



TÍTULO DE PATENTE NO. 259838

Titular(es): CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL I.P.N.
Domicilio(s): Av. I.P.N., 2508, Col. San Pedro Zacatenco, 07360, Distrito Federal, MÉXICO
Denominación: MÉTODO DE DIAGNÓSTICO Y EVALUACIÓN DE PUNTAS DEL MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA MEDIANTE TRAZAS NUCLEARES.
Clasificación: Int.Cl.8: A61B6/00; G01R35/00
Inventor(es): ALEJANDRO HERNÁNDEZ PÉREZ; CARLOS VÁZQUEZ LÓPEZ

SOLICITUD		
Número:	Fecha de presentación:	Hora:
PA/a/2004/002790	25 de marzo de 2004	10:27
PRIORIDAD		
País:	Fecha:	Número:

ESTA PATENTE CONCEDE A SU TITULAR EL DERECHO EXCLUSIVO DE EXPLOTACIÓN DEL INVENTO RECLAMADO EN EL CAPÍTULO REIVINDICATORIO Y TIENE UNA VIGENCIA IMPRORRORROGABLE DE VEINTE AÑOS CONTADOS A PARTIR DE LA FECHA DE PRESENTACIÓN DE LA SOLICITUD, QUE ESTARÁ SUJETA AL PAGO DE LA TARIFA CORRESPONDIENTE.

Fecha de expedición: 21 de agosto de 2008

EL DIRECTOR DIVISIONAL DE PATENTES

QUÍM. FABIAN R. SALAZAR GARCÍA



Método de diagnóstico y evaluación de puntas del microscopio de fuerza atómica mediante trazas nucleares.



Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial

Campo de la invención.

- 5 La presente invención se refiere al desarrollo de métodos de diagnóstico para verificar la funcionalidad de equipos de exploración microscópica, específicamente a métodos de diagnóstico de puntas del microscopio de fuerza atómica mediante la utilización de trazas nucleares.

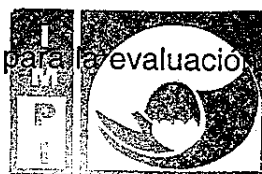
Antecedentes de la invención.

- 10 El microscopio de fuerza atómica (MFA), es un dispositivo moderno ampliamente usado en diferentes áreas de la investigación y de la industria [1]. Para la exploración microscópica, este dispositivo utiliza una punta de nitrógeno de silicio, que determina la resolución en las imágenes topográficas obtenidas de las muestras bajo estudio. La punta tiene un radio de curvatura del orden de 5 nm, que entra en contacto con la superficie cuya topografía se desea determinar, e involucra un movimiento de barrido en una área determinada. El contacto entre la punta y la muestra puede hacer que la punta se desgaste y/o se modifique por la fricción con la superficie, o bien que algún fragmento de la muestra o del medio ambiente quede adherido. Ambas posibilidades representan factores de error en la
- 15 visualización de la topografía de la muestra, y ocasionan alta incertidumbre en el estado conveniente de las puntas del microscopio; este efecto se presenta de manera frecuente debido al uso reiterado del microscopio.

20 Con la finalidad de verificar el estado de las puntas del MFA, actualmente existen algunos métodos y dispositivos que permiten su caracterización.

- 25 Uno de los métodos más usados y conocidos es la exploración de las puntas mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), el cual se considera como el método ideal para diagnosticar las puntas; sin embargo, la utilización tan extensa de este microscopio para otros fines de exploración microscópica limita demasiado su
- 30 utilización en el diagnóstico, aunado al hecho de los altos costos que representa la

adquisición y mantenimiento de este aparato si se utilizara únicamente para la evaluación de las puntas del MFA.



Instituto
Mexicano
de Tecnología
Industrial

Por otra parte, se han utilizado dispositivos que consisten en placas cortadas de obleas de silicio, cuya superficie ha sido tratada para formar un relieve de hojuelas de carácter fractales, e incluye el programa de verificación de la punta [2]. Otra opción consiste en muestras de topografía fibrosa, con su respectiva imagen que ha de compararse con la que el usuario obtiene, y de esta manera se determina si la punta está obtusa [3]. Sin embargo, estos métodos son muy limitados debido a que la evaluación se restringe únicamente para las puntas del MFA en modo de contacto intermitente [4]. El modo de contacto continuo durante el barrido, que es el más frecuentemente utilizado entre los usuarios de los MFA por ser el de mayor facilidad y rapidez en la adquisición de imágenes, no permite el uso de los métodos que comercialmente se ofrecen, ya que en la verificación se suele provocar la caída de las puntas por atrapamiento, debido al arrastre a través de la superficie.

Por lo anterior, es necesario continuar con el desarrollo de métodos efectivos y simplificados de verificación del estado de las puntas del MFA.

20 Breve descripción de los dibujos.

Figura 1. Se observan las dimensiones y la forma del substrato plástico de alil diglicol policarbonato.

Figura 2. Se muestra una imagen obtenida por SEM de una punta nueva del MFA.

Figura 3. Se observa el perfil topográfico de una traza nuclear de partícula alfa procedente de ^{241}Am , obtenido por el método de la invención mediante MFA con la punta mostrada en la Fig. 2.

Figura 4. Se muestra una microfotografía por SEM de una punta del MFA deteriorada.

Figura 5. Se observa el perfil topográfico de una traza nuclear de partícula alfa procedente de ^{241}Am , obtenido por el método de la invención mediante MFA con la punta mostrada en la Fig. 4.

Figura 6. Se muestra el modelado del perfil topográfico de las trazas reveladas y de la punta del MFA. Se distingue la punta del MFA (1), la superficie observada en el MFA (2), la superficie real (3) y la traza nuclear (4).

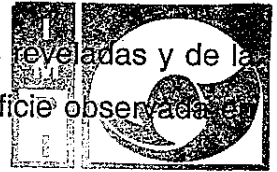


Figura 7. Se observa la definición matemática de los parámetros conocidos (Y_p , D_p) y de la profundidad aparente (Y_{0a}) obtenida usando una punta incógnita (R) se obtiene usando estos parámetros.

Instituto
Mexicano
de
Propiedad
Industrial

Objetivos de la invención.

Es uno de los objetivos de la invención proporcionar a los operadores del MFA y a los usuarios de esta instrumentación un dispositivo de calibración conteniendo trazas nucleares, para realizar el diagnóstico de las puntas del MFA, y de esta manera proveer de confiabilidad a las imágenes y los parámetros de análisis que se obtengan.

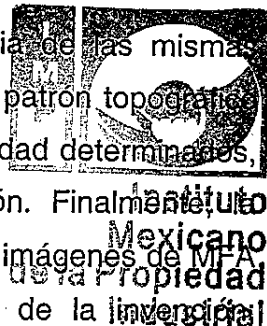
Es otro de los objetivos de la invención, proporcionar un método de obtención de dispositivos de calibración conteniendo trazas nucleares de morfología controlada como opción adicional a los sistemas existentes de diagnóstico de MFA.

Es otro de los objetivos de la invención, proporcionar un método de diagnóstico y evaluación para control de calidad de puntas de MFA, que sea simplificado y eficiente.

Descripción detallada de la invención.

Para la evaluación de puntas del MFA, la presente invención proporciona un dispositivo de calibración que consiste de un soporte detector de partículas ionizantes que contiene un patrón topográfico formado por un arreglo de huecos cónicos de dimensiones geométricas congruentes con la morfología de puntas nuevas del MFA. Para la obtención del dispositivo de calibración de la invención, se utiliza la metodología de trazas nucleares [5], que normalmente es usada para la detección de radiaciones nucleares. La invención aprovecha el hecho de que es posible obtener trazas reveladas químicamente de dimensiones compatibles con las de las puntas usadas en MFA, en materiales capaces de detectar partículas ionizantes, los cuales previamente han sido irradiados con partículas alfa provenientes de fuentes radioactivas disponibles en el mercado. El material detector proporciona un patrón topográfico que consiste en el registro de la penetración de las

partículas alfa en la superficie, una vez que se revela la trayectoria de las mismas mediante un proceso de disolución química controlada (decapado). El patrón topográfico está formado por un arreglo de huecos cónicos de diámetro y profundidad determinados, con lo cual se obtiene el dispositivo de calibración de la invención. Finalmente, la evaluación de la punta del MFA se realiza usándola en la obtención de imágenes de MFA de los huecos contenidos en el patrón topográfico del dispositivo de la invención; posteriormente se compara el perfil topográfico obtenido con las dimensiones del patrón.



Para efectos de la invención, los sustratos que pueden ocuparse para la obtención del dispositivo de calibración, son placas de plástico con rugosidades menores que 1 nm, preferentemente del polímero alil diglicol policarbonato, sin embargo pueden ocuparse otros sustratos que permitan la formación del patrón topográfico. En la figura 1 se observan las dimensiones y la forma de un sustrato típico de 1 mm de espesor, identificado con un número; para el traslado y/o almacenamiento de estos sustratos se protegen del ambiente con una envoltura adherible, así como por papel aluminio.

De manera general, para la obtención del dispositivo de calibración de la invención se realizan los pasos de:

- a) Irradiar un soporte detector de partículas ionizantes con partículas alfa de una energía de 4 a 6 MeV durante un tiempo de exposición que permita obtener una densidad superficial de 1×10^6 impactos por mm^2 y
- b) Someter el soporte a un proceso de decapado, en el cual se sumerge en una solución de KOH.

Las fuentes radioactivas que pueden ocuparse para la irradiación del soporte son aquellas que emiten partículas alfa con energías en el rango de 4 a 6 MeV, y se seleccionan del grupo que comprende ^{241}Am ó nitrato de uranilo $[\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ fuentes que son comercialmente disponibles, aunque se prefiere la utilización de ^{241}Am .

La metodología anteriormente descrita tiene el propósito de generar un patrón topográfico sobre un soporte capaz de detectar radiación ionizante, como por ejemplo alil diglicol policarbonato [6], consistente en un arreglo de huecos cónicos de dimensiones

congruentes con la morfología de puntas nuevas. Particularmente este arreglo de huecos cónicos se prepara utilizando placas poliméricas de alil diglicol policarbonato, las cuales son cortadas e identificadas. Posteriormente las placas se exponen a la fuente de partículas alfa de ^{241}Am durante un tiempo de exposición suficiente hasta obtener una densidad superficial del orden de un 1×10^6 impactos por mm^2 , del cual se prefieren 15 minutos de exposición. Finalmente las placas así irradiadas son sumergidas en un baño químico de una solución de hidróxido de potasio 6M, a 60°C , durante 10 minutos.

La metodología de la invención utilizando trazas nucleares con los parámetros de preparación adecuados, permite la obtención de los patrones de diagnóstico más útiles contenidos en el dispositivo de calibración.

Con la metodología de la invención, se obtienen dispositivos de calibración más adecuados para la evaluación de las puntas del MFA. Las dimensiones geométricas ideales de los huecos cónicos que forman el dispositivo de calibración de la invención son preferentemente de 150 nm de diámetro y 61 nm de profundidad, así mismo el ángulo que forma el eje de los conos con su cara es preferentemente de 55° . La densidad superficial más conveniente de conos para su fácil localización con el MFA es de un cono por μm^2 .

Por otra parte, el dispositivo de la invención permite diagnosticar y evaluar las puntas del MFA mediante un método que comprende, de manera general, los pasos de:

- Realizar una exploración microscópica del patrón topográfico del dispositivo de calibración con la punta bajo evaluación,
- Obtener imágenes de los huecos cónicos que forman el patrón topográfico del dispositivo de calibración,
- Obtener el perfil topográfico de la punta a evaluar, derivado de la exploración microscópica del patrón topográfico,
- Calcular las dimensiones geométricas de la punta mediante la ecuación:

$$R = (Y_o - Y_{oa}) / (\csc \theta - 1)$$

donde

R es el radio de la punta a evaluar,

Y_o es la profundidad real de la traza radioactiva,

Y_{oa} es la profundidad aparente de la traza radioactiva, y

θ es el ángulo que forma el eje de los huecos cónicos con su cara



e) Comparar las dimensiones geométricas obtenidas de la punta a evaluar con las dimensiones geométricas del patrón topográfico del dispositivo de calibración.

**Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial**

Dado que las puntas del MFA tienen cierto radio de curvatura, podemos modelarlas como un medio de una esfera de radio R . Para efectos de la invención, este parámetro se usa para diagnosticar la punta. El modelo a utilizar se encuentra esquematizado en la figura 6.

La figura 7 muestra el modelo de la figura 6, usando un ángulo menor para mayor claridad en la obtención de las relaciones trigonométricas. De acuerdo con los parámetros definidos en la figura 7, se establece la relación entre el radio de la punta incógnita (R), la profundidad aparente de la traza (Y_{oa}), la profundidad real de la traza (Y_o) y el ángulo entre el eje del cono y la cara (θ), mediante la siguiente ecuación:

$$Y_o + R - Y_{oa} = R \csc \theta \quad (1)$$

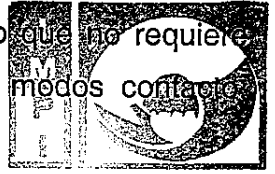
entonces:

$$R = (Y_o - Y_{oa}) / (\csc \theta - 1) \quad (2)$$

Mediante la ecuación 2 se pueden obtener los valores del radio de curvatura de las puntas del MFA.

La aplicación del dispositivo de calibración en conjunto con el método de diagnóstico de la invención, permite tener confiabilidad en las imágenes del MFA, una vez verificada la punta con el dispositivo de calibración. Asimismo, los parámetros del análisis de imágenes, como son la rugosidad en línea o en regiones de la imagen, así como las características geométricas tendrán también mayor precisión. Por otra parte, los artículos necesarios para preparar los dispositivos de calibración están fácilmente disponibles en el mercado y a costos bajos. Los datos obtenidos a partir del dispositivo de calibración, permiten que las dimensiones del radio de curvatura de las puntas sean fácilmente calculables.

Finalmente la invención es de aplicación más extensa y precisa, dado que no requiere modos específicos de operación del MFA y puede utilizarse en los modos contacto contacto intermitente, (tapping mode) no contacto, y fuerza lateral.



Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial

- 5 Como una manera de ilustrar la presente invención, se presentan los siguientes ejemplos sin que ello limite el alcance de la misma.

Ejemplo 1. Obtención del dispositivo calibrador.

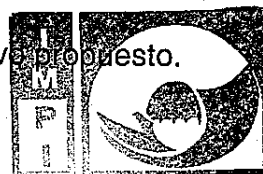
Para la obtención del patrón de calibración, se utilizaron placas plásticas de alil diglicol polycarbonato de 1 mm de espesor, las cuales se expusieron a irradiación de partículas alfa provenientes de una fuente de ^{241}Am con una actividad del orden de 185 Bq (5 nCi), y que emite partículas alfa con energías de 5.44 MeV (13 %) y de 5.49 MeV (86 %). El tiempo de exposición de las placas de plástico se ajustó para tener una densidad del orden de 1×10^6 impactos por mm^2 , con lo cual se obtuvo una densidad superficial del orden de una traza por μm^2 ; posteriormente las placas fueron sometidas a disolución química en presencia de una solución de KOH 6M a 60°C durante 10 minutos. Las placas obtenidas fueron almacenadas con una envoltura adherible así como por papel aluminio.

Ejemplo 2. Patrón topográfico de una punta del MFA nueva.

20 El dispositivo calibrador obtenido en el ejemplo 1 fue utilizado como muestra de exploración microscópica por MFA usando una punta nueva. La placa fue montada en el portamuestras del MFA para su exploración. La punta nueva fue visualizada mediante SEM, lo que permitió su evaluación independiente de la presente invención.

25 La figura 2 muestra la imagen obtenida por SEM de la punta nueva utilizada (marca Digital, modelo Ultralever), la cual tiene una altura de $11 \mu\text{m}$, y el extremo tiene un radio de curvatura de 5 nm, de acuerdo con las especificaciones del fabricante. Se nota que esta punta está libre de cualquier objeción morfológica. El perfil topográfico obtenido con el dispositivo calibrador para esta punta nueva se muestra en la figura 3. Como puede observarse, este tipo de puntas genera imágenes de los hoyos cónicos revelados de acuerdo a las condiciones mencionadas en el ejemplo 1.

De esta manera se verificó la gran eficiencia de diagnóstico del dispositivo propuesto.



Ejemplo 3. Patrón topográfico de una punta del MFA deteriorada.

El dispositivo calibrador obtenido en el ejemplo 1 fue utilizado para su exploración microscópica por MFA mediante una punta deteriorada. Igualmente la placa fue montada en el portamuestras del MFA para su exploración. La punta deteriorada fue usada para obtener la imagen del patrón y también fue visualizada mediante SEM, y correlacionada con el perfil topográfico obtenido mediante el método de la invención.

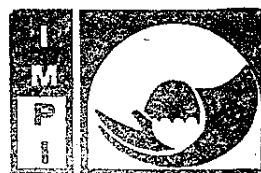
La figura 4 muestra la imagen de la punta deteriorada del MFA, obtenida por SEM; en ella se observa claramente la adherencia de una partícula extraña. El perfil topográfico obtenido con el dispositivo calibrador para esta punta deteriorada se muestra en el figura 5, donde se observa claramente la pérdida de resolución, ya que se obtiene un perfil más abierto, con dimensiones geométricas que no corresponden a los huecos cónicos de calibración.

Ejemplo 4. Modelización de la punta. Simulación de perfiles topográficos en función del radio de curvatura de la punta.

A partir de los resultados de la figura 3 y del promedio de varias trazas reales, es decir, obtenidas con puntas nuevas, los valores asignados para el dispositivo calibrador son: el medio ángulo de abertura del cono es $\theta = 55^\circ$ y la profundidad $Y_0 = 61$ nm.

Para el caso de la punta evaluada en el ejemplo 3, el valor que se calcula de la profundidad aparente es $Y_{0a} = 16$ nm, (ver figura 5), con lo cual el resultado del radio de curvatura de la punta deteriorada mediante la ecuación (2) es: $R = 195$ nm.

De acuerdo con la imagen de la punta obtenida por SEM del ejemplo 3 (ver figura 4), la forma de la partícula adherida es muy irregular. Sin embargo, el extremo se nota como una subpartícula esférica con radio aproximado $R = 0.2 \mu\text{m}$, que coincide razonablemente con el resultado obtenido usando la ecuación 2, de 195 nm.



Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial

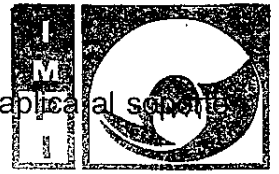
Referencias.

1. <http://www.chembio.uoguelph.ca/educmat/chm729/afm/general.htm>
2. <http://www.nanoscience.com>
3. <http://www.uwo.ca/ssw/services/afm.html>
- 5 4. H.-Y. Nie. 2001. "A Simple and Effective Method of Evaluating Atomic Force Microscopy Tip Performance", *Langmuir*, **17**, 432-436.
5. G. Espinosa, I. Jacobson, J.I. Golzarri, C. Vázquez, R. Frago, and E. Santos. 2002. "Analysis of the formed track in solid state materials using atomic force microscopy", *Radiation Protection Dosimetry*, Vol. 101, Nos. 1-4, pp. 89-92.
6. <http://www.landauerinc.com>



Reivindicaciones.

1. Un dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica de tipo que se obtienen a partir de trazas nucleares reveladas químicamente de dimensiones compatibles con las puntas usadas en el microscopio de fuerza atómica en materiales capaces de detectar partículas ionizantes, caracterizado porque comprende un soporte detector de partículas ionizantes que se forma a partir de una placa de material plástico con rugosidades menores a 1 nm y espesor de 1 mm, teniendo dicho soporte detector una densidad superficial de 1×10^6 impactos por mm^2 , densidad que se obtiene cuando es expuesto durante un tiempo específico a una irradiación de partículas alfa de una energía de 4 a 6 MeV y sometido a un proceso de disolución química controlada o decapado en el cual se sumerge dicho soporte en una solución de hidróxido de potasio (KOH), en donde a partir del registro de la penetración de las partículas alfa en la superficie del soporte detector, una vez que se revela la trayectoria de las mismas mediante el proceso de decapado, se forma un patrón topográfico que consiste en un arreglo de huecos cónicos de diámetro y profundidad determinados que resultan congruentes con la morfología de puntas nuevas, estando presentes dichos huecos con una densidad superficial de un cono por μm^2 .
2. El dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la placa de material plástico que forma el soporte detector es de alil diglicol policarbonato.
3. El dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque las fuentes radioactivas que se ocupan para la irradiación del soporte detector, se seleccionan del grupo que comprende ^{241}Am ó nitrato de uranilo $[\text{UO}_2(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$.
4. El dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el tiempo que se somete el soporte detector a la irradiación de partículas alfa es de 15 minutos.
5. El dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la concentración de la solución de



hidróxido de potasio (KOH) es de 6M y el proceso de decapado se aplica al soporte detector a una temperatura de 60°C durante 10 minutos.

6. El dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica, de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque las dimensiones geométricas de los huecos cónicos son de 150 nm de diámetro, 61 nm de profundidad y de 55° el ángulo que forma el eje de los conos con su cara.
7. En un dispositivo de calibración de puntas de microscopio de fuerza atómica de los del tipo que se obtienen a partir de trazas nucleares reveladas químicamente de dimensiones compatibles con las puntas usadas en el microscopio de fuerza atómica en materiales capaces de detectar partículas ionizantes, un método para diagnosticar y evaluar las puntas del microscopio, caracterizado porque comprende las etapas de:
- Realizar una exploración microscópica del patrón topográfico del dispositivo de calibración con la punta bajo evaluación;
 - Obtener imágenes de los huecos cónicos que forman el patrón topográfico del dispositivo de calibración;
 - Obtener el perfil topográfico de la punta a evaluar, derivado de la exploración microscópica del patrón topográfico;
 - Calcular las dimensiones geométricas de la punta mediante la ecuación $R = (Y_o - Y_{oa}) / (\csc\theta - 1)$, en donde R es el radio de la punta a evaluar; Y_o es la profundidad real de la traza radioactiva, Y_{oa} es la profundidad aparente de la traza radioactiva, y θ es el ángulo que forma el eje de los huecos cónicos con su cara; y
 - Comparar las dimensiones geométricas obtenidas de la punta a evaluar con las dimensiones geométricas del patrón topográfico del dispositivo de calibración.
8. El método de conformidad con la reivindicación 7, caracterizado porque las dimensiones geométricas del patrón topográfico del dispositivo de calibración tienen un valor de $\theta = 55^\circ$, $Y_o = 61$ nm y un diámetro de 150 nm.



Instituto
Mexicano
de Propiedad
Industrial

Resumen.

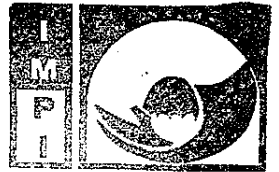
Se describe un método de diagnóstico de puntas del microscopio de fuerza atómica (MFA) basado en la metodología de trazas nucleares, así como la generación de un dispositivo de calibración para la evaluación. El dispositivo calibrador consiste en un soporte de aluminio irradiado con partículas alfa provenientes de una fuente radioactiva, generando un arreglo de huecos cónicos de densidad superficial de un cono por μm^2 . La elección adecuada de las dimensiones geométricas de los conos se realiza para elegir los parámetros óptimos de preparación del revelado de las trazas. Las puntas son evaluadas por medio de la obtención de imágenes de MFA del dispositivo de calibración y serán aprobadas por el usuario del MFA si la profundidad obtenida del perfil topográfico de los conos del dispositivo de calibración coincide con la nominal del patrón preparado. El uso sistemático de la invención otorgará confiabilidad en las imágenes obtenidas por el MFA.

15

20

25

30



Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial

FIGURA 1

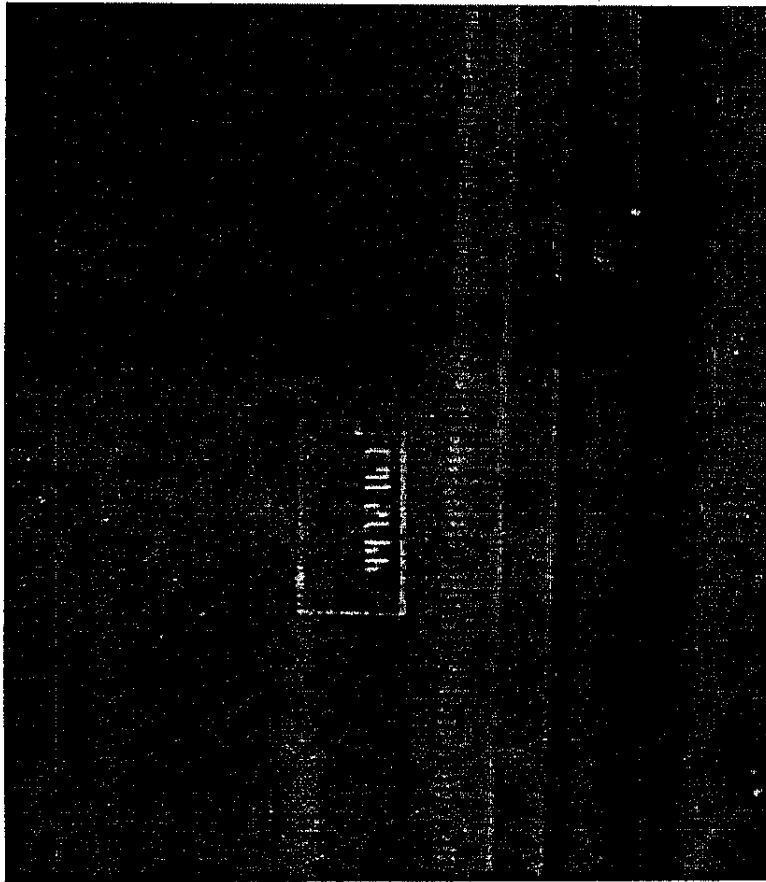


FIGURA 2

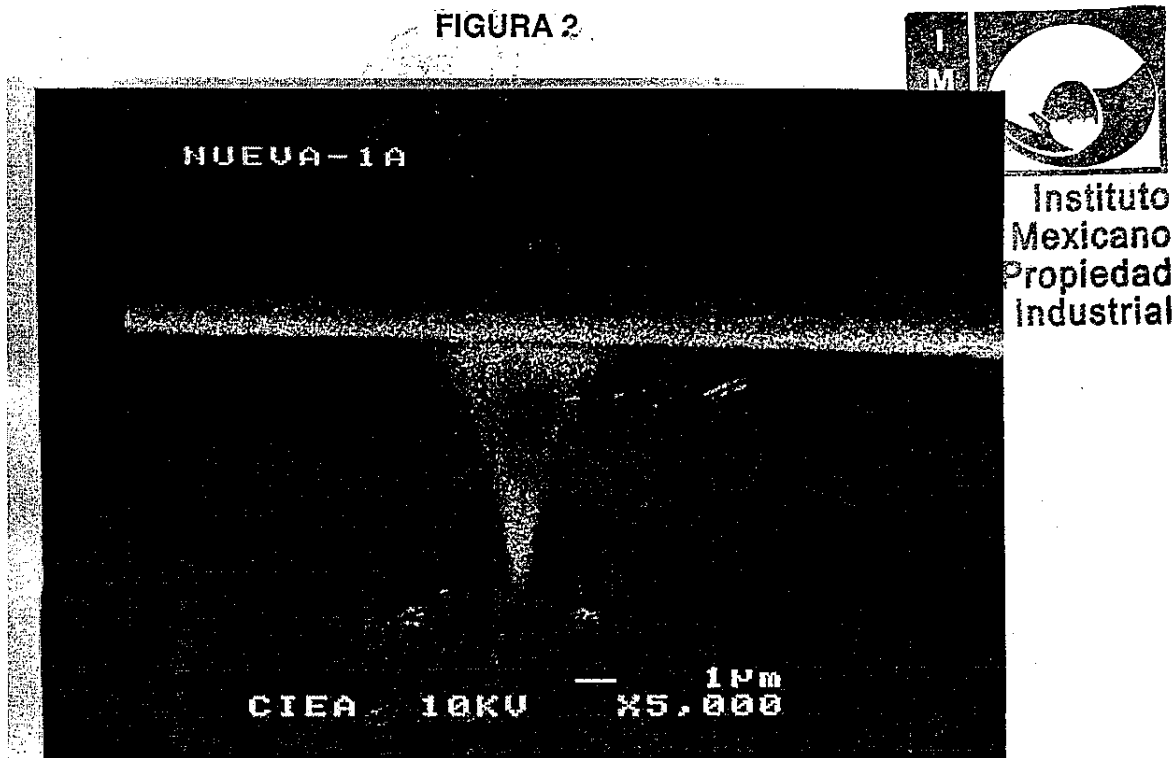


FIGURA 3

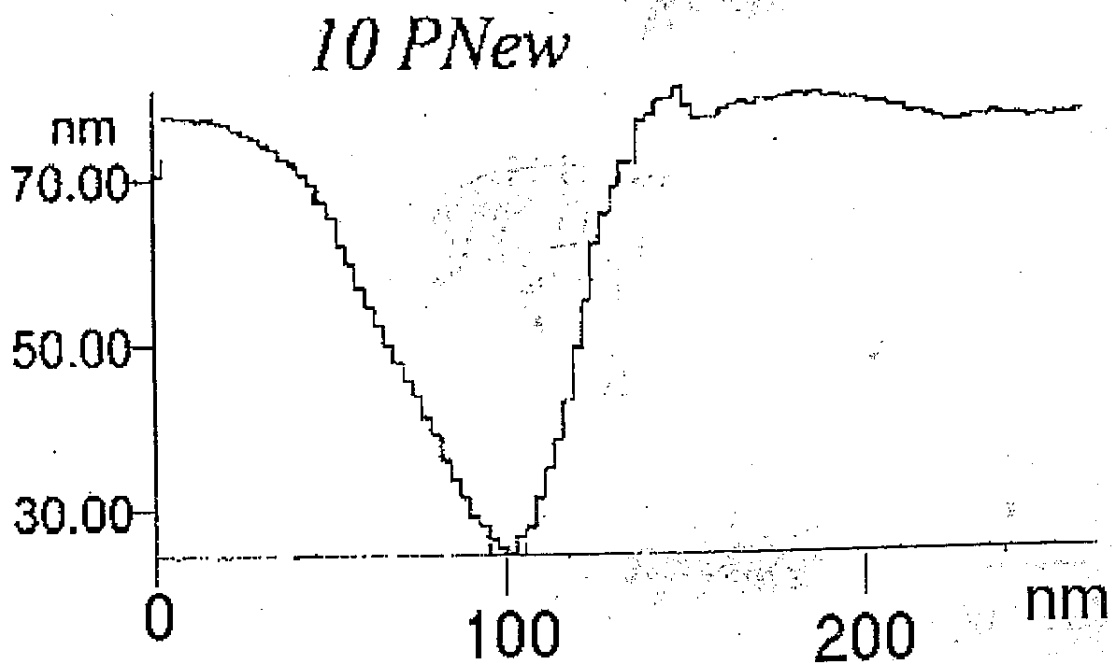


FIGURA 4

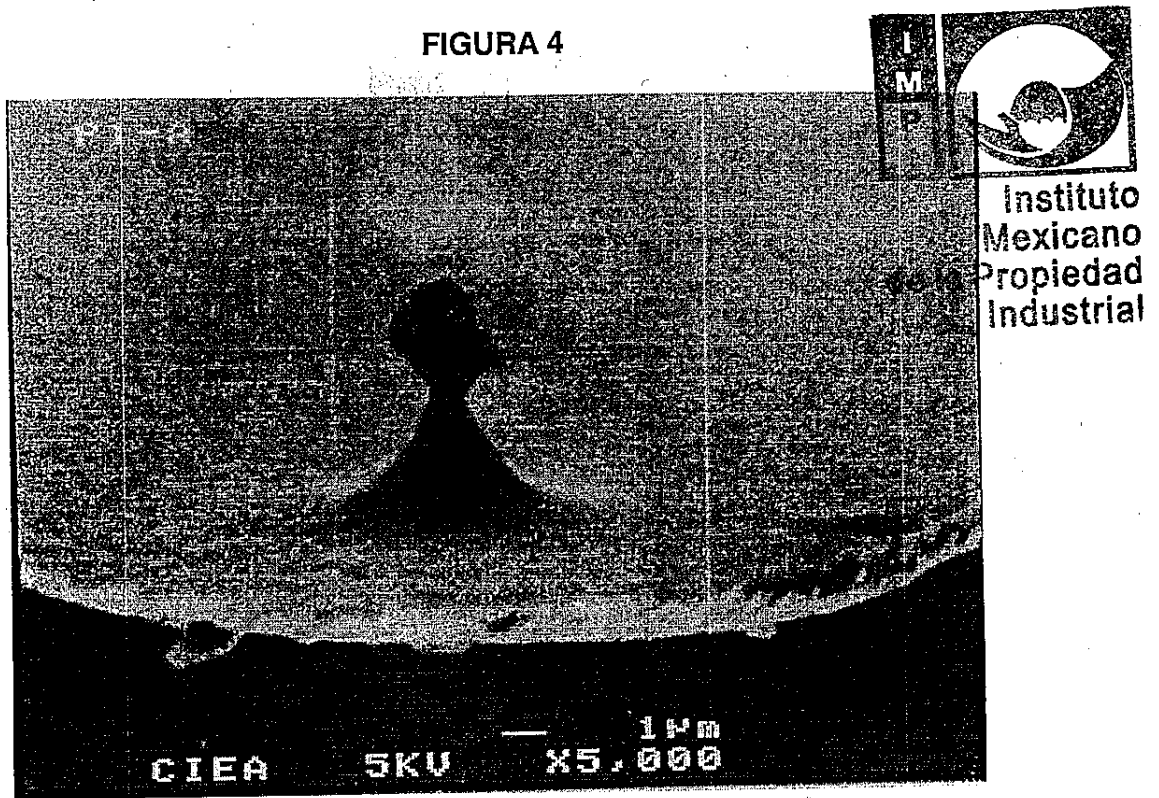


FIGURA 5

10 P1A

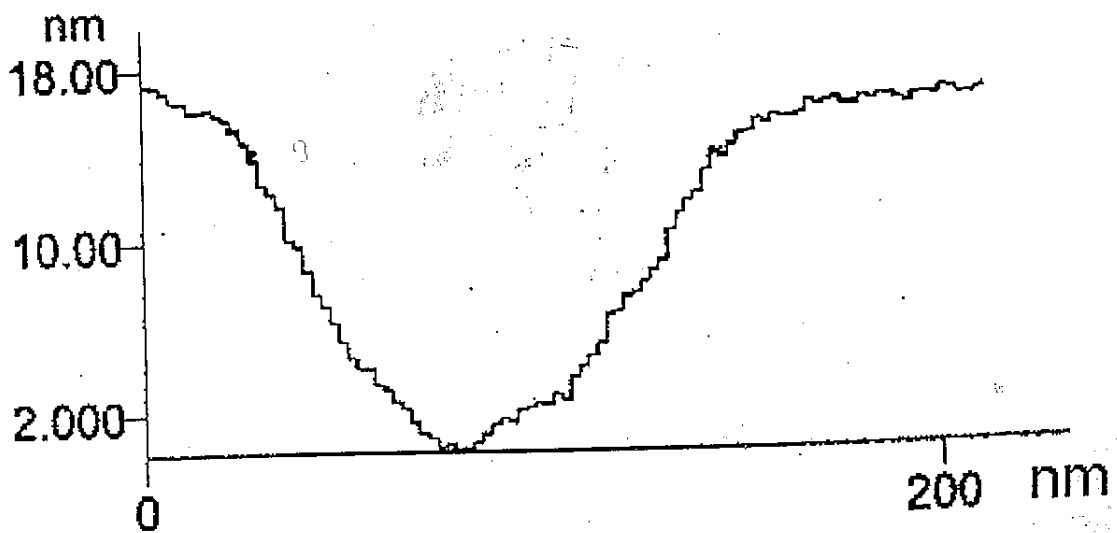
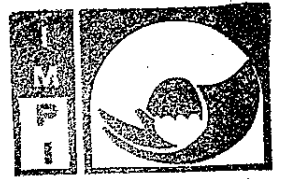


FIGURA 6



Instituto
Mexicano
de la Propiedad
Industrial

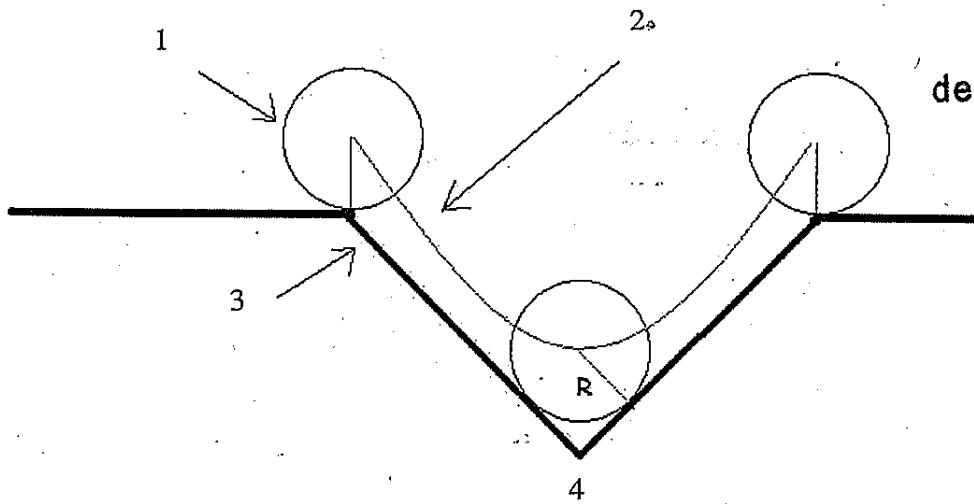


FIGURA 7

