	35 -
Figura 30. Arreglo experimental del microscopio de barrido desarrollado.....	- 35 -
Figura 31. Arreglo experimental del microscopio de barrido desarrollado, vista lateral. ....	- 36 -
Figura 32. Dependencia de la reflectancia del índice de refracción y del ángulo de incidencia. ....	- 36 -
Figura 33. Resultado de experimento de reflectancia con modulador fotoelástico encendido y apagado. ....	- 37 -
Figura 34. Reconstrucción de la morfología de la muestra patrón a partir de la medición de la reflectancia diferencial.....	- 38 -
Figura 35. Reconstrucción de la morfología de la rejilla de difracción a partir de la medición de RD.....	- 39 -
Figura 36. Arreglo experimental del microscopio desarrollado.....	- 39 -
Figura 37. Ventana de inicio del software LabVIEW 2015. ....	- 42 -
Figura 38. Panel frontal de instrumento virtual. ....	- 43 -
Figura 39. Icono del instrumento virtual. ....	- 43 -
Figura 40. Panel de conexiones del icono del VI.....	- 44 -
Figura 41. Panel de conexiones e icono del VI editados. ....	- 44 -
Figura 42. Icono del instrumento virtual utilizado como subprograma.....	- 44 -
Figura 43. Diagrama de bloques del instrumento virtual. ....	- 45 -
Figura 44. Montaje mecánico de mesas de movimiento XY. <sup>[34]</sup> .....	- 46 -
Figura 45. Controlador NSC-G de Newmark Systems,inc.....	- 47 -
Figura 46. Impresión de pantalla de GalilTools. <sup>[35]</sup> .....	- 48 -

Figura 47. Panel frontal desarrollado para el control de las mesas de movimiento XY. ....	- 48 -
Figura 48. Diagrama de bloques de movimiento micrométrico XY.....	- 49 -
Figura 49. Código para la distancia de desplazamiento.....	- 50 -
Figura 50. Controlador NSC-1S. ....	- 52 -
Figura 51. Panel frontal del VI del movimiento micrométrico en Z. ....	- 54 -
Figura 52. Diagrama de bloques del VI del movimiento micrométrico en el eje Z. ....	- 55 -
Figura 53. Diagrama de bloques del VI de comandos de movimiento micrométrico en el eje Z.....	- 55 -
Figura 54. Panel frontal del VI de Movimiento micrométrico XYZ. ....	- 57 -
Figura 55. Diagrama de bloques del VI de Movimiento micrométrico XYZ. ....	- 58 -
Figura 56. Icono y conexiones del instrumento virtual de movimiento micrométrico XYZ. ....	- 59 -
Figura 57. Montaje mecánico de los actuadores lineales. <sup>[38]</sup> .....	- 59 -
Figura 58. Muestra montada en la base horizontal XY.....	- 60 -
Figura 59. Muestra montada en la base vertical eje Z.....	- 61 -
Figura 60. Montaje físico de actuadores lineales y base porta-muestra.....	- 61 -
Figura 61. Caratula frontal del Amplificador Lock-In modelo SR530. ....	- 63 -
Figura 62. Panel frontal del VI del Amplificador Lock-In.....	- 64 -
Figura 63. Diagrama de bloques del VI del Amplificador Lock-In.....	- 65 -
Figura 64. Panel frontal del VI del Amplificador Lock-In promedios. ....	- 65 -
Figura 65. Diagrama de bloques del VI del Amplificador Lock-In promedios. ...	- 66 -
Figura 66. Multímetro digital KEITHLEY modelo 2000. ....	- 68 -
Figura 67. Panel frontal del VI del Multímetro Keithley.....	- 69 -
Figura 68. Diagrama de bloques del VI del Multímetro Keithley. ....	- 69 -
Figura 69. Panel frontal del VI del Multímetro Keithley promedios. ....	- 71 -
Figura 70. Diagrama de bloques del VI del Multímetro Keithley promedios. ....	- 72 -
Figura 71. Elemento óptico y piezoeléctrico del PEM. <sup>[42]</sup> .....	- 73 -
Figura 72. Compresión del elemento óptico del PEM. <sup>[42]</sup> .....	- 74 -
Figura 73. Estiramiento del elemento óptico del PEM. <sup>[42]</sup> .....	- 74 -

Figura 74. Modulador fotoelástico PEM-100. ....	- 75 -
Figura 75. Panel frontal del VI del PEM-100. ....	- 76 -
Figura 76. Caratula PEM-100 modo remoto.....	- 76 -
Figura 77. Diagrama de bloques del VI del PEM-100. ....	- 77 -
Figura 78. Icono de los subprogramas leer y escribir.....	- 78 -
Figura 79. Disco de chopper óptico.....	- 79 -
Figura 80. Controlador del chopper óptico modelo SR540.....	- 80 -
Figura 81. Panel frontal del VI del retardador mecánico. ....	- 81 -
Figura 82. Diagrama de bloques del VI del chopper óptico.....	- 81 -
Figura 83. Chasis cDAQ 9171 .....	- 82 -
Figura 84. Tarjeta NI 9269. <sup>[45]</sup> .....	- 83 -
Figura 85. Disco del retardador mecánico con su blindaje.....	- 84 -
Figura 86. Controlador del sistema de movimiento nanométrico XYZ.....	- 85 -
Figura 87. Sistema piezoeléctrico de movimiento nanométrico.....	- 86 -
Figura 88. Panel frontal del VI movimiento nanométrico XYZ. ....	- 87 -
Figura 89. Panel frontal del VI movimiento nanométrico XYZ. ....	- 88 -
Figura 90. Montaje de los sistemas de escaneo. ....	- 88 -
Figura 91. Panel de control del movimiento XYZ nanométrico y micrométrico..	- 89 -
Figura 92. Cámara PixeLINK.....	- 90 -
Figura 93. Panel de control de la cámara CCD PixeLINK. ....	- 91 -
Figura 94. Diagrama de bloques del VI de la cámara CCD.....	- 92 -
Figura 95. Vista interna de la lámpara desarrollada. ....	- 92 -
Figura 96. Lámpara desarrollada. ....	- 93 -
Figura 97. Panel frontal del VI de Medición de puntas para escaneo. ....	- 95 -
Figura 98. Diagrama de bloques del VI de Medición de puntas para escaneo. -	- 96 -
Figura 99. Instrumento virtual en funcionamiento.....	- 96 -
Figura 100. Portaobjetos desarrollado. ....	- 97 -
Figura 101. Punta de fibra óptica LovaLite dañada. ....	- 97 -
Figura 102. Punta de la fibra óptica LovaLite. ....	- 98 -
Figura 103. Precisión y exactitud. <sup>[49]</sup> .....	- 99 -
Figura 104. Tarjeta perforada de IBM. <sup>[50]</sup> .....	- 101 -

Figura 105. Disco compacto estándar de Sony.....	- 103 -
Figura 106. Estructura de un disco compacto Verbatim con superficie imprimible. <sup>[52]</sup> .....	- 104 -
Figura 107. Espiral de datos del disco compacto. <sup>[53]</sup> .....	- 105 -
Figura 108. Estructura del disco compacto. <sup>[54]</sup> .....	- 106 -
Figura 109. Imagen SNOM de disco compacto en vista lateral.....	- 107 -
Figura 110. Imagen de disco compacto vista 3D.....	- 107 -
Figura 111. Imagen de disco compacto vista lateral, pasos 80 nm. ....	- 108 -
Figura 112. Imagen de disco compacto vista 3D en pasos 80 nm. ....	- 108 -
Figura 113. Imagen de disco compacto vista lateral en pasos 7 nm. ....	- 109 -
Figura 114. Imagen de disco compacto vista 3D en pasos 7 nm. ....	- 109 -
Figura 115. Reflectancia mostrada por el disco compacto.....	- 110 -
Figura 116. Comparación de patrones de la estructura de un CD y DVD. <sup>[55]</sup> ..	- 111 -
Figura 117. Imagen del DVD vista lateral, pasos 10 nm. ....	- 112 -
Figura 118. Imagen del DVD vista 3D, pasos 10 nm.....	- 113 -
Figura 119. Reflectividad mostrada en un DVD. ....	- 113 -
Figura 120. Representación esquemática de BD y DVD-Recording. <sup>[57]</sup> .....	- 114 -
Figura 121. Comparación del tamaño de las estructuras de CD, DVD y Blu-ray. <sup>[59]</sup> .....	- 115 -
Figura 122. Imagen del disco Blu-ray en vista lateral, pasos 10 nm. ....	- 116 -
Figura 123. Imagen del disco Blu-ray en vista 3D, pasos 10 nm.....	- 117 -
Figura 124. Imagen del disco Blu-ray en vista lateral, pasos 10 nm. ....	- 117 -
Figura 125. Imagen del disco Blu-ray en vista 3D, pasos 10 nm.....	- 118 -
Figura 126. Reflectividad mostrada por el disco Blu-ray. ....	- 118 -
Figura 127. Cono de luz generado para la lectura de datos. <sup>[58]</sup> .....	- 119 -
Figura 128. Diámetros del disco central que concentra el 84% de la luz. <sup>[58]</sup> ..	- 120 -
Figura 129. Microcanales SONY DADC. <sup>[63]</sup> .....	- 121 -
Figura 130. Estructura trifásica (COP/AIRE/COP) de los microcanales.....	- 123 -
Figura 131. Microcanal observado con microscopio metalográfico. ....	- 123 -
Figura 132. Microcanal observado con microscopio metalográfico diferente área. .....	- 124 -

Figura 133. Cruce de microcanales observado con microscopio metalográfico. .....	- 124 -
Figura 134. Vista aérea del microcanal caracterizado mediante DHM.....	- 125 -
Figura 135. Vista lateral de la gráfica 3 D del microcanal obtenida mediante DHM. - 125 -	
Figura 136. Vista aérea del cruce de los microcanales caracterizado mediante DHM. .....	- 126 -
Figura 137. Vista lateral de la gráfica 3 D del cruce de microcanales caracterizados mediante DHM. ....	- 126 -
Figura 138. Vista aérea del microcanal caracterizado mediante reflectancia..	- 127 -
Figura 139. Vista lateral de la gráfica 3 D del microcanal obtenida mediante reflectancia.....	- 128 -
Figura 140. Vista aérea del microcanal caracterizado mediante reflectancia diferencial.....	- 129 -
Figura 141. Vista lateral del microcanal caracterizado mediante reflectancia diferencial.....	- 129 -
Figura 142. Vista aérea del cruce microcanales caracterizado mediante reflectancia. .....	- 130 -
Figura 143. Vista lateral del cruce de los microcanales obtenida mediante reflectancia.....	- 130 -
Figura 144. Vista aérea del cruce de los microcanales caracterizados mediante reflectancia diferencial.....	- 131 -
Figura 145. Vista lateral del cruce de los microcanal caracterizados mediante reflectancia diferencial.....	- 132 -
Figura 146. Imagen de la estructura de la muestra patrón SNG-01, obtenida por medio de AFM. <sup>[64]</sup> .....	- 133 -
Figura 147. Muestra patrón vista con objetivo 50X. ....	- 134 -
Figura 148. Muestra patrón vista con objetivo 100X. ....	- 135 -
Figura 149. Medición de muestra patrón con AFM.....	- 135 -
Figura 150. Altura de pits medios de AFM. ....	- 136 -
Figura 151. Vista aérea de la muestra patrón medida con el sistema.....	- 137 -

Figura 152. Vista lateral de la muestra patrón medida del sistema. ....	- 138 -
Figura 153. Vista aérea de la punta de un rombo. ....	- 139 -
Figura 154. Vista lateral de la punta de un rombo. ....	- 139 -
Figura 155. Imagen de la punta de un pit proporcionada por NT-MDT. <sup>[66]</sup> .....	- 140 -
Figura 156. Vista aérea de la medición realizada mediante reflectancia diferencial. .....	- 141 -
Figura 157. Vista aérea de la medición realizada mediante reflectancia diferencial. .....	- 141 -
Figura 158. Montaje óptico del sistema de microscopia de alta resolución. ....	- 142 -
Figura 159. Funcionamiento de una rejilla de difracción. <sup>[67]</sup> .....	- 143 -
Figura 160. Proceso de fabricación de las rejillas de difracción. <sup>[68]</sup> .....	- 143 -
Figura 161. Patrones simétricos triangulares y senoidales, asimétrico diente de sierra. <sup>[69]</sup> .....	- 144 -
Figura 162. Medición de la rejilla de difracción de 1200 líneas por milímetro mediante la técnica de reflectancia. ....	- 145 -
Figura 163. Formación de un solo ciclo de la rejilla. ....	- 146 -
Figura 164. Muestra vista desde arriba. ....	- 146 -
Figura 165. Formación de ciclos de la rejilla de difracción. ....	- 147 -
Figura 166. Vista aérea de la rejilla de difracción 1200 líneas por milímetro. .	- 148 -
Figura 167. Acomodo de punta de fibra óptica con respecto a la muestra y laser que la ilumina. ....	- 148 -
Figura 168. Reflectancia mostrada en la rejilla de difracción. ....	- 149 -
Figura 169. Bombilla led. <sup>[71]</sup> .....	- 150 -
Figura 170. Características de los dispositivos de almacenamiento ópticos. <sup>[72]</sup> .....	- 151 -
Figura 171. Escala de sistemas y su unidad de medida a la que pertenecen. <sup>[73]</sup> .....	- 151 -
Figura 172. Estructuras cristalinas cubicas. <sup>[75]</sup> .....	- 152 -
Figura 173. Pits generados en oblea de silicio mediante ataque químico con KOH. .....	- 153 -
Figura 174. Proceso de formación de pits. <sup>[79]</sup> .....	- 154 -

Figura 175. Oblea de silicio virgen. ....	- 155 -
Figura 176. Estructura cristalina del silicio. <sup>[82]</sup> .....	- 156 -
Figura 177. Grafica de la velocidad de grabado de la oblea de silicio (100) en solución de KOH al 20%. <sup>[83]</sup> .....	- 157 -
Figura 178. Grafica de la velocidad de grabado de la oblea de silicio (100) en solución de KOH al 45%. <sup>[83]</sup> .....	- 158 -
Figura 179. Muestra 1, duración del ataque 1 hora.....	- 158 -
Figura 180. Muestra 2, duración del ataque 35 minutos. ....	- 159 -
Figura 181. Muestra 3, duración del ataque 40 minutos. ....	- 159 -
Figura 182. Muestra 4, duración del ataque 35 minutos. ....	- 160 -
Figura 183. Vista lateral de la medición de la muestra 4 de Si, orientación (100) en configuración de AFM. ....	- 160 -
Figura 184. Vista aérea de la medición de la muestra 4 de Si, orientación (100) en configuración de AFM. ....	- 161 -
Figura 185. Grafica de la reflectancia mostrada por la muestra 4 de Si (100).- 162 -	- 162 -
Figura 186. Grafica de la reflectancia diferencial mostrada por la muestra 4..- 162 -	- 162 -
Figura 187. Comparación entre AFM y reflectancia diferencial de las mediciones realizadas a la muestra 4 de Si (100) con resolución de 1 $\mu$ m.....	- 163 -
Figura 188. Vista lateral del AFM generado por el sistema de la muestra de Si (100) con resolución de 100 nanómetros. ....	- 163 -
Figura 189. Vista aerea del AFM generado por el sistema de la muestra de Si (100) con resolución de 100 nanómetros. ....	- 164 -
Figura 190. Comparación entre AFM y reflectancia diferencial de las mediciones realizadas a la muestra de Si (100) con resolución de 100 nm.....	- 164 -
Figura 191. Estructura cristalina del Arseniuro de galio. <sup>[85]</sup> .....	- 165 -
Figura 192. Pits generados en GaAS conductor orientación (100), duración del ataque 45 minutos.....	- 167 -
Figura 193. Pits generados en GaAS conductor orientación (100), duración del ataque 70 minutos.....	- 168 -
Figura 194. Vista lateral de la medición de la muestra de GaAs orientación (100), en configuración de AFM .....	- 168 -

Figura 195. Vista en 3 D de la medición como AFM de los pits generados en GaAs. .....	- 169 -
Figura 196. Vista lateral de la medición de la reflectancia de los pits generados en GaAs con orientación (100).....	- 170 -
Figura 197. Vista aérea de la medición de la reflectancia de los pits generados en GaAs con orientación (100).....	- 170 -
Figura 198. Vista aérea de la medición de la reflectancia diferencial de los pits generados en GaAs con orientación (100).....	- 171 -
Figura 199. Comparación de AFM y reflectancia diferencial, sección intermedia. .....	- 171 -
Figura 200. Comparación de AFM y reflectancia diferencial, sección inicial. ...	- 172 -
Figura 201. Vista lateral de la medición como AFM de un pits completo generados en GaAs orientación (100).....	- 172 -
Figura 202. Vista en aérea de la medición como AFM de un pits completo generados en GaAs orientación (100).....	- 173 -
Figura 203. Vista aérea de la medición de la reflectancia de un pit completo generado en GaAs con orientación (100).....	- 173 -
Figura 204. Vista aérea de la medición de la reflectancia diferencial de un pit completo generado en GaAs con orientación (100). ....	- 174 -
Figura 205. Comparación de AFM y reflectancia diferencial, sección inicial. ...	- 174 -
Figura 206. Posicionamiento de fibra óptica sobre pit. ....	- 175 -
Figura 207. Estructura del grafeno. <sup>[89]</sup> .....	- 176 -
Figura 208. Muestra FG163R, vista aérea de la medición de AFM realizada. -	- 177 -
Figura 209. Muestra FG163R, vista lateral de la medición de AFM realizada. -	- 178 -
Figura 210. Muestra FG166L, vista aérea de la medición de AFM realizada. .-	- 178 -
Figura 211. Muestra FG166L, vista lateral de la medición de AFM realizada. -	- 179 -
Figura 212. Muestra FG166R, vista lateral de la medición de AFM realizada. -	- 179 -
Figura 213. Muestra FG166R, vista lateral de la medición de AFM realizada. -	- 180 -
Figura 214. Posición de colocación de la muestra de los nanolistones.....	- 181 -
Figura 215. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela. ....	- 181 -

Figura 216. Vista aérea de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela. ....	- 182 -
Figura 217. Vista lateral de la Reflectancia de la muestra FG163R en polarización paralela. ....	- 182 -
Figura 218. Vista aérea de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela. ....	- 183 -
Figura 219. Posición de colocación de la muestra de los nanolistones rotada 180°. ....	- 183 -
Figura 220. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 180°. ....	- 184 -
Figura 221. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 180°. ....	- 184 -
Figura 222. Vista lateral de la Reflectancia de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 180°. ....	- 185 -
Figura 223. Posición de colocación de la muestra de los nanolistones rotada 90°. ....	- 185 -
Figura 224. Vista lateral de la Reflectancia Diferencial de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 90°. ....	- 186 -
Figura 225. Vista lateral de la Reflectancia de la muestra FG163R en polarización paralela, rotada 90°. ....	- 186 -
Figura 226. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166R polarización paralela. ....	- 187 -
Figura 227. Reflectancia de la muestra FG166R polarización paralela. ....	- 187 -
Figura 228. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166R rotada 180°. ....	- 188 -
Figura 229. Reflectancia de la muestra FG166R rotada 180°. ....	- 188 -
Figura 230. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166R rotada 90°. ....	- 189 -
Figura 231. Reflectancia de la muestra FG166R rotada 90°. ....	- 189 -
Figura 232. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166L polarización paralela. ....	- 190 -
Figura 233. Reflectancia de la muestra FG166L polarización paralela. ....	- 190 -
Figura 234. Reflectancia Diferencial de la muestra FG166L rotada 180°. ....	- 191 -

Figura 235. Reflectancia de la muestra FG166L rotada 180°.	- 191 -
Figura 236. Reflectancia Diferencial de la muestra FG271 polarización paralela.	- 192 -
Figura 237. Reflectancia de la muestra FG271 polarización paralela.	- 192 -
Figura 238. Orientación de las muestras de nanolistones de grafeno en las cuales no se detectan los escalones.	- 193 -
Figura 239. Orientación de las muestras de nanolistones de grafeno en las cuales si se detectan los escalones.	- 194 -
Figura 240. Vista área y lateral de la caracterización de RD de la muestra FG163R, con microscopio desarrollado.	- 195 -
Figura 241. Mapas obtenidos de la muestra FG166R a) AFM, b)NSOM.	- 195 -
Figura 242. Comparación de perfiles de reflectancia y RD.	- 196 -
Figura 243. Imagen de SEM de los nanowires.	- 197 -
Figura 244. Imagen de SEM de los nanowires vista aérea.	- 198 -
Figura 245. Vista aérea de la reflectancia diferencial obtenida del escaneo de los nanotubos de GaN.	- 198 -
Figura 246. Vista aérea en 3D de la reflectancia diferencial obtenida del escaneo de los nanotubos de GaN.	- 199 -
Figura 247. Caratula del analizador de espectros modelo SR760.	- 199 -
Figura 248. Frecuencias obtenidas en la medición de la muestra de nanowires.	- 200 -
Figura 249. Frecuencias obtenidas en la medición de la muestra de nitruro de silicio.	- 200 -
Figura 250. Frecuencias obtenidas en la medición del sustrato de silicio.	- 201 -
Figura 251. Morfología de la muestra M9940.	- 202 -
Figura 252. RD de la muestra M9940, caracterizada mediante NSOM.	- 203 -
Figura 253. Combinación de los resultados de AFM y NSOM.	- 203 -
Figura 254. Morfología de la muestra M9940, mayor resolución.	- 204 -
Figura 255. RD de la muestra M9940, caracterizada mediante NSOM, resolución mayor.	- 204 -

Figura 256. Combinación de los resultados de AFM y NSOM, mayor resolución. .....	- 205 -
Figura 257. Grafica de la reflectancia de la muestra M9940. ....	- 206 -
Figura 258. Grafica de RD de la muestra M9940. ....	- 206 -
Figura 259. Grafica de la reflectancia de la muestra M9940, mayor NPP. ....	- 207 -
Figura 260. Grafica de RD de la muestra M9940, mayor NPP. ....	- 207 -
Figura 261. Representación esquemática de la estructura de los cristales de grafito hexagonal <sup>[95]</sup> . ....	- 208 -
Figura 262. Morfología del HOPG obtenida mediante NSOM en función de AFM. .....	- 209 -
Figura 263. NSOM del HOPG. ....	- 210 -
Figura 264. Combinación de AFM y NSOM de la muestra HOPG. ....	- 210 -
Figura 265. Reflectancia de la muestra HOPG. ....	- 211 -
Figura 266. RD obtenida de la muestra HOPG. ....	- 211 -
Figura 267. Reflectancia de la muestra HOPG, mayor NPP. ....	- 212 -
Figura 268. RD de la muestra HOPG, mayor NPP. ....	- 212 -
Figura 269. Reflectancia de la muestra HOPG, mayor NPP, nueva área. ....	- 213 -
Figura 270. RD de la muestra HOPG, mayor NPP. ....	- 213 -
Figura 271. Imagen STM del HOPG con orientación (0001). <sup>[97]</sup> ....	- 214 -
Figura 272. Orientación de las polarizaciones “S” y “P”. <sup>[98]</sup> ....	- 218 -
Figura 273. Sistema de microscopia de alta resolución desarrollado. ....	- 219 -
Figura 274. Fibra óptica estirada también llamada Tapper. ....	- 223 -
Figura 275. Fibra óptica dañada 1. ....	- 223 -
Figura 276. Fibra óptica dañada 2. ....	- 224 -
Figura 277. Fotografía de fibra óptica que presenta adelgazamiento fuera de la cintura. ....	- 224 -
Figura 278. Fibra óptica observada con el microscopio. ....	- 225 -
Figura 279. Punta de fibra óptica con un buen clivado. ....	- 225 -
Figura 280. Menisco formado en la interface. ....	- 226 -
Figura 281. Disminución de diámetro de la punta. <sup>[99]</sup> ....	- 227 -
Figura 282. Soluciones preparadas para el adelgazamiento de fibra óptica. ...	- 227 -

Figura 283. Base fabricada para la colocación de fibras ópticas y su adelgazamiento.	- 228 -
Figura 284. Fibra óptica sumergida en ácido fluorhídrico y aceite de silicona.	- 229 -
Figura 285. Fibra óptica sumergida en ácido fluorhídrico y aceite mineral.....	- 229 -
Figura 286. Comparación entre fibra óptica sin adelgazar y fibra óptica adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite mineral. ....	- 230 -
Figura 287. Sistema de adelgazamiento de puntas de fibra óptica nivelado...	- 230 -
Figura 288. Primera prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite de silicona. ....	- 231 -
Figura 289. Segunda prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite de silicona. ....	- 231 -
Figura 290. Primera prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite mineral. ....	- 232 -
Figura 291. Segunda prueba fibra adelgazada con ácido fluorhídrico y aceite mineral. ....	- 232 -
Figura 292. Panel frontal del instrumento desarrollado para la caracterización de puntas de fibra óptica. ....	- 233 -
Figura 293. Imagen del panel frontal del instrumento virtual desarrollado, en el la medición de un pin hole de 12.5 $\mu$ m de diámetro.....	- 233 -
Figura 294. Panel frontal con medición de rejilla de difracción de 600 líneas por milímetro.....	- 234 -
Figura 295. Panel frontal con medición de rejilla de difracción de 1200 líneas por milímetro.....	- 235 -
Figura 296. Panel frontal en la medición de punta con diámetro < 1 $\mu$ m. ....	- 235 -
Figura 297. Panel frontal en la medición de punta con diámetro < 1 $\mu$ m. ....	- 236 -
Figura 298. Colocación de la punta de fibra óptica. ....	- 238 -
Figura 299. Proceso de evaporación de aluminio. ....	- 239 -
Figura 300. Primera evaporación. ....	- 240 -
Figura 301. Fibra con suciedad incrustada.....	- 240 -
Figura 302. Punta de fibra óptica mejores resultados. ....	- 241 -
Figura 303. Punta de fibra óptica mejores resultados 2. ....	- 241 -

Figura 304. Acabado de la punta de fibra óptica desarrollada. ....	- 242 -
Figura 305. Acabado de punta de fibra óptica visto mediante SEM. <sup>[97]</sup> .....	- 242 -
Figura 306. Ventana del proyecto desarrollado.....	- 245 -
Figura 307. Panel Frontal del VI “Movimiento micrométrico XYZ”.....	- 245 -
Figura 308. Fuente de voltaje Kepco Power Supply.....	- 246 -
Figura 309. Panel Frontal del VI “Camara CCD”.....	- 247 -
Figura 310. Fuente para el control del piezoeléctrico.....	- 248 -
Figura 311. Ventana de NI Launcher. ....	- 248 -
Figura 312. Ventana NI ELVISmx Instruments Launcher.....	- 249 -
Figura 313. Generador de funciones.....	- 249 -
Figura 314. Panel frontal del VI Medir AFM y R. ....	- 250 -
Figura 315. Ejemplo de configuración para escaneo. ....	- 252 -
Figura 316. Palanca para apertura y cierre del iris.....	- 252 -
Figura 317. Archivos generados por el sistema desarrollado.....	- 253 -
Figura 318. Microscopio desarrollado en funcionamiento. ....	- 253 -

## 10. Índice de tablas

Tabla 1. Especificaciones técnicas de las mesas de movimiento. <sup>[33]</sup> .....	- 46 -
Tabla 2. Especificaciones técnicas de las mesas de movimiento. <sup>[36]</sup> .....	- 52 -
Tabla 3. Set de instrucciones del controlador NSC-G. <sup>[37]</sup> .....	- 53 -
Tabla 4. Instrucciones para el control del multímetro Keithley. <sup>[41]</sup> .....	- 70 -
Tabla 5. Instrucciones PEM-100. ....	- 78 -
Tabla 6. Características de la muestra patrón. <sup>[65]</sup> .....	- 134 -
Tabla 7. Parámetros de red de semiconductores. <sup>[76]</sup> .....	- 153 -
Tabla 8. Caracterización de puntas de fibra óptica fabricadas. ....	- 237 -

## 11. Referencias

[1] Laura Montero, Crean el primer chip de 7 nanómetros, starMedia Mexico, obtenido el 30 agosto del 2016.

<http://tecnologia.starmedia.com/noticias/crean-primer-chip-7-nanometros.html>

[2] Microscopio óptico, EcuRed, conocimiento con todos y para todos, obtenido el 2 de septiembre del 2016.

[https://www.ecured.cu/Microscopio\\_%C3%B3ptico](https://www.ecured.cu/Microscopio_%C3%B3ptico)

[3] Daniel J. Narváez Armas, LA MICROSCOPIA: HERRAMIENTA PARA ESTUDIAR CÉLULAS Y TEJIDOS, MONOWEB, obtenido el 30 agosto del 2016.

[http://www.medic.ula.ve/histologia/anexos/microscopweb/MONOWEB/capitulo3\\_4.htm](http://www.medic.ula.ve/histologia/anexos/microscopweb/MONOWEB/capitulo3_4.htm)

[4] El microscopio óptico. Observación microscopía de los organismos, Universidad Politécnica de Valencia, obtenido el 2 de septiembre del 2016.

<http://www.euita.upv.es/varios/biologia/Pr%C3%A1cticas/Pr%C3%A1ctica%201.pdf>

[5] NT-MDT, Scanning Near-Field Microscopy (SNOM) - Principles and Modes of Operation by NT-MDT, AZO NANO, obtenido el 25 de Enero del 2016.

<http://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=2250>

[6] Scanning Near-field Optical Microscopy (SNOM), WITec focus innovations, obtenido el 12 de Febrero del 2016.

<http://www.witec.de/techniques/snom/>

[7] "The Bakerian Lecture: On the Theory of Light and Colours", T. Young, Philosophical Transactions of the Royal Society of London. **92**, 12, (1802).

[8] "A suggested method for extending microscopic resolution into the ultra-microscopic region", E.H. Synge The London, Edinburgh, And Dublin Philosophical Magazine And Journal Of Science **6**, (1928).

[9] “*Near-Field Microscopy and Near-Field Optics*”, D. Courjon, Imperial College Press, London (2003).

[10] “*Super-resolution Aperture Scanning Microscope*”, E. A. Ash and G. Nicholls, Nature **237**, 510 - 512 (1972).

[11] “*Scanning tunneling microscopy*”, G. Binnig and H. Rohrer, Helvetica physica acta **55** 726 (1982).

[12] “*Optical stethoscopy: Image recording with resolution  $\lambda/20$* ”, D. W. Pohl, W. Denk, and M. Lanz, Appl.Phys. Lett. **44**, (1984).

[13] “*Scanning tunneling optical microscopy*”, D. Courjon, K. Sarayeddine, M. Spajer, Optics Communications , **71**, Issues 1–2, 1 23-28 (1989).

[14] “*New form of scanning optical microscopy*”, R. C. Reddick, R. J. Warmack, and T. L. Ferrell, Phys. Rev. B **39**, 767(R) (1989).

[15] “*An evanescent field optical microscope. In optical storage and scanning technologies*”, 1139, **77**, Proc. Soc. Phot-Optic Instrum. Eng. Paris France (1989).

[16] “*Water adsorbate influence on the Cu(110) surface optical response*”, Amirreza Baghbanpourasl, Wolf Gero Schmidt, Mariella Denk, Christoph Cobet, Michael Hohage, Peter Zeppenfeld, Kurt Hingerl, Surface Science **641**, 231 (1015).

[17] “*The reflection anisotropy spectroscopy of the Au(1 1 0) surface structures in liquid environments*”, P Weightman, P Harrison, C A Lucas, Y Grunder and C I Smith, Journal of Physics: Condensed Matter, **27**, 475005 (2015).

[18] “*Influence of plasma composition on reflectance anisotropy spectra for in situ III–V semiconductor dry-etch monitoring*” Lars Barzen, Ann-Kathrin Kleinschmidt, Johannes Strassner, Christoph Doering, Henning Fouckhardt, Wolfgang Bock, Michael Wahl, Michael Kopnarski, Applied Surface Science **357**, 530 ( 2015).

[19] “*Effects of local field and inherent strain in reflectance anisotropy spectra of AllIBV semiconductors with naturally oxidized surfaces*”, V. L. Berkovits, V. A. Kosobukin, and A. B. Gordeeva, Journal of Applied Physics **118** ( 2015).

[20] “A multichannel reflectance anisotropy spectrometer for epitaxial growth monitoring”, D Ariza-Flores, J Ortega-Gallegos, O Núñez-Olvera, R E Balderas-Navarro, L F Lastras-Martínez, L E Guevara-Macías and A Lastras-Martinez, *Measurement Science and Technology*, **26**, 115901 (2015).

[21] “Real-time reflectance-difference spectroscopy during the epitaxial growth of InAs/GaAs/(001)”, A. Armenta-Franco, A. Lastras-Martínez, J. Ortega-Gallegos, D. Ariza-Flores, L.E. Guevara-Macías, R.E. Balderas-Navarro, L.F. Lastras-Martínez, *Applied Surface Science* (2016).

[22] “Microreflectance difference spectrometer based on a charge coupled device camera: surface distribution of polishing-related linear defect density in GaAs (001)”, L. F. Lastras-Martínez, R. Castro-García, R. E. Balderas-Navarro, and A. Lastras-Martínez, **48**, 5713 *Applied Optics* (2009).

[23] “Polarization contrast linear spectroscopies for cubic semiconductors under stress: macro- and micro-reflectance difference spectroscopies” L.F. Lastras-Martinez, R.E. Balderas-Navarro, R. Castro-Garcia, R. Herrera-Jasso, M. Chavira-Rodriguez, and A. Lastras-Martinez, *Ann. Phys.* **523**, 121 (2011).

[24] “Reflectance difference spectroscopy microscope for circular defects on InN films”, Wei Huang, Yu Liu, Laipan Zhu, Xiantong Zheng, Yuan Li, Qing Wu, Yixin Wang, Xinqiang Wang, and Yonghai Chen, *Optics Express*, **24**, 15059 (2016).

[25] “Using high numerical aperture objective lens in micro-reflectance difference spectrometer”, Wanfu Shen, Chunguang Hu, , Shuai Li, Xiaotang Hu, *Applied Surface Science* (2016).

[26] Three types of NSOM scanning modes, ResearchGate, obtenido el 27 de noviembre del 2016.

[https://www.researchgate.net/figure/215691608\\_fig1\\_Figure-5-Three-types-of-NSOM-scanning-modes-The-thick-arrow-represents-illumination-of](https://www.researchgate.net/figure/215691608_fig1_Figure-5-Three-types-of-NSOM-scanning-modes-The-thick-arrow-represents-illumination-of)

[27] “Near-field microscopy techniques”, Yannick DE WILDE, Ecole Supérieure de Physique et Chimie Industrielles Paris, nMRIconference July 12, 2010

[28] Miniature Multilayer Piezo Actuators, PI Motion Positioning, obtenido el 28 de noviembre del 2016.

<https://www.physikinstrumente.com/en/products/piezoceramic-actuators/linear-actuators/pl0xx-picma-chip-actuators-100800/>

[29] LabVIEW, National instruments, obtenido el 5 de Septiembre del 2016.

<http://www.ni.com/es-mx.html>

[30] Adrien Jolly, LabVIEW, TestStand, LabWindows/CVI, obtenido el 5 de Septiembre del 2016.

<http://www.ajolly.com.mx/es/desarrollo-consulta-sistema-supervisor-control-prueba-medida/19-LabVIEW-que-es.html>

[31] Software de Desarrollo de Sistemas NI LabVIEW, National instruments, obtenido el 5 de Septiembre del 2016.

<http://www.ni.com/labview/esa/>

[32] ¿Qué puede hacer con LabVIEW?, National instruments, obtenido el 6 de Septiembre del 2016.

<http://www.ni.com/labview/why/esa/>

[33] Newmark's Microslide series linear stages offer high performance in a small package, nermark systems.inc, obtenido el 15 de Septiembre del 2016.

<http://www.newmarksystems.com/linear-positioners/microslide-series/#prettyPhoto>

[34] Microslide Series Linear Slide, nermark systems.inc, obtenido el 15 de Septiembre del 2016.

<http://www.newmarksystems.com/linear-positioners/microslide-series/#prettyPhoto/2/>

[35] NSC-G Series Motion Controller, nermark systems.inc, obtenido el 16 de Septiembre del 2016.

<http://www.newmarksystems.com/motion-controllers/nsc-g-series/#prettyPhoto/0/>

[36] NSC-A1 Single Axis USB Stepper Motor Controller, nermark systems.inc, obtenido el 16 de Septiembre del 2016.

<http://www.newmarksystems.com/motion-controllers/nsc-a1/>

[37] Single Axis Stepper Motor Controller + Micro-step Driver USB 2.0 / RS-485 communication, NSC-A1, nermark systems.inc, obtenido el 18 de Septiembre del 2016.

[http://www.newmarksystems.com/downloads/software/NSC-A/NSC-A1/NSC-A1\\_Manual\\_Rev\\_1.3.0.pdf](http://www.newmarksystems.com/downloads/software/NSC-A/NSC-A1/NSC-A1_Manual_Rev_1.3.0.pdf)

[38] nermark systems.inc, obtenido el 19 de Septiembre del 2016.

<http://www.newmarksystems.com/dimensions/xyz-microslide-linear-slide.jpg>

[39] MODEL SR530 LOCK-IN AMPLIFIER, Stanford Research Systems, obtenido el 18 de Febrero del 2014.

<http://www.thinksrs.com/downloads/PDFs/Manuals/SR530m.pdf>

[40] Keithley 2000 Multímetro de 6-1/2 Dígitos de Alto Rendimiento. Puertos GPIB y RS232, Final Test, venta de instrumentos de prueba y medición, obtenido el 13 de marzo del 2013.

<http://www.finaltest.com.mx/Keithley-2000-p/2000.htm>

[41] Model 2000Multimeter User's Manual, KEITHLEY, obtenido el 5 de enero del 2013.

[https://courses.engr.illinois.edu/ece445/documents/manuals/k2000\\_userguide.pdf](https://courses.engr.illinois.edu/ece445/documents/manuals/k2000_userguide.pdf)

[42] The Photoelastic Modulator's principle of operation, HINDS INSTRUMENTS, obtenido el 22 de Mayo del 2013.

<http://www.hindsinstruments.com/knowledge-center/technology-primer/pem-100photoelastic-modulation/polarization-primer/>

[43] NI cDAQ-9171, Chasis NI CompactDAQ USB de 1 Ranuras, National Instruments, obtenido el 6 de Junio del 2013.

<http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/es/nid/209817>

[44] NI 9269, Módulo de Salida Analógica de  $\pm 10$  V con Aislamiento entre Canales, 4 Canales, National Instruments, obtenido el 6 de Junio del 2013.

<http://sine.ni.com/nips/cds/view/p/lang/es/nid/207638>

[45] NI 9269, Módulo de Salida Analógica de  $\pm 10$  V con Aislamiento entre Canales, 4 Canales, National Instruments, obtenido el 6 de Junio del 2013.

[http://sine.ni.com/nips/cds/pages/image?imagepath=/images/products/us/09150903\\_l.png&title=NI 9269&oracleLang=esa](http://sine.ni.com/nips/cds/pages/image?imagepath=/images/products/us/09150903_l.png&title=NI%209269&oracleLang=esa)

[46] E-664 NanoCube® Piezo Controller, For XYZ-Nanopositioning System P-611.3S, PI MOTION | POSITIONING, obtenido el 13 de Julio del 2013.

<https://www.physikinstrumente.com/en/products/controllers-and-drivers/piezo-controllers/e-664-nanocube-piezo-controller-600800/>

[47] P-611.3 NanoCube® XYZ Piezo Stage, Compact Multi-Axis Piezo System for Nanopositioning and Fiber Alignment, PI MOTION | POSITIONING, obtenido el 13 de Julio del 2013.

<https://www.physikinstrumente.com/en/products/xyz-scanners/piezo-flexure-scanners/p-6113-nanocube-xyz-piezo-stage-201700/>

[48] FireWire CCD Industrial Camera -- PL-B957F, engineering 360, Powered by IEEE GlobalSpec, obtenido el 10 de Septiembre del 2013.

<http://datasheets.globalspec.com/ds/2646/PixeLINK/75E01453-0D9E-47C7-BB90-681B1B3499AA>

[49] Manual interactivo laboratorio de mecánica, Universidad de los Andes, Venezuela, obtenido el 23 de Septiembre del 2016.

[http://www.grincef.nurr.ula.ve/manual\\_interactivo\\_laboratorio/mecanica/p1/images/diana.jpg](http://www.grincef.nurr.ula.ve/manual_interactivo_laboratorio/mecanica/p1/images/diana.jpg)

[50] Evolución de los sistemas de almacenamiento de datos, El desguace, obtenido el 8 de Octubre del 2016.

<http://www.eldesguace.com/img/ibm-perf.jpg>

[51] La Historia del Almacenamiento de Datos, Dell LatAm Communications, DELL, obtenido el 8 de Octubre del 2016.

<http://es.community.dell.com/dell-blogs/direct2dell/b/direct2dell/archive/2014/02/17/la-historia-del-almacenamiento-de-datos>

[52] Verbatim CD, AUDIOHOLICS Online A/V Magazine, obtenido el 8 de Octubre del 2016.

<http://www.audioholics.com/images/cdrlds.jpg>

[53] Fulgencio Tapia, Dispositivos de almacenamiento, slideplayer, obtenido el 9 de Octubre del 2016.

<http://player.slideplayer.es/12/3782912/#>

[54] Fulgencio Tapia, Dispositivos de almacenamiento, slideplayer, obtenido el 9 de Octubre del 2016.

<http://slideplayer.es/slide/3782912/>

[55] Alfredo Gallinger, Los discos DVD (Digital Versatile Disc), Informática Argento, obtenido el 28 de Octubre del 2016.

<http://argentows.blogspot.mx/2011/06/los-discos-dvd-digital-versatile-disc.html>

[56] DVD (video digital), Monografías, obtenido el 28 de Octubre del 2016.

<http://www.monografias.com/trabajos16/dvd-video-digital/dvd-video-digital.shtml>

[57] ¿Qué es el Blu-ray Disc?, TDK Life on Record, obtenido el 28 de Octubre del 2016.

<http://tdk-es.com/bluray/wasistbluray.html>

[58] En el 31 cumpleaños del CD, un repaso a su evolución hasta el Blu-ray, Francis (th) E mule Science's News, obtenido el 1 de Noviembre del 2016.

<https://francisthemulenews.wordpress.com/2013/09/02/en-el-31-cumpleanos-del-cd-un-repaso-a-su-evolucion-hasta-el-blu-ray/>

[59] Blu-ray, "El sucesor del DVD para la Alta Definición", duradisc, you ththink it, we disc it, obtenido el 1 de Noviembre del 2016.

<http://www.duradisc.com/es/productos-soportes-bluray.php>

[60] L. Chia-Yen, W. Wen-Teng, L. Chan-Chiung, F. Lung-Ming. "Passive Mixers in Microfluidic Systems: A Review". Chem. Eng. J. 2016. 288: 146–160.

[61] A.J. deMello. "Control and Detection of Chemical Reactions in Microfluidic Systems". Nature. 2006. 442: 394–402.

[62] K. Gupta, D.H. Kim, D. Ellison, C. Smith, A. Kundu, J. Tuan, K.Y. Suh, A. Levchenko. "Lab-on-a-Chip Devices as an Emerging Platform for Stem Cell Biology". Lab Chip. 2010. 10: 2019–2031.

[63] "RainDance Technologies Collaborates with Sony DADC to Commercialize Smart Consumables for Life Science Applications", Lexington, Massachusetts/Salzburg, Austria, 14 June 2011, Sony DADC, obtenido el 30 de noviembre del 2016.

<http://www.sonydadc.com/en/metanavigation/news/press-releases/raindance-technologies-collaborates-with-sony-dadc-to-commercialize-smart-consumables-for-life-science-applications-20/>

[64] Test Grating For Scanning Near Field Optical Microscope, NT-MDT Molecular Devices and Tools for Nanotechnology, obtenido el 20 de Septiembre del 2016.

[http://nanoprobes.aist-nt.com/images/samples/Snom\\_test\\_1.jpg](http://nanoprobes.aist-nt.com/images/samples/Snom_test_1.jpg)

[65] Test Grating For Scanning Near Field Optical Microscope, NT-MDT Molecular Devices and Tools for Nanotechnology, obtenido el 20 de Septiembre del 2016.

[http://old.ntmdt-tips.com/catalog/gratings/snom\\_gr/products/SNG01.html](http://old.ntmdt-tips.com/catalog/gratings/snom_gr/products/SNG01.html)

[66] Test Grating For Scanning Near Field Optical Microscope, NT-MDT Molecular Devices and Tools for Nanotechnology, obtenido el 20 de Septiembre del 2016.

[http://nanoprobes.aist-nt.com/images/samples/Snom\\_test\\_4.jpg](http://nanoprobes.aist-nt.com/images/samples/Snom_test_4.jpg)

[67] EXFO, Expertise Reaching Out, obtenido el 25 de Septiembre del 2016.

<https://i.ytimg.com/vi/SO7ZIMJv5ZM/maxresdefault.jpg>

[68] SHIMADZU DIFFRACTION GRATINGS, SHIMADZU Excellence in Science, obtenido el 2 de Octubre del 2016.

<http://www.shimadzu.com/opt/guide/diffraction/k25cur0000002qvb-img/oh80jt0000001uo3.gif>

[69] Technical Note 7, THE BLAZE ARROW, Richardson Gratings, obtenido el 2 de Octubre del 2016.

[http://www.gratinglab.com/Information/Technical\\_Notes/TechNote7.aspx](http://www.gratinglab.com/Information/Technical_Notes/TechNote7.aspx)

[70] LED Bombilla, PHILLIPS, obtenido el 3 de Noviembre del 2016.

<http://www.philips.es/c-p/8718291193029/led-bombilla>

[71] LED Estándar, PHILLIPS, obtenido el 3 de Noviembre del 2016.

<http://www.philips.es/c-p/8718696472187/led-estandar>

[72] Javier Guardiola, Comparación de CD, DVD, HD DVD, Blu-ray, wordpress, obtenido el 4 de Noviembre del 2016.

[https://guardiolajavi.files.wordpress.com/2012/11/comparison\\_cd\\_dvd\\_hddvd\\_bd-svg.png](https://guardiolajavi.files.wordpress.com/2012/11/comparison_cd_dvd_hddvd_bd-svg.png)

[73] NANOTECNOLOGÍA, historia, obtenido el 20 de noviembre del 2016.

<https://sites.google.com/site/aplicacionesweb9a/historia/home>

[74] La Estructura Cristalina, Textos Cientificos.com, obtenido el 6 de Noviembre del 2016.

<http://www.textoscientificos.com/quimica/cristales/estructura-cristalina>

[75] Defectos lineales y dislocaciones, bibing, obtenido el 7 de Noviembre del 2016.

<http://www.bibing.us.es/proyectos/.../Volumen+I%252F2Defectos+lineales+Dislocaciones.pdf>

[76] La Estructura Cristalina, Textos Cientificos.com, obtenido el 7 de Noviembre del 2016.

<http://www.textoscientificos.com/quimica/cristales/estructura-cristalina>

[77] Hidroxido de potasio, EcuRed, conocimiento con todos y para todos, obtenido el 9 de Noviembre del 2016.

[https://www.ecured.cu/Hidr%C3%B3xido\\_de\\_Potasio](https://www.ecured.cu/Hidr%C3%B3xido_de_Potasio)

[78] Wet and Dry Etching, Dr. Ghanshyam Singh, slideshare, obtenido el 11 de Noviembre del 2016.

[http://www.slideshare.net/gkdelhi8/slide-25-36278815?from\\_action=save](http://www.slideshare.net/gkdelhi8/slide-25-36278815?from_action=save)

[79] Cam seminar, Akash Maurya, slideshare, obtenido el 11 de Noviembre del 2016.

[http://www.slideshare.net/akashmaurya24/cam-seminar-46563713?from\\_action=save](http://www.slideshare.net/akashmaurya24/cam-seminar-46563713?from_action=save)

[80] Propiedades químicas del Silicio - Efectos del Silicio sobre la salud - Efectos ambientales del Silicio, LENNTECH, obtenido el 12 de Noviembre del 2016.

<http://www.lenntech.es/periodica/elementos/si.htm>

[81] Energía solar, El silicio, solete nichese, obtenido el 12 de Noviembre del 2016.

<http://solete.nichese.com/silicio.html>

[82] M Olmo R Nave, Estructura Cristalina del Silicio, HyperPhysics, obtenido el 14 de Noviembre del 2016.

<http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/Solids/sili2.html>

[83] Arseniuro de galio, EcuRed, conocimiento con todos y para todos, obtenido el 14 de Noviembre del 2016.

[https://www.ecured.cu/Arseniuro\\_de\\_galio](https://www.ecured.cu/Arseniuro_de_galio)

[84] Arseniuro de Galio (GaAs), II-VI UK LIMITED, obtenido el 14 de Noviembre del 2016.

<http://www.ii-vi.es/Optical-Materials/gaas.html>

[85] Carmin Cabrera, Solidos cristalinos, slideshare, obtenido el 11 de Noviembre del 2016.

<http://es.slideshare.net/eqipsiassa/solidos-cristalinos-29686514>

[86] El descubrimiento de nuevas propiedades de algunos cristales podría tener consecuencias en la miniaturización en electrónica, Electrónica Semiconductores GaAs, obtenido el 17 de Noviembre del 2016.

<http://www.um.es/docencia/barzana/DIVULGACION/ELECTRONICA/Nuevas-propiedades-GaAs.html>

[87] Guide to references on III±V semiconductor chemical etching, Reports: A Review Journal, obtenido el 18 de Noviembre del 2016.

[http://www.phas.ubc.ca/~ampel/nanofab/sop/Clawson2001\\_III-V\\_etching.pdf](http://www.phas.ubc.ca/~ampel/nanofab/sop/Clawson2001_III-V_etching.pdf)

[88] Todo sobre el Grafeno, ¿Qué es el Grafeno?, Info Grafeno, obtenido el 19 de Noviembre del 2016.

<http://www.infografeno.com/>

[89] Grafeno: ¿Qué se espera?, Grafeno.com, obtenido el 19 de Noviembre del 2016.

<http://grafeno.com/grafeno-que-se-espera/>

[90] Grafeno: La evolución del material, Grafeno.com, obtenido el 19 de Noviembre del 2016.

<http://grafeno.com/grafeno-la-evolucion-del-material/>

[91] Sprinkle M, Ruan M, Hu Y, Hankinson J, Rubio-Roy M, Zhang B, Wu X, Berger C and de Heer WA 2010 Nat. Nanotechnol. 5 727

[92] Lastras-Martínez LF, Balderas-Navarro RE, Herrera-Jasso R, Ortega-Gallegos J, Lastras-Martínez A, Cordier Y, Moreno J.-Ch., Frayssinet E and Semond F 2012 J. Appl. Phys. 111 023511

[93] Eugenio Rodríguez, Iluminando el futuro a través del nitruro de galio, fieras de la ingeniería, obtenido el 21 de noviembre del 2016.

<http://www.fierasdelaingenieria.com/iluminando-el-futuro-a-traves-del-nitruro-de-galio/>

[94] HIGHLY ORDERED PYROLYTIC GRAPHITE, HOPG, µmasch, obtenido el 24 de Octubre del 2016.

<http://www.spmtips.com/test-structures-HOPG.html>

[95] HOPG, nanoprobes, obtenido el 24 de Octubre del 2016.

<http://nanoprobes.aist-nt.com/apps/HOPG%20info.htm>

[96] Superficies de semiconductores y grafito pirolítico altamente ordenado (HOPG), obtenido el 24 de noviembre del 2016.

<http://info.ifpan.edu.pl/~wawro/subframes/Surfaces.htm>

[97] Development and support New Day Studio, Information technologies in your business, lsss, obtenido el 24 de noviembre del 2016.

[http://www.issp.ac.ru/lsss/gallery/21\\_eng.html](http://www.issp.ac.ru/lsss/gallery/21_eng.html)

[98] Ellipsometry, accurion, solutions for science, obtenido el 19 de Noviembre del 2016.

<https://www.accurion.com/thin-film-characterization/technology/ellipsometry/figure-2.png>

[99] “Fiber tips for scanning near-field optical microscopy fabricated by normal and reverse etching” de A. Sayah, C. Philipona, P. Lambelet, M. Pfeffer y F. Marquis-Weible.