



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA
ELÉCTRICA – INSTRUMENTACIÓN

Microscopía empleando microondas con resolución micrométrica

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
DOCTOR EN INGENIERÍA

PRESENTA:
Guillermo López Maldonado

TUTOR PRINCIPAL
Dr. Naser Qureshi, CCADET.

COMITÉ TUTOR
Dr. Roberto Ortega Martínez, CCADET.
Dr. Maximino Avendaño Alejo, CCADET.

MÉXICO, D. F. Noviembre, 2013.

JURADO ASIGNADO:

Presidente:	Dr. Roberto Ortega Martínez
Secretario:	Dr. Maximino Avendaño Alejo
Vocal:	Dr. Naser Qureshi
1 ^{er} Suplente:	Dr. Oleg Kolokoltsev
2 ^{do} Suplente:	Dr. César Leonardo Ordoñez Romero

CCADET (Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, UNAM-CU)

TUTOR DE TESIS:

Dr. Naser Qureshi.



FIRMA

Agradecimientos

A la **UNAM**, a través de la Coordinación de Estudios de Posgrado por el apoyo recibido mediante la beca.

Al **PAPIIT, UNAM** por la compra de los materiales necesarios para la realización de éste trabajo doctoral a través del proyecto **IN104513**.

A **Agilent**, México por su generosidad en el préstamo temporal de equipo de medición y prueba.

Al Dr. **Naser Qureshi** por la dirección siempre acertada de este trabajo doctoral.

Al **Dr. Oleg Kolokoltsev** por su ejemplo de trabajo y su visión clara de la investigación, al **Dr. Maximino Avendaño Alejo** por la cuidadosa revisión de este trabajo, al **Dr. César Leonardo Ordoñez Romero**, y al **Dr. Roberto Ortega Martínez** por compartir generosamente su conocimiento, por el tiempo dedicado a éste trabajo y desde luego por su amistad.

Al **Dr. Andrés Ferreyra**, al **M. en C. Roberto Alcántara** y a la **Lic. Alejandra Márquez Mendoza** por la oportunidad brindada de permitirme colaborar en el Departamento de Electrónica de la UAM-A.

A **Hesiquio Vargas Hernández** y **José Luis Cardoso Cortés**.

A **Lorena García García**.

A **Iván Gómez Arista**, **Gaudencio Paz Martínez** y **Guillermo Hernández Mendoza**.

A **(E+A)W**.

A todos, mi más profundo agradecimiento.

Con cariño: a mi papá, mi mamá y mis hermanos.

Contenido

1. Introducción.....	6
2. Microscopía de microondas.....	11
2.1 Estructuras resonantes	16
2.2 Estructuras no resonantes.....	33
3. Descripción teórica del funcionamiento del microscopio de microondas	36
3.1 Modelo matemático para la medición de la resistencia superficial ρS	40
4. Desarrollo experimental	45
4.1 Sistemas mecánicos desarrollados	48
2.2 Circuitos electrónicos desarrollados	56
4.3 Programa de automatización para mover las platinas.....	59
4.4 Configuración del sistema de detección, medición y presentación de datos... 65	
5. Resultados	67
5.1 Muestras metálicas	80
5.2 Muestra biológica.....	87
5.3 Muestra semiconductor.....	90
5.4 Medición de la resistencia superficial	93
6. Conclusiones	96
7. Referencias.....	99
8. Apéndices	103
9. Carta de aceptación para la publicación del artículo “ <i>Graphite thin film characterization using a simplified resonant near field scanning microwave microscope</i> ” en “ <i>La Revista Mexicana de Física</i> ”.	115

1. Introducción

La carrera evolutiva humana se ha visto impulsada gracias a la habilidad para crear instrumentos que extienden nuestras capacidades físicas. Cada instrumento que se crea tiene el propósito de llevar al máximo la posibilidad de simplicidad y eficiencia. Tradicionalmente, una de las aplicaciones principales de la instrumentación está en el campo de la investigación para el desarrollo de la ciencia y la tecnología, en donde se percibe prácticamente ilimitada.

En las últimas cuatro décadas, el campo de la microscopía se ha visto revolucionado con la llegada de nuevas técnicas microscópicas de exploración y análisis que ofrecen una alternativa muy atractiva a la microscopía óptica tradicional, ésta última, permite ver sólo la morfología superficial de todo tipo de muestras con una resolución espacial limitada por la longitud de onda λ empleada^[1,2,3], mientras que las posibilidades que ofrecen las nuevas tendencias en microscopía son por una parte, superar el límite de resolución espacial^[2,17], formar así mismo imágenes de la morfología superficial, pero además, formar imágenes de otras propiedades de la muestra como lo es por ejemplo la resistencia superficial ρ_s , con una característica primordial: resolución espacial elevada^[1-4].

Diversos centros de investigación al rededor del mundo han orientado sus esfuerzos a la creación de estos nuevos microscopios, que permiten estudiar y entender las diferentes propiedades ya sea de elementos o de compuestos^[1-5]. Dentro de la amplia gama de estos instrumentos nuevos están los microscopios que emplean campos evanescentes producidos con μ -ondas, que tienen la capacidad de analizar con resolución espacial elevada en el orden submicrométrico diferentes tipos de muestras como por ejemplo, superconductores, conductores, dieléctricos, aislantes, semiconductores y muestras orgánicas^[3-6]; en básicamente dos geometrías de estas muestras: en bloque o en películas delgadas^[1-3], caracterizando no sólo su morfología superficial sino también propiedades eléctricas, magnéticas y físicas tanto superficiales como subsuperficiales^[1-4,7], esta última característica, dependerá del tipo de muestra que se analice^[1-4,7]. A diferencia de la microscopía óptica tradicional, la técnica de exploración que se lleva a cabo es por barrido superficial de la muestra, y puede ser en contacto, o a una distancia de unas cuantas micras^[2,17] dando lugar a una técnica no invasiva y no destructiva alterando prácticamente en nada al menos, las propiedades físicas^[1-4]. Las mediciones pueden efectuarse en atmósferas calientes o frías, en aire o en vacío, o de muestras que se encuentren fijas o en movimiento o alteradas por la presencia de campos eléctricos, magnéticos o bajo la excitación de haces de luz intensos provenientes, por ejemplo, de un láser para el estudio de variaciones en la concentración de portadores en un semiconductor^[4].

A continuación, se hace una descripción del contenido del presente trabajo:

En la sección 2 se presentan los antecedentes históricos de los microscopios de μ -ondas, y se indica su clasificación dentro de las diferentes técnicas modernas de microscopía. Lo anterior permitió entender el origen de la microscopía de μ -ondas, y dio lugar también a la formación de una idea clara para llevar a cabo su construcción que es el propósito principal de éste trabajo.

En la sección 3 se describen tanto las características del campo cercano, como los fundamentos teóricos sobre los cuales opera el microscopio. Durante el trabajo doctoral fue necesario realizar una aportación no sólo en el ámbito técnico de la instrumentación científica construyendo el microscopio de μ -ondas, sino que también fue necesaria una contribución novedosa en el terreno de la investigación teórica, para tal propósito, se desarrolló un modelo matemático simple con el que se pudo medir a partir de los resultados experimentales derivados de la puesta en operación del microscopio, la resistencia superficial ρ_s en un punto particular sobre una muestra de interés, logrando así entender la causa por la cual el microscopio responde de un cierto modo.

En la sección 4 se hace una descripción completa de la construcción experimental de un microscopio de exploración mediante barrido en el plano horizontal $X - Y$ que no entra en contacto con la muestra (no invasivo), opera en el régimen electromagnético de campo cercano cuyo radio de acción es menor a la longitud de onda λ de la frecuencia de la señal de μ -ondas utilizada, es capaz a partir de los datos obtenidos y procesados de crear imágenes tanto de la morfología como de la resistencia superficiales de diversos tipos de muestras cuyas dimensiones pueden ser mili y micrométricas con formas típicamente planas para su caracterización, empleando para ello una frecuencia de excitación en el orden de las μ -ondas.

El microscopio de microondas incrementa significativamente su sensibilidad cuando se incorpora en su estructura un resonador^[1-5]. La construcción de resonadores fue un aspecto muy importante en el desarrollo de este trabajo doctoral; inicialmente se desarrollaron resonadores con estructuras planas a través de microcircuitos impresos, sin embargo las dificultades del proceso tecnológico para su construcción llevaron a abandonar ésta opción. La posibilidad de construir resonadores empleando una sección de línea de transmisión coaxial semirrígida, resultó en la mejor opción para incorporarlos en el microscopio, su desarrollo e implantación se presentan en la sección 4.1.

Mantener al microscopio con el resonador en resonancia fue la técnica ideal para llevar al máximo su sensibilidad, sin embargo mantenerlo estable a la frecuencia de resonancia f_r y encontrar rápidamente ésta frecuencia, requirió de diseñar, construir y poner en

funcionamiento una estructura mecánica ligera, simple de instalar en el microscopio y fácil de manipular. Su desarrollo se presenta también en la sección 4.1.

Lograr que la resolución espacial del microscopio estuviera en el orden micrométrico, representó uno de los principales objetivos en la construcción del microscopio. Desde el inicio de éste trabajo fue una propuesta clara. Entre más aguda es la punta de exploración e incorporada en una sola estructura al resonador, mayor será la resolución espacial^[3]. Una buena parte del trabajo doctoral se dedicó a la construcción y prueba de las puntas, su descripción se presenta así mismo en la sección 4.1.

El control de la distancia de exploración sobre la muestra constituyó otro aspecto de estudio y de desarrollo de instrumentación importante. En éste caso, no se llevó a cabo una técnica que se implantará de manera automatizada como en el caso del desplazamiento $X - Y$; en cada medición siempre se procedió manualmente a hacer los ajustes apropiados, por lo que es probable que las incertidumbres de medición hayan sido más grandes en éste punto. Sin embargo, identificar éste aspecto crítico permitió dirigir nuestra atención para desarrollar una técnica de calibración; el procedimiento llevado a cabo se muestra de igual manera en la sección 4.1.

En la sección 4.2 se describen también los circuitos electrónicos para polarizar y amplificar las señales que dan movimiento a los motores. Estos circuitos fueron diseñados, desarrollados, probados e incorporados a la caja electrónica adjunta al microscopio.

La plataforma de desplazamiento en el plano $X - Y$ en donde se fija a la muestra para realizar la exploración, constituyó un aspecto clave para el desarrollo del microscopio; se requirió de diferentes estructuras rígidas para conformarlo, así como de sistemas motorizados y de un programa de mando automatizado que permitiera avances nanométricos con una característica fundamental: repetitividad de movimientos muy alta. Su descripción se presenta en la sección 4.3.

Otro aspecto indispensable para lograr el funcionamiento del microscopio, lo fue tanto el sistema de transmisión como el de acondicionamiento de la señal, formado por conectores, cables, amplificadores, filtros, acoplador direccional, diodo detector de intensidad de μ -ondas, fuentes de voltaje, circuitos electrónicos desarrollados, convertidores de señal analógica a digital y de digital a analógica, computadora, *software* de programación, fuente de microondas (analizador vectorial de red) y osciloscopio. Todo éste equipo operó simultáneamente formando el microscopio en sí, y permitiendo obtener finalmente las imágenes. Su configuración se describe en la sección 4.4.

En la sección 5 se presentan tanto las imágenes obtenidas con el primer prototipo del microscopio para comprobar su funcionamiento, como las imágenes obtenidas de las diferentes muestras analizadas con una versión mejorada del mismo microscopio.

Fue necesario estimar también las características del resonador a través de la medición de su factor de calidad Q desde dos perspectivas: la primera, cuando se encuentra acoplado al microscopio sin el efecto de la muestra, y la segunda, cuando el resonador estando acoplado al microscopio se ve perturbado por el efecto de la muestra, los resultados se muestran en ésta sección.

Las primeras imágenes fueron creadas a partir de la variación de la intensidad de la frecuencia reflejada provocada por el cambio en la morfología superficial de la muestra durante la exploración. Estas señales fueron llevadas a un diodo detector que las convierte a cd y en seguida procesadas por el sistema de adquisición de datos; las imágenes construidas por la computadora que resultan de éste proceso, fueron desplegadas en su pantalla. La descripción detallada del procedimiento así como las imágenes construidas para diferentes tipos de muestras y su interpretación se presentan también en la sección 5.

La contribución más importante de éste trabajo, de acuerdo a nuestra perspectiva, fue la medición de la resistencia superficial ρ_s en un punto particular sobre una película de grafito. Para tal propósito, los datos experimentales que se utilizaron fueron los coeficientes de reflexión Γ enviados por el microscopio y medidos y capturados con el analizador vectorial de red e insertados en el modelo matemático desarrollado para tal propósito. Ésta técnica no se había reportado ni utilizado anteriormente. La descripción completa de éste proceso se presenta en la sección 5.

Finalmente se presentan las conclusiones del trabajo en la sección 6, y se hace una reflexión breve de futuros desarrollos.

Éste trabajo es un esfuerzo por contribuir a que el funcionamiento de los microscopios de μ -ondas mejoren a través de proponer un diseño más simple, empleando componentes que puedan encontrarse fácilmente en el mercado, reduciendo los costos de manufactura y al mismo tiempo mejorando sus dos características principales: la sensibilidad a las propiedades eléctricas y su resolución espacial. Así mismo mejorar el entendimiento de su principio de operación a través de los resultados obtenidos durante la experimentación.

Las motivaciones que nos llevaron a realizar éste trabajo, fueron las siguientes: En primer lugar el deseo de crear instrumentación novedosa y funcional aplicable al desarrollo científico, lograr un aprendizaje sólido en el campo de la investigación científica colaborando con expertos en el área de instrumentación y particularmente impulsar la difusión del uso del microscopio de μ -ondas en los laboratorios de investigación debido a

que por diversas razones, como por ejemplo, la dificultad de interpretar claramente sus resultados, no han permitido que éste tipo de microscopios formen parte de una técnica común de caracterización, sin embargo, sus mejoras darán lugar a nuevos ensayos e investigaciones para hacer su funcionamiento más eficiente y de ésta manera impulsar su uso como rutina de análisis microscópico.

2. Microscopía de microondas

La distancia más cercana entre dos objetos sobre una muestra, o el tamaño mínimo de un objeto que puede distinguirse claramente definen la resolución espacial o capacidad resolutive de un microscopio^[5]. En microscopía óptica convencional, la resolución espacial o tamaño del punto de enfoque de un haz de luz está limitado, tanto por la longitud de onda λ de la luz incidente, como por la apertura numérica NA (*numerical aperture*) del sistema óptico debido al efecto de difracción^[2-6]. El efecto de difracción limita todas las aplicaciones que emplean luz en el campo lejano tales como espectroscopia óptica, fotolitografía y óptica para el almacenamiento de datos^[5].

Durante mucho tiempo, la óptica convencional pareció estar limitada por la longitud de la onda de la luz debido al efecto de difracción. La luz visible es radiación electromagnética con longitud de onda entre 380 nm para el violeta y 780 nm para el rojo^[4-6], en virtud de la naturaleza propia de una onda electromagnética, el tamaño a del punto perteneciente a un haz de luz enfocado con una lente objetivo como se aprecia en la Fig. (2.1), se ve limitado por la longitud de onda λ debido al efecto de difracción de acuerdo a la ecuación $a = 1.22\lambda/NA$ ^[5], siendo $NA = n \text{sen}(\theta)$ la apertura numérica de la lente objetivo; n el índice de refracción del medio que normalmente es aire; y θ , la apertura media correspondiente al ángulo medio del cono de luz máximo recogido por la lente objetivo. El espectro asociado a la transformada de Fourier de la intensidad de la luz enfocada puede verse en la parte inferior de la Fig. (2.1).

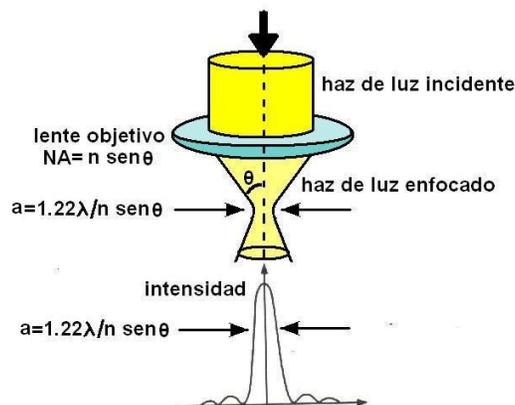


Figura 2.1 Tamaño del punto de enfoque de un haz de luz a través de un sistema óptico^[5].

Cuando la distancia entre dos objetos sobre una muestra es menor que el límite de difracción ó valor crítico (criterio de Rayleigh) la distinción entre los objetos no es clara^[5-7].

El límite de difracción fue señalado por Abbe y Rayleigh^[5] denominándose criterio de Abbe o de Rayleigh, el cual establece que la resolución entre dos franjas con densidad de flujo igual requiere que el máximo principal de la primera coincida con el primer mínimo de la segunda, como se muestra en la Fig. (2.2). Cuando las distancias entre los picos A y B son mayores al criterio de Rayleigh, las imágenes pueden observarse claramente, sin embargo, cuando las distancias decrecen más allá del criterio de Rayleigh, las imágenes se sobreponen y la resolución se pierde^[5]. Lo anterior implica que la resolución óptica a de un microscopio es aproximadamente igual a media longitud de onda λ y es expresada como^[5]:

$$a \geq 0.61\lambda/NA$$

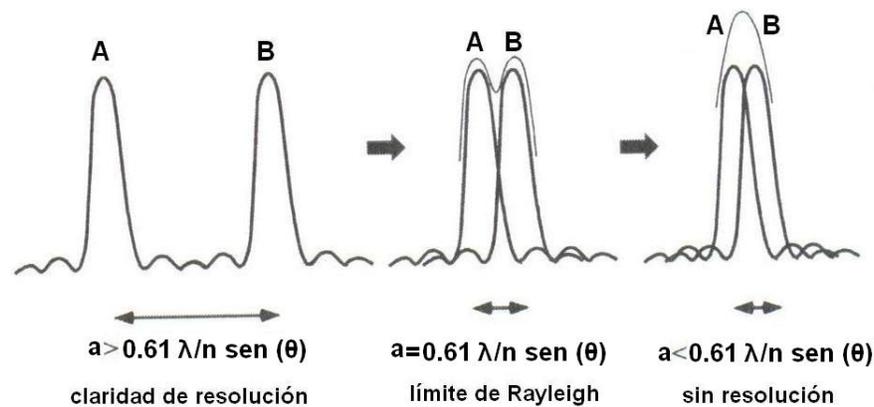


Figura 2.2 Resolución de un microscopio óptico entre dos puntos de acuerdo con el criterio de Rayleigh^[5].

Para mejorar la resolución del microscopio óptico, se puede reducir el tamaño del punto de enfoque empleando un haz de luz con una longitud de onda λ menor, o se puede emplear un sistema óptico con una NA más grande; sin embargo, en ambos casos, habrá restricciones debido al límite de difracción. Los microscopios ópticos permiten observar claramente objetos diminutos con una resolución de aproximadamente $1\mu\text{m}$ ^[2-4, 6,7].

La posibilidad de superar el límite de difracción mediante óptica de campo cercano NFO (*near field optics*), fue planteada teóricamente por E. H. Synge en 1928 de la siguiente manera^[3,4,5,6]: “En microscopía óptica, el efecto de difracción puede superarse si se detecta la luz difractada punto a punto, detección en serie, que resulta de explorar con una fuente de luz cuyo punto de enfoque sea menor que la longitud de onda de la frecuencia empleada; ésta fuente, puede producirse, si se ilumina una apertura diminuta hecha sobre una placa que se colocará a una distancia lo suficientemente próxima a la superficie de la muestra, lográndose obtener una resolución de al menos el diámetro de la apertura” Fig. (2.3).

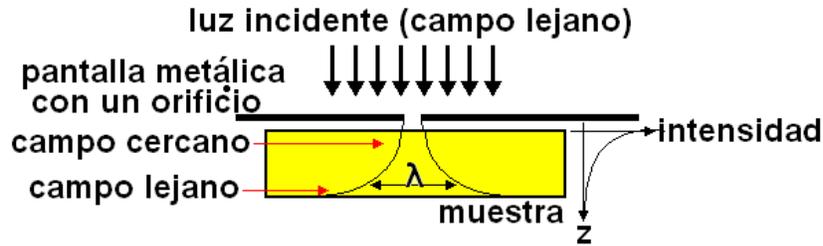


Figura 2.3 Imagen conceptual de la microscopía óptica de campo cercano propuesta por Syngé. El campo cercano se forma inmediatamente abajo del orificio ^[5].

Cronología de la microscopía de campo cercano:

En 1944 H. A. Bethe^[1,2] empleó por vez primera campos cercanos evanescentes obtenidos a partir de μ -ondas para calcular el coeficiente de acoplamiento entre guías de onda conectadas a través de un orificio mucho menor que la longitud de onda empleada.

En 1956 O'Keefe^[2] llevó a la práctica por vez primera un microscopio de campo magnético para aplicaciones de radio frecuencia empleando microscopía de campo cercano.

En 1959 Frait y en 1962 Soohoo^[1,16] trabajando de manera independiente desarrollaron una cavidad con un orificio diminuto, la cual utilizaron para explorar cerca de la superficie en una muestra, encontrando que era sensible a los cambios locales de las propiedades magnéticas. El hecho de haber trabajado con μ -ondas sólo fue por la simplicidad de alcanzar las medidas que implicaban la construcción de las sondas y por la facilidad de alcanzar las distancias en las que se llevaba a cabo la interacción sonda-muestra.

En 1964 Bryant and Gunn^[1] emplearon la primera sonda coaxial terminada en punta para medir la resistividad local de una muestra semiconductor con resolución milimétrica a partir de un campo cercano evanescente de microondas generado a 450 MHz.

Posteriormente también con μ -ondas de longitud de onda igual a 3 cm, Ash y Nicholls^[1,2] en 1972 utilizando un banco de pruebas generaron campos evanescentes confinándolos en una apertura mucho menor que la longitud de onda λ , demostrando que era posible la representación gráfica de imágenes. En su experimento obtuvieron una resolución espacial de $\lambda/60$ en una dimensión y de $\lambda/20$ en dos dimensiones.

En 1982 Rohner y Binning^[1,5,7,8] desarrollaron la microscopía STM (*scanning tunneling microscopy*) la cual permite mediante una sonda de exploración sobre una superficie conductiva prácticamente tocar átomos. Posterior a ésta fecha han sido desarrollados un conjunto de microscopios novedosos basados en sondas de exploración SPM (*scanning probe microscopy*) para caracterización local, modificación e investigación de propiedades

eléctricas, magnéticas, mecánicas, térmicas, ópticas y topográficas de superficies a escalas nanométricas y atómicas.

Entre 1983 y 1984^[1,2,7-9,16] comenzó el desarrollo de los primeros microscopios de barrido de campo cercano evanescente, que no son exclusivos del régimen de las μ -ondas y pueden operar en las regiones pertenecientes al infrarrojo lejano, infrarrojo y de la luz visible. Por ejemplo, los microscopios ópticos de barrido de campo evanescente cercano emplean luz con una longitud de onda de 600 nm.

Los diferentes microscopios que emplean sondas para exploración local mediante barrido pueden clasificarse^[38] de acuerdo al intervalo de frecuencia en donde operan como se muestra en la Fig. (2.4): AFM (*atomic force microscope*), STM (*scanning tunneling microscope*), SCM (*scanning capacitance microscope*), SThM (*scanning thermal microscope*), SNMM (*scanning near-field microwave microscope*), y NSOM (*near-field scanning optical microscope*).

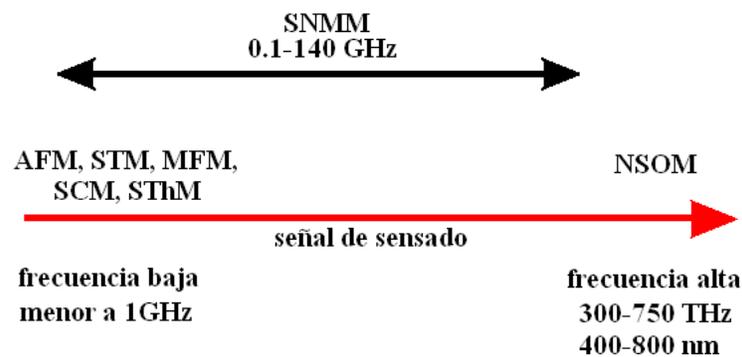


Figura 2.4 Espectro de frecuencias de diversos microscopios que emplean una sonda de barrido^[38].

En la Tabla 2.1 condensada por Tabib-Azar *et al.*,^[7] se muestra en forma general una comparación de algunas técnicas de caracterización empleadas comúnmente.

Particularmente el intervalo de frecuencia en el que operan los microscopios de μ -ondas es bastante amplio^[1,2,20], además de ser un puente entre las técnicas microscópicas de baja y alta frecuencia, puede operar desde los 0.1 hasta los 140 GHz^[38]. A una frecuencia particular de éste intervalo, la frecuencia natural de la estructura de alguna muestra puede entrar en resonancia, y de la máxima absorción resultante puede obtenerse información particular^[3], las muestras biológicas con contenido de agua son por ejemplo muestras que caen en este intervalo de frecuencia. Puede decirse entonces, que los microscopios de μ -ondas complementan a los microscopios evanescentes tanto electrónicos como ópticos^[38].

A continuación se presentan un conjunto de razonamientos que permiten considerar a las microondas particularmente plausibles^[2,29]:

- Hoy en día la mayoría de las aplicaciones de la tecnología de μ -ondas se orientan hacia los sistemas de comunicación, de radar, de sensado remoto del ambiente y de la medicina. En ésta última aplicación la microscopía de μ -ondas puede participar como un instrumento tanto de caracterización como de diagnóstico.
- Para frecuencias más altas que las μ -ondas, las longitudes de onda se vuelven muy pequeñas ocasionando dificultades técnicas en cuanto al diseño de componentes, manejo, control y ajuste de distancias.
- La radiación óptica se interrelaciona de manera compleja con los materiales a través de interacciones cuánticas, excitación de plasmones, dinámica de redes, etc., éstas interacciones dependen fuertemente del número de onda, como resultado, es a menudo difícil obtener información cuantitativa en relación a las propiedades ópticas de los materiales a partir de su interacción con el campo cercano, mientras que la radiación en la frecuencia de μ -ondas interactúa de forma mucho más directa.
- La simplicidad relativa de interpretar la señal detectada es una de las ventajas más importantes de la microscopía de μ -ondas de campo cercano.
- Varias resonancias moleculares, atómicas y nucleares ocurren a frecuencias de μ -ondas, creando una variedad de aplicaciones únicas en áreas por ejemplo de ciencia básica, sensado remoto, métodos de calentamiento, diagnóstico y tratamiento médico.
- La posibilidad de análisis que ofrece la microscopía de μ -ondas se encamina al estudio de defectos y no-homogeneidades a través de la creación de imágenes relacionadas a la morfología superficial o subsuperficial^[4], esta última, detectada de la respuesta de una muestra particular, la cual puede presentar diversos espesores, debido a la gran profundidad de penetración en aislantes.
- La microscopía de μ -ondas presenta versatilidad en el análisis de muestras que van desde compuestos dieléctricos, semiconductores, metales, muestras biológicas, superconductores y composiciones de estos materiales como por ejemplo en microcircuitos para su investigación cuantitativa^[6,16].

El trabajo realizado en relación a la exploración microscópica de materiales empleando μ -ondas en el campo cercano es extenso, sin embargo, pueden distinguirse en primera instancia dos grupos básicos de microscopios de μ -ondas^[1,2,16]: Los que incorporan en su estructura de detección un resonador, y los no resonantes.

2.1 Estructuras resonantes

La banda de frecuencia con la que operan las sondas resonantes es estrecha, y la sensibilidad a las propiedades electromagnéticas de la muestra es la principal característica que los distingue^[2,4,17]. En la detección que conduce a la formación de imágenes, los cambios tanto en la frecuencia de resonancia f_r , como del factor de calidad Q del resonador utilizado son monitoreados^[2,5,16]. En la Fig. (2.5) se presentan esquemáticamente las estructuras básicas de estas sondas^[39].

Tabla 2.1

Comparación de algunos métodos comunes para la caracterización de materiales^[7].

Método:	Resolución:	Límites de conductividad:	Comentarios:
Microscopía óptica de barrido.	1 -10 nm.	No hay requerimientos.	Para obtener una resolución elevada la sonda necesita estar a unos cuantos nanómetros de la muestra; una exploración de $250 \mu \times 250 \mu$ toma 30 s.
“ <i>Scanning electron microscopy.</i> ”	100 nm.	Limitada a materiales que son conductivos.	Preparación de la muestra en vacío; instrumentos costosos.
“ <i>Scanning tunneling microscopy.</i> ”	A nivel atómico.	Se requiere buena conductividad ya sea de electrones o iónica.	Los electrones libres no toman parte así que puede llevarse a cabo en aire, en líquido o en vacío; el campo de visión es sólo de unos cuantos μm^2 ; La exploración de un área de $300 \text{ nm} \times 300 \text{ nm}$ toma 10 min.
Microscopía de fuerza atómica.	En material duro cristalizado: atómico; En biológico: 2 nm.	No hay requerimientos.	Se requiere preparar la superficie; existen métodos con y sin contacto.
Rayo X	5 μm (sub- μm sólo con sincrotrón)	Sin limitaciones.	La sensibilidad a la superficie es pobre. Se requiere preparación de la muestra. Equipamiento caro y enorme.
Ultrasónico	Del orden de 1 mm.	No hay requerimientos	Se requiere de un acoplamiento exhaustivo debido a que la transmisión es pobre en las uniones; no es útil a temperaturas altas
Corriente de vórtice.	50 μm .	La muestra tiene que ser conductora.	No pueden detectarse grietas en el plano del vórtice; bobinas con diseños complicados para algunas aplicaciones.
μ -onda evanescente.	De 0.4 μm a 1 cm.	El sondeo de metales en bloque se ve limitado por la profundidad de penetración.	Apropiado para realizar representaciones gráficas superficiales de gran escala, pueden esbozarse muestras calientes o en movimiento; no se requiere preparación de la muestra; puede emplearse en aire, líquido o vacío.

La descripción que a continuación se hace permitirá distinguir claramente la gama de técnicas desarrolladas para el primer grupo básico:

Cavidades resonantes: Estas estructuras se conforman por tres subgrupos:

El primer subgrupo es una estructura compuesta por una cavidad resonante a frecuencias de μ -ondas Fig. (2.5a)^[1,5,14,39]; la cara frontal a la muestra tiene un orificio diminuto menor a la longitud de onda de la señal utilizada, si la muestra se coloca muy cerca del orificio, el área sobre la muestra con una superficie igual al diámetro del orificio perturbará entonces la resonancia de la cavidad, produciendo un cambio tanto en la frecuencia de resonancia f_r como en el factor de calidad Q de la cavidad. Si por ejemplo, el orificio es de aproximadamente $500\mu\text{m}$ y la muestra causa una perturbación pequeña a la cavidad, ésta respuesta podría emplearse para examinar alguna propiedad relacionada con las pérdidas de la muestra, tal como la resonancia ferro-magnética, la cual proporciona información relativa a los campos internos locales y a la magnetización de la muestra. Frait en 1959, Soohoo 1962 y Bhagat en 1995^[2] emplearon exitosamente éste tipo de microscopios para obtener imágenes de resonancia ferro-magnética, mientras que Ikeya en 1990 lo empleó para obtener imágenes de la resonancia de “*spin*” del electrón^[25].

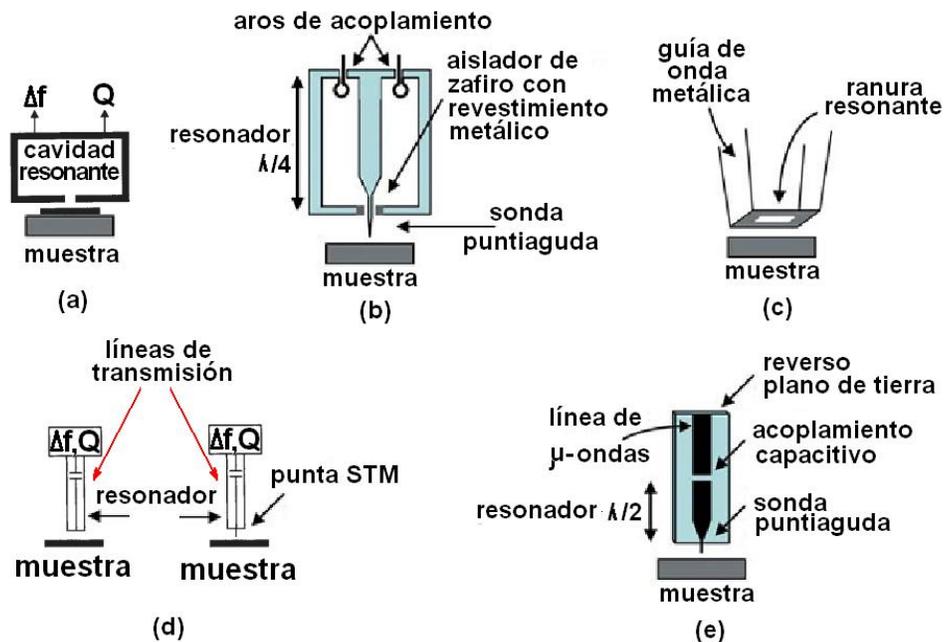


Figura 2.5 Imágenes obtenidas del trabajo realizado por C. A. Paulson *et al.*,^[39]. Diferentes estructuras resonantes utilizadas como sondas para detección en microscopía de μ -ondas: (a) cavidad resonante, (b) cavidad coaxial, (c) guía de onda rectangular metálica con ranura resonante, (d) líneas coaxiales de transmisión truncada y terminada en punta, y (e) resonador plano de microcinta terminado en punta.

El segundo subgrupo son las cavidades coaxiales, Fig. (2.5b), en éste caso, una punta aguda sobresale por una perforación hecha en el blindaje aislado con material cerámico, el blindaje envuelve a la punta manteniendo las componentes de propagación de campo lejano dentro de la cavidad, la sonda actúa entonces como un emisor puntual de ondas energéticas evanescentes, resultado valores altos del factor de calidad Q ^[39]. Existen dos versiones de ésta estructura^[2,5,39]: La primera, consiste en depositar un revestimiento aislante ya sea sobre la punta de la sonda de exploración o sobre la muestra para mantener una distancia siempre constante durante la exploración; mientras que la segunda, considera un esquema de seguimiento de la topografía independiente de la punta. Así mismo, hay dos técnicas de medición empleadas comúnmente: por detección de la reflexión, y la técnica sensible a la fase, en la que la fase del resonador se compara con la fase de un oscilador de referencia.

En 1996 Cho *et al.*, y Wei *et al.*, introdujeron éstas estructuras para obtener representaciones gráficas ferroeléctricas^[2,39]. A 1 GHz Cho *et al.*, obtuvieron una resolución espacial en el orden milimétrico, sin embargo, el modelo desarrollado por Wei *et al.*, en el que concéntrico a una cavidad de longitud $\lambda/4$ se encuentra un conductor central terminado en punta STM, que sobresale a corta distancia de la estructura por un orificio de un mm de diámetro, y que funciona como un emisor puntual de campo, se alcanzó una resolución espacial de $5\ \mu\text{m}$ ^[39]. En los diseños mejorados, el orificio hecho sobre zafiro y recubierto externamente por una película metalizada para mantener sin perturbaciones un Q alto, tiene diámetros que van de 100 a 200 μm , alcanzando una resolución espacial de 100 nm en la representación gráfica de perfiles de constante dieléctrica, dominios ferroeléctricos, superconductividad de películas YBCO y microscopía cuantitativa de propiedades dieléctricas y conductivas de muestras pasivas.

El tercer subgrupo son las ranuras resonantes que se muestran en la Fig. (2.4c); éstas son otra variedad de estructuras utilizadas como sondas de exploración en microscopía de μ -ondas para la obtención de imágenes^[1,5,39]. Cuando la longitud de la ranura es aproximadamente igual a la longitud de onda de la señal de estímulo entra en resonancia, comenzando entonces a radiar^[39]. En relación a las sondas de tipo coaxial, las líneas de campo eléctrico \mathbf{E} de las ranuras son perpendiculares a aquellas, por lo que en la dirección perpendicular de exploración exhiben una resolución diferente. El microscopio de mapas de resistividad introducido en 1996 por Golosovsky *et al.*,^[2,16,25] utiliza una ranura resonante, rectangular y estrecha al final de una guía de ondas hueca como fuente de campo cercano, se caracteriza por tener un coeficiente de transmisión elevado, resolución espacial limitada a las dimensiones de la ranura y factor de calidad Q relativamente bajo, lo que permite un ancho de banda de 10 a 80 GHz. Dado a la geometría, posee una resolución desigual en X y Y . Los modelos más refinados de esta técnica llevados a cabo por Abu-Teir *et al.*, en 2001^[2,16,25], han alcanzado una resolución espacial de 1 a 10 μm a una frecuencia de operación de 25 a 30 GHz. Para la caracterización de películas metálicas delgadas de conductividad elevada, M. Abu-Teir *et al.*,^[16] desarrollaron una ranura larga y estrecha μ -

fabricada sobre la superficie convexa de un resonador dieléctrico como sonda de exploración, la cual montaron en una guía de onda cilíndrica. El acoplamiento de sintonía de la sonda lo llevaron a cabo a través de una brecha de aire. En su conjunto la sonda desarrollada por M. Abu-Teir es compacta, con entrada coaxial, opera de 25 a 30 GHz, posee resolución espacial de 1-10 μm y tiene una impedancia reducida de aproximadamente 20Ω . La Fig. (2.6) muestra los detalles de la sonda construida, el diagrama de bloques que conforma el sistema de microscopía completo se muestra en la Fig. (2.7) y la gráfica obtenida de la respuesta del coeficiente de reflexión Γ con respecto a la distancia recorrida cuando la sonda explora sobre líneas de cromo de 32 μm de ancho depositadas sobre vidrio, se presenta en la Fig. (2.8).

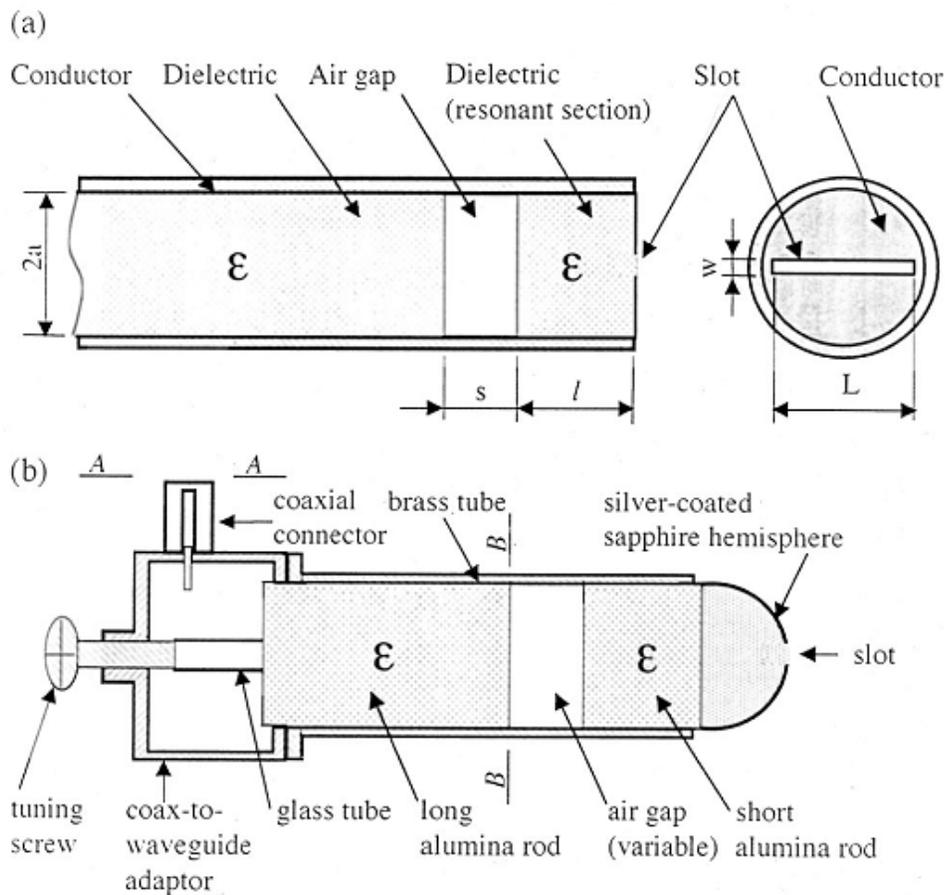


Figura 2.6 Imagen obtenida del trabajo realizado por M. Abu-Teir *et al.*,^[16]. Sonda de exploración de μ -ondas formada por una ranura resonante, se observan detalles mecánicos y materiales con los que fue construida la sonda.

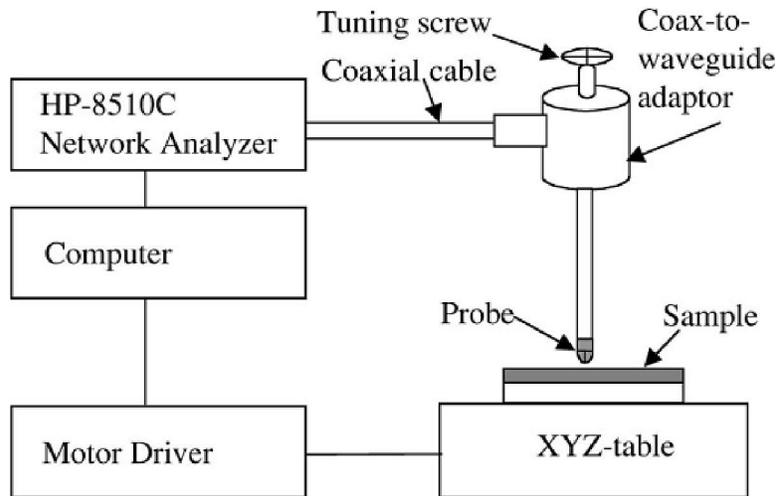


Figura 2.7 Imagen obtenida del trabajo realizado por M. Abu-Teir *et al.*,^[16]. Diagrama a bloques del sistema de microscopía incorporando la sonda de ranura resonante.

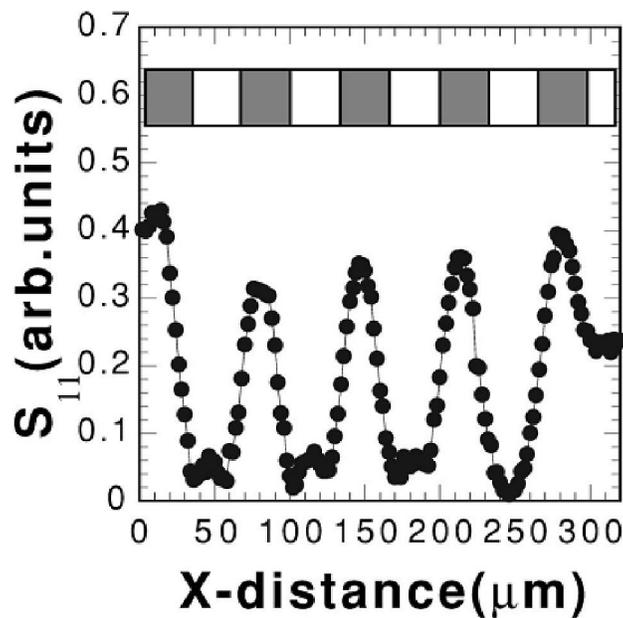


Figura 2.8 Imagen obtenida del trabajo realizado por M. Abu-Teir *et al.*,^[16]. Gráfica de la respuesta de la sonda cuando explora sobre una muestra calibrada con líneas metálicas de cromo sobre vidrio de 32 μm de ancho.

En otro experimento llevado a cabo con una sonda ranurada desarrollado por F. Sakran *et al.*,^[25], logran obtener imágenes superficiales de la resonancia electrón-“*spin*” ESR, la sensibilidad que alcanzaron con la sonda fue mayor a la de los espectrómetros ESR

convencionales. En la Fig. (2.9) se muestran la sonda, en la Fig. (2.10) el sistema de microscopía completo y la imagen de μ -ondas obtenida se expone en la Fig. (2.11)

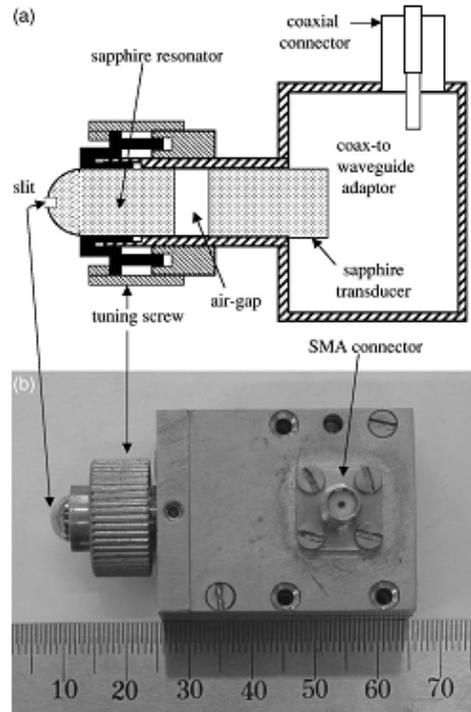


Figura 2.9 Imagen obtenida del trabajo realizado por F. Sakran *et al.*,^[25]. (a) Esquema del diseño de una sonda ranurada para exploración en la banda X, (b) Modelo práctico utilizado: ancho de la ranura de 1 – 100 μm , factor de calidad Q de 100 – 1000 y radio de 4 mm.

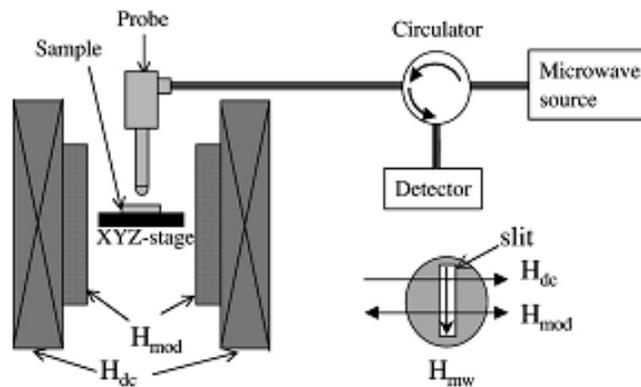


Figura 2.10 Imagen obtenida del trabajo realizado por F. Sakran *et al.*,^[25]. Diagrama del sistema de microscopía; la muestra está inmersa en un campo magnético externo.

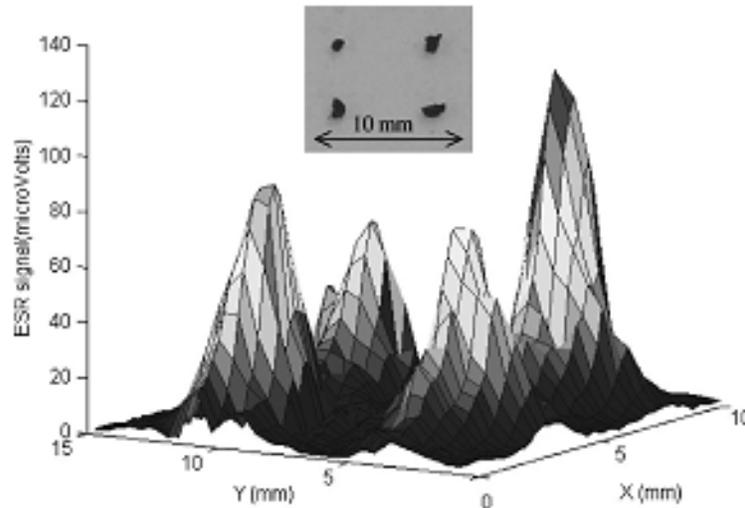


Figura 2.11 Imagen obtenida del trabajo realizado por F. Sakran *et al.*,^[25]. Gráfica de superficie de la resonancia electrón-“spin” obtenida con los datos capturados de la exploración con una sonda ranurada para microscopía de μ -ondas sobre 4 granos de *diphenyl-picryl-hidrazil* sobre un substrato de vidrio. El ancho de la ranura de la sonda fue de 100 μ m. En el recuadro se muestra una imagen óptica de la muestra.

Líneas de transmisión coaxiales abiertas:

Estas estructuras corresponden a los microscopios de μ -ondas de campo cercano más sensibles^[1,2,9,17], un esquema simplificado se presenta en la Fig. (2.4d), en el régimen de μ -ondas ha probado ser la técnica de microscopía de campo cercano más cuantitativa de todas^[2,17], pudiéndose obtener imágenes de la resistencia y morfología superficiales, constante dieléctrica y otras variables relacionadas con las pérdidas de la muestra. Su principio de funcionamiento se basa en colocar una muestra muy próxima al extremo abierto del resonador que modificará tanto la frecuencia de resonancia f_r como el factor de calidad Q ; debido a que el resonador está formado por una sección de la misma línea de transmisión acoplado en resonancia^[2,17], éstas variables se pueden monitorear mientras se explora sobre la muestra.

Una estructura de este tipo fue presentada por Vlahacos *et al.*, en 1996. Se forma a partir de una sección de línea de transmisión coaxial rígida de longitud resonante a la frecuencia de operación de entre 7.5 y 12.4 GHz^[18,22]. El diámetro del conductor interno es de 100 μ m, los extremos del resonador están cortados transversalmente; por un lado, se acopla a la línea de alimentación capacitivamente, mientras que por el otro, se acopla a la muestra también capacitivamente, la variación de ésta última capacitancia entre el conductor central y la muestra permite el contraste de μ -ondas. Para la detección, el sistema opera en reflexión^[18,22].

A diferencia de la estructura del primer subgrupo descrito que sólo tiene en el resonador una apertura evanescente, ésta última intensifica el campo en el extremo de la línea de transmisión concentrándolo, y fija la escala para la resolución espacial^[2,18,22]. La incorporación inicial de éste concepto por R. B. Mosisio *et al.*, en 1970^[2], tuvo el propósito de medir el contenido de humedad en una hoja de papel. Otras incorporaciones emplean líneas de transmisión coaxiales, en los cuales, la muestra tanto puede entrar en contacto con el extremo abierto, como puede mantenerse separada por una estrecha brecha de aire^[1,2,17,23].

Mejoras subsecuentes de ésta estructura reducen el diámetro del conductor central a 12 μm e incorporan sistemas de detección independiente para los cambios de Q y f_r ^[1,2,17]. La representación gráfica de la resistencia superficial ρ_s de muestras metálicas se logra a través de la detección de los cambios en el factor de calidad Q , y la representación topográfica a partir de los cambios de capacitancia producida por los cambios de altura entre el conductor central y la muestra manifestados como cambios de la frecuencia de resonancia f_r ^[17].

En la adquisición de imágenes cuantitativas de la resistencia superficial ρ_s de películas metálicas delgadas sin contacto^[2,20-22], con resolución espacial obtenida de $\lambda/80$, D. E. Steinhauer *et al.*, desarrollaron en 1998 el microscopio de μ -ondas cuya sonda coaxial truncada y abierta en su extremo conforma el resonador de longitud $n\lambda/2$ que opera a 7.5 GHz presentado en la Fig. (2.12). Las imágenes de μ -ondas se forman monitoreando los cambios tanto de la frecuencia de resonancia f_r como del factor de calidad Q . El recuadro en el esquema del microscopio presenta el circuito equivalente de interacción capacitiva entre la sonda y la muestra. Las imágenes obtenidas con μ -ondas de las variaciones de la frecuencia de resonancia f_r , el factor de calidad Q y la resistencia superficial ρ_s para una película delgada de YBCO de 5cm de diámetro cuyo espesor varía del centro al exterior se exponen en la Fig. (2.13).

Posteriormente, una mejora significativa fue llevada a cabo por Alange *et al.*,^[1,2,17,19-21] incorporando una punta STM “*scanning tunneling microscope*” para intensificar el campo en un punto local, con lo cual logró incrementar la resolución espacial al orden submicrométrico en exploraciones en contacto con la muestra. Los microscopios de μ -ondas cuyas estructuras son líneas de transmisión coaxiales sin resonador incorporado o las que cuentan con éste, pueden mejorar su desempeño en cuanto a su capacidad resolutive prolongando el conductor central en aproximadamente 100 μm ^[2,17] más allá del conductor externo y terminándolo en una punta muy aguda con el propósito de acrecentar por concentración el campo localmente. Técnicamente éste tipo de sondas son conocidas como sondas STM.

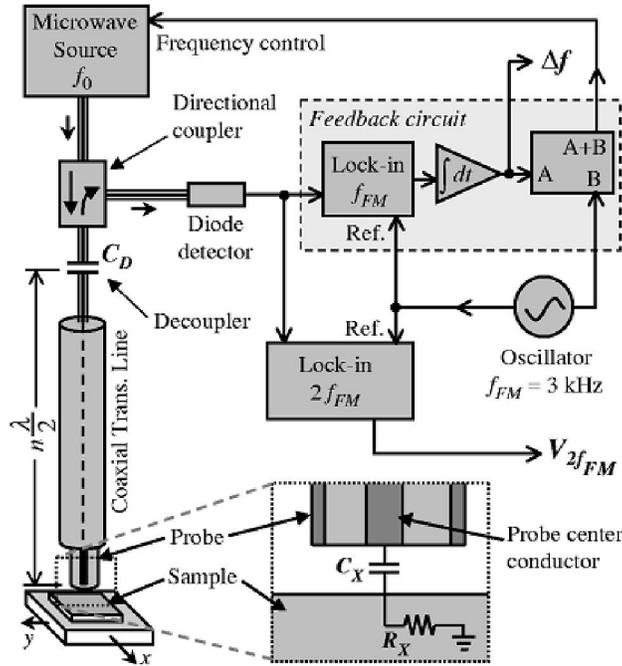


Figura 2.12 Imágenes extraídas del trabajo realizado por D. E. Steinhauer *et al.*,^[20]. Microscopio de μ -ondas con estructura resonante $n\lambda/2$ incorporada.

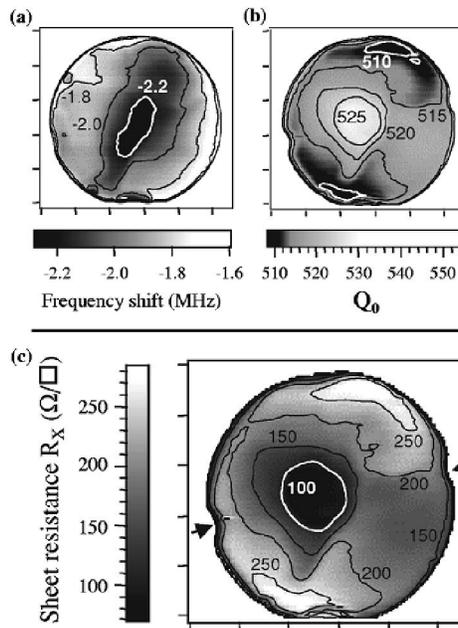


Figura 2.13 Imágenes extraídas del trabajo realizado por D. E. Steinhauer *et al.*,^[20], (a) y (b) corresponden a los cambios de frecuencia de resonancia f_r y del factor de calidad Q respectivamente, mientras que (c) es una imagen cuantitativa de la resistencia superficial ρ_s obtenida de la película metálica delgada. Las tres imágenes fueron obtenidas utilizando microscopía con μ -ondas mediante exploración sobre la muestra.

La idea básica de su funcionamiento^[1,2,17,21] está en que los campos electromagnéticos contenidos en el campo cercano pueden tratarse en equilibrio cuasi estático, estableciéndose un campo eléctrico intenso en los bordes de la punta, lo que lleva a que la respuesta de la muestra colocada muy próxima y por debajo de la punta de inmediato domine la señal^[2,17]. En la Fig. (2.14) se muestra una sonda STM. La sonda STM puede explorar sobre la muestra sin contacto o alternativamente puede entrar en contacto con la muestra.

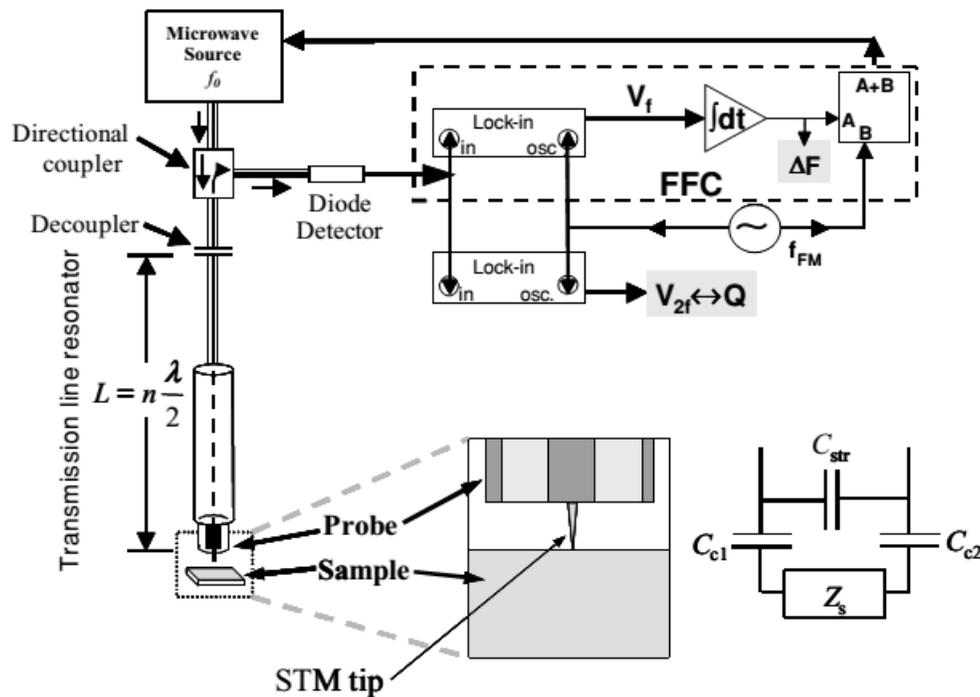


Figura 2.14 Imágenes extraídas del trabajo realizado por S. M. Alange *et al.*,^[2,17]. Microscopio de μ -ondas formado por un resonador de longitud $n\lambda/2$ terminado en punta STM para interacción con la muestra. En el recuadro se presenta el circuito equivalente de interacción y una imagen aumentada de la punta STM y la muestra. El sistema permite la detección de los cambios de frecuencia de resonancia f_r y del factor de calidad Q .

En la Fig. (2.15a y 2.15b) se presentan comparativamente imágenes obtenidas de la morfología superficial de un cristal $La_{1.4}Sr_{1.6}Mn_2O_7$ con microscopía STM y con μ -ondas obtenidas por S. M. Alange *et al.*,^[2].

Con el propósito de encontrar el campo óptimo que interactúe de la manera más intensa tanto fuera como dentro de la muestra; la posición, el tamaño, el material y la forma geométrica del ángulo con que la punta STM es terminada tienen un efecto importante sobre la resolución espacial y la sensibilidad del microscopio como lo reporta K. Lee *et al.*,^[3]; en su trabajo presenta tres tipos de puntas así como las imágenes obtenidas con μ -ondas para cada una de ellas. En la Fig. (2.16) se presenta el conjunto de sondas cuyas puntas están terminadas con ángulos a 5° y 30° y una más híbrida construida con ángulos

múltiples a 5°, 10°, y 30°. La primera mostró tener una resolución espacial elevada pero baja sensibilidad, la segunda presenta resolución espacial baja y alta sensibilidad, mientras que la última mostró tener tanto resolución espacial como sensibilidad elevadas. La geometría STM en forma de punta que tiene la sonda permitirá la detección de propiedades eléctricas de la muestra debido al acoplamiento capacitivo ^[1,2,17].

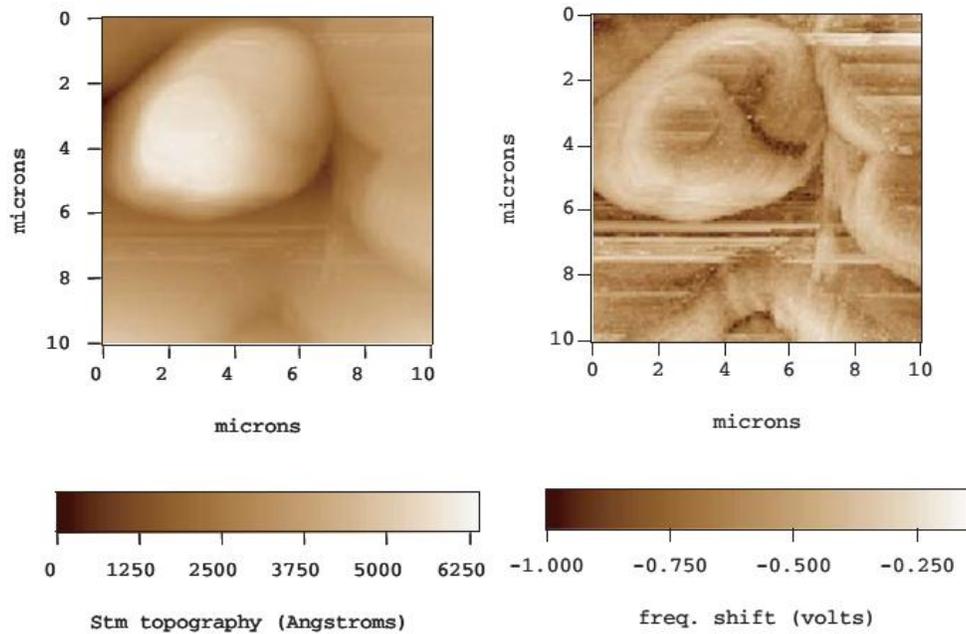


Figura 2.15 Imágenes extraídas del trabajo realizado por S. M. Alange *et al.*,^[2]. Corresponden a la morfología superficial de un cristal $La_{1.4}Sr_{1.6}Mn_2O_7$ obtenidas con microscopía STM y con microscopía de μ -ondas a 7.47 GHz respectivamente.

Aplicaciones posteriores de la técnica resonante con punta STM permitieron la representación gráfica cuantitativa de permisividad y tunelabilidad en películas delgadas. En otra aplicación realizada por Dutta *et al.*,^[18,20] logran obtener a 8 GHz la representación del campo eléctrico mediante imágenes explorando sobre una línea de transmisión abierta. Wellstood y Alange han realizado abundantes publicaciones al respecto^[10-12,16-22], reportando aplicaciones, mejoras y nuevas tendencias de sondas de μ -ondas de campo cercano.

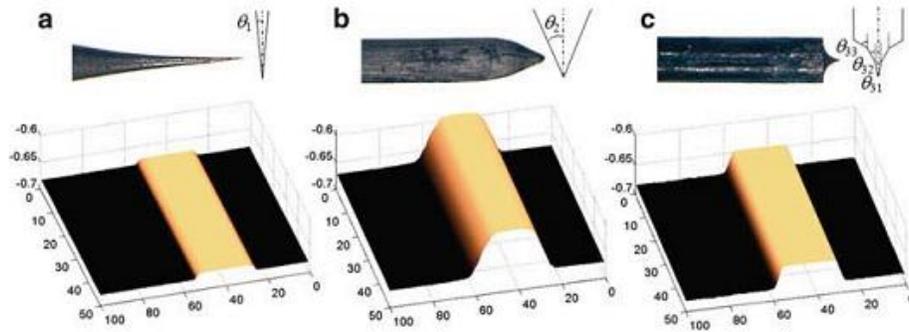


Figura 2.16 Imágenes extraídas del trabajo realizado por K. Lee *et al.*,^[3]. Diseño geométrico de puntas STM: Con un ángulo de 5° la imagen de μ -ondas muestra resolución espacial alta, mientras que con un ángulo de 30° la imagen de μ -ondas presenta sensibilidad elevada. Con la punta STM multiangular se obtiene una combinación de resolución espacial y sensibilidad.

Si la geometría STM con la que es terminada la sonda de exploración se cambia ahora por una terminación con geometría en forma de aro cuyo diámetro sea μ -métrico conservándose como una estructura resonante, le dará ahora al microscopio de μ -ondas sensibilidad a las propiedades magnéticas debido al acoplamiento magnético entre la sonda y la muestra^[1,2,4,7,817,39]. El hecho de que el diámetro del aro sea μ -métrico le dará al microscopio una resolución espacial elevada. La medición de la permeabilidad magnética local a una frecuencia de operación de 6 GHz empleando microscopía de μ -ondas con estructura resonante, fue llevada a cabo por S-C Lee sobre una muestra magneto resistiva en una escala de longitud de $200\mu\text{m}$ ^[19]. El microscopio utilizado se presenta en la Fig. (2.17), las curvas obtenidas para los cambios tanto de la frecuencia de resonancia f_r como del factor de calidad Q , y las imágenes de μ -ondas obtenidas son mostradas en la Fig. (2.18).

Líneas y μ -líneas impresas resonantes:

Los resonadores con geometrías planas terminados en punta^[1,7-9,38,39], construidos a partir de laminados metálicos impresos sobre un sustrato pueden substituir a las estructuras resonantes formadas tanto por guías de onda rasuradas, como por cavidades y líneas de transmisión coaxiales para incorporarse exitosamente en los microscopios de μ -ondas como sondas de exploración^[1,7-9,38,39].

Sobre un sustrato aislante de geometría plana se estampan por ambos lados sendas láminas metálicas delgadas. Por un lado, se configuran en la lámina dos figuras rectangulares, una es el resonador de longitud $\lambda/4$ y la otra es la línea de alimentación, ambas acopladas capacitivamente como se muestra en la Fig. (2.19). En el borde frontal del resonador, al final de la línea, ésta se termina ya sea en punta abierta, o en un aro diminuto en donde se inducirán corrientes en la sonda si ésta se conecta en corto cerrando el aro con la hoja laminada al reverso, que funciona como plano de tierra^[7-9,38].

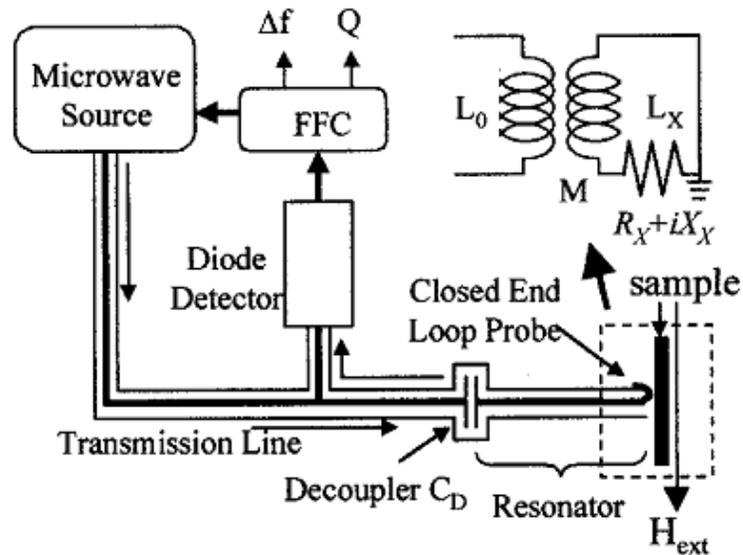


Figura 2.17 Imágenes extraídas del trabajo realizado por S-C Lee *et al.*,^[19]. Microscopio de μ -ondas para la medición de la permeabilidad local. En el esquema del microscopio se distinguen tanto la estructura resonante como la salida de las variables Δf y Q para construir las imágenes. En el recuadro superior derecho se muestra también el circuito equivalente del acoplamiento magnético entre el aro y la muestra.

Este tipo de estructuras fueron introducidas por Tabib-Azar *et al.*, en 1993^[7-9,38] para exploración sin contacto, alcanzando una resolución espacial de entre 100 y 150 μm .

En la Fig. (2.20) se muestra el diagrama esquemático de su arreglo y el prototipo experimental empleado para la obtención de las imágenes de diferentes tipos de muestras: dieléctrico Fig. (2.21), metálico Fig. (2.22), biológico Fig. (2.23) y magnético Fig. (2.24). Las estructuras mejoradas de esta técnica^[1,7-9,38,39] logran explorar sobre diversos tipos de muestras, con resoluciones espaciales de 0.4 μm , operando a una frecuencia de 10 GHz, factores de calidad Q que circundan los 13200 y con un ancho de banda de 5 MHz.

Con el propósito de detectar y representar gráficamente regiones de agotamiento en uniones p - n de una celda solar bajo el efecto de polarización pulsada cd en directa y en inversa, en tiempo real, Tabib-Azar *et al.*,^[1,7-9,38,39] obtuvieron resolución espacial elevada, operando a 10 GHz; la imagen obtenida con μ -ondas se muestra en la Fig. (2.25).

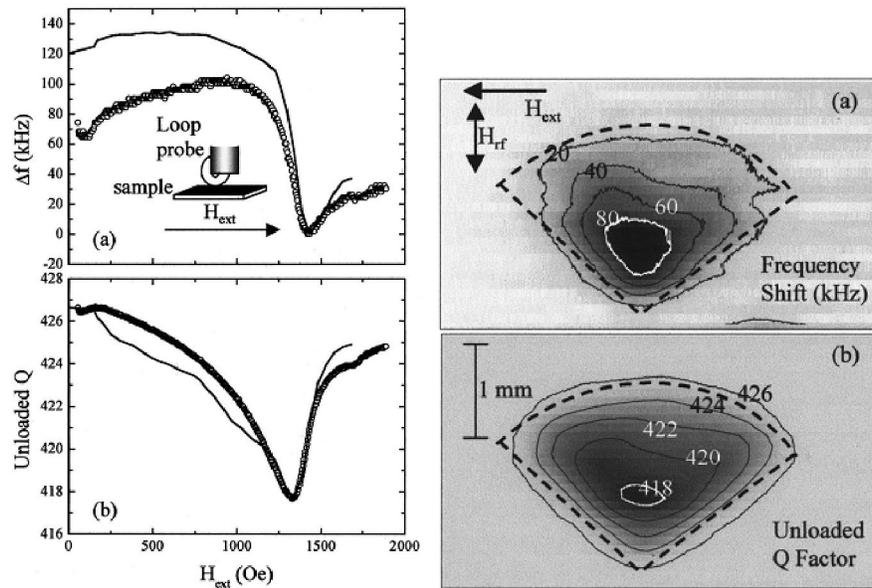


Figura 2.18 Imágenes extraídas del trabajo realizado por S-C Lee *et al.*,^[19]. En la primera gráfica mostrada se observan los cambios de frecuencia Δf obtenidos en función del campo magnético externo aplicado, en el recuadro se aprecia el aro hecho de cobre con un diámetro de $200\ \mu\text{m}$ al final de la sonda que pone en corto a los conductores central y externo, a una distancia de exploración sobre la muestra de $20\ \mu\text{m}$. En la segunda gráfica se muestran los cambios del factor de calidad Q en función del campo magnético externo aplicado. La frecuencia de operación en ambos casos fue de $6.037\ \text{GHz}$. Así mismo, se muestran las representaciones gráficas obtenidas con un microscopio de μ -ondas mediante exploración a $6.037\ \text{GHz}$ de la resonancia ferromagnética de una muestra de cristal magnetoresistivo a una altura de exploración de $10\ \mu\text{m}$ y campo magnético externo aplicado constante. La primera imagen corresponde a los cambios de frecuencia Δf obtenidos y la segunda imagen pertenece a los cambios de factor de calidad Q . El diámetro del aro fue aproximadamente de $50\ \mu\text{m}$. La resolución espacial obtenida es del orden del diámetro del aro, siempre y cuando la distancia de separación tenga una longitud no mayor también al diámetro del aro.

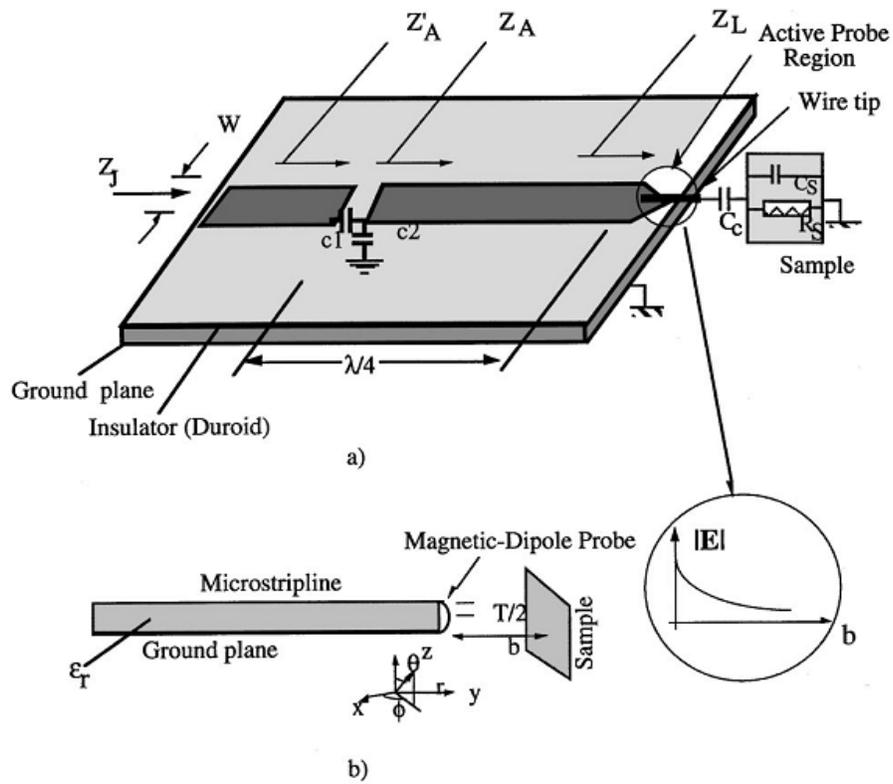


Figura 2.19 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. Sonda de exploración plana formada por una línea de alimentación y un resonador $\lambda/4$ configurados sobre un laminado metálico impreso sobre sustrato aislante. El plano de tierra es también un laminado impreso al reverso. a) Sonda eléctrica terminada en punta y b) sonda magnética terminada en aro. La resolución espacial obtenida fue de 100 – 150 μm , sin contacto con la muestra.

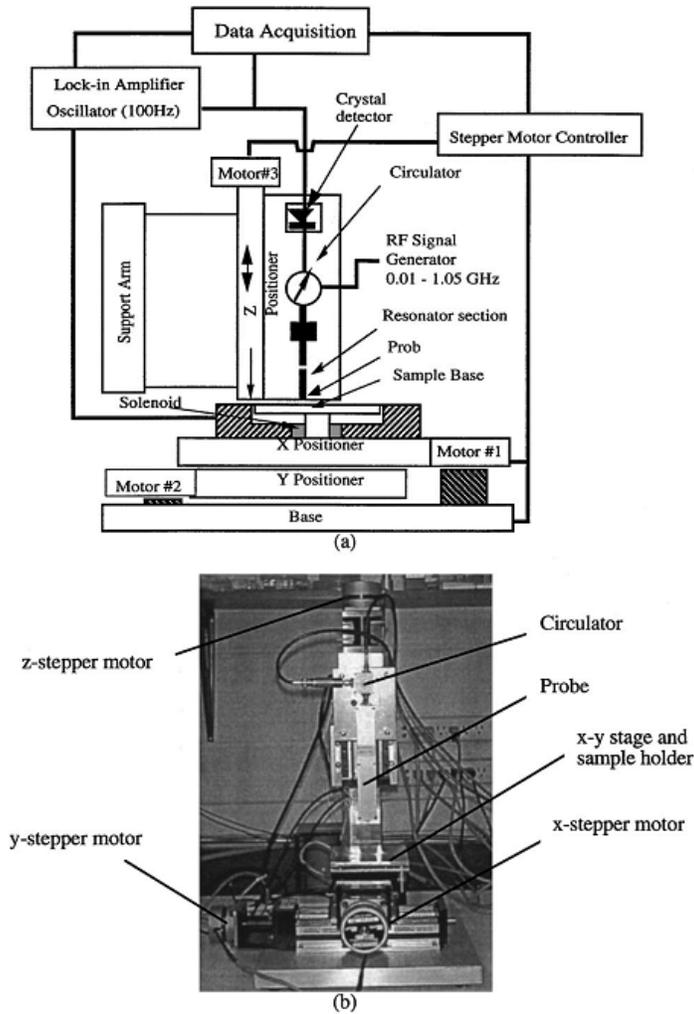


Figura 2.20 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. (a) Esquema del arreglo experimental, (b) alojamiento de la sonda y configuración del sistema de exploración X – Y – Z.

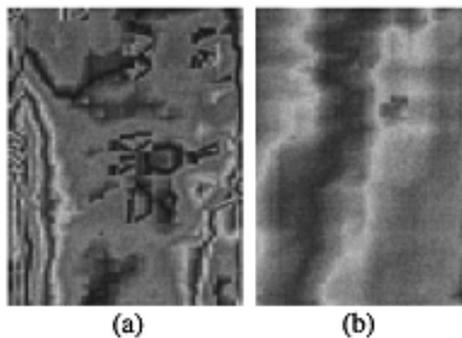


Figura 2.21 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. (a) Imagen de μ -ondas a 1 GHz de la resistividad superficial ρ_s de un compuesto de carbón en un área de $2 \times 3 \text{ mm}^2$, y (b) defectos en una muestra de nitruro de boro.

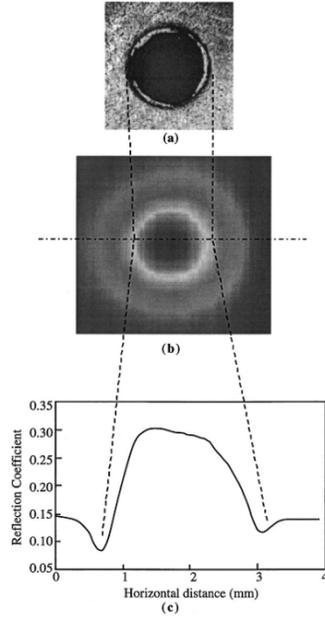


Figura 2.22 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. (a) Fotografía de una perforación de 2 mm de diámetro en una placa de cobre de 6 mm de espesor, (b) imagen de la perforación con μ -ondas y (c) detección de rebabas de 89 μ m de amplitud en los bordes sobre el eje horizontal de perforación.

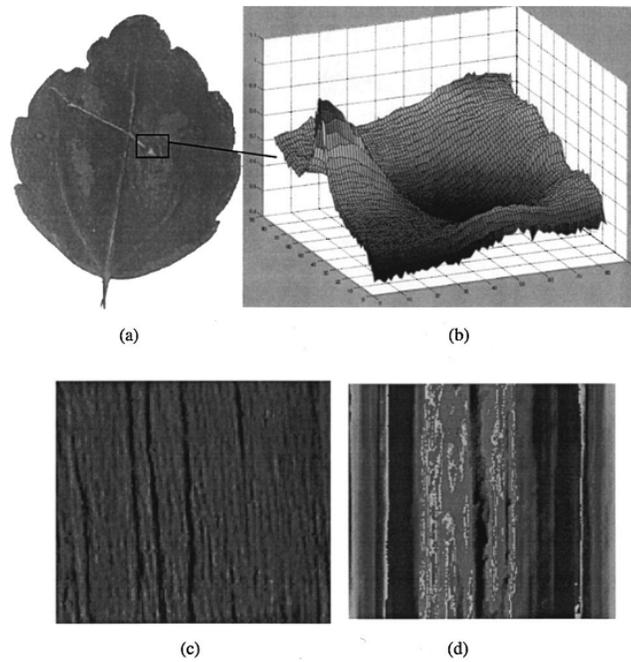


Figura 2.23 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. Muestras biológicas: (a) imagen óptica de la hoja de una planta, (b) imagen de la hoja obtenida con μ -ondas, (c) imagen óptica de madera balsa 2x1 cm², (d) imagen obtenida con microondas de la madera balsa.

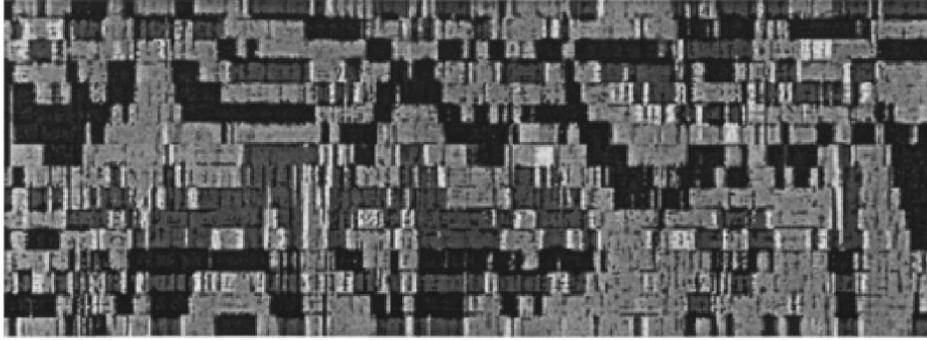


Figura 2.24 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. Detección de permeabilidad magnética: Mapa de dominios magnéticos de un disco duro obtenido empleando μ -ondas.

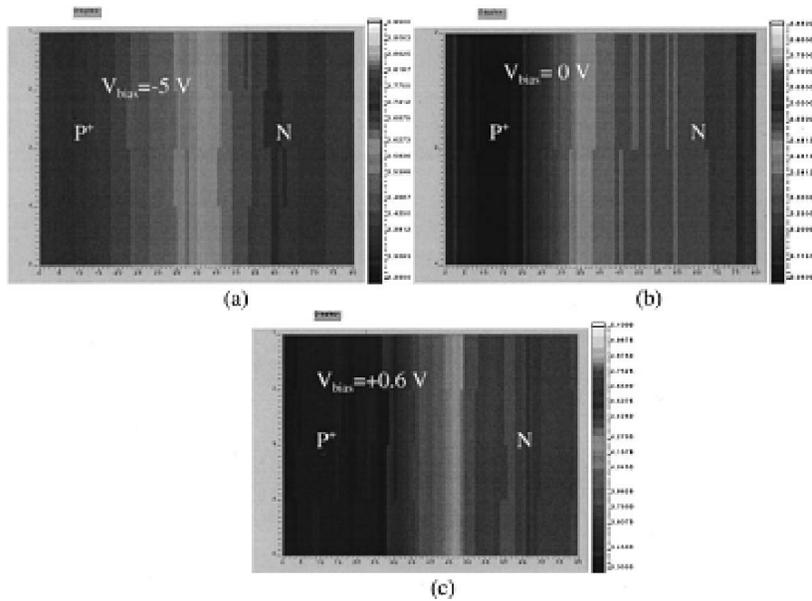


Figura 2.25 Imagen tomada del trabajo realizado por Tabib-Azar *et al.*,^[7-9,38]. Mapa bidimensional de μ -ondas de la unión p^+-n bajo 3 diferentes condiciones de polarización.

2.2 Estructuras no resonantes

El segundo grupo básico de microscopios de μ -ondas son las estructuras mostradas en la Fig. (2.26), está formado por tres subgrupos de microscopios de μ -ondas no resonantes^[1,2,17] caracterizados por tener sobre todo un ancho de banda amplio para su operación.

En el primer subgrupo de estructuras, la muestra se sitúa ya sea en contacto con, o muy cerca del extremo terminal de la línea de transmisión de μ -ondas, en ambos casos, los coeficientes de reflexión complejo o el de transmisión se miden, y las propiedades de la muestra son deducidas Fig. (2.26a). La técnica más común es la primera, es decir se mide el coeficiente de reflexión proveniente del extremo de la línea de transmisión terminada en contacto con la muestra o quizá separada por una brecha de aire mínima. Variaciones de ésta técnica se emplean en reflexión: guías de onda; o en transmisión: geometrías coaxiales o también guías de onda. Ésta técnica se emplea principalmente para obtener imágenes de la conductividad metálica, de la resistencia superficial o de la constante dieléctrica^[1,2,17].

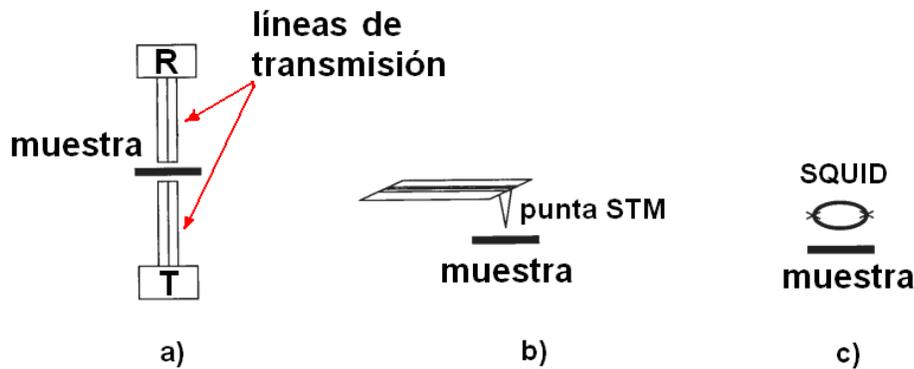


Figura 2.26 Esquemas simplificados de tres estructuras básicas de microscopios de μ -ondas no resonantes^[17]: (a) línea de transmisión coaxial, puede operar en reflexión R o en transmisión T, (b) STM en combinación con μ -ondas y (c) método de exploración mediante SQUID (dispositivo de exploración para superconducción de interferencia cuántica).

Los dos subgrupos que se describen a continuación correspondientes al segundo y tercer subgrupo de estructuras, son técnicas de microscopía de μ -ondas de campo cercano menos desarrollados^[17], pero con perspectivas futuras muy prometedoras.

Específicamente el segundo subgrupo de microscopios de μ -ondas, consta de un brazo en voladizo, cuyo extremo sostiene una punta muy aguda que entra en contacto con la muestra Fig. (2.26b), esta estructura se emplea para llevar a cabo ambas: microscopía de fuerza atómica para determinar la morfología de la muestra, y microscopía de μ -ondas.

Bajo ésta técnica, existen tres subclases de procedimientos^[17,38] para la medición de propiedades de materiales, que emplean también sondas de exploración a frecuencias de μ -ondas:

La primera subclase está ideada para realizar mediciones localizadas de resonancia “*electron-spin*” ESR^[17,25], aquí la punta se emplea para realizar STM, mientras que por otra

parte se aplica un campo magnético a la muestra; se extrae entonces de la punta una señal local que es transformada en una imagen correspondiente a la respuesta ESR de la muestra.

La segunda subclase crea un gradiente de campo magnético sobre la muestra^[25,26] (utilizando por ejemplo, una partícula magnética diminuta sobre la punta) mientras es sumergida en un campo magnético de radio frecuencia, así la muestra cumplirá localmente la condición de resonancia magnética ejerciendo una fuerza sobre el brazo en voladizo.

La tercera subclase de exploración mediante sonda consiste simplemente en una punta metalizada muy aguda para realizar microscopía de campo cercano sin aperturas^[1,17]. La punta, muy próxima a la muestra metálica intensificará localmente la radiación introducida por un haz enfocado de campo lejano; si algún fenómeno adicional toma lugar en ésta región localizada debido a la intensidad del campo, y ésta tiene la propiedad de detectarse, se tendrá una sonda microscópica local de acuerdo a la física asociada con el fenómeno. Un ejemplo de éste tipo de técnica es la microscopía infrarroja sin apertura^[1,17], donde la señal reflejada desde la región de la punta de la sonda se mide mientras la punta está periódicamente cambiando de arriba abajo.

El tercer y último subgrupo de estructuras, corresponde al método de microscopía de μ -ondas denominado dispositivo de exploración para superconducción de interferencia cuántica SQUID^[1,17], se caracteriza por generar corrientes de radio frecuencia circulantes cuando una polaridad de cd se sitúa a través del aro Fig. (2.26c). La frecuencia de éstas corrientes es directamente proporcional al voltaje de polarización aplicado. Las corrientes generan campos magnéticos de radio frecuencia los cuales chocan contra la muestra, ésta generará su propia corriente como respuesta, la cual a cada momento, modificará la inductancia del aro del SQUID. Monitoreando la señal de retroalimentación del campo magnético requerida para mantener el SQUID en un estado de flujo constante, se puede representar gráficamente la respuesta electromagnética de la muestra. Éste método tiene la ventaja de ser cuantitativo y de banda extendida (desde arriba de radio frecuencia al intervalo de frecuencia del superconductor empleado para hacer el SQUID, aproximadamente 100 GHz o más).

3. Descripción teórica del funcionamiento del microscopio de microondas

La microscopía de μ -ondas de campo cercano tiene como fundamento concentrar con una sonda energía electromagnética sobre la superficie de una muestra que posee ciertas propiedades. Tanto la detección de la energía alterada durante un mecanismo de barrido sobre la muestra como su procesamiento electrónico, dan como resultado una imagen, que luce de manera alternativa a una imagen obtenida con un microscopio óptico convencional^[1-49]. La teoría de campo cercano estudia del espacio donde están presentes las ondas evanescentes cuya principal característica es su no propagación, y la manera en que éstas interactúan con la materia^[1-49].

En los sistemas de microscopía de μ -ondas de campo cercano, la distancia que se guarda para la interacción entre la sonda de exploración que concentra la energía y la muestra que se analizará es mucho menor que la longitud de la onda utilizada^[1-5,39-41]. El campo cercano creado en sondas cuyas dimensiones son menores que una longitud de onda de la frecuencia utilizada, excita el ambiente en el cual la sonda reside; lejos de la sonda, en el campo lejano, la densidad de potencia ($\mathbf{E} \times \mathbf{H}$) decae como r^{-2} , mientras que las ondas evanescentes del campo cercano con números de onda imaginarios no pueden portar energía a distancias lejanas, y decaen exponencialmente a una distancia aproximada al tamaño del dispersor^[3,4, 39-41], que en el caso de la microscopía de μ -ondas es la punta de la sonda y en otros casos, por ejemplo, es el tamaño la apertura. Si el campo cercano tiene exclusivamente una dependencia exponencial del radio vector \mathbf{r} se denomina evanescente, y se crea como resultado de la dispersión de la radiación electromagnética en geometrías tales como una guía de onda truncada, o una apertura u orificio en una pantalla opaca con dimensión menor a la longitud de onda utilizada^[3,4, 39-41]. La impedancia característica η de la onda evanescente definida como el cociente del campo eléctrico al campo magnético que interactuará con la muestra diverge fuertemente y de manera muy típica de los 377Ω correspondientes a la onda plana del campo lejano que se mueve en el espacio vacío^[3,4, 39-41]. De aquí se deriva, que en el campo cercano el término “sonda” es más apropiado que el concepto “antena” que se emplea para el campo lejano caracterizado típicamente por su propagación, aunque son componentes análogos^[3,4, 39-41].

Otras características importantes del campo cercano se mencionan a continuación:

El impacto que origina la presencia de una muestra sobre el dispositivo que conforma el campo cercano, y al mismo tiempo, sobre algún circuito de detección que varíe en función de ya sea la impedancia, el voltaje o la corriente es muy notorio^[3,4, 39-41], transformando a la muestra en parte del circuito a través de sus propiedades electromagnéticas inherentes.

El campo cercano tiene propiedades diferentes en comparación con la energía electromagnética de campo lejano^[3,4, 39-41]. No obstante, desde una perspectiva matemática, una onda evanescente es una solución de la ecuación de Helmholtz en el espacio libre^[3,4, 39-41]. A diferencia de la radiación que se propaga, las ondas evanescentes no son transversales puramente, es decir $\nabla \cdot \mathbf{E} \neq 0$ en cualquier punto^[3,4, 39-41]. Por motivos físicos, la onda evanescente no puede existir en el espacio libre, lo que la restringe a un límite material, volviendo imposible el desacoplamiento de la onda evanescente de la fuente que la produce^[3,4, 39-41]. Una onda evanescente no podrá existir en el espacio en ausencia de otras ondas^[3,4, 39-41].

Es importante mencionar también que en el campo cercano los efectos de retardo son mínimos, originando que las ecuaciones que gobiernan el campo cercano se simplifiquen significativamente^[3,4, 39-41], aun más, debido a que las ondas evanescentes no pueden formar un conjunto ortonormal de soluciones éstas no se pueden cuantizar^[3,4, 39-41].

El comportamiento del campo cercano puede verse más claramente envolviendo un dipolo eléctrico pequeño como se muestra en la Fig. (3.1)^[3], en donde se distingue que el campo cercano se compone tanto del campo cercano reactivo, conocido como campo cercano *quasi*-estático, como del campo cercano que radia, conocido como zona de Fresnel en donde las ondas son claramente esféricas. Al pasar del campo cercano al campo lejano, la radiación electromagnética cambia de ondas esféricas a ondas planas. El campo lejano se denomina región de Fraunhofer^[3].

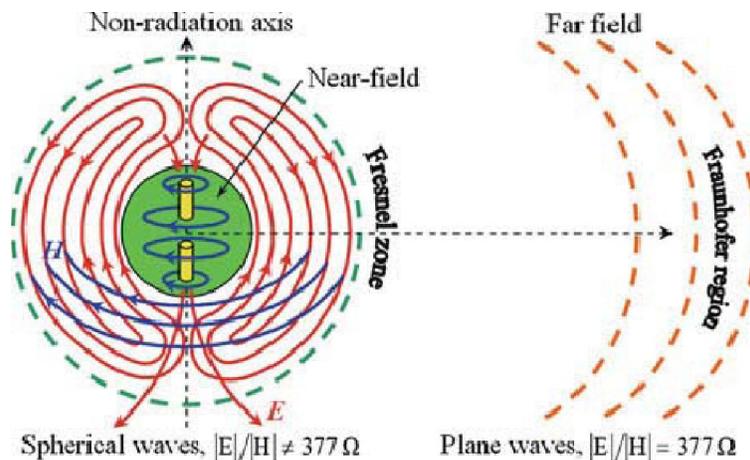


Fig. 3.1 Interpretación gráfica de los campos lejano y cercano para las ondas electromagnéticas de un dipolo eléctrico pequeño a manera de objeto capacitivo. Imagen extraída del trabajo presentado por K. Lee *et. al.*,^[3].

Así, la componente más crítica del microscopio es la sonda de exploración debido a que da lugar a la formación de un campo cercano. Por sus dimensiones la sonda puede considerarse como una micro-sonda, y es través de ésta que se lleva a cabo tanto la concentración de energía, como la interacción con la muestra y la detección de la energía alterada de las ondas evanescentes^[2,3], éstas a su vez se envían al sistema de procesamiento y medición, que finalmente las presenta como una imagen diferenciada por el contraste, en donde se destaca alguna propiedad física o electrodinámica particular ya sea como la morfología superficial de la muestra o como la resistencia superficial, lo que resulta de la exploración punto por punto denominada también exploración de adquisición en serie^[39].

Actualmente no hay un modelo matemático consistente que refleje un entendimiento completo de la interacción llevada a cabo en la región del campo cercano^[2,3,17]. La obtención de una solución específica se vuelve compleja en la medida en que se añaden variables para describir el fenómeno, sin embargo, existen varios modelos propuestos por diferentes autores^[3,4,6,15,17]. Un modelo simple que funciona razonablemente bien se deriva empleando la teoría de líneas de transmisión^[2], el cual se explica a continuación.

Si una línea de transmisión coaxial de longitud l es alimentada en uno de sus extremos por una señal que varía armónicamente en el tiempo por ejemplo una señal seno, mientras el otro extremo se encuentra simplemente abierto, y si al mismo tiempo el conductor central posee un diámetro $d \ll \lambda$, siendo λ la longitud de onda de la señal de excitación, como se observa en la Fig. (3.2), se establecerá de manera natural un campo electromagnético circundando el extremo abierto con un radio vector de acción $r \ll \lambda$, ésta restricción ubicará al campo en el régimen de acción cercano^[2,4].

En el caso de un sistema de microscopía de sensibilidad elevada formado por una línea de transmisión acoplada a un resonador^[2,17], se distinguen dos regiones de análisis como se muestra en la Fig. (3.3):

La primera está sujeta a la interacción entre la línea de alimentación y el resonador; si estos dos elementos mantienen acopladas capacitivamente sus impedancias por restricciones técnicas a 50Ω a la frecuencia de resonancia, si además, son secciones de la misma línea de transmisión coaxial, cuyas propiedades físicas como los materiales con que están elaborados son iguales, y si las condiciones ambientales en las que operan se mantienen constantes, entonces se presupondrá una cierta simplicidad tanto en el planteamiento como en la obtención del modelo matemático representativo^[2].

Considérese también que la segunda región está sujeta a la interacción o no entre la sonda-resonador terminada geoméricamente en punta STM y la muestra; ésta última puede estar compuesta ya sea de una película depositada sobre algún tipo de sustrato, o bien puede ser una muestra en bloque. Si no hay interacción, el sistema permanece en resonancia^[2,17], pero

si la hay, es decir, que la muestra se aproxime tanto a la punta de la sonda perturbando el campo evanescente hasta acoplarse capacitivamente, entonces, el sistema sale de resonancia, experimentando un cambio de frecuencia que altera la absorción de energía del resonador, la cual es expresada a través de la variación del coeficiente de reflexión Γ [2,17] en el extremo opuesto. El análisis en ésta última región tiende a ser más complejo debido al número de variables que participan [2,17].

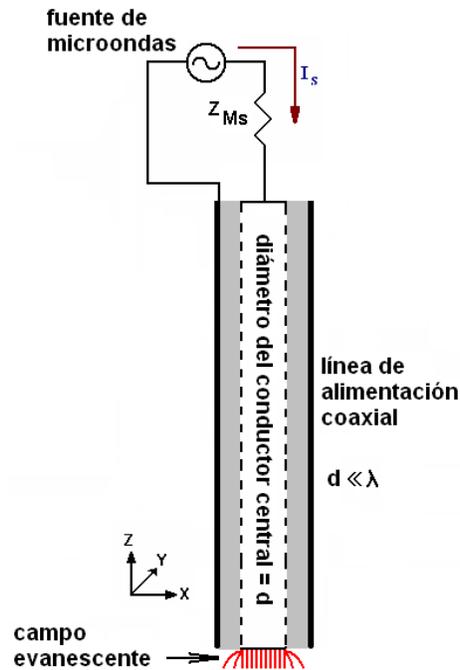


Figura 3.2 Establecimiento natural del campo evanescente en una línea coaxial truncada. Z_{Ms} e I_s son la impedancia y la corriente de la fuente de μ -ondas respectivamente.

Durante el proceso de exploración mediante barrido, los cambios de la morfología superficial de la muestra están asociados a los cambios de la frecuencia de resonancia f_r , mientras que los cambios registrados de la resistencia superficial están asociados a los cambios del factor de calidad Q del resonador [15-17,23], ambas variables tienen influencia muy grande sobre el sistema de detección y por lo tanto en las imágenes formadas. La posibilidad de separar con claridad una variable de la otra, para la caracterización de un material, lleva a la creación un modelo matemático que permita cuantificar específicamente ya sea la resistencia superficial ρ_s o el relieve (morfología superficial) a partir de alguna información esencial, la cual particularmente podría ser el conjunto de datos medidos experimentalmente.

A partir de este planteamiento, se desarrolla la principal contribución del presente trabajo doctoral.

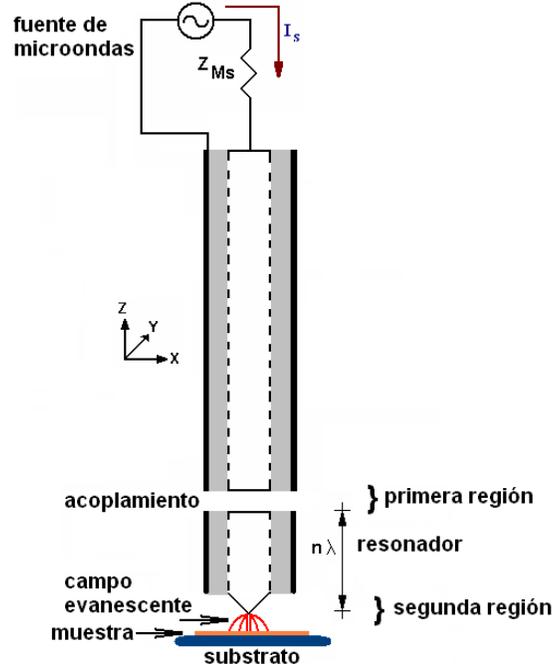


Figura 3.3 Regiones de análisis para un sistema de microscopía de μ -ondas de sensibilidad elevada.

3.1 Modelo matemático para la medición de la resistencia superficial ρ_S

Para determinar la resistencia superficial ρ_S de la muestra a partir de los datos experimentales es necesario un modelo que relacione la interacción de la muestra y la sonda. El modelo matemático desarrollado por Alange *et. al.*,^[2,30] con algunas modificaciones plantea que en la primera región la condición de resonancia para el resonador puede expresarse de la siguiente manera:

$$\exp(-i2hL)\Gamma = \exp(-i2\pi n)\Gamma_0 \quad (3.1)$$

en donde:

$h = h' - ih'' = \left[\omega(\epsilon_0 \epsilon_{eff} \mu_0)^{1/2} - ih'' \right]$; $h' \gg h''$, es la constante de propagación compleja de la línea de transmisión, siendo:

$\omega = 2\pi f_r$, la frecuencia angular de operación con f_r la frecuencia de resonancia;

$\epsilon_0 = 8.854 \times 10^{-12} \text{ F/m}$, la permisividad del vacío;

$\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ H/m}$, la permeabilidad del vacío;

$$\epsilon_{eff} = \left[\frac{138 \log\left(\frac{D}{d}\right)^2}{Z_0} \right], \text{ la constante dieléctrica efectiva de la línea de transmisión } D, d$$

y Z_0 son el diámetro del conductor externo, diámetro del conductor interno y la impedancia característica de la línea de transmisión respectivamente;

L , es la longitud del resonador en metros;

Γ , es el coeficiente de reflexión complejo del extremo opuesto del resonador a la línea de alimentación;

Γ_0 , es el coeficiente de reflexión complejo desde la muestra a la punta de la sonda-resonador; y

n , número de modos de propagación.

El análisis de la segunda región tiene dos variantes: cuando se trata de una película delgada depositada mediante alguna técnica sobre algún sustrato y el caso cuando se trata de una muestra en bloque. Ambos casos parten del siguiente planteamiento^[2,29]

$$\Gamma_0 = \frac{Z_S - Z_P}{Z_S + Z_P} \quad (3.2)$$

con Z_S y Z_P las impedancias de la muestra y de la sonda respectivamente. Por otra parte, si en régimen intermedio se cumple que $(\rho_s/Z_{subst}) \ll t_s \ll \delta_s$ ^[12,13], se obtiene

$$Z_S = \rho_s/t_s, \quad (3.3)$$

siendo ρ_s la resistencia superficial de la muestra, Z_{subst} la impedancia del sustrato, t_s y δ_s son el espesor y la profundidad de penetración de la muestra respectivamente.

Para obtener Γ_0 en términos de la resistencia superficial ρ_s , la Ec. (3.3) es substituida en la Ec. (3.2) resultando:

$$\Gamma_0 = \frac{\rho_s - Z_P t_S}{\rho_s + Z_P t_S}. \quad (3.4)$$

Ésta ecuación relaciona las características de la sonda tanto con la resistencia superficial como con el espesor de la muestra. Por otra parte, ya que es a través de los cambios en la

magnitud del coeficiente de reflexión Γ donde está contenida la información con la cual se podrán construir las imágenes, al substituir la Ec. (3.4) en la Ec. (3.1) y resolviendo para Γ se obtiene:

$$\Gamma = \exp[i2(hL - \pi n)] \frac{\rho_S - Z_P t_S}{\rho_S + Z_P t_S} \quad (3.5)$$

Éste modelo teórico permite estimar la respuesta de Γ a partir de variar de manera independiente ya sea la impedancia de la sonda Z_P , la resistencia superficial de la muestra ρ_S o el espesor de la muestra t_S .

Para visualizar la funcionalidad del modelo matemático planteado en la Ec. (3.5), se presentan las siguientes gráficas, en donde se consideran como simples valores de referencia la impedancia cuando el sistema se encuentra acoplado, es decir $Z_P=50 \Omega$, así como la resistencia superficial ρ_S y el espesor t_S de una muestra de grafito que fue utilizada experimentalmente, sin embargo, cualquier conjunto de valores puede ser insertado en la ecuación.

En la Fig. (3.4) puede observarse que al variar la impedancia de la sonda Z_P en la Ec. (3.5) y mantener fijas las variables restantes, el punto de máxima absorción se encuentra en 52Ω ,

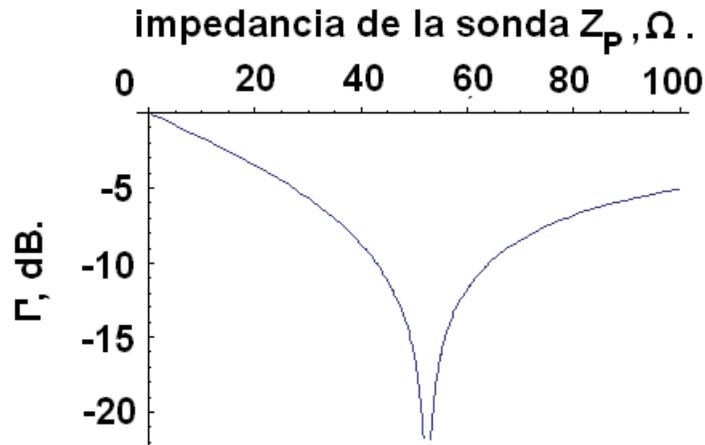


Figura 3.4 Respuesta teórica del coeficiente de reflexión Γ de acuerdo a la Ec. (3.5) cuando se varía la impedancia de la punta de la sonda Z_P y se mantienen constantes el espesor t_S y la resistencia superficial ρ_S de la muestra.

éste valor es muy próximo a la impedancia característica del sistema de microscopía. Indica también que efectivamente el resonador alcanza su frecuencia de resonancia a ese valor particular de resistencia. Yendo hacia valores mayores o menores a 52Ω , el coeficiente de reflexión se incrementa significativamente indicando que el sistema sale de resonancia.

Variando la resistencia superficial de la muestra ρ_s y manteniendo constantes las demás variables en la Ec. (3.5) se obtiene la gráfica mostrada en la Fig. (3.5), en la cual se observa que conforme se incrementa la resistencia superficial, el coeficiente de reflexión Γ se incrementa muy rápidamente en un intervalo que va de $(10 - 100) \mu\Omega$ m. Esto puede indicar que el microscopio responde con mucha sensibilidad a cambios de resistencia superficial para muestras que se encuentren en ese intervalo.

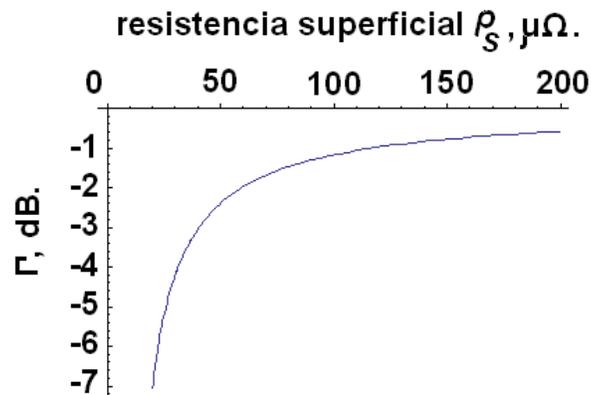


Figura 3.5 Respuesta teórica del coeficiente de reflexión Γ de acuerdo a la Ec. (3.5) cuando se varía la resistencia superficial ρ_s de la muestra y se mantienen constantes la impedancia de la punta de la sonda Z_p y el espesor t_s de la muestra.

Finalmente, al variar el espesor de la muestra t_s manteniendo las otras variables constantes en la Ec. (3.5), se aprecia en la Fig. (3.6) como el coeficiente de reflexión Γ se incrementa muy rápidamente cuando son consideradas muestras con un espesor que va de $(300 - 500)$ nm.

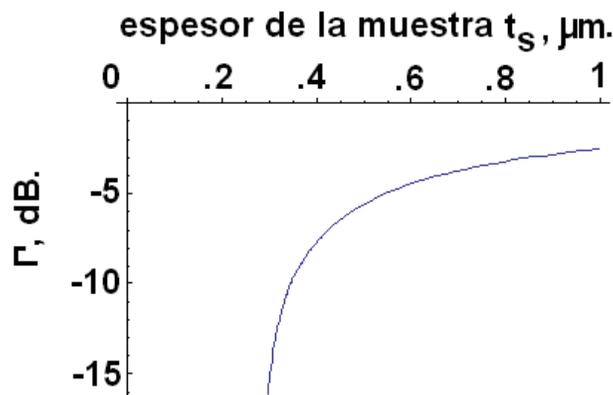


Figura 3.6 Respuesta teórica del coeficiente de reflexión Γ de acuerdo a la Ec. (3.5) cuando se varía el espesor t_s de la muestra y se mantienen constantes la resistencia superficial ρ_s de la muestra y la impedancia de la punta de la sonda Z_p .

Substituyendo ahora la Ec. (3.4) en la Ec. (3.1) y resolviendo para ρ_S se obtiene:

$$\rho_S = \frac{Z_p t_s [-\exp(-i2\pi n) - \exp(-i2hL)\Gamma]}{\exp(-i2hL)\Gamma - \exp(-i2\pi n)} \Omega m \quad (6)$$

Ésta ecuación permitirá determinar experimentalmente la resistencia superficial ρ_S de la muestra, depende de las propiedades del resonador, del espesor de la muestra t_s , del acoplamiento apropiado de la impedancia Z_0 y depende de Γ que puede obtenerse experimentalmente con el analizador vectorial de red.

4. Desarrollo experimental

La obtención de imágenes asociadas a la respuesta que presentan los materiales a las microondas interactuando en escalas micro y submicrométricas pueden lograrse empleando microscopía de μ -ondas^[1-3]. En esta sección se presenta el procedimiento experimental llevado a cabo para la construcción de un microscopio de μ -ondas, lo cual fue el resultado de varias motivaciones:

En primer lugar, demostrar experimentalmente que es posible una alternativa a la microscopía óptica con buenos resultados. No sólo es de interés el estudio de la morfología superficial de una muestra como se logra ver en un microscopio óptico convencional, si no que puede extenderse con la misma capacidad visual a través de una imagen obtenida, el análisis de otras propiedades como por ejemplo la forma en como se distribuye la resistencia superficial de una muestra, o quizá tener la posibilidad de visualizar también como al ser estimulada de alguna forma esa muestra se distribuye la presencia de un posible campo eléctrico o magnético u otras propiedades que también son de interés, y que den como resultado nuevas técnicas de caracterización de materiales.

La segunda motivación fue el hecho en sí de construir un microscopio de μ -ondas que nos permitiera obtener específicamente imágenes de la morfología superficial de una muestra particular con resolución espacial micrométrica, así mismo, lograr la medición de su resistencia superficial bajo los mismos principios que se reportan en la literatura^[20], añadiendo las siguientes contribuciones:

- Crear un microscopio compacto sensible a las propiedades de la muestra.
- Reducir el costo de su manufactura.
- Construir un mecanismo de sintonía de resonancia simple, efectivo, estable y práctico.
- Obtener nano-desplazamientos en el plano de exploración $X - Y$ con repetibilidad elevada.
- Construir las sondas de exploración de manera rápida, económica y de fácil colocación en el microscopio.
- Montaje sencillo de las muestras para su exploración.
- Utilizar un sistema de instrumentación simplificado.

- Mejorar el procedimiento de la adquisición de datos para la construcción de las imágenes.
- Demostrar la obtención de resultados confiables.
- Impulsar su utilización como instrumento de rutina en los laboratorios.

En tercer lugar, es importante caracterizar las muestras desarrolladas en nuestro laboratorio bajo condiciones particulares de análisis, la microscopía de μ -ondas se aplicará como instrumento de rutina que nos permitirá la realización de nuevas investigaciones.

El procedimiento de construcción del microscopio incorpora diferentes etapas: Manufactura de las estructuras mecánicas de soporte, sistemas de desplazamiento $X - Y - Z$, sistema de sintonización de resonancia, elaboración de las sondas de exploración, sistema para colocar las muestras, equipo de medición utilizado, sistema electrónico desarrollado, procedimiento de adquisición de datos para formar las imágenes y la serie de pruebas experimentales a los que fue sometido (sección 5) para lograr su funcionamiento.

El microscopio de μ -ondas tomado como referencia fue desarrollado en la Universidad de Maryland por Steven M. Alange *et al.*,^[2,17], basa su funcionamiento en la técnica de exploración en resonancia, a la cual pertenecen los microscopios de μ -ondas más sensibles. Dicho microscopio se compone de una sonda resonante coaxial $\lambda/2$ terminada en punta STM, acoplado capacitivamente a una línea de transmisión coaxial alimentada por una fuente de μ -ondas. Si el sistema no se ve alterado por la presencia de alguna muestra es efectivamente un resonador de longitud $\lambda/2$ ^[11-25]. Cuando la sonda entra en interacción con la muestra a aproximadamente una distancia equivalente al 10% del tamaño de la sonda SMT, la sonda-resonador experimenta un cambio en su longitud equivalente, desplazando su frecuencia de resonancia f_r ^[11-25], si la muestra no tiene una topografía uniforme, la distancia que guarda con la punta STM cambiará durante la exploración, cambiando también el acoplamiento capacitivo entre la punta y la muestra^[11-25], éstos cambios de capacitancia, asociados al cambio de longitud equivalente del resonador y por lo tanto asociados a los cambios de frecuencia, dan el contraste de intensidad reflejada de microondas para la obtención de las imágenes que están asociadas a la topografía de la muestra^[11-25]. Debido que las mediciones se llevan a cabo en reflexión, las curvas de absorción que se obtienen experimentan variaciones en su factor de calidad Q , el cual está asociado con las pérdidas de la muestra particularmente con la resistencia superficial ρ_S ; monitoreando ésta variación, puede construirse un mapa de resistencia superficial mediante exploración en serie^[11-25].

Esquemáticamente el prototipo que se construyó en el laboratorio se muestra en la Fig. (4.1), es una sonda resonante terminada en punta STM de longitud λ acoplada capacitivamente tanto a la línea de alimentación coaxial a través del capacitor C , como a la

muestra mediante el capacitor C_c . El Sistema opera en reflexión y es estimulado por una fuente de microondas a 7.4 GHz. Cuando la sonda-resonador-punta SRP no experimenta la presencia de alguna muestra se encuentra en resonancia y las impedancias de la fuente de microondas Z_{Ms} , de la línea de alimentación Z_{fl} y del resonador Z_p se encontrarán acopladas a 50Ω . Cuando una muestra se sitúa a una distancia óptima de la punta de la sonda no mayor a $10\ \mu\text{m}$ ^[2,17], la longitud equivalente de la SRP cambia desplazando la f_r a un valor menor; si la superficie de la muestra no es uniforme, entonces durante la exploración la distancia entre la punta y la muestra experimentará variaciones, cambiando en proporción la capacitancia C_c y desplazando correspondientemente la f_r . Así mismo, debido a que el experimento se lleva a cabo en reflexión, la estimación de los cambios del factor de calidad Q en las curvas de absorción permitirán construir mapas de su variación. Es sabido^[17] que los cambios en frecuencia están asociados a la topografía de la muestra, mientras que los cambios en el factor de calidad están asociados sus pérdidas. Monitoreando adecuadamente éstas variables durante la exploración se obtendrán las imágenes deseadas.

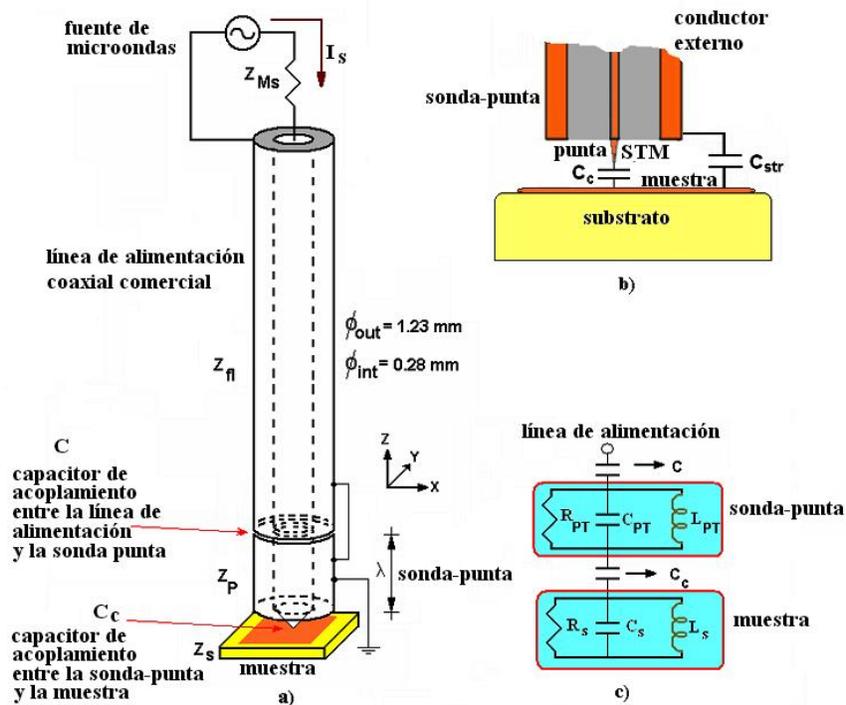


Figura 4.1 Microscopio de microondas de estructura resonante para exploración mediante barrido. (a) esquema mecánico-eléctrico del microscopio construido, (b) interacción entre la punta STM y muestra y (c) esquema eléctrico equivalente de la interacción entre la línea de alimentación la SRP y la muestra.

Para llevar a cabo la construcción del esquema de la Fig. (4.1) se tomaron como referencia los desarrollos experimentales publicados por diferentes grupos de investigación^[1,2,10,12,17-22].

Es importante destacar que éste trabajo considera a todas las componentes manufacturadas que forman parte del microscopio como prototipos experimentales, por lo que las tolerancias exactas de funcionamiento, los materiales idóneos, el proceso de maquinado específico, la resistencia a los efectos térmicos, químicos, acústicos, de radiación electromagnética, vibracionales, pruebas de fatiga, de deformación, simulación y análisis de incertidumbre de todas las variables que a lo largo del trabajo se citan, son motivo de un trabajo de análisis y diseño particular. Sin embargo, la construcción, las mejoras y correcciones realizadas al prototipo tuvieron el objetivo de demostrar la funcionalidad del microscopio a través de resultados y fueron efectuándose conforme se realizaron las pruebas. En un diseño final del microscopio se tendrán que considerar todas las variables citadas, atendiendo, si así se decide, a las observaciones de este trabajo.

El procedimiento experimental de construcción del prototipo se enlista a continuación:

- Desarrollo de sistemas mecánicos.
- Desarrollo de circuitos electrónicos.
- Programa de automatización para mover las platinas.
- Configuración del sistema de detección, medición y de presentación de datos.

4.1 Sistemas mecánicos desarrollados

Columna experimental de soporte para el sistema de desplazamiento en el eje Z

El microscopio requiere de una columna de soporte sólida en el eje Z. La función de ésta estructura experimental configurada verticalmente, es sujetar mediante tornillos una platina robusta de desplazamiento lineal, el modelo elegido por su disponibilidad en el laboratorio fue la “*1/2*” *translation stage MTI*” de THORLABS, cuyas características técnicas se presentan en el apéndice A y B; ésta a su vez sujetará mediante una barra circular de aluminio en voladizo al sintonizador de la SRP. La columna tiene el propósito también de que durante la obtención de una imagen, la punta pueda mantenerse de manera estable a una distancia de 0.25 μm sobre la muestra, por lo tanto, la columna debe ser robusta, para que minimice las deformaciones por esfuerzos que pudieran alterar la distancia que guarda la sonda sobre la muestra. El material experimental seleccionado para construir la columna fue aluminio, debido principalmente a su maquinado sencillo, su rigidez y su peso ligero. La imagen de la estructura se presenta en la Fig. (4.2). En su parte más alta, la columna sujeta mediante tornillos una base hexaédrica manufactura experimentalmente en aluminio,

que asienta un motor a pasos y alinea su eje con el eje del tornillo micrométrico de la platina. Para transmitir el movimiento del motor a la platina se manufacturó experimentalmente un acoplador cilíndrico en teflón sobre el cual se ensamblaron coaxialmente a presión ambos ejes de manera opuesta.

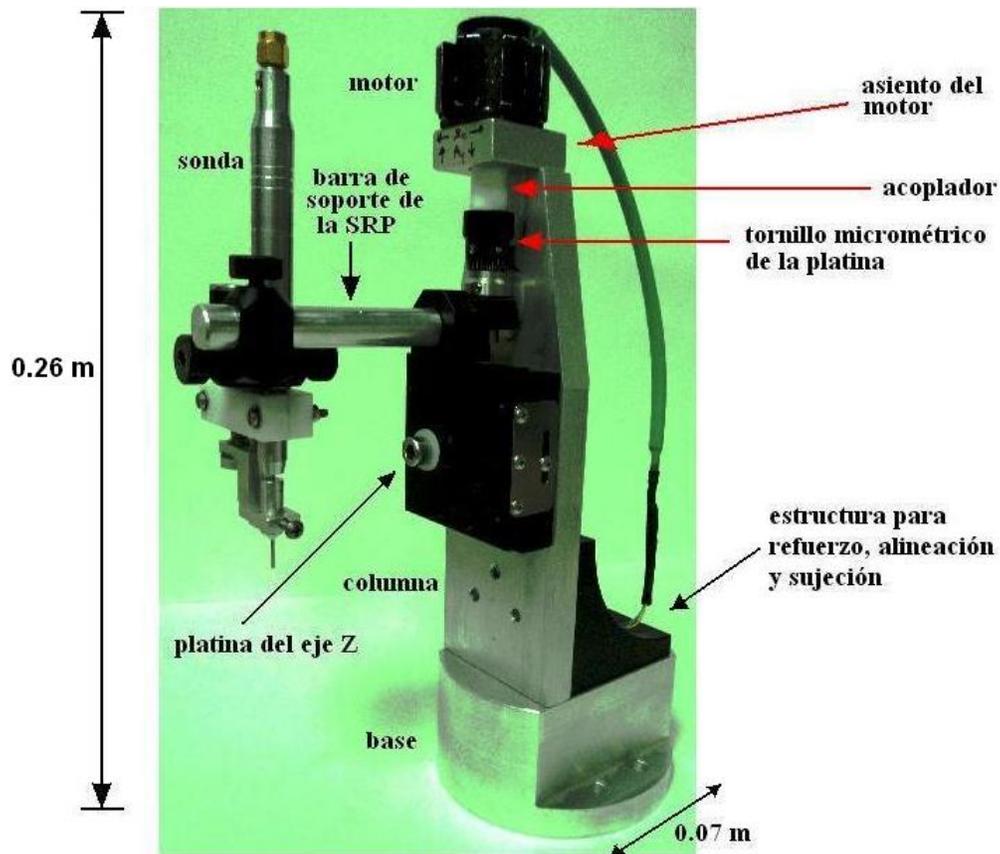


Figura 4.2 Estructura vertical para el desplazamiento en el eje Z.

Estructuras experimentales para el desplazamiento de la muestra en los ejes $X - Y$

La función principal de ésta estructura de diseño experimental es desplazar a la muestra en las direcciones $X - Y$ para su caracterización. Se compone simultáneamente de dos plataformas que soportan una platina de desplazamiento lineal MT1 cada una, están maquinadas en aluminio y sobrepuestas perpendicularmente. La primera plataforma descansa sobre una mesa óptica a la cual esta atornillada; sobre ésta plataforma, se fijan una platina de desplazamiento lineal MT1 y al frente un asiento para motor que fijará y alineará el eje del motor con el eje del tornillo micrométrico de la platina. La segunda plataforma de aluminio está fijada sobre la primera platina MT1, con su eje de simetría dispuesto perpendicularmente en relación al eje de simetría de la primera plataforma, sobre la

segunda plataforma igualmente se fijan otra platina de desplazamiento lineal MT1, y al frente otro asiento para motor que fijará y alineará el eje del segundo motor con el eje del tornillo micrométrico de la segunda platina. Una imagen de la estructura experimental $X - Y$ se muestra en la Fig. (4.3). Para la transmisión de la rotación de los motores a los tornillos micrométricos que desplazan las platinas, se diseñaron acopladores experimentales cilíndricos maquinados en teflón que se ensamblan a presión. Las plataformas, platinas y asientos de los motores fueron ensamblados mediante tornillos M6.

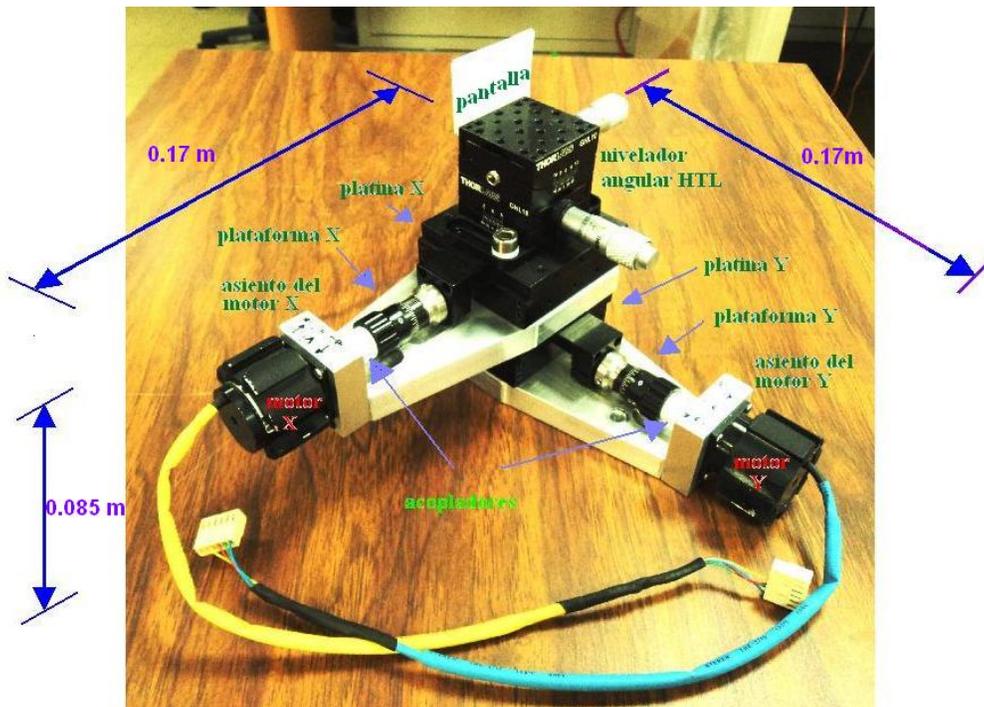


Figura 4.3 Imagen de los sistemas de desplazamiento en las direcciones $X - Y$, de nivelación horizontal mecánico y del control óptico de distancia.

Nivelación horizontal

Al explorar sobre una muestra cuya superficie es completamente plana, de resistencia superficial uniforme, sin defectos subsuperficiales, y colocada perfectamente en forma perpendicular con respecto a la SRP, se obtendrá una imagen de μ -ondas con un tono de color uniforme. Cuando la imagen tiene algún relieve y varía su resistencia superficial o si posee defectos subsuperficiales, entonces, éstas propiedades serán resaltadas con mucha claridad como contraste de tonos de color en la imagen de μ -ondas adquirida de la variable analizada. Para alcanzar un posición horizontal que resulta fundamental en exploración de la muestra, en la Fig. (4.3) se aprecia un nivelador angular de los ejes $X - Y$ “GNL10” de THORLABS utilizado, sus datos técnicos se presentan en el apéndice C.

Control de distancia

La pantalla que aparece en la Fig. (4.3) lucirá como un fondo claro si de manera aislada se ilumina frontalmente con luz blanca como se ve en la Fig. (4.4). Al colocar la sonda a una distancia muy corta sobre la muestra con la pantalla iluminada al fondo, se distinguirá muy claramente esa distancia debido al contraste intenso que se forma entre el contorno oscuro del conjunto SRP-muestra y la pantalla. Observando ahora con un microscopio óptico, se da lugar a un control de distancia, permitiendo acercamientos de $2\ \mu\text{m}$ de acuerdo a la escala graduada del tornillo micrométrico de la platina en el eje Z, como se aprecia en la Fig. (4.4).



Figura 4.4 Control de altura: Contraste del conjunto SRP-muestra y la pantalla iluminada de fondo.

Motorización de las platinas

La rotación de 3 motores con características técnicas iguales desplazan a las platinas en las direcciones $X - Y$ y Z . Los motores son de precisión fabricados por *Phytron*, en cada revolución tienen 500 pasos, son compactos y ligeros, mientras se mantienen energizados liberan temperatura en el orden de los 70°C , poseen un embobinado doble y torque experimentalmente apropiado para desplazar las platinas, su consumo de energía a plena carga es de 14 V a 1 A por motor. Los datos técnicos pueden verse en el apéndice D. La Fig. (4.5) muestra una imagen del motor utilizado.



Figura 4.5 Motor a pasos *Phytron* ZSS 25.500.0.6 para desplazar las platinas.

Los motores en funcionamiento elevaban su temperatura a aproximadamente 70°C difundiendo a lo largo de las plataformas $X - Y$ y de la columna Z del microscopio, representando un problema experimental de expansión térmica del aluminio. Para minimizar éste riesgo que pudiera afectar las mediciones, se manufacturó para cada motor un disipador experimental de calor Fig. (4.6), los cuales fueron ensamblados a presión sobre la carcasa de cada motor uniéndolos con grasa de silicón para una disipación térmica más eficiente.



Figura 4.6 Disipador experimental de calor y su ensamble sobre la carcasa del motor.

Sintonizador de frecuencia (contribución instrumental principal)

Los microscopios de μ -ondas más sensibles tienen incorporado en su estructura un resonador^[1,2,11-25]. El sintonizador de frecuencia es una componente mecánica desarrollada experimentalmente con el propósito de sintonizar rápida y fácilmente la frecuencia de resonancia f_r de la SRP girando simplemente un tornillo micrométrico. El sistema es experimental y puramente mecánico, de tamaño compacto y de peso muy ligero, su imagen se observa en la Fig. (4.7). Ya que el resonador y la línea de alimentación son secciones del mismo tipo de cable coaxial semirrígido, el primer objetivo funcional del sintonizador consiste en mantener alineada a la línea de alimentación con el resonador, empleando para ello un contenedor cilindro de aluminio, barrenado longitudinalmente a la medida del diámetro externo del cable coaxial semirrígido, como se observa en la Fig. (4.8). Con la acción del tornillo, el sistema permite acercar o alejar gradualmente la sección posterior transversalmente abierta del resonador que es el elemento móvil, con la sección transversalmente abierta de la línea de transmisión la cual se mantiene fija. El desplazamiento del resonador se hará gradualmente hasta que el analizador vectorial de red despliegue en su pantalla que se ha alcanzado el punto de máxima absorción como se muestra en la Fig. (4.9). Una vez obtenido éste punto se mantiene estable el sistema en ésta condición.

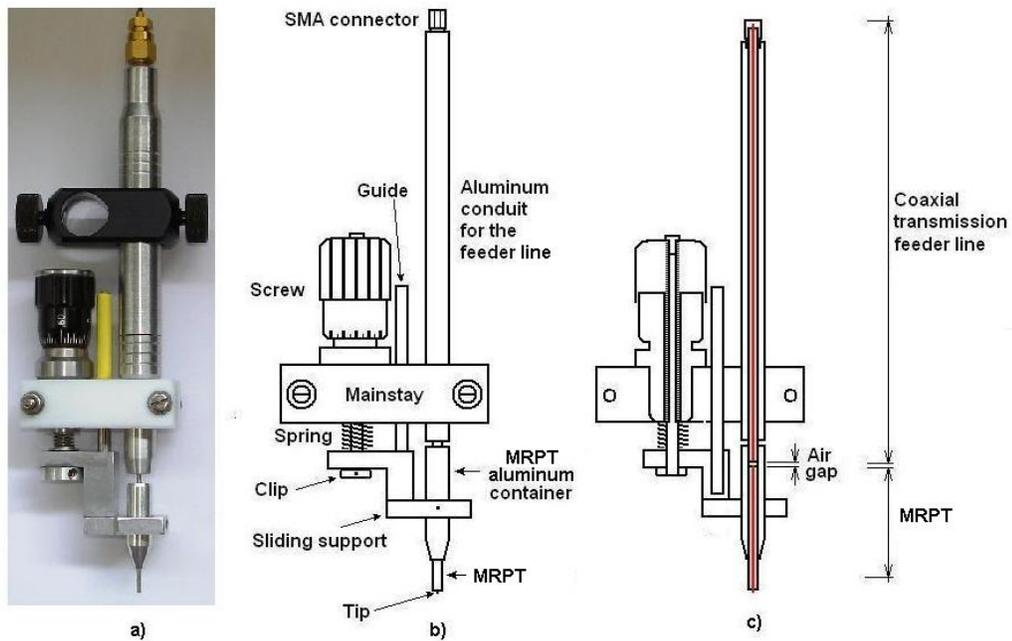


Figura 4.7 Sistema de sintonía desarrollado.

Mecánicamente la estructura experimental principal es un hexaedro rectangular de teflón con tres barrenos Fig. (4.7), que permiten la inserción del tornillo micrométrico, la guía de desplazamiento y el contenedor de la línea de alimentación manteniéndolos oprimidos en una sola estructura. Para lograr un acoplamiento capacitivo perfecto entre la línea de alimentación y el resonador sus secciones abiertas que se acoplan fueron pulidas profusamente con papel lija “NR4 3M 401Q Imperial Wetordry Paper A W t. 1500”. Al girar el tornillo micrométrico el soporte deslizante aleja o acerca a la sonda-resonador-punta de la línea de alimentación gracias a la acción del resorte que tiene una constante experimental apropiada. La guía asegura un desplazamiento uniforme.

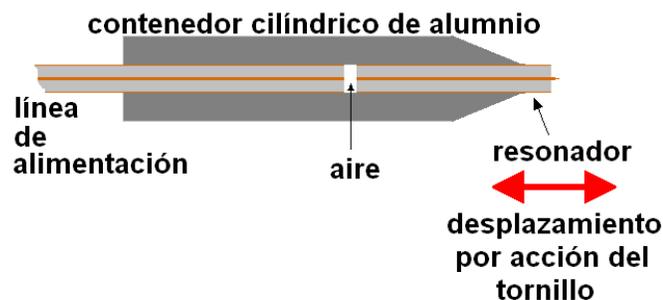


Figura 4.8 Desplazamiento del resonador debido a la acción del tornillo micrométrico para obtener la sintonización del resonador en su frecuencia de resonancia f_r .

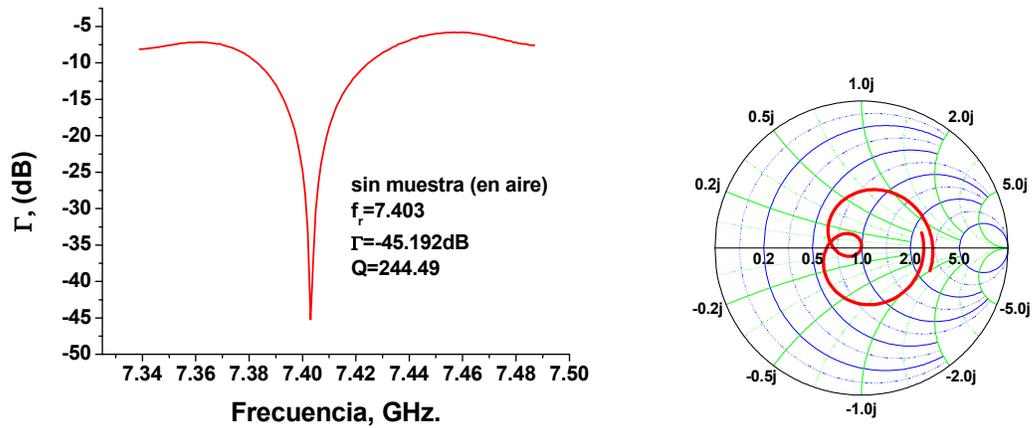


Figura 4.9 Curva de absorción obtenida con el analizador vectorial de red cuando el resonador ha alcanzado la resonancia a una f_r de 7.403 GHz. En la carta de Smith se aprecia que el acoplamiento de la SRP con la línea de alimentación sin el efecto de la muestra es ligeramente inductivo.

Construcción de la sonda-resonador-punta SRP

La punta STM de la SRP del microscopio interactuará con la muestra sin contacto, únicamente a través del campo evanescente que circunda la punta del resonador^[1,2], convirtiéndolo en un elemento de detección crucial en cuanto a su diseño y sensibilidad^[1,2]. Para definir una resolución espacial alta la punta debe ser muy aguda^[1-3,17,39], y para lograr una sensibilidad elevada el resonador debe poseer un factor de calidad elevado^[1-3,17,39].

Las características físicas de la SRP desarrollada experimentalmente se describen a continuación: Es una sección de cable coaxial semirrígido de longitud λ ; en un extremo, el conductor central del resonador terminado en punta sobresale 100 μm del conductor externo, en el otro extremo debe acoplarse capacitivamente a la línea de alimentación. Su proceso de manufactura se ilustra en la Fig. (4.10) y se explica en seguida: Se corta una sección de línea de transmisión ligeramente mayor a la longitud de la onda correspondiente a la frecuencia de operación Fig. (4.10a). Se pulen ambas caras empleando una micro fresadora y papel lija “NR4 3 M 40IQ”, Fig. (10.9b). Ahora se extrae el conductor central aproximadamente 2.5 mm de manera que se pueda maquinar la punta Fig. (4.10c). Empleando la micro fresadora y papel lija en una cierta posición angular con respecto al eje axial longitudinal del conductor central, se construye la punta por desbaste Fig. (4.10d). El conductor central se regresa a su posición original dejando afuera la punta una longitud aproximada a 100 μm Fig. (4.10e).

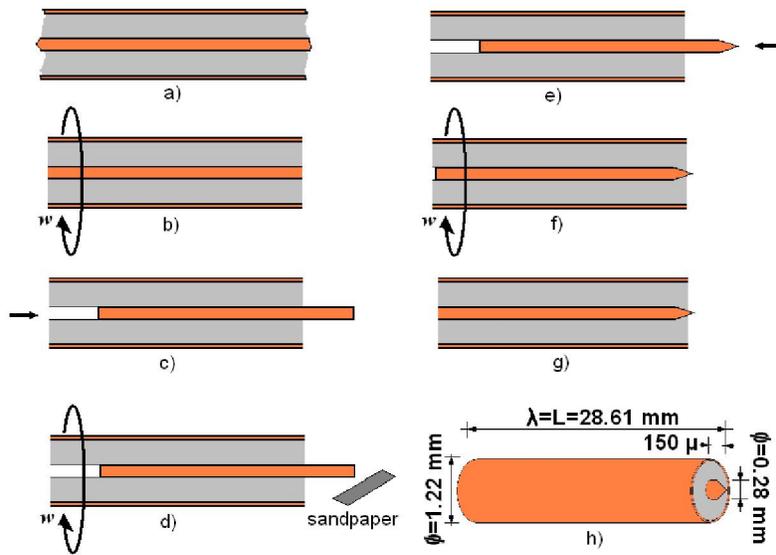


Figura 4.10 Procedimiento de manufactura del resonador.

A continuación se pule nuevamente la cara anterior para quitar el pequeño exceso del conductor externo y de dieléctrico Fig. (4.10f). Finalmente el resonador está listo para montarse en el sintonizador Fig. (4.10g). Una fotografía de la punta terminada captada con un microscopio óptico se presenta en la Fig. (4.11). Entre más aguda y menos sobresalga la punta, se incrementará la resolución espacial del microscopio^[1-3,17,39].

El factor de calidad Q medido^[11] de la SRP sin el efecto de la muestra fue de 244.49. Su acoplamiento de acuerdo a la medición realizada con al analizador vectorial de red sin la presencia de la muestra es inductivo, Fig. (4.9). Esta técnica presentada permite reconstruir el resonador si la punta se daña, ya que es muy sencillo extraer el conductor central y rehacer la punta.

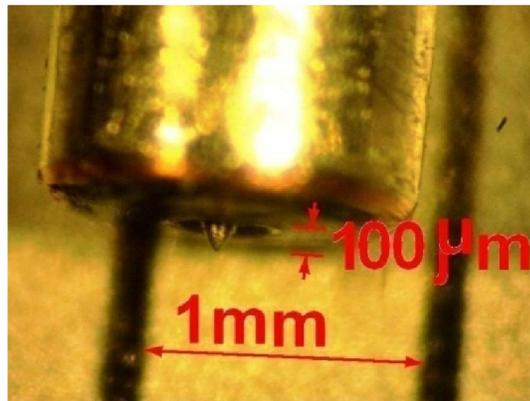


Figura 4.11 Imagen de la punta de la SRP terminada.

Ensamble del sistema mecánico del microscopio

Sobre una plataforma de sujeción para experimentos ópticos las plataformas $X - Y$ y la columna Z se fijaron utilizando tornillos M6. La SRP se instaló en el sistema de sintonía, éste sistema a su vez se ensambló a la platina de desplazamiento Z mediante una barra cilíndrica de aluminio en voladizo para conformar propiamente el microscopio de μ -ondas experimental que se presenta en la Fig. (4.12).

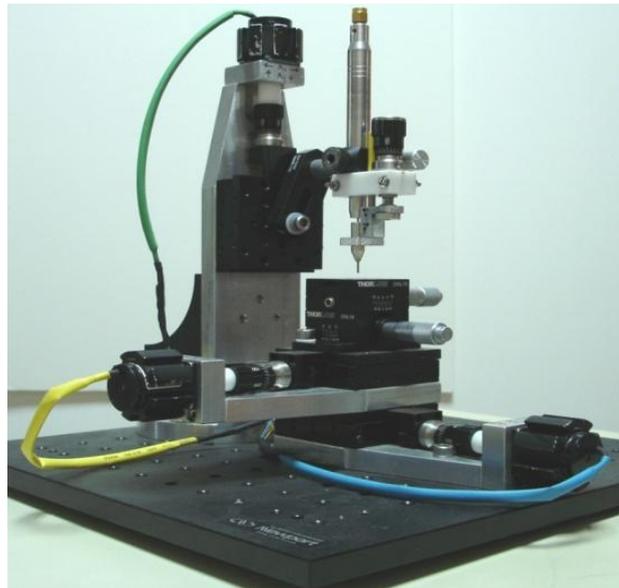


Figura 4.12 Microscopio de microondas ensamblado y terminado listo para funcionar.

2.2 Circuitos electrónicos desarrollados

Circuitos electrónicos para polarizar y dar potencia a los motores

Las señales digitales para automatizar el avance o retroceso de los tres motores a pasos en las estructuras $X - Y$ y Z son emitidas unidireccionalmente desde la computadora. En la primera etapa las señales digitales son recibidas por una tarjeta de adquisición de datos “NI USB 6501 Digital I/O, 24-ch, 8.5 mA” (sus datos técnicos se presentan en el apéndice E); en la segunda etapa las señales son enviadas a la caja electrónica desarrollada que se muestra en la Fig. (4.13), la señal digital entra al circuito integrado “AD7528” doble, de 8 bits ideal para acoplamiento DAC-DAC que se encarga de cambiar las señales digitales a señales analógicas (sus datos técnicos se muestran en el apéndice F), éstas se envían ahora al circuito integrado “LM675” que amplifica la corriente dándole potencia para mover un motor (sus datos técnicos se muestran en el apéndice G), e introduciendo una cantidad

mínima de ruido. El diagrama electrónico se muestra en la Fig. (4.14). Como cada motor a pasos posee dos embobinados independientes, Fig. (4.15) se requirieron 6 circuitos iguales de amplificación de corriente, y tres circuitos de conversión digital a analógica gracias a la dualidad del AD7528. El programa de automatización se encarga del giro rápido o lento, del avance o retroceso, o de que los motores desplacen las platinas distancias muy cortas, o muy largas, la máxima resolución en movimiento lineal bidireccional de las platinas es de $10\text{ nm}^{[28]}$.

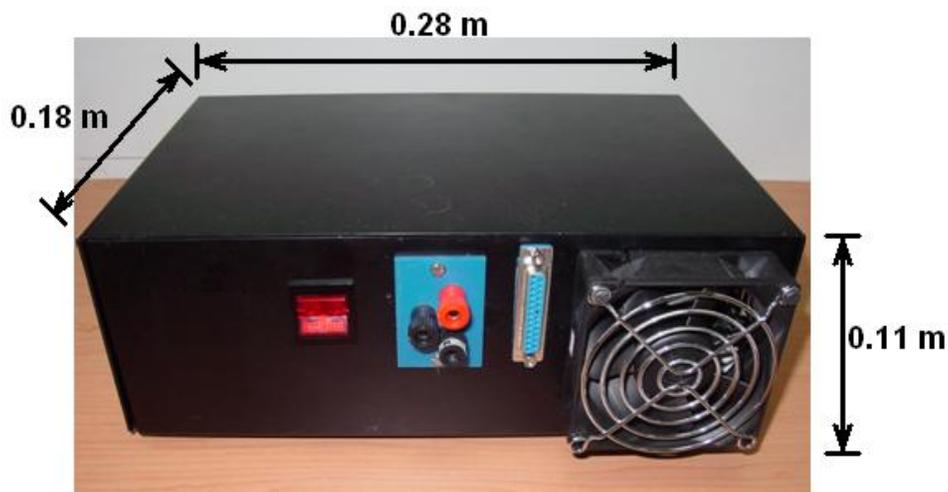


Figura 4.13 Caja electrónica para conversión digital – analógica, polarización y amplificación de corriente para los motores que mueven las platinas $X - Y$ y Z .

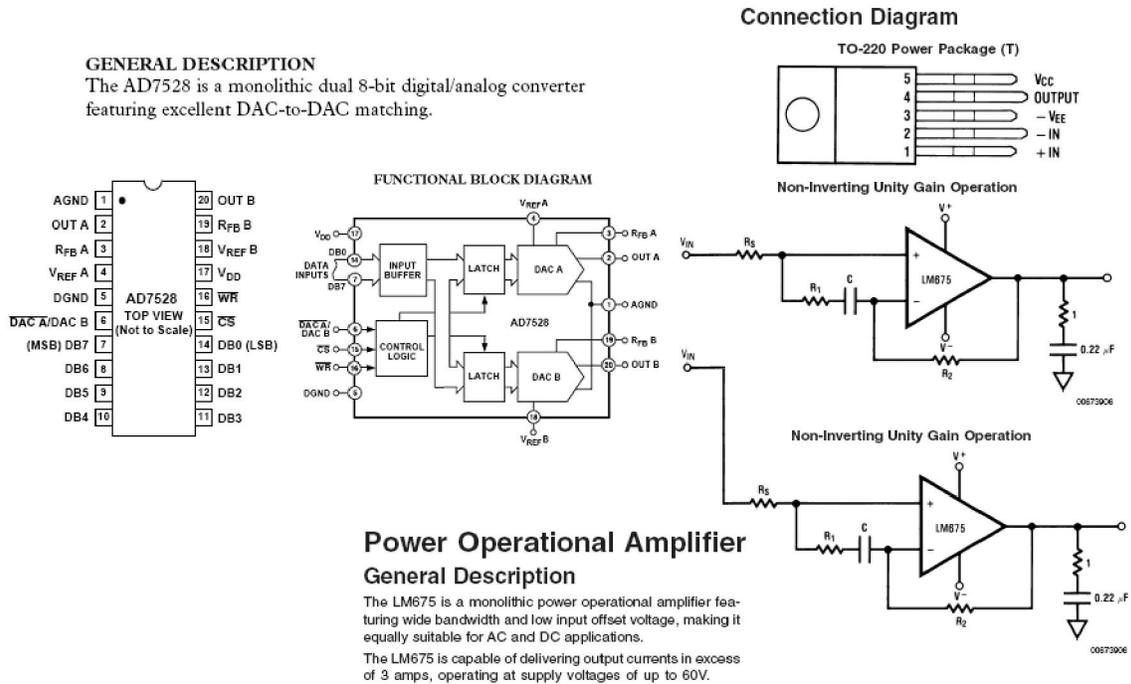


Figura 4.14 Diagrama electrónico de las dos etapas de acondicionamiento de la señal: conversión digital - analógica y amplificación de corriente.

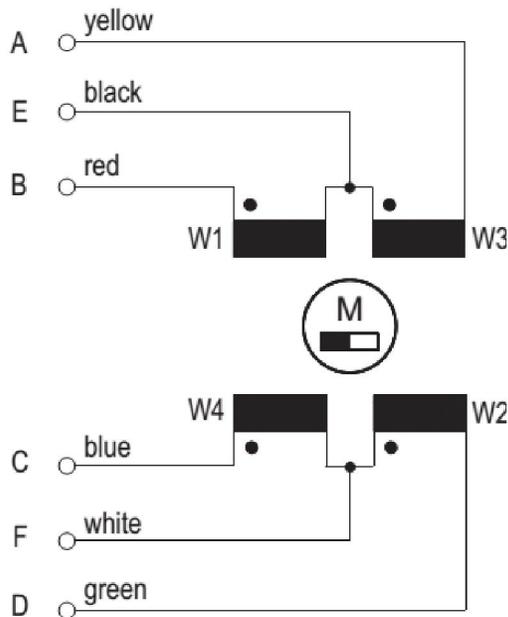


Figura 4.15 Diagrama eléctrico de los motores *Phytron* ZSS 25.500.0.6, terminales/modo unipolar de control.

4.3 Programa de automatización para mover las platinas

El sistema experimental de automatización que activa los motores desde la computadora para desplazar las platinas es de mucha importancia, ya que debe satisfacer los requerimientos que a continuación se citan para la obtención de imágenes que muestren que la exploración realizada fue uniforme sobre el área de interés y con la resolución espacial deseada:

En primer lugar, fue indispensable que las pruebas de funcionamiento y las mediciones realizadas se repitieran una cantidad muy grande de veces, invariablemente la principal característica que debía poseer el programa era un nivel muy alto de control sobre la repetitividad en el movimiento de los motores reduciendo al máximo la histéresis^[28]. En segundo lugar, el objetivo planteado de obtener imágenes con resolución espacial micrométrica dependía del control del paso de avance de los motores para lograr nano-desplazamientos lineales en las platinas y que el sistema de detección pudiera coleccionar información en cada punto de avance.

Otras ventajas importantes que ofrece este desarrollo son: El panel frontal de visualización del programa para ajustar los parámetros en los cuales trabajarán los motores, es fácil tanto de interpretar como de fijar nuevos parámetros con lo que se tiene la posibilidad de un control amplio en el avance, retroceso, velocidad de giro y número de pasos que el motor se desplazará. Así mismo el nivel reducido de vibración que produce en los motores fue otra aportación importante que redujo la inserción de ruido y permitió estabilidad mecánica en el sistema. Todas estas ventajas no son obtenibles en los controladores comerciales de motores a pasos, además de que su implantación tiene un costo considerablemente reducido lo que permitió ponerlo en marcha de inmediato.

La idea básica del funcionamiento del programa^[28] es controlar mediante la computadora la corriente oscilatoria con la que se alimenta cada una de las dos bobinas de cada motor. Una de las bobinas recibe una señal seno mientras que la otra recibe una señal coseno, cada μ -paso es proporcional a 1/1024 del ciclo completo. En la secuencia de imágenes mostradas en la Fig. (4.16) puede observarse como cada señal que se envía a cada bobina de un motor mantienen siempre un desfaseamiento. Conforme evolucionan las imágenes mostradas se incrementa la velocidad de avance del motor, para cada imagen se indica el período T , la frecuencia con la gira el eje del motor f y el desfaseamiento que se tiene entre las señales oscilatorias que alimentan a una y otra bobina de cada motor. Así mismo, puede distinguirse como a medida que se incrementa la frecuencia de giro del eje del motor el número de pasos se reduce significativamente.

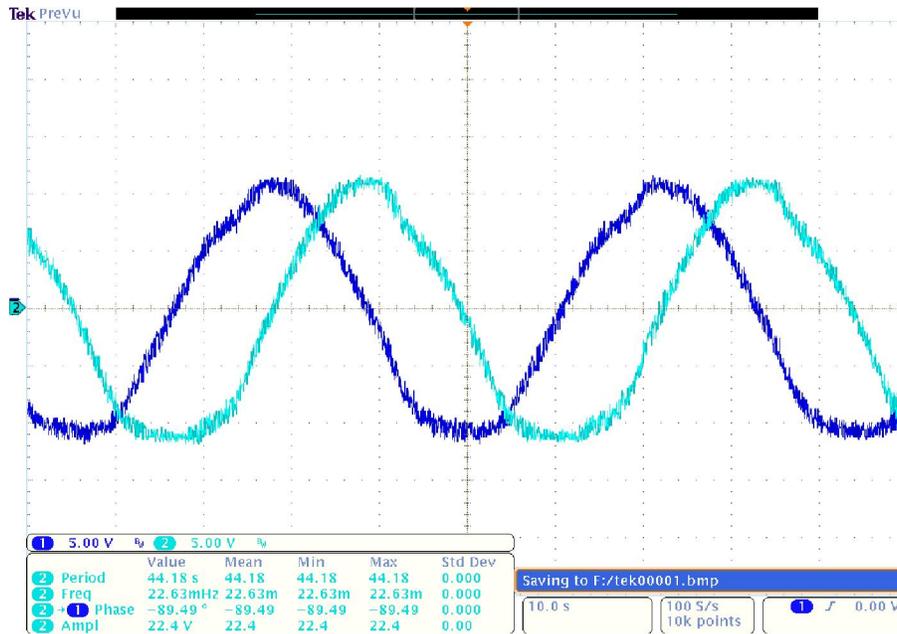


Figura 4.16a $T = 44.18 \text{ s}$, $f = 22.63 \text{ mHz}$, $\phi = -89.49^\circ$

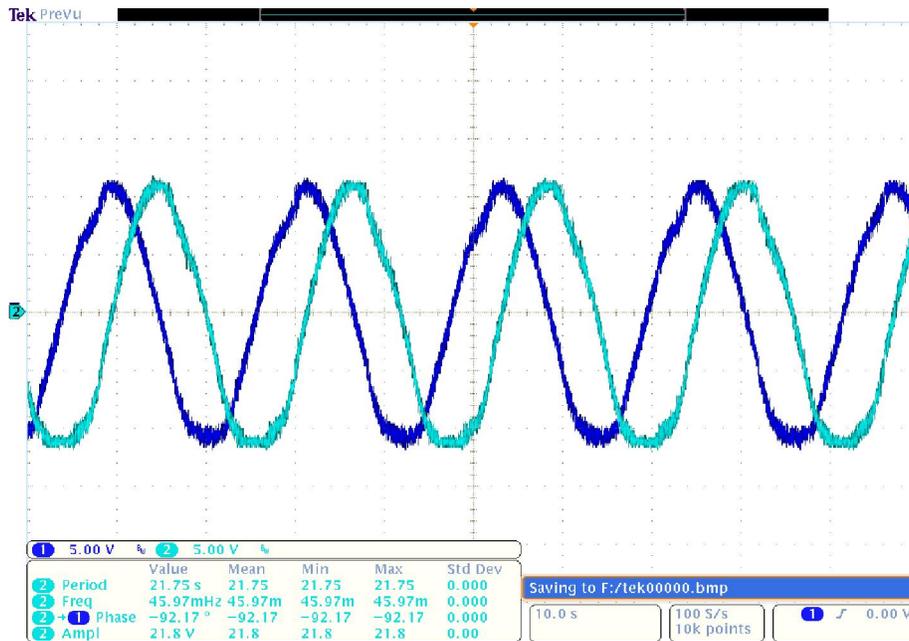


Figura 4.16b $T = 21.75 \text{ s}$, $f = 45.97 \text{ mHz}$, $\phi = -92.17^\circ$

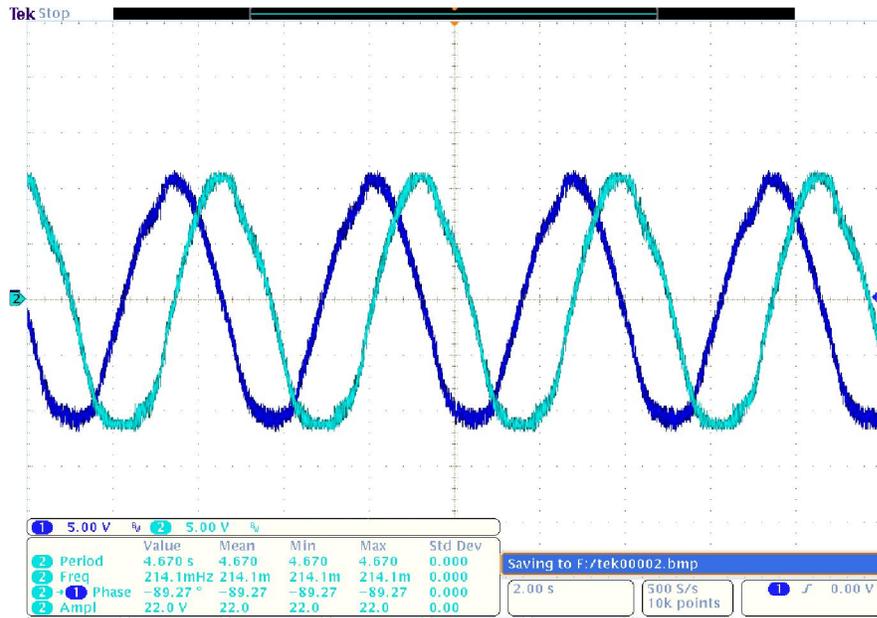


Figura 4.16c $T = 4.67\text{ s}$, $f = 214.1\text{ mHz}$, $\phi = -89.27^\circ$

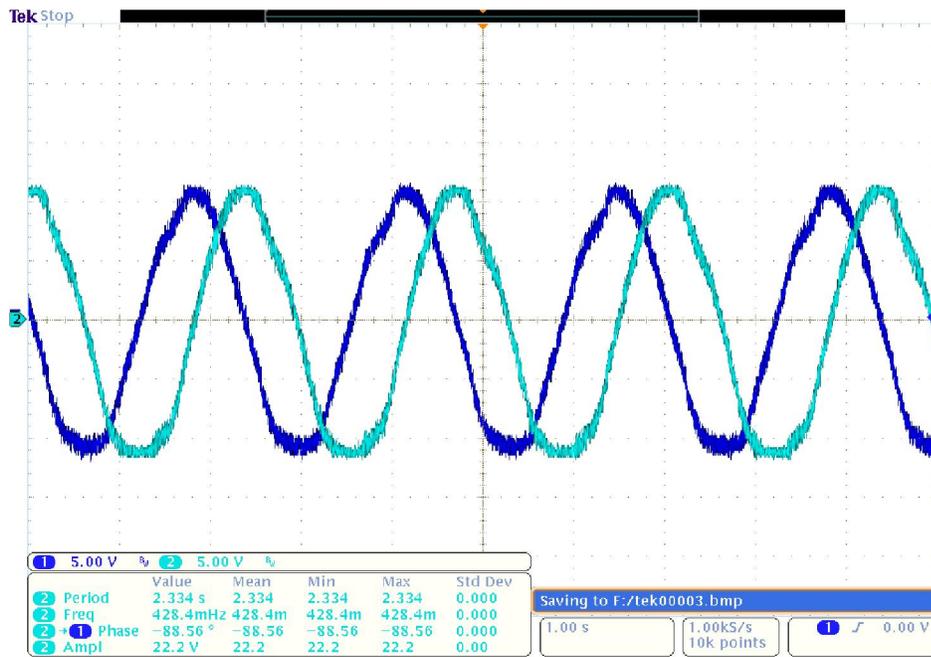


Figura 4.16d $T = 2.334\text{ s}$, $f = 428.4\text{ mHz}$, $\phi = -88.56^\circ$

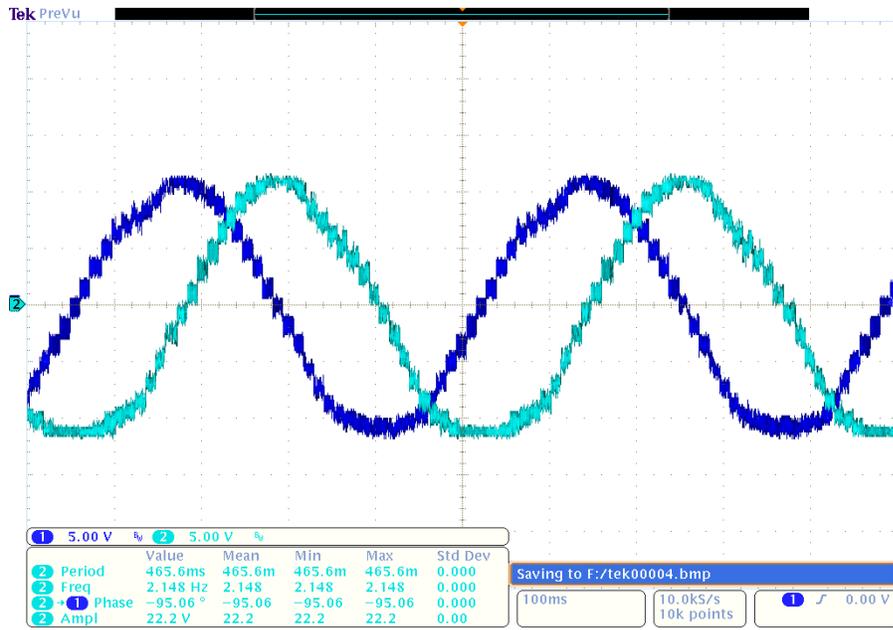


Figura 4.16e $T = 465.6 \text{ s}$, $f = 2.148 \text{ Hz}$, $\phi = -95.06^\circ$

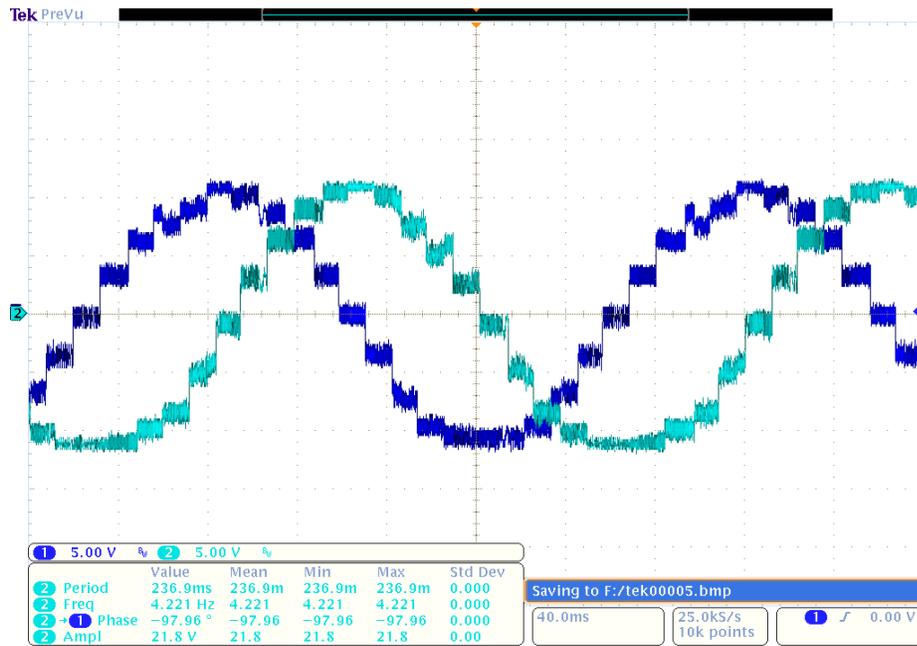


Figura 4.16f $T = 236.9 \text{ s}$, $f = 4.221 \text{ Hz}$, $\phi = -97.96^\circ$

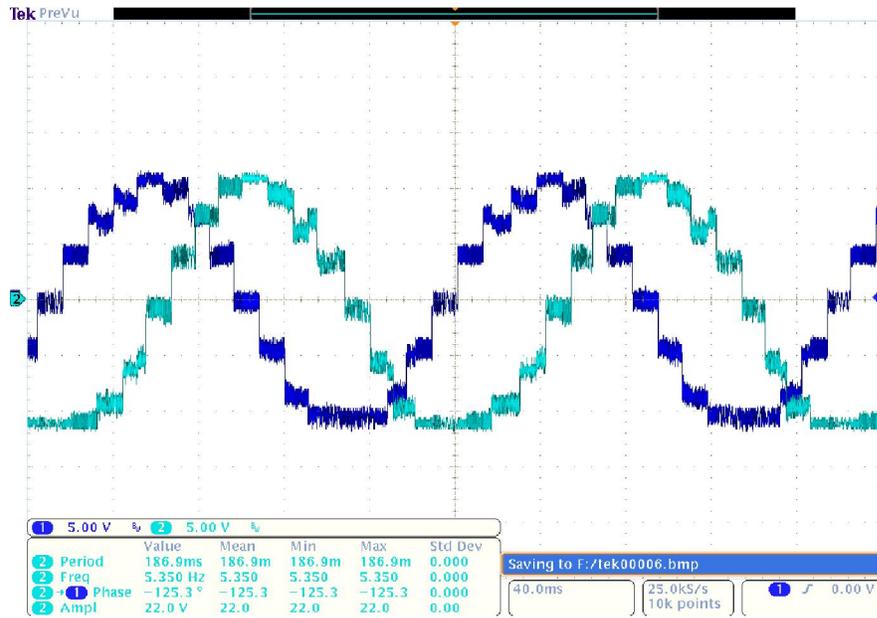


Figura 4.16g $T = 186.9 \text{ s}$, $f = 5.350 \text{ Hz}$, $\phi = -125.3^\circ$

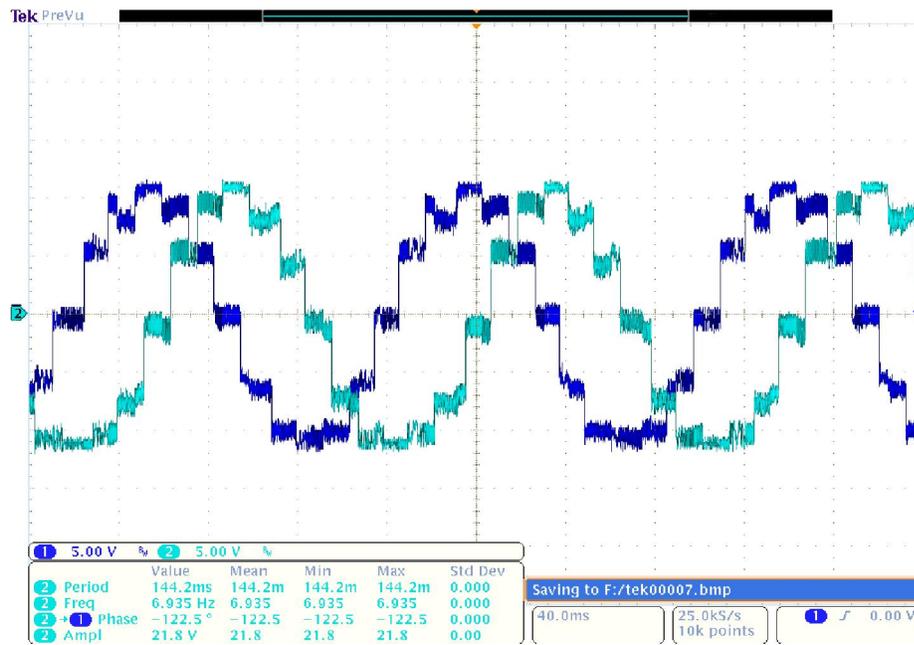


Figura 4.16h $T = 144.2 \text{ s}$, $f = 6.935 \text{ Hz}$, $\phi = -122.5^\circ$

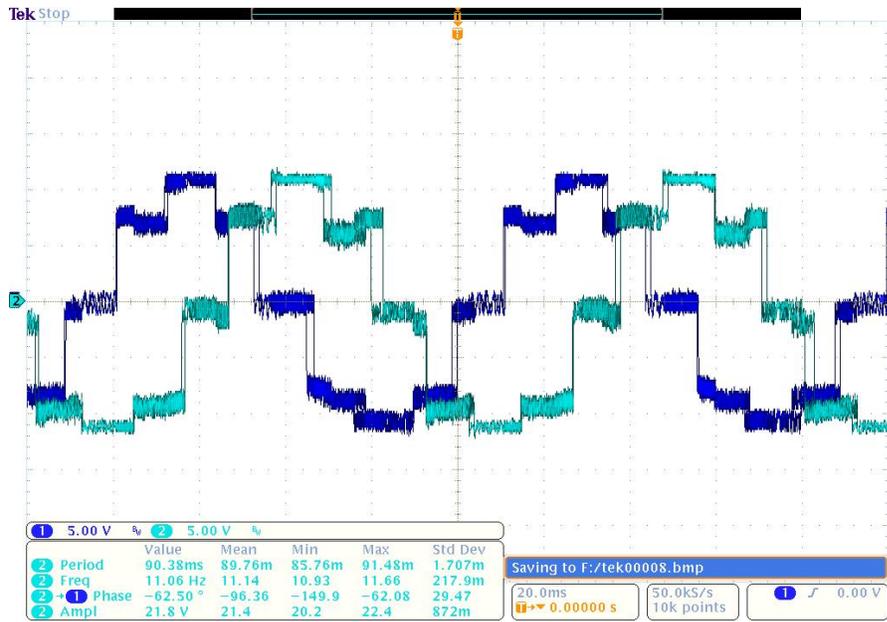


Figura 4.16i $T = 89.76 \text{ s}$, $f = 11.14 \text{ Hz}$, $\phi = -96.36^\circ$

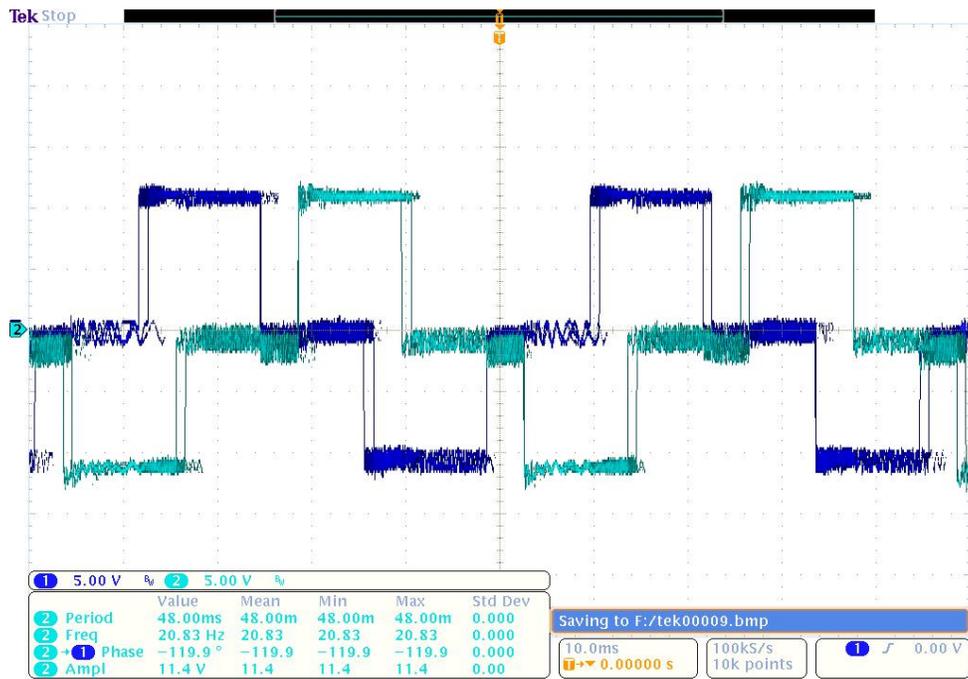


Figura 4.16j $T = 48 \text{ s}$, $f = 20.83 \text{ Hz}$, $\phi = -119.9^\circ$

4.4 Configuración del sistema de detección, medición y presentación de datos

La fuente de microondas es un analizador vectorial de red VNA “*vector network analyzer*” Wiltron 360B, configurado para realizar mediciones de reflexión S_{11} (Γ_{11}) a través del puerto 1, (sus características principales de funcionamiento se muestran en el apéndice H). Para la obtención de las imágenes, el analizador vectorial de red VNA opera en modo continuo CW a una frecuencia fija, mientras que para sintonizar el resonador e identificar el punto de cambio de pendiente máximo sobre la curva de absorción cuando la sonda pasa del sustrato a la muestra, el VNA opera fuera del modo continuo barriendo un intervalo de frecuencia.

En modo continuo, el VNA envía una señal de μ -onda que varía armónicamente en el tiempo a una frecuencia constante de 7.4 GHz la cual pasa a través de un acoplador direccional hacia la línea de alimentación del microscopio Fig. (4.17). A esta frecuencia de operación, la SRP de longitud apropiada que está acoplada capacitivamente a la línea de alimentación entra en resonancia.

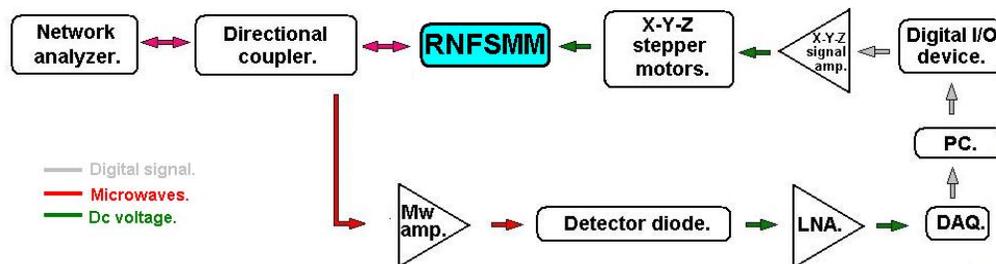


Figura 4.17 Diagrama a bloques del sistema de operación del microscopio.

La señal de μ -onda llega hasta la discontinuidad entre la línea de alimentación y la sonda-resonador-punta, Fig. (4.1); si el sistema se mantiene acoplado a la impedancia del VNA con el resonador sintonizado, la reflexión es mínima, y el resonador absorbe casi toda la energía, lo que indica la no presencia de alguna muestra. Si hay desacoplamiento de impedancias provocado por la presencia cercana de una muestra en la punta de la SRP el resonador se sale de la frecuencia de resonancia y el coeficiente de reflexión aumenta, lo que equivale a que se haya modificado la longitud equivalente del resonador y por lo tanto hay en consecuencia un desplazamiento de la frecuencia, así como un cambio en el factor de calidad de la SRP.

La señal reflejada desde la discontinuidad de la línea de alimentación llega nuevamente al acoplador direccional, una parte de la señal regresa al VNA para analizarse y desplegar mediciones en su pantalla del coeficiente de reflexión Γ y la otra parte se envía a un amplificador de microondas Fig. (4.17). La señal amplificada se envía ahora a un diodo detector que cambia la intensidad variante de la señal reflejada a un voltaje de cd variante proporcionalmente; la señal de voltaje de cd se envía a otro amplificador de voltaje SRS560 que filtra también el ruido, la señal nuevamente amplificada y filtrada se envía a una tarjeta de conversión analógica-digital “NI USB-6009 14-Bit, 48 kS/2, Low-Cost, multifunction DAQ” (su hoja técnica se presenta en el apéndice I), finalmente, la señal es enviada a la computadora e interpretada por el programa desarrollado en Lab-View^[28] desplegándola en la pantalla como un pixel a una cierta tonalidad de color. El conjunto de señales capturadas durante el tiempo de exploración forman la imagen.

5. Resultados

En esta sección se reportan las principales características del funcionamiento del microscopio de μ -ondas a través de una serie de pruebas realizadas:

Inicialmente se llevaron a cabo numerosos ensayos para verificar la repetitividad del desplazamiento del portamuestras en el plano de exploración $X - Y$, las imágenes obtenidas con el primer prototipo construido permitieron realizar ajustes importantes de funcionamiento. Se presentan en seguida las imágenes obtenidas con el microscopio mejorado para diferentes tipos de muestras.

La capacidad resolutive del microscopio recibió atención especial debido a que fue uno de los objetivos principales de este trabajo doctoral. En virtud a ello, se llevó a cabo un proceso de calibración a partir del cual se determinó la altura óptima de exploración de la SRP sobre la muestra para garantizar la resolución espacial máxima. Las muestras utilizadas en este caso fueron un microcircuito amplificador y una antena terahertz. En cada imagen obtenida que se presenta, la resolución espacial fue estimada de acuerdo a la capacidad del microscopio y a las dimensiones de la muestra.

Para demostrar la sensibilidad del microscopio, se exponen las imágenes obtenidas de una muestra biológica y de una muestra semiconductor, ambas con el microscopio operando a la altura óptima y con la versión mejorada de su diseño.

Finalmente se presenta la comprobación de la contribución más importante de este trabajo doctoral, que fue la medición de la resistencia superficial ρ_s , realizada sobre una película de grafito, comprobando de ésta manera la validez del modelo matemático presentado en la Ec. (3.6).

En la Fig. (5.1) puede verse el primer prototipo de microscopio de μ -ondas desarrollado para obtener las primeras imágenes, y en el recuadro superior derecho de la misma figura, se observa la primera SRP desarrollada con una técnica rudimentaria. El círculo en rojo sobre el microscopio indica la posición donde la SRP va incorporada. En el recuadro se observa que la punta no es muy aguda lo que limita la resolución espacial, está mecánicamente deformada y demasiado salida con respecto al conductor externo lo que hace que pierda sensibilidad.

En este prototipo, la SRP es una sola sección de cable coaxial semirrígido, los conductores centrales de la línea de alimentación y del resonador, se mantienen separados por una brecha de aire de $300 \mu\text{m}$ como se aprecia en la Fig. (5.2). La sintonización se obtuvo jalando o insertado la punta del conductor central del resonador con una pinza hasta que se

lograba ver en el analizador vectorial de red la curva de máxima absorción posible. Para tal efecto, se había desensamblado la SRP del microscopio y una vez que estaba sintonizada, es decir en resonancia, se instalaba con mucho cuidado en el microscopio. El procedimiento tomaba una cantidad de tiempo considerable y requirió de una buena habilidad para obtener la sintonización correcta, además, se había causado la deformación de la punta por la acción de la pinza, y si la SRP por error en su posicionamiento golpeaba la muestra, automáticamente se desintonizaba todo el sistema volviendo a desensamblar y teniendo que repetir todo el proceso.

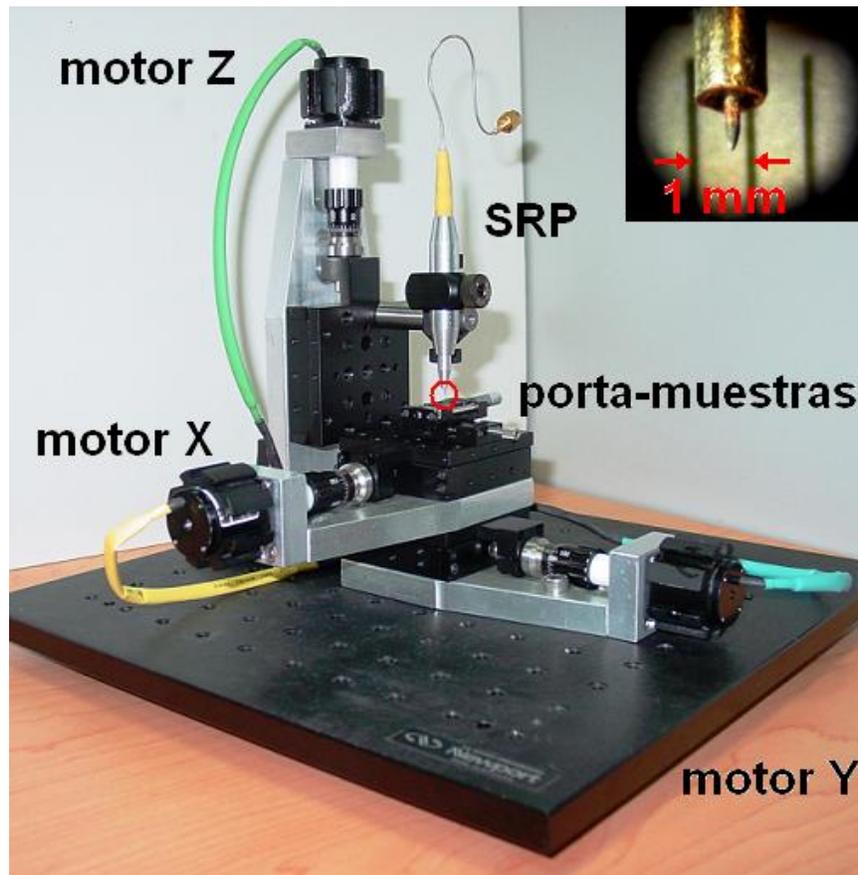


Figura 5.1 Microscopio de μ -ondas con el que se obtuvieron las primeras imágenes. En el recuadro se observa la punta de la SRP.

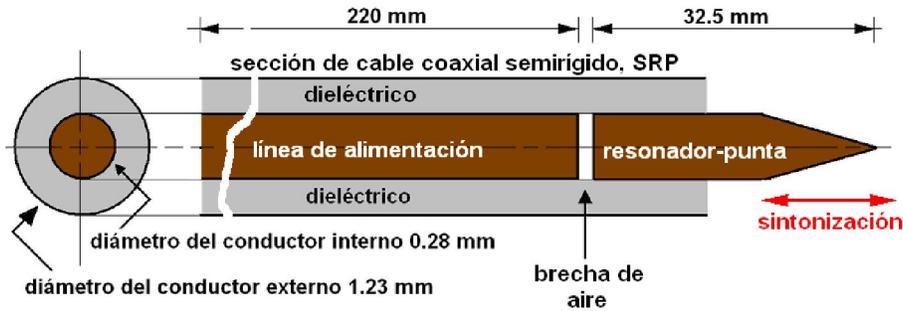


Figura 5.2 Diagrama de la primera SRP: Los conductores centrales de la línea de alimentación y del resonador están contenidos en un sólo conductor externo separados por una brecha de aire. Se presentan los cortes transversal y longitudinal.

Bajo estas condiciones técnicas la primera muestra colocada para su exploración fue una placa de $(6.6 \times 4.75) \text{ mm}^2$ de material para microondas termo fijado TMM10 para micro pistas formado por una hoja de cobre de $20 \mu\text{m}$ de espesor electro depositado sobre un compuesto cerámico de hidrocarbón polímero como substrato de $520 \mu\text{m}$ de espesor. Sobre ésta placa fueron realizados previamente 4 barrenos pasados de $500 \mu\text{m}$ de diámetro espaciados como se muestra en la Fig. (5.3).

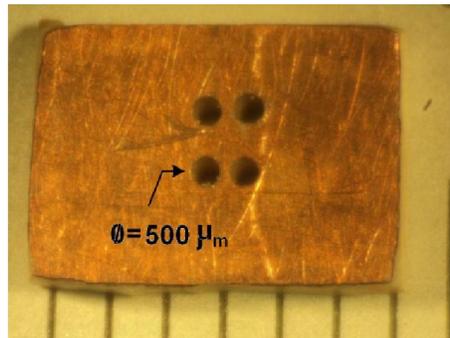


Figura 5.3 Material TMM10 utilizado para obtener la primera imagen con el microscopio de μ -ondas, $(6.6 \times 4.75) \text{ mm}^2$, los barrenos son de $500 \mu\text{m}$ de diámetro.

La muestra se fijó sobre la platina de desplazamiento $X - Y$ con cinta adherente en sus dos caras. La SRP se colocó a una distancia de aproximadamente $100 \mu\text{m}$ arriba de la muestra. El programa de exploración se configuró con los siguientes datos que se aprecian también en la Fig. (5.4):

- Número de pixeles en X y Y , 50 respectivamente.
- Distancias a explorar en los ejes X y Y , 4.0 mm respectivamente.
- Área total a explorar 16 mm^2
- Micro pasos por pixel en los ejes X y Y , 128 respectivamente.
- Tamaño del paso en los ejes X y Y , $0.625 \mu\text{m}$ respectivamente.

Con el prototipo desarrollado y una vez fijados los datos de operación en el programa se accionó el sistema y comenzó el proceso de adquisición de datos. Después de 45 minutos y habiendo terminado la exploración mediante barrido sobre la muestra, la imagen obtenida en la pantalla de la computadora puede verse en la Fig. (5.4) de la cual se desprende el siguiente análisis: Se identificó claramente un contraste bien definido que indica la presencia o no de cobre aún sin haber logrado que la separación entre la muestra y la sonda fuera la óptima, así mismo se reconoce la geometría circular de los barrenos.

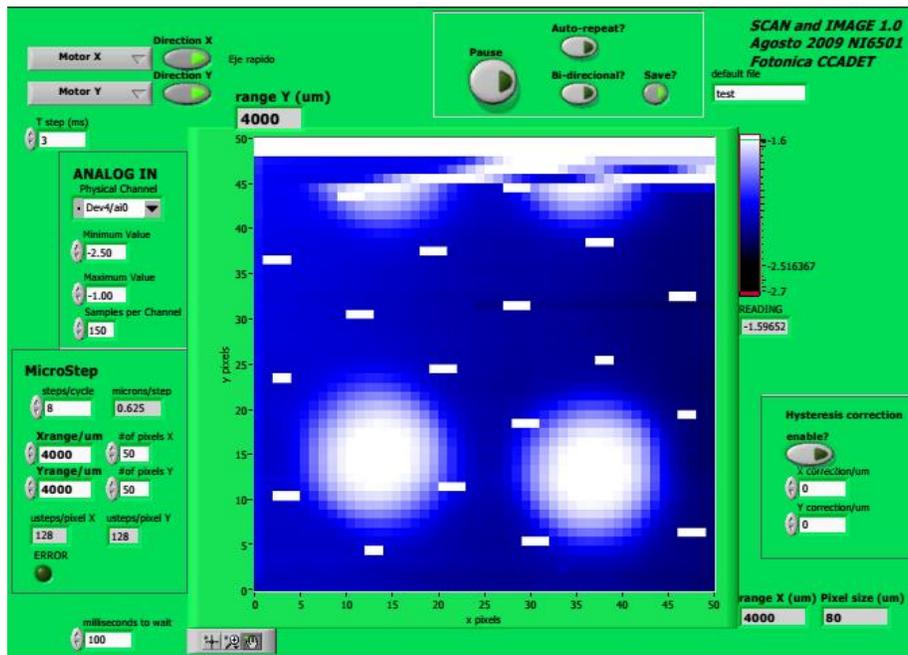


Figura 5.4 Primera imagen obtenida con el microscopio de μ -ondas, resolución $80 \mu\text{m}$ por pixel en ambos ejes $X - Y$. Barrenos de $500 \mu\text{m}$ de diámetro perforados sobre material TMM10.

La resolución espacial obtenida fue de $500 \mu\text{m}$ ó $\lambda/80$ para ésta primera prueba. Sin embargo es importante notar también que en la parte superior de la Fig. (5.4) la medición se interrumpe impidiendo que finalizara satisfactoriamente, esto fue debido a un conjunto de imprecisiones en el movimiento del motor que desplaza el eje X . Se aprecia también como el color azul es menos intenso a la izquierda de la figura y más intenso a su derecha, lo que indica que la muestra no estaba colocada completamente en posición horizontal, por lo tanto la punta de la SRP estaba más separada a la izquierda que a la derecha de la muestra.

En consecuencia, el primer ajuste realizado fue al sistema de desplazamiento en X , en donde se encontró que al ajustar los tornillos con mucho torque, el sistema se deformaba y provocaba la desalineación entre el eje del motor y el eje de la platina frenando no

completamente la rotación cada 360 grados, lo que producía un desplazamiento lineal no uniforme, así que los tornillos fueron reajustados con un torque menor.

Con el sistema corregido se realizó una nueva medición, utilizando ahora una muestra mucho más pequeña correspondiente a una antena impresa sobre material TMM10 mostrada en la Fig. (5.5).

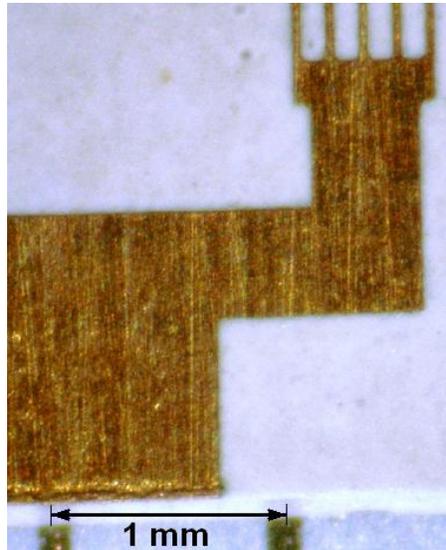


Figura 5.5 Antena impresa sobre material TMM10. La imagen fue obtenida con un microscopio óptico convencional. En la parte inferior se distingue la escala de medición. Cortesía: Dr. Oleg Kolokoltsev.

Con el propósito de obtener una imagen mejorada se redujo la distancia entre la SRP y la muestra quedando aproximadamente a unas 50 μm de separación, además de que la punta se hizo lo más aguda posible. La imagen obtenida con μ -ondas se presenta en la Fig. (5.5).

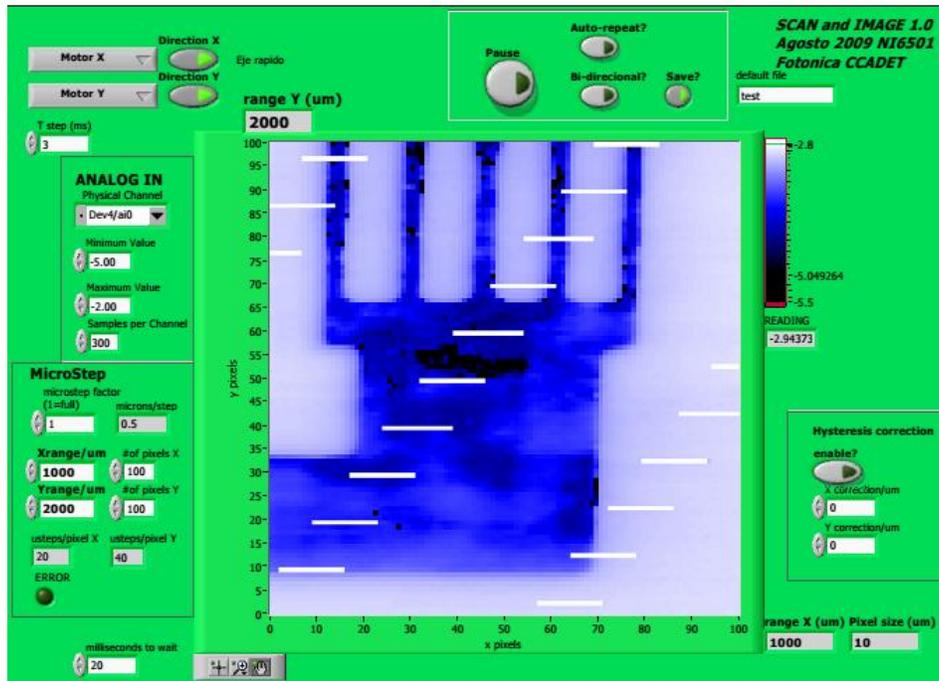


Figura 5.6 Antena impresa en material TMM10. La imagen fue obtenida con μ -ondas: ($9.54 \mu\text{m}$ / píxel) en X; ($18 \mu\text{m}$ / píxel) en Y; área explorada 2 mm^2 .

La obtención de la imagen mostrada en la Fig. (5.6) alentó mucho el trabajo realizado hasta ese momento.

En la Fig. (5.6) puede distinguirse muy claramente que en la imagen de μ -ondas se encuentran rasgos no observados en la imagen obtenida con el microscopio óptico convencional, puede pensarse que es posible que no sólo la topografía superficial de la antena esté presente sino que también puede estar presente en la misma imagen un mapa de la resistencia superficial de la muestra^[20]. En esta imagen también se percibe como el fallo en el avance y retroceso de los motores que se presentó en la Fig. (5.4) se corrigió completamente, logrando que el sistema de desplazamiento terminara exitosamente la medición. Cada uno de los cinco brazos verticales, electrodos, que se observan en la parte superior de la antena en la Fig. (5.6) tienen $50 \mu\text{m}$ de ancho, en la imagen obtenida con μ -ondas se distinguen muy claramente, incluso, pueden observarse unos puntos negros en los extremos más altos. Al menos podemos asegurar que la resolución espacial del microscopio obtenida en ésta imagen fue de $\lambda/810$. En la imagen también se observa como todas las líneas del contorno de la antena no tienen corrimientos producidos por histéresis durante la exploración llevada a cabo pixel por pixel, mostrando una repetitividad muy precisa en los ciclos de desplazamiento X – Y. Las líneas cortas en color blanco que se observan escalonadas horizontalmente en la Fig. (5.6) fueron señales de ruido producidas por el analizador vectorial de red, ya que éste se autocalibra cada 3 minutos. El tiempo requerido

para realizar la medición completa fue de 114 minutos explorando la SRP en ese tiempo 2 mm^2 sobre la muestra.

Las curvas de absorción asociadas al coeficiente de reflexión Γ que resultan como respuesta cuando la SRP se encuentra sintonizada en la frecuencia de resonancia sin la presencia de la muestra y cuando se desacopla debido a la interacción con la muestra fueron obtenidas con el analizador vectorial de red y son presentadas en la Fig. (5.7). En vacío, es decir sin el efecto de la muestra, el sistema se encuentra en resonancia a 7.0624 GHz

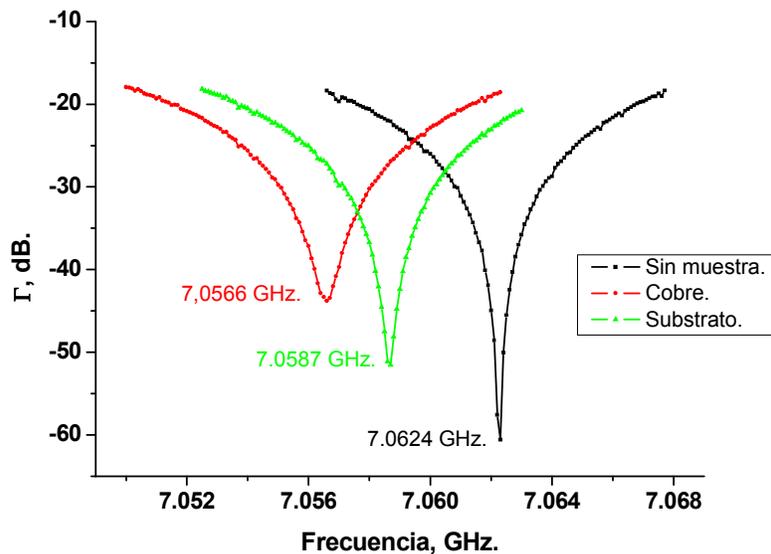


Figura 5.7 Curvas de absorción obtenidas con el analizador vectorial de red para la antena impresa en material TMM10.

implicando máxima sensibilidad de la SRP a las propiedades eléctricas. En cuanto ésta se aproxima al substrato la frecuencia se desplaza a un valor menor hasta los 7.0587 GHz saliendo de resonancia. Cuando la SRP interactúa con el cobre de la muestra nuevamente se desplaza la frecuencia a un valor menor aún hasta los 7.0566 GHz.

La variación de frecuencia que nos permite obtener las imágenes es aquella que se obtiene cuando la sonda durante la exploración pasa del substrato al cobre y viceversa, este intervalo de cambio en frecuencia es de 2.1 MHz, indicándonos una sensibilidad de la sonda y es tan perceptible por el equipo de detección que permitió obtener imágenes con un contraste bien definido.

En el proceso inicial de pruebas con el microscopio se realizó una tercera medición, ahora con un circuito impreso también en material TMM10, este circuito se muestra en la Fig. (5.8).

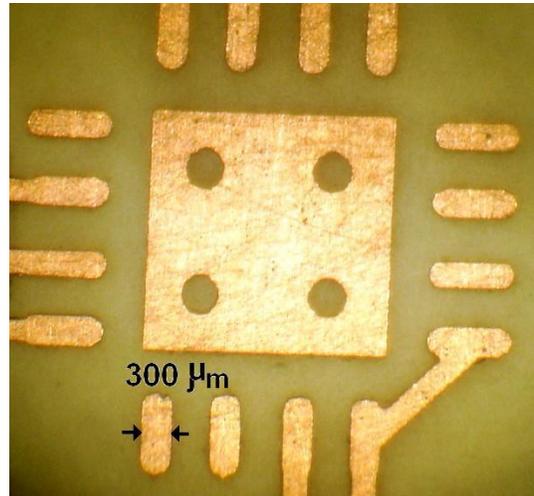


Figura 5.8 Circuito impreso en material TMM10. Imagen obtenida con un microscopio óptico convencional. Cortesía: Dr. Oleg Kolokoltsev.

La imagen con μ -ondas obtenida se muestra en la Fig. (5.9) junto con los parámetros de exploración para el programa.

En ésta imagen la resolución espacial estimada es de $300 \mu\text{m}$ o $\lambda/100$, casi un orden de magnitud menos que el obtenido en la imagen de la muestra anterior, permite distinguir las pistas del circuito y los círculos para perforación pero ya no con claridad, se perdió la definición fuerte de contraste, tampoco se distingue el mapa de posible resistencia superficial como el que se aprecia en la Fig. (5.6), las razones pueden ser las siguientes:

- La SRP no estaba ya en el punto de máxima absorción en vacío, ya que la técnica de sintonización empleada no lograba mantener en un valor estable de frecuencia al resonador.
- La punta estaba muy deformada por el efecto mecánico de la pinza y por los múltiples contactos accidentales con la muestra.
- No se lograba posicionar a la muestra completamente horizontal, lo que hacía obtener imágenes con un tono de azul más intenso en un lado que en otro.
- Desconocíamos si la distancia de medición de la sonda a la muestra era la óptima.
- Se había acumulado en la brecha de aire Fig. (5.2) de la SRP que acopla capacitivamente la línea de alimentación y el resonador, residuos de material dieléctrico resultante de la acción de rayaduras causadas por el desplazamiento constante del resonador para su sintonía, atenuando el coeficiente de reflexión Γ y por tanto la imagen producida.

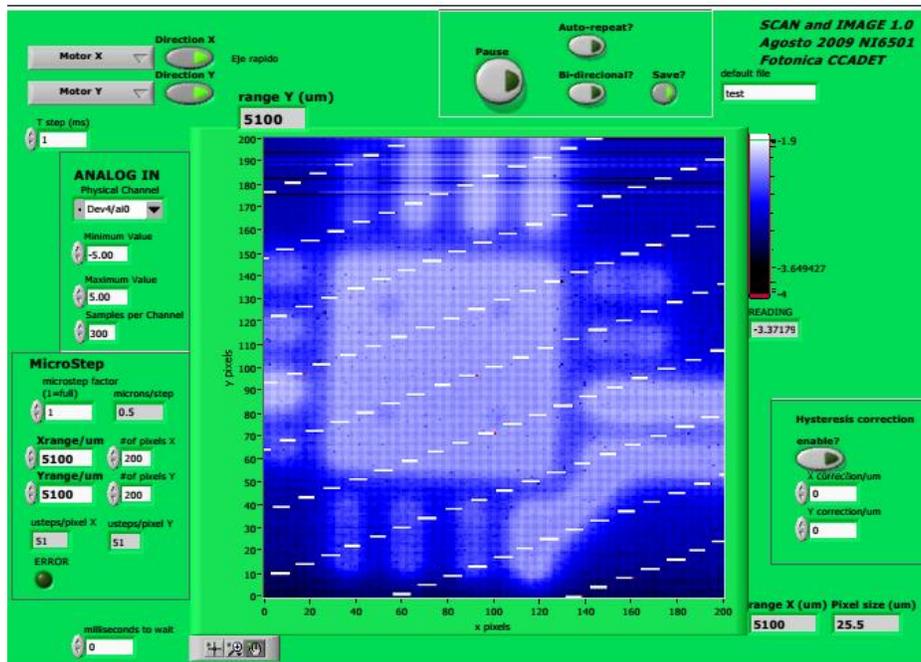


Figura 5.9 Circuito impreso en material TMM10. Imagen obtenida con μ -ondas: (25 μm / $\text{p\xi$ xel) en X, (25 μm / $\text{p\xi$ xel) en Y.

Las pruebas se suspendieron ya que los resultados de las primeras mediciones condujeron a que fuera necesario llevar a cabo mejoras significativas al microscopio. Se identificaron cuatro problemas fundamentales:

- Debía incrementarse la resolución espacial aunque no se contara con patrones de referencia para estimarla;
- encontrar la frecuencia de resonancia de la SRP se convertía en algo complicado, la punta se deformaba muy rápido y la sección de ésta que sobresalía del conductor externo para la exploración era muy larga causando la pérdida de sensibilidad;
- se desconocía también la longitud precisa de la altura a la que se realizaron las mediciones y tampoco se sabía con precisión el intervalo de alturas en el que el microscopio operaría para obtener los mejores resultados.
- no se lograba colocar la muestra completamente horizontal

Con base en éste análisis se incorporó al microscopio la siguiente instrumentación que fue descrita con detalle en la sección 4:

- Sintonizador de resonancia eficaz.
- SRP más puntiaguda y cuya longitud que la punta sobresale del conductor externo es menor de 100 μm .
- Sistema mecánico de manipulación angular para posicionar horizontalmente la muestra.

El sintonizador requirió de numerosas correcciones en su diseño a través de cientos de mediciones, dedicando casi un año de pruebas en el laboratorio y de desarrollo en taller mecánico hasta lograr el modelo final que se puede observar incorporado en el microscopio en la Fig. (5.10). A pesar de ser un sistema puramente mecánico, logra sintonizar rápidamente en la frecuencia de resonancia f_r al resonador y de manera estable, no tiene que desensamblarse del microscopio, es ligero ya que está manufacturado mayormente con aluminio y teflón, es compacto, fácil de construir, de muy fácil accesibilidad para su manipulación, de costo reducido, permite tanto el intercambio rápido y la reconstrucción de las puntas dañadas para su reuso y es agradable a la vista.

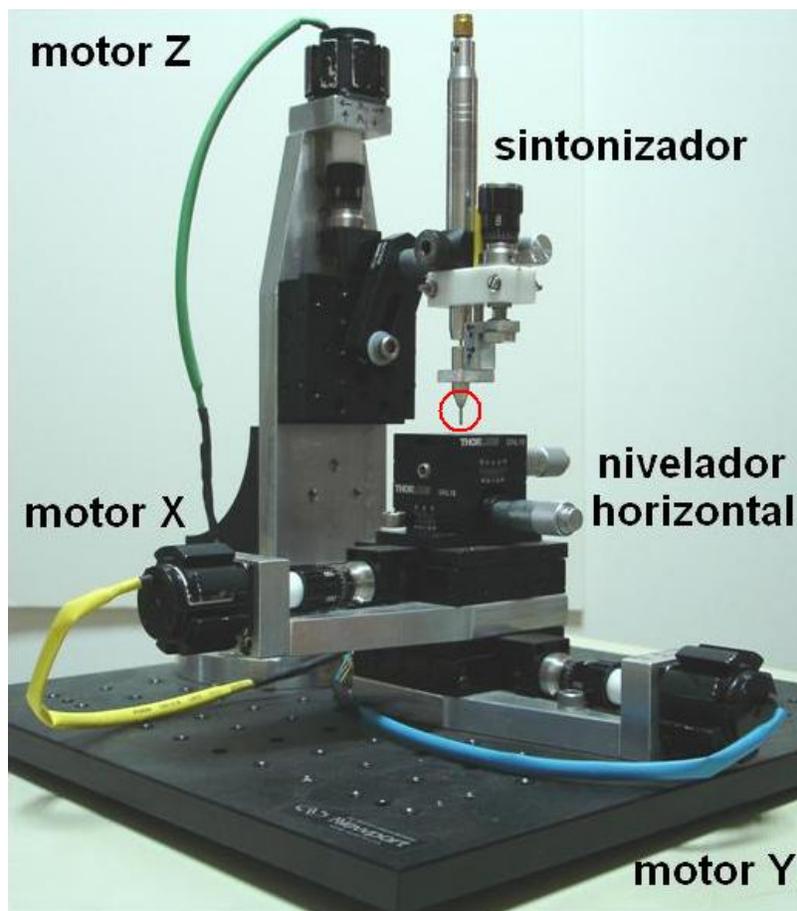


Figura 5.10 Microscopio de μ -ondas mejorado. En la imagen (a) se observan el sintonizador de resonancia y el sistema de nivelación horizontal incorporados en el microscopio. El círculo rojo indica donde va colocada la SRP.

La manufactura de las puntas fue otro proceso largo descrito también en la sección 4, que pasó desde desarrollarlas mediante técnicas de ataque electroquímico con ácido clorhídrico hasta llegar a formarlas mediante una técnica mecánica refinada pero bastante rápida,

funcional y económica. Se logra al mismo tiempo que la punta de exploración sólo sobresalga del conductor externo menos de $100\ \mu\text{m}$, en la Fig. (5.11) se presenta una SRP utilizada.

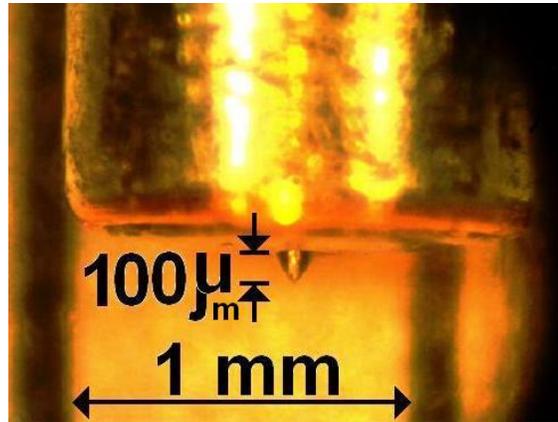


Figura 5.11 Sonda resonador punta SRP mejorada utilizada para exploración.

El problema de colocar a la muestra completamente horizontal, se resolvió empleando una platina con control mecánico de inclinación angular en los ejes $X - Y$ “GNL10” de THORLABS. El mecanismo fue instalado sobreponiéndolo a la platina de desplazamiento $X - Y$ y asegurándolo con tornillos M6.

De acuerdo con los planteamientos teóricos expuestos en la sección 3, la mejor respuesta del microscopio en relación a resolución espacial y a la sensibilidad a las propiedades eléctricas de la muestra están relacionadas fuertemente con la altura que guarda ésta última y la SRP. En relación a ello, se presentan a continuación los resultados obtenidos de llevar a cabo una serie de mediciones que permitieron por una parte comprobar las bases teóricas del funcionamiento del microscopio y por otra, poder determinar con precisión el intervalo de altura en el que tiene que operar la SRP para obtener la resolución espacial micrométrica deseada, así como la estimación de la resistencia superficial ρ_s , como la propiedad eléctrica de interés que se seleccionó para su medición.

El procedimiento que se presenta, permite calibrar el intervalo óptimo de altura de acuerdo a la resistencia superficial de una muestra conocida, en este caso, una película de grafito sobre un substrato cerámico^[42]. El modelo matemático que asocia los datos experimentales con la resistencia superficial del grafito ρ_s es la Ec. (3.6). Variando experimentalmente la altura que guarda la SRP y la muestra, y estimando cada vez los resultados de resistencia superficial de acuerdo a la Ec. (3.6), se pudo determinar el intervalo de altura óptimo en el que operaría la SRP.

La repuesta del sistema para 9 diferentes alturas incluyendo cuando la SRP se encuentra en aire, es decir sin la influencia de la muestra y cuando entra en contacto con la película de grafito se resume en la Tabla 5.1. Se presentan también en ésta tabla, las frecuencias de resonancia f_r obtenidas experimentalmente para cada altura, sus ajustes Lorentzianos $f_{r_{fit}}^{[1]}$, los coeficientes de reflexión Γ medidos experimentalmente por el analizador vectorial de red, los factores de calidad Q obtenidos de los datos ajustados, y los anchos de banda $\Delta f_{r_{fit}}$, resultantes de la diferencia cuando la SRP está en aire con cada uno de los datos de frecuencia ajustados provenientes de las variaciones de las diferentes alturas.

Los datos “ ∞ medición inicial” e “ ∞ medición final” presentes en la Tabla 5.1, corresponden respectivamente a la primera medición sin muestra a una distancia infinita, y la última medición también sin muestra a la misma distancia infinita, comprobando con esto que a pesar de que la punta entró en contacto mínimo con la muestra, al regresar a la altura inicial la frecuencia de resonancia no se vio afectada, lo que demuestra también la estabilidad del sistema de sintonía de resonancia.

Tabla 5.1

Datos obtenidos experimentalmente de las variaciones de altura entre la SRP y la muestra. Se presentan también los datos ajustados.

Altura de la SRP a la muestra, μm .	f_r , GHz. (experimental)	$f_{r_{fit}}$ GHz. (ajustada)	Γ , dB. (Experimental)	Q (estimado)	$\Delta f_{r_{fit}}$ MHz. (en relación a $f_{r_{fit}}$ en aire)
0.0	7.380	7.37487	-21.535	130.73	28.42
0.25	7.383	7.37950	-23.680	147.12	23.79
0.5	7.387	7.38553	-24.723	170.10	17.76
1.0	7.389	7.38873	-26.244	185.09	14.56
2.0	7.391	7.39107	-27.445	196.93	12.22
3.0	7.393	7.39269	-28.525	204.55	10.6
4.0	7.394	7.39370	-29.115	209.04	9.59
5.0	7.394	7.39446	-29.432	212.12	8.83
10.0	7.396	7.39703	-30.417	223.13	6.26
∞ Medición inicial.	7.403	7.40323	-47.260	244.33	0.06
∞ Medición final.	7.403	7.40329	-45.192	244.49	0.00

En la Tabla 5.1 es importante distinguir que hay un cambio significativo de frecuencia en el intervalo de variación de altura de 0 a 0.5 μm , que proporcionalmente es casi el mismo cambio en frecuencia que se da en el intervalo desde 0.5 μm hasta 5 μm . Esto sugiere que realizar una exploración para obtener una imagen con la resolución espacial más alta posible de una muestra, dará un mejor resultado operando en el primer intervalo de alturas comprendido entre 0 y 0.5 μm , en comparación con los resultados que se obtendrían operando en el segundo intervalo.

Así mismo, es importante destacar que los cambios de frecuencia en cualquiera de estos dos intervalos pueden cuantificarse con cierta facilidad con el equipo de medición disponible, lo que da al microscopio grandes expectativas de funcionalidad.

Por otra parte, el factor de calidad Q asociado a las pérdidas de la muestra tiene su intervalo de variación máximo también entre 0 y 0.5 μm como se aprecia en la Tabla 5.1. Mientras que el coeficiente de reflexión Γ asociado con el desacoplamiento de la impedancia característica Z_0 del sistema experimenta un cambio de 3 dB en el mismo intervalo.

La sensibilidad mayor de la SRP tanto a los cambios de frecuencia de resonancia f_r como al factor de calidad Q se obtendrá explorando en el primer intervalo de alturas, al cual se denominó intervalo crítico de operación del microscopio de μ -ondas.

La gráfica presentada en la Fig. (5.12), muestra como el coeficiente de reflexión Γ obtenido experimentalmente con el analizador vectorial de red se incrementa con la disminución de la altura, indicando un incremento en el desacoplo de la impedancia, y por lo tanto una disminución en el factor de calidad Q como se observa numéricamente en la Tabla 5.1 y gráficamente por el ensanchamiento en las curvas de absorción, así mismo, en la medida que la altura disminuye la frecuencia de resonancia f_r también lo hace hasta un valor mínimo que se detecta cuando la punta de la SRP entra en contacto con la muestra de grafito, lo cual se aprecia en la curva que presenta la cantidad de distorsión mayor y factor de calidad Q menor en la Fig. (5.12).

Todas las pruebas para obtener las imágenes que se presentan a continuación se realizaron operando a una altura no mayor a 0.5 μm y pertenecen a diferentes tipos de materiales.

Las mejoras llevadas a cabo permitieron obtener nuevos resultados; a partir de estas, se presentan una serie de imágenes obtenidas con μ -ondas que permiten determinar primordialmente la capacidad resolutive del microscopio.

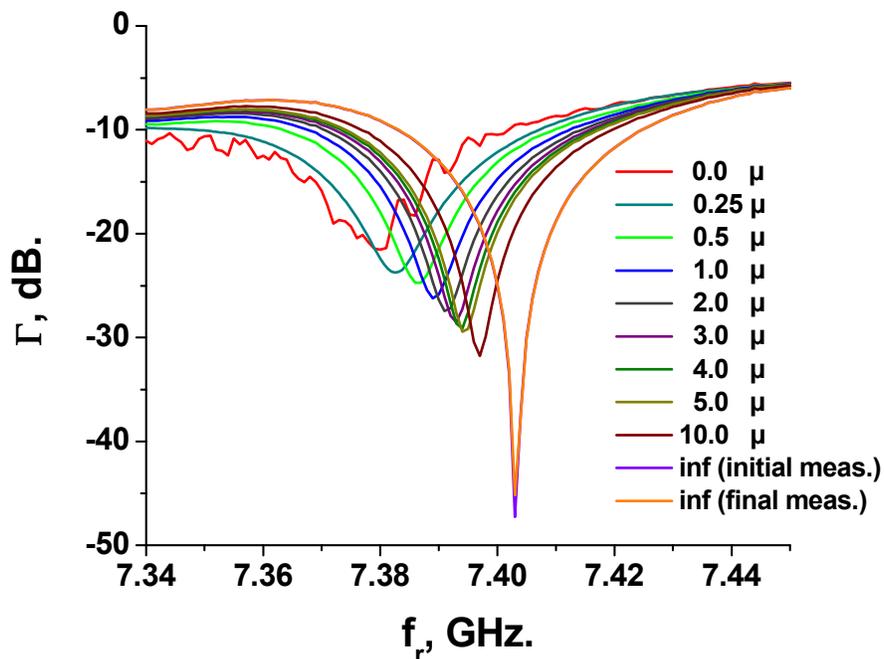


Figura 5.12 Coeficiente de reflexión Γ obtenido experimentalmente como respuesta a las diferentes alturas asumidas por la SRP sobre la muestra.

5.1 Muestras metálicas

Inicialmente se utilizó la muestra metálica presentada en la Fig. (5.13) cuyas características geométricas son deseables para la medición, corresponde a un “*KA-Band MMIC (monolithic microwave integrated circuit) Power Amplifier PA-GB95W45-2 (TLCP04981)*”, fabricado por “*TLC Precision Wafer Technology, Inc*”, las pistas metalizadas son de titanio/platino/oro. La imagen mostrada fue obtenida con un microscopio óptico convencional, el círculo rojo corresponde al área de interés para la exploración.

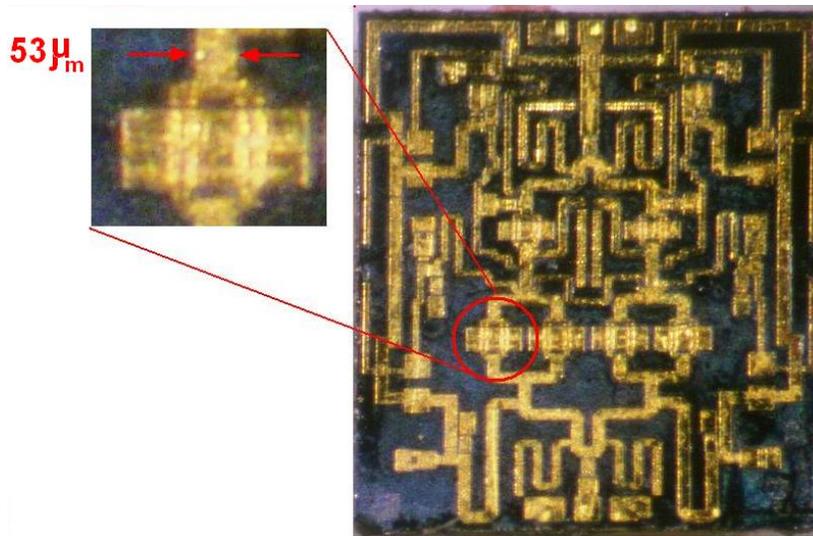


Figura 5.13 Amplificador de potencia, sus dimensiones son (1.95 x 2.17 x 0.1) mm: las pistas de enlace son de Ti/Pt/Au. La imagen fue obtenida con un microscopio óptico convencional. Cortesía del Dr. Oleg Kolokoltsev.

Para este amplificador fueron obtenidas 5 imágenes con μ -ondas, incrementando gradualmente en cada una de ellas la resolución espacial de la siguiente manera: Inicialmente se seleccionó el área a explorar y se establecieron el recorrido y velocidad de los motores, así como el número de píxeles en la imagen. En la Fig. (5.14a) se observa que el área explorada fue mayor que la de la muestra, también se observan los parámetros fijados en el programa automatizado.

Las líneas blancas horizontales escalonadas son debidas a la recalibración del analizador vectorial de redes, éstas son una fuente de ruido, sin embargo no muestran una distorsión significativa de la imagen.

Como la tarjeta de adquisición de datos recoge una cierta cantidad de datos por unidad de tiempo, gobernará la velocidad máxima de avance de los motores. Sin embargo esto sólo determina el tiempo que el microscopio requiere para formar una imagen; entre menor es el tiempo que el microscopio requiere para formar una imagen el número de muestras que adquirirá la tarjeta será mayor incrementando su costo. Por otra parte, la resolución espacial se incrementa reduciendo el área de exploración y aumentando el número de píxeles.



Figura 5.14a Imagen con resolución espacial baja obtenida con μ -ondas. El área explorada fue de $(3000 \times 3000) \mu\text{m}^2$, el número de píxeles en la imagen son 200×200 y el tiempo tomado para la exploración fue de 480 minutos.

Para la Fig. (5.14b), la imagen de la muestra vuelve a aparecer completa, ahora justo a la medida del marco gráfico en la carátula del programa, lo que implicó una reducción del área de exploración y un incremento en el número de píxeles de la imagen.

Reduciendo aún más el área explorada y manteniendo el número de píxeles, se obtuvo la imagen presentada en la Fig. (5.14c), en la parte inferior de la imagen hay un área que aparece sin contraste, ésta no corresponde a un fallo en el avance de los motores, muy posiblemente se deba a una respuesta inapropiada del sistema de procesamiento de datos.



Figura 5.14b Imagen con μ -ondas. El área explorada es de $(2300 \times 2350) \mu\text{m}^2$, el número de pixeles es 300 x 300 y el tiempo que llevó la obtención de esta imagen fue de 690 minutos. ($7.1 \mu\text{m} / \text{pixel}$) en X; ($8 \mu\text{m} / \text{pixel}$) en Y.

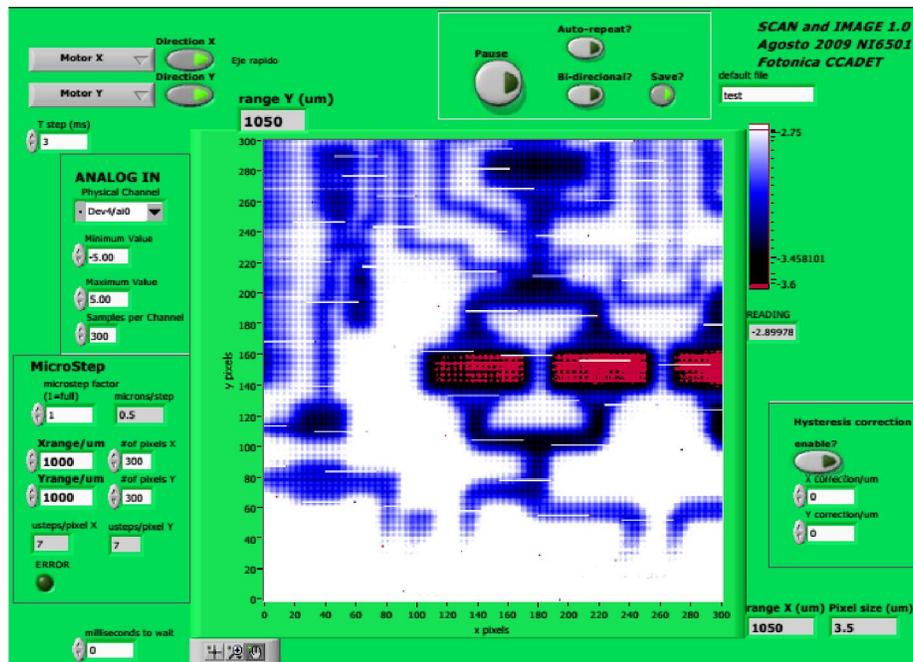


Figura 5.14c Imagen obtenida con μ -ondas. El área explorada fue de $(1000 \times 1000) \mu\text{m}^2$, el número de pixeles en la imagen es de 300 x 300, el tiempo que llevo obtener la imagen fue de 792 minutos. ($3.2 \mu\text{m} / \text{pixel}$) en X; ($3.9 \mu\text{m} / \text{pixel}$) en Y.

En la imagen de la Fig. (5.14d) el área explorada se redujo aún más, la resolución espacial del microscopio permite distinguir con claridad las pistas de enlace del circuito. El tiempo requerido para obtener esta imagen disminuyó considerablemente debido a que el área explorada es menor y por que el número de pixeles también se redujo.

Reduciendo aún más el área explorada hasta $(200 \times 200) \mu m^2$ se incrementó la resolución espacial del microscopio, la imagen obtenida se muestra en la Fig. (5.14e), el número de pixeles en la imagen se mantuvo en 200×200 , el tiempo requerido para adquirir ésta imagen disminuyó hasta 42 minutos y el contraste de las pistas aún continúa siendo distinguible.

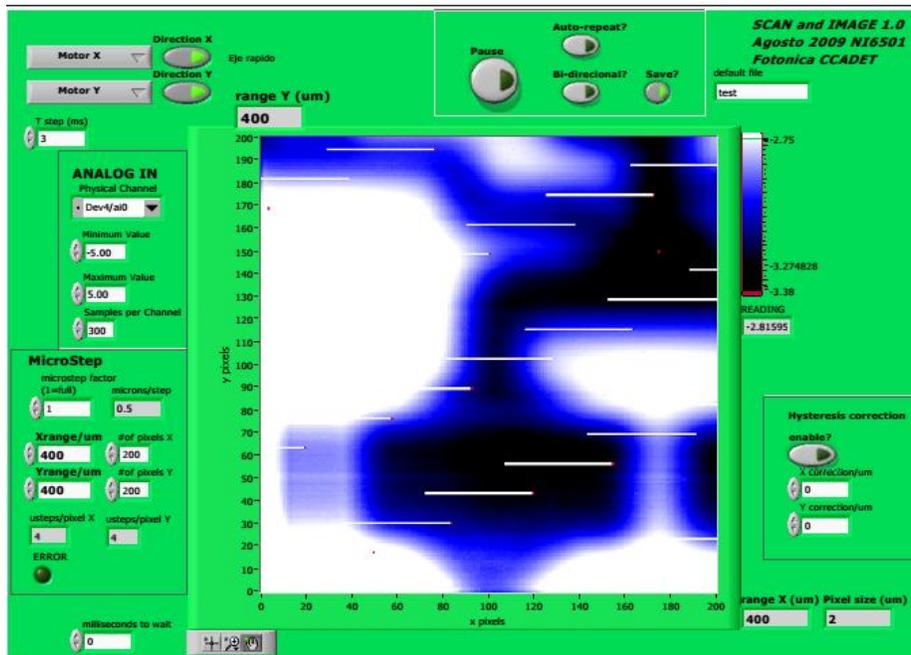


Figura 5.14d Imagen obtenida con μ -ondas. El área explorada es de $(400 \times 400) \mu m^2$, el número de pixeles en la imagen es de 200×200 . La construcción de esta imagen llevó 112.41 minutos. ($1.7 \mu m$ / pixel) en X; ($1.7 \mu m$ / pixel) en Y.

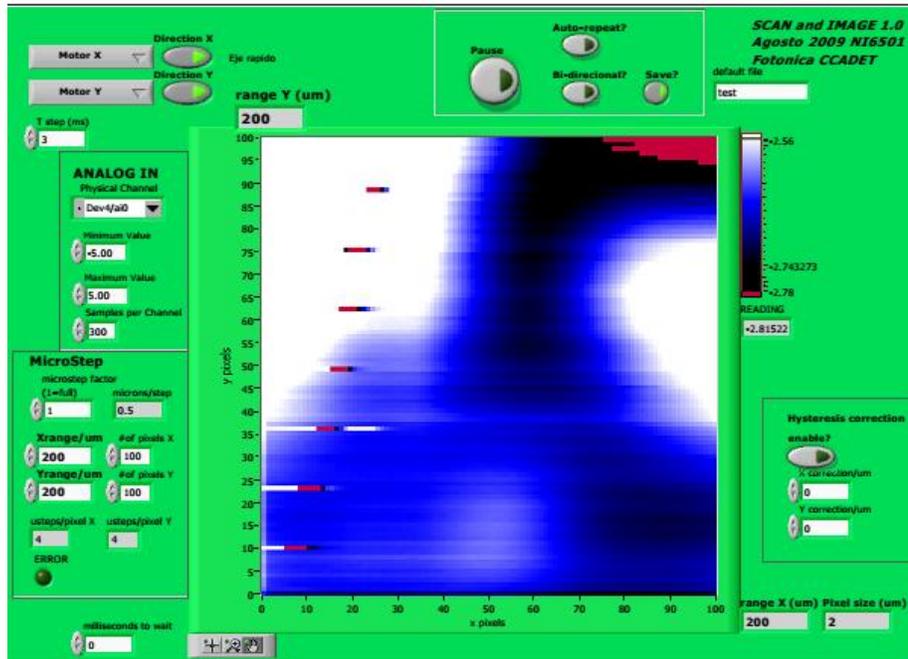


Figura 5.14e Imagen obtenida con μ -ondas. El área explorada es de $(200 \times 200) \mu\text{m}^2$, el número de pixeles en la imagen es de 100×100 . La construcción de esta imagen llevó 42 minutos. La resolución espacial es de $(1.2 \mu\text{m} / \text{pixel})$ en el eje X y de $(1.2 \mu\text{m} / \text{pixel})$ en el eje Y .

En la Fig. (5.14e) la resolución espacial alcanzada a la frecuencia de operación fue de aproximadamente $\lambda/760$ lo cual no cambia significativamente el resultado en comparación con lo obtenido en la imagen de la Fig. (5.4) en donde se utilizó el primer prototipo del microscopio.

La siguiente muestra metálica analizada fue un μ -sistema para producir THz depositado en un sustrato de vidrio, su imagen fue captada con un microscopio de fuerza atómica y se presenta en la Fig. (5.15). Está formado por dos líneas paralelas de cobre de $10 \mu\text{m}$ de ancho cada una, separadas entre sí aproximadamente $30 \mu\text{m}$, y con un espesor variable de las líneas de entre 100 y $200 \mu\text{m}$. Su geometría muestra dos electrodos que sobresalen de cada línea apuntándose frontalmente hacia el interior y separados entre si alrededor de $5 \mu\text{m}$. La importancia de la elección de ésta muestra está en sus dimensiones físicas, particularmente la región de estrechamiento de los electrodos, nuevamente para comprobar la resolución espacial del microscopio.

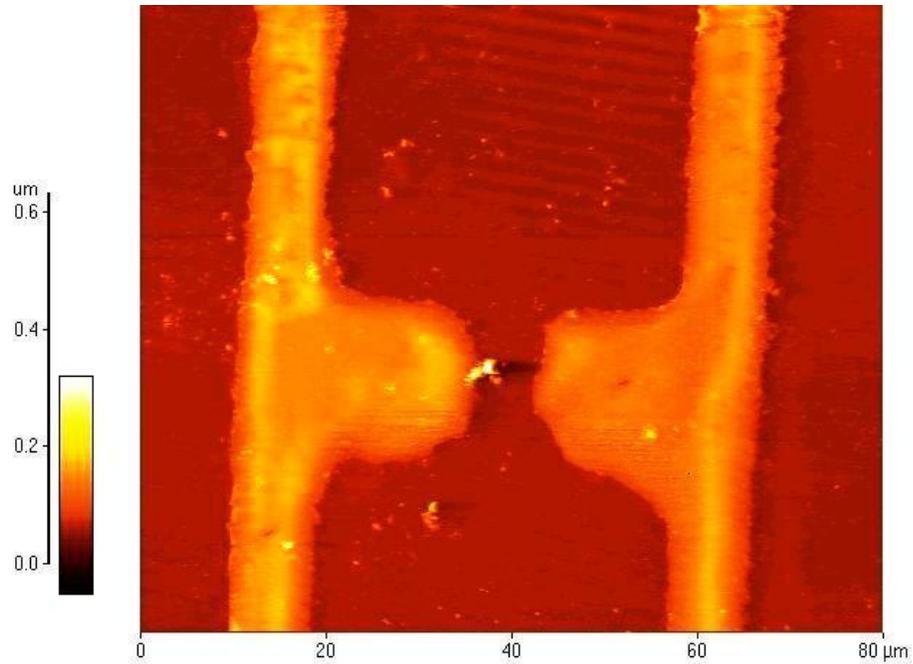


Figura 5.15 Microsistema para la generación de THz. La escala de calibración se observa en la parte inferior de la imagen. Cortesía: M. en I. Gaudencio Paz.

La imagen obtenida con μ -ondas se presenta en la Fig. (5.16), puede observarse claramente el contraste de la geometría de la muestra, así como la región de estrechamiento de los electrodos. La variación de la frecuencia de resonancia f_r cuando la SRP pasa del substrato al cobre fue de 2.1 MHz. Para ésta prueba se utilizó un analizador vectorial de red E5071C de Agilent, por ésta razón no aparecen las líneas blancas horizontales correspondientes al ruido de auto-calibración del anterior analizador vectorial de red. La resolución espacial alcanzada por el microscopio para esta prueba fue de $\lambda/10000$ incrementándose en un orden de magnitud. Las pruebas para continuar comprobando la resolución espacial fueron suspendidas debido a que no se contó con muestras metálicas con dimensiones más pequeñas calibradas, así mismo por la dificultad que representó la ubicación exacta del área de interés para su exploración bajo la SRP.

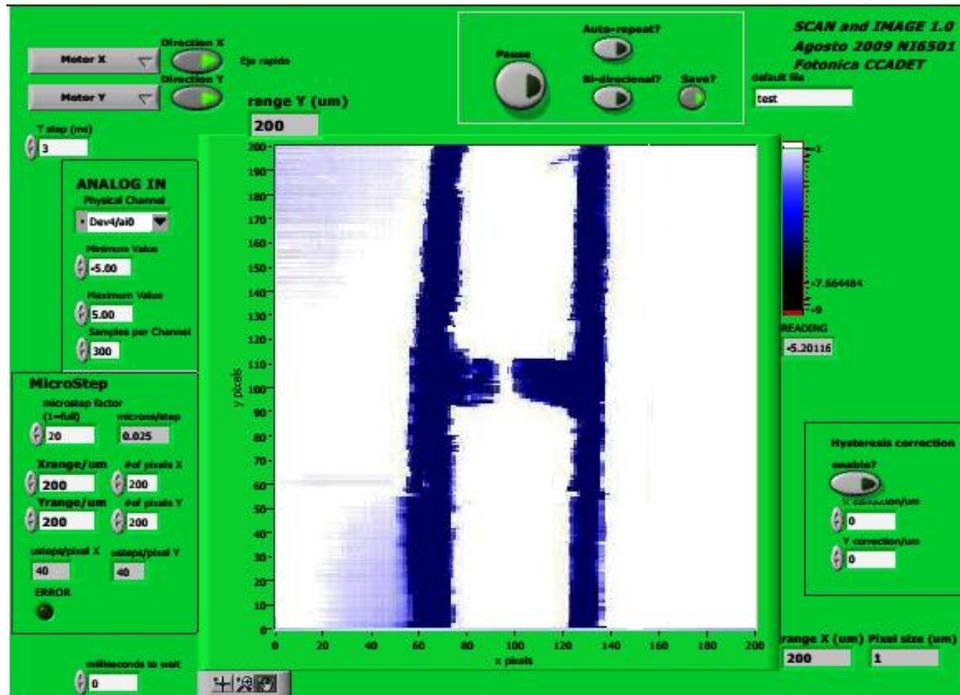


Figura 5.16 μ -circuito para generar THz. El área explorada es de $(200 \times 200) \mu m^2$, el número de píxeles en la imagen es de 200×200 , el tiempo requerido para obtener ésta imagen fue de 120 minutos y la resolución espacial fue de $1 \mu m$ en el eje X y $1 \mu m$ en el eje Y.

Si bien se pudo colocar la SRP a una altura mínima sobre la muestra observándola frontalmente con un microscopio, no se pudo tener una visión en perspectiva del área explorada ya que como la longitud que sobresale de la punta es tan pequeña de tan solo $100 \mu m$, el conductor externo del cable coaxial se convierte en una barrera visual para identificar una área de exploración muy pequeña sobre la muestra, y la única posibilidad para identificarla fue mediante prueba y error, lo cual incrementó significativamente el tiempo para adquirir una imagen. Sin embargo las muestras metálicas mostraron ser bastante adecuadas para demostrar la resolución espacial del microscopio.

5.2 Muestra biológica

Los resultados de las pruebas que se presentan a continuación aseguran la sensibilidad del microscopio para obtener mediante barrido imágenes de muestras biológicas. Las mediciones inician teniendo a la SRP en resonancia sin la presencia de la muestra a 7.403 GHz .

La muestra utilizada corresponde a un pedúnculo de abeto de Douglas (*Pseudotsuga menziesii*) mostrado en la Fig. (5.17a), el área de exploración se enmarca en color rojo sobre la fotografía que se obtuvo con un microscopio óptico convencional; en la Fig.

(5.17b) se muestra un abeto de Douglas. En la imagen puede verse que la muestra presenta ondulaciones, lo cual causó dificultad para mantener la SRP dentro del intervalo de altura crítico. Para mejorar la adherencia de la muestra al substrato, que en éste caso fue un portaobjetos de vidrio, se humedeció con agua, asegurando no sólo que la superficie de la muestra se aplanara sino que también presentara una respuesta mejor a las μ -ondas debido a la presencia del agua.

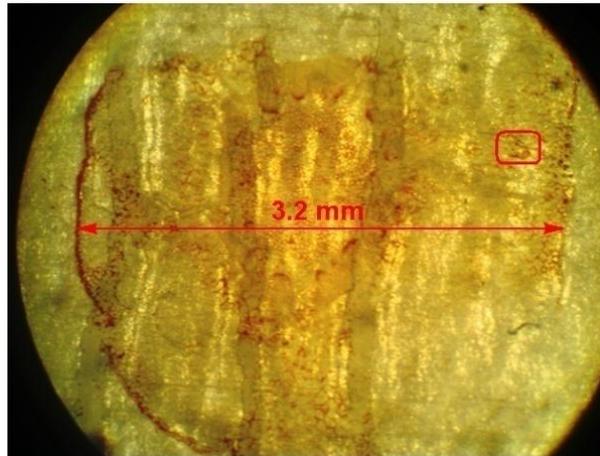


Figura 5.17.a Muestra biológica, pedúnculo de abeto de Douglas. En el cuadro de color rojo se observa el área de interés para su exploración. La imagen fue obtenida con un microscopio óptico convencional. Cortesía de los Drs. Naser Qureshi y D. Gernandt.



Figura 5.17b Abeto de Douglas http://es.wikipedia.org/wiki/Archivo:Pseudotsuga_menziesii

La imagen obtenida con μ -ondas de la muestra se presenta en la Fig. (5.18); hay presente un contraste que identifica una geometría, correspondiente a una estructura biológica de la muestra analizada aunque no se puede precisar con exactitud a que corresponde. Sin embargo, si se aprecia con claridad la sensibilidad del microscopio a éste tipo de muestra.

En comparación a las muestras metálicas analizadas anteriormente las variaciones de la señal reflejada fueron más débiles, implicando un factor de amplificación mayor en el sistema de procesamiento, esto trajo consigo una presencia mayor de ruido. Como se puede ver en la figura, las líneas horizontales escalonadas producidas por el analizador vectorial de red son más notorias, debido a que también éstas se amplificaron. Si se incrementa la resolución espacial, así como el número de pixeles de la imagen, entonces el avance de los motores se reduce significativamente y la presencia del ruido de recalibración se hace más frecuente impidiendo la obtención de buenos resultados; añadiendo además, que se trata de una muestra biológica deshidratada que presenta poca respuesta a las μ -ondas.

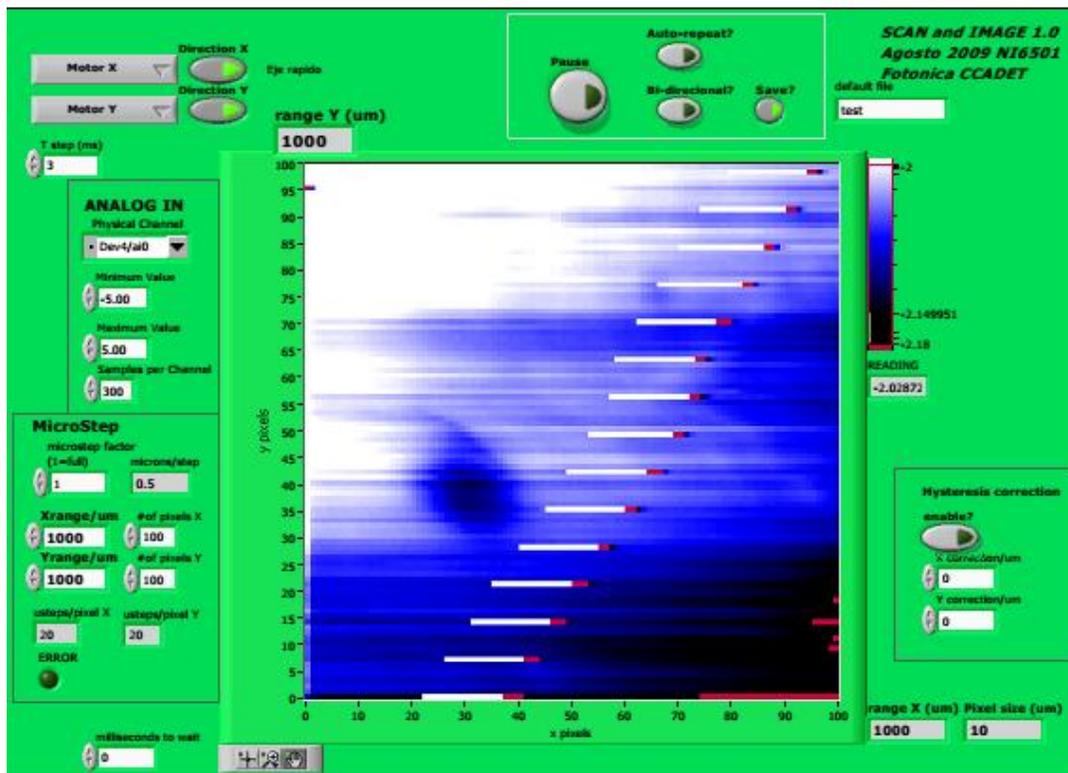


Figura 5.18 Muestra biológica, imagen obtenida con μ -ondas: El área explorada fue de 1 mm^2 , 100 pixeles en X y 100 pixeles en Y. La resolución espacial fue de $(10 \mu\text{m} / \text{pixel})$ en el eje X y $(10 \mu\text{m} / \text{pixel})$ en el eje Y. El tiempo requerido para la exploración fue de 90 minutos.

La exploración de muestras biológicas resulta ser de gran interés en el área de investigación; obtener imágenes con μ -ondas en donde se muestren sus propiedades particulares no sólo está relacionado con la sensibilidad de la sonda, sino también con el procesamiento de la señal, principalmente en la minimización del ruido.

5.3 Muestra semiconductor

Los semiconductores son elementos fundamentales para la elaboración de componentes electrónicos. La exploración de este tipo de materiales empleando μ -ondas para la adquisición de imágenes fue un objetivo importante de alcanzar con el microscopio desarrollado.

La muestra analizada se elaboró de manera sencilla al trazar una línea de 500 μm de ancho con un portaminas sobre un substrato cerámico de rugosidad fina para asegurar la adherencia del carbón. La imagen de la Fig. (5.19) es una fotografía obtenida con un microscopio convencional de la película granular de grafito trazada.

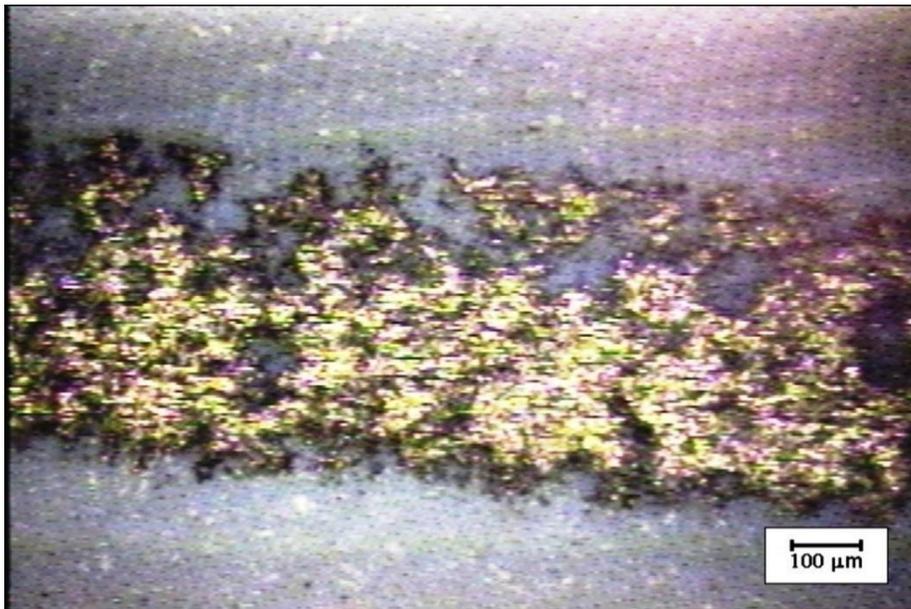


Figura 5.19 Línea de grafito trazada con un portaminas sobre un substrato cerámico de rugosidad fina, la imagen fue obtenida con un microscopio óptico convencional.

En la Fig. (5.20) se expone la imagen obtenida con μ -ondas, la cual contiene un contraste de geometrías elevado derivado de una interacción entre la SRP y el grafito muy intensa, ésta interacción condujo a un análisis más detallado: La variación de la frecuencia de resonancia f_r cuando la sonda pasa del grafito al substrato es de 10.92 MHz, mientras que

la variación de la eficiencia del factor de calidad^[4] $\eta Q = 1 - (Q_{load}/Q_{empty})$ por el mismo desplazamiento de la sonda es de 20.72%, estas variaciones justifican el contraste tan notorio mostrado para la muestra semiconductor. En la Fig. (5.21) se muestran las curvas de absorción obtenidas cuando la SRP se encuentra en vacío, interactuando con el substrato y con el grafito; en la Tabla 5.2 se muestran los datos obtenidos más importantes.

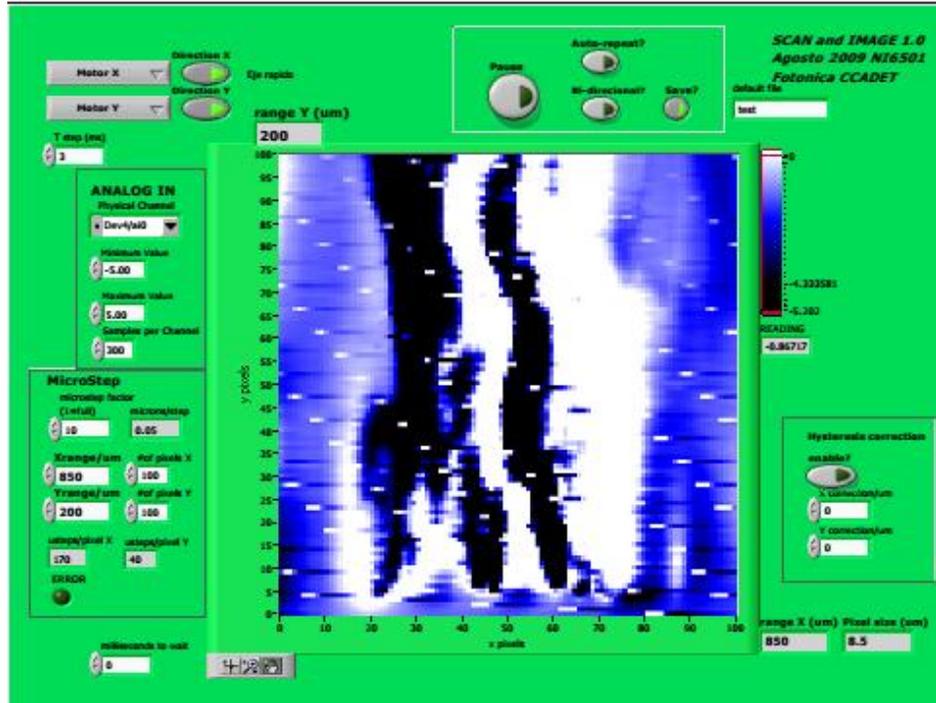


Figura 5.20 Imagen obtenida con μ -ondas de la película de grafito. El área explorada es de $(200 \times 850) \mu m^2$, la definición de la imagen es de 100×100 pixeles, el tiempo requerido para la obtención de la muestra fue de 630 minutos.

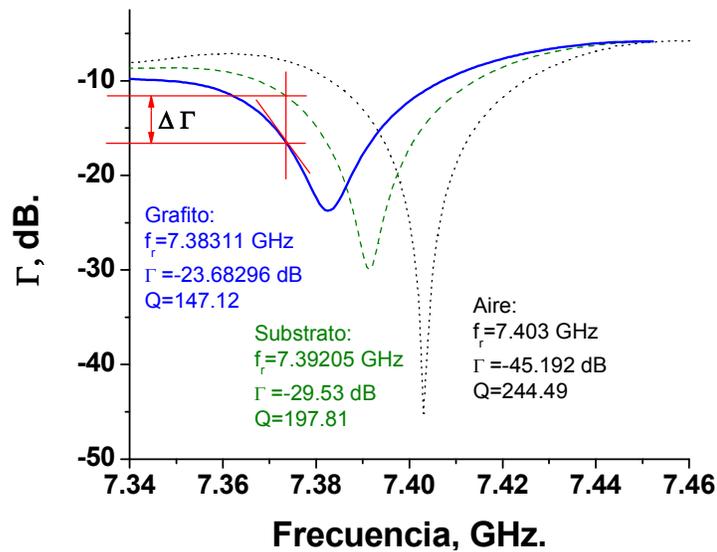


Figura 5.21 Curvas de absorción obtenidas experimentalmente que muestran las variaciones de la frecuencia de resonancia f_r y del coeficiente de reflexión Γ cuando la sonda se encuentra en vacío a una distancia muy grande, y sobre el substrato y sobre la película de grafito a una distancia de $0.25 \mu\text{m}$.

Tabla 5.2

Datos condensados de las mediciones realizadas con la muestra semiconductor.

	f_{r-fit} (GHz)	Q	$\eta Q, \%$
Aire	7.40329	244.49	-----
Substrato	7.39042	197.81	19.10
Grafito	7.3795	147.12	39.82

Hasta ahora se han presentado los resultados de las capacidades resolutive y sensitiva del microscopio de μ -ondas para cuatro muestras con materiales diferentes.

A continuación, para comprobar que el microscopio realizó mediciones confiables, los datos experimentales obtenidos se utilizaron para estimar la resistencia superficial ρ_s en un punto específico sobre una muestra seleccionada empleando el coeficiente de reflexión Γ obtenido experimentalmente y la Ec. (3.6) manteniendo la SRP en el intervalo crítico de operación.

5.4 Medición de la resistencia superficial

La muestra escogida fue la película grafito, debido a que en comparación con otras muestras produjo un cambio más grande en el factor de calidad Q de la SRP del microscopio.

En la Fig. (5.22a) se presenta la imagen obtenida con μ -ondas de la muestra semiconductor de grafito en el plano $X - Y$ así como los parámetros de exploración fijados en el programa, en la Fig. (5.22b) se indica el punto “A” seleccionado para medir la resistencia superficial, y en la Fig. (5.22c) se presenta una imagen tridimensional de la superficie de la muestra.

La distancia mínima que técnicamente se pudo alcanzar con el sistema de desplazamiento en el eje Z para obtener la imagen de μ -ondas y medir la resistencia superficial fue $0.25 \mu\text{m}$.

El procedimiento se describe a continuación: El coeficiente de reflexión complejo entre el extremo opuesto de la SRP y la línea de alimentación $\Gamma = 50.0 - 6.414i$ obtenido experimentalmente con el analizador vectorial de red a una altura de $0.25 \mu\text{m}$ sobre el punto A de la Fig. (5.22b) es substituido en la Ec. (3.6), así como el espesor de la película de grafito $0.270 \mu\text{m}$, la constante dieléctrica efectiva de la línea de transmisión $e_{eff} = 3.147$, la constante de propagación compleja de la línea de transmisión $h = 274.5 - 0.02741i$, el número de modos de propagación $n = 1$, y considerando que todo el sistema está acoplado con una impedancia característica Z_0 de 50Ω , se obtiene que la resistencia superficial del grafito es $\rho_{S-grafito} = 14.1621 \times 10^{-6} \Omega/m$, éste resultado es bastante próximo a $14.286 \times 10^{-6} \Omega/m$ que reporta la literatura^[29].

El procedimiento podría extenderse no sólo a un punto en particular, sino a toda una superficie de interés desarrollando un algoritmo de estimación basado en la Ec. (3.6), y conforme la sonda explora punto a punto convertir los datos del coeficiente de reflexión Γ recolectado en un mapa de resistencia superficial de una muestra particular.

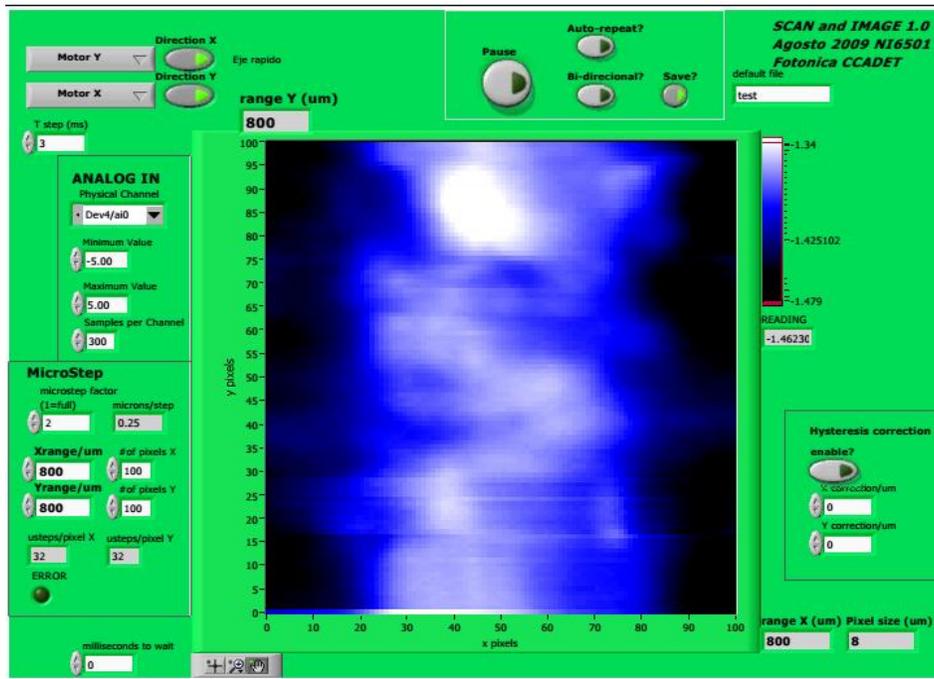


Figura 5.22a Imagen obtenida con μ -ondas, grafito sobre material cerámico, el área explorada es de $(800 \times 800) \mu m^2$, la definición es de 100×100 pixeles, el tiempo requerido para obtener la imagen fue de 260 minutos.

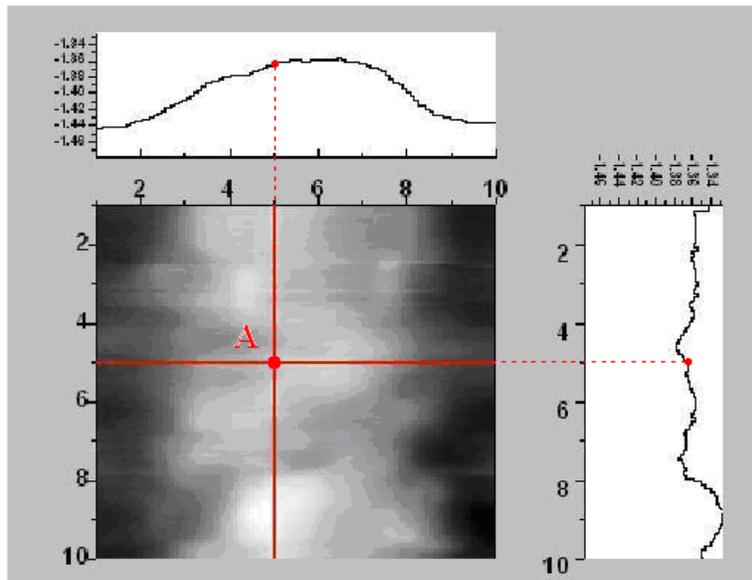


Figura 5.22b Perfiles del punto A donde fue realizada la medición de la resistencia superficial $\rho_{s-grafito}$

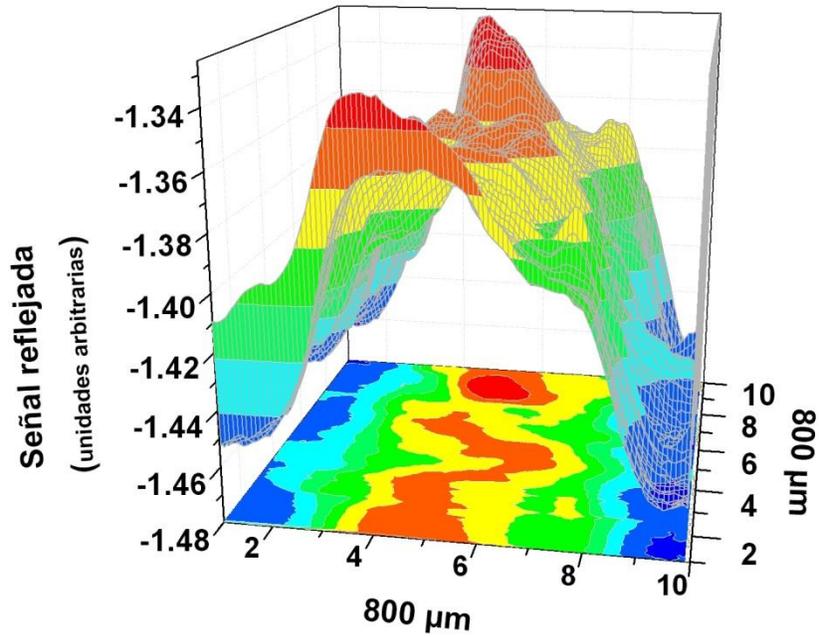


Figura 5.22c Relieve de la imagen obtenida con μ -ondas de la muestra de grafito.

Con los resultados presentados se demuestra la funcionalidad del microscopio de μ -ondas desarrollado para obtener imágenes de la morfología superficial de diferentes tipos de muestras, así como la medición de la resistencia superficial, quedando cubierto el objetivo principal de este trabajo.

6. Conclusiones

El microscopio de microondas construido logró obtener una resolución espacial de $\lambda/10000$ es decir $5 \mu\text{m}$, se lograron obtener imágenes de la morfología superficial de diferentes tipos de muestras y pudo medirse también la resistencia superficial ρ_S en un punto particular sobre una película de grafito con una buena precisión. Las mediciones realizadas reportan que si la separación entre la sonda y la muestra se conservan dentro del intervalo de 0 a $0.5 \mu\text{m}$, entonces los resultados serán apropiados para obtener la resolución espacial máxima del microscopio.

La mayor contribución de este trabajo fue la medición de la resistencia superficial ρ_S a través de las mediciones experimentales y del modelo matemático desarrollado, mostrando una precisión bastante aceptable que concuerda con lo reportado en la literatura. De este desarrollo se envió para su publicación el artículo titulado: “*Graphite Thin Film Characterization Using A Simplified Resonant Near Field Scanning Microwave Microscope*” el cual fue aceptado para su publicación en la **Revista Mexicana de Física**.

La consistencia del modelo matemático desarrollado que estima teóricamente el coeficiente de reflexión Γ pudo comprobarse a través de las gráficas obtenidas en las que se varió de manera independiente tanto la impedancia de la sonda Z_P , como la resistencia superficial ρ_S y el espesor de la muestra t_S , manteniendo constantes las demás variables.

Los resultados de dicho análisis permiten estimar teóricamente que la sonda-resonador-punta SRP alcanza la curva de absorción máxima en 52Ω en vacío es decir sin la influencia de la muestra, implicando que está en resonancia y se encuentra acoplada también al sistema de medición.

Así mismo, de acuerdo a la variación teórica estimada de la resistencia superficial ρ_S utilizando de igual modo el modelo teórico desarrollado, puede concluirse que la máxima sensibilidad del microscopio se encuentra en el intervalo que va de $(10 - 100) \mu\Omega$.

Finalmente, variando teóricamente el espesor de la muestra t_S , se encuentra que la curva de la respuesta de Γ crece muy rápido en el intervalo que va de $(200 - 900) \text{nm}$, implicando que se incrementa la reflexión desacoplando el sistema hasta estabilizarse en los -4dB aproximadamente, lo cual sucede con un espesor de la muestra de 900nm .

A partir de estos datos puede decirse que el microscopio se sintoniza teóricamente en 52Ω , su máxima sensibilidad teórica a la resistencia superficial ρ_S está en el intervalo de $(10 - 100) \mu\Omega$ y los espesores de la muestra t_S que se analicen darán buenos resultados si estos se consideran en un intervalo que va de $(200 - 900) \text{nm}$.

Relativo a la metodología de medición, la contribución realizada consistió en que pueden hacerse estimaciones de la resistencia superficial ρ_s de una muestra con buena precisión a través del empleo del coeficiente de reflexión Γ obtenido experimentalmente con el analizador vectorial de red y del modelo matemático desarrollado.

En cuanto a la facilidad para medir tanto la señal reflejada Γ , como los cambios de la frecuencia de resonancia f_r , las μ -ondas en el orden de 7.5 GHz mostraron ser una señal de excitación bastante apropiada. Además de que la respuesta observada al interactuar con las muestras permitió la construcción de las imágenes. La longitud resultante del resonador a la frecuencia indicada pudo manufacturarse y adaptarse al microscopio muy fácilmente.

Dentro de las principales aportaciones realizadas para mejorar el funcionamiento del microscopio podemos destacar cuatro: 1) El diseño simple para sintonizar rápidamente la frecuencia de resonancia; 2) la manufactura de resonadores coaxiales terminados en punta con factores de calidad Q sensibles a las propiedades de la muestra, de bajo costo cuya construcción resulta rápida, sencilla, son reutilizables y de fácil incorporación al microscopio; 3) la incorporación del sistema de desplazamiento en el plano $X - Y$ con resolución de avance lineal de 10 nm de muy alta repetibilidad; y 4) un control de distancia óptico muy simple.

Todas las mediciones llevadas a cabo fueron no invasivas manteniendo inalterada al menos la morfología superficial.

Los circuitos electrónicos para polarizar y amplificar las señales de los motores para el desplazamiento de las platinas mostraron gran estabilidad y repetitividad durante cientos de mediciones realizadas. La instrumentación que operó simultáneamente con el microscopio dio buenos resultados, sin embargo para mediciones con resolución espacial o sensibilidad muy elevadas en muestras no conductoras, los problemas de ruido se vuelven críticos, influyendo significativamente el ruido eléctrico permanente del avance de los motores, así como el que no se de un aterrizaje eléctrico apropiado a todo el sistema, los problemas de vibración del piso, pero sobre todo, dependerá de la fuente de generación de la señal. En éste experimento el analizador vectorial de red VNA mostró ser un equipo indispensable pero al mismo tiempo una fuente de ruido muy grande, debido a que su auto-calibración, que se da cada 3 minutos, añadía una gran cantidad de ruido.

La posibilidad de incorporar la microscopía de μ -ondas como una técnica de análisis de diferentes tipos de muestras es factible. Si se desea continuar con las mejoras del microscopio se tiene que automatizar el control de la distancia entre la punta de exploración y la muestra, se tiene que emigrar hacia la construcción de micro resonadores impresos, se tiene que mejorar la técnica de calibración, así mismo se tiene que desarrollar un algoritmo automatizado para construir imágenes que representen ahora mapas completos de resistencia superficial o de alguna variable de interés a través de nuevos modelos

matemáticos. Por otra parte y para finalizar, si el maquinado de las piezas del microscopio se desarrolla con técnicas de CNC el desplazamiento del sistema mejorará aún más.

7. Referencias

- [1] B. T. Rosner and D. W. van der Weide, *High-frequency near-field microscopy*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 73, No. 7, July 2002.
- [2] S. M. Anlage, V. V. Talanov, and A. R. Schwartz, *Principles of Near Field Microwave Microscopy*, pp. 215-171.
- [3] K. Lee, H. Melikyan, A. Babajanyan and B. Friedman, *Near-Field Microwave Microscopy for Nanoscience and Nanotechnology*. Scanning Probe Microscopy in Nanoscience and Nanotechnology 2, NanoScience and Technology 2011, pp135-171, Springer Berlin Heilderlbg.
- [4] M. Mehdizadeh, *Microwave/RF applicators and probes*, William Andrew, Elsevier, G. B., 2010.
- [5] P. N. Minh, O. Takahito and E. Masayoshi; *Fabrication of Silicon Microprobes for Optical Near-Field Applications*, CRC Press 202, USA.
- [6] R. A. Kleismit, M. Kazimierczuk and G. Kozlowski, *Sensitivity and Resolution of Evanescent Microwave Microscope*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 54, No. 2, February 2006.
- [7] M. Tabib-Azar, P. S. Pathak, G. Ponchak and S. LeClair, *Nondestructive superresolution imaging of defects and nonuniformities in metals, semiconductors, dielectrics, composites, and plants using evanescent microwaves*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 70, No. 6, June 1999.
- [8] M. Tabib-Azar, N. S. Shoemaker and S. Harris, *Non-destructive characterization of materials by evanescent microwaves*, Meas. Sci. Technol. 4 (1993) 583-590. Printed in the UK.
- [9] M. Tabib-Azar and D. Akinwande, *Real-time imaging of semiconductor space-charge regions using high-spatial resolution evanescent microwave microscope*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 171, No. 3, March 2000.
- [10] A. Tselev, S. M. Anlage, Z. Ma and J. Melngailis, *Broadband dielectric microwave microscopy on micron length scales*, Rev. Sci. Instrum. 78, 044701 (2007).

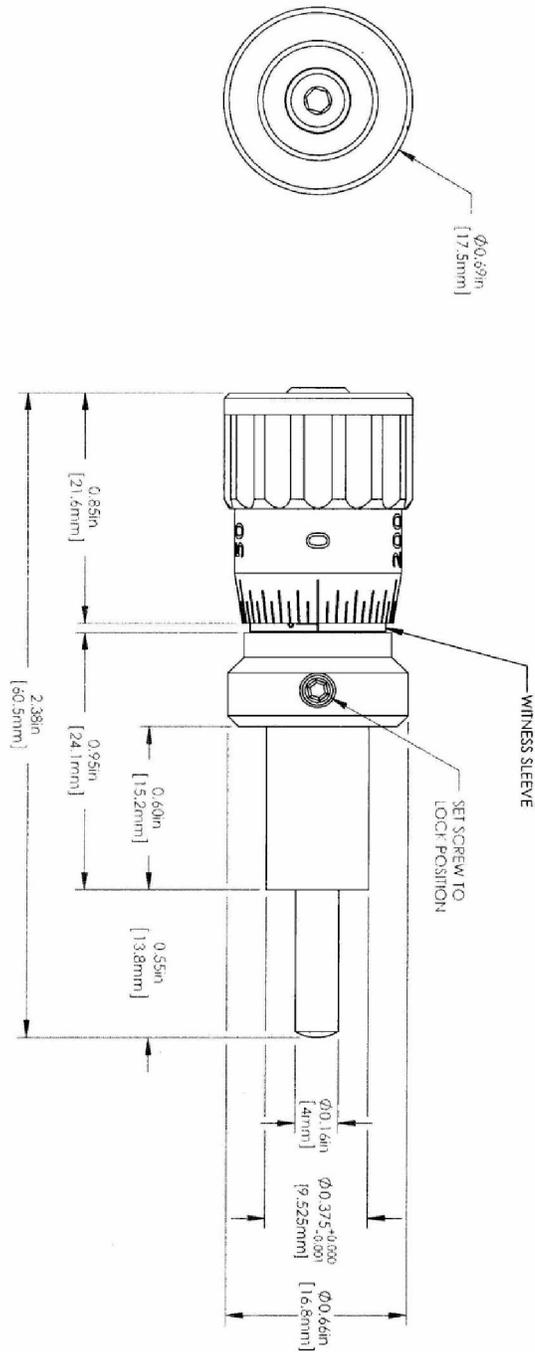
- [11] P. J. Petersan and S. M. Anlage, *Measurement of resonant frequency and quality factor of microwave resonators: Comparison of methods*, J. Appl. Phys., Vol. 84, No. 6, 15 September 1998.
- [12] A. Imtiaz, M. Pollak, S. M. Anlage, J. D. Barry and J. Melngailis, *Near-Field Microwave Microscopy on nanometer length scales*. J. Appl. Phys., Vol. 97, No 4, Feb 2005.
- [13] J. Kim and K. Lee, *Near-field scanning microwave microscope using a dielectric resonator*, Appl. Phys. Lett., Vol. 83, No. 5, 4 August 2003.
- [14] J. Kim, M. S. Kim, K. Lee, J. Lee, D. Cha and B. Friedman, *Development of a near-field scanning microwave microscope using a tunable resonance cavity for high resolution*, Meas. Sci. Technol. 14 (2003) 7-12.
- [15] C. Gao and X. -D. Xiang, *Quantitative microwave near-field microscopy of dielectric properties*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 69, No. 11, November 1998
- [16] M. Abu-Teir, M. Golosovsky, and D. Davidov, *Near-field scanning microwave probe based on dielectric resonator*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 72, No. 4, April 2001.
- [17] S. M. Anlage, D. E. Steinhauer, B. J. Feenstra, C. P. Vlahacos and F. C. Wellstood, *Near-field Microwave Microscopy of Materials Properties*, Microwave Superconductivity, edited by H. Weinstock and M. Nisenoff, (Kluwer, Amsterdam, 2001), pp. 239-269.
- [18] C. P. Vlahacos, D. E. Steinhauer, S. K. Dutta, B. J. Feenstra, S. M. Anlage and F. C. Wellstood, *Quantitative topographic imaging using a near-field scanning microwave microscopy*, Appl. Phys. Lett., Vol. 72, No. 14, 6 April 1998.
- [19] S-C. Lee, C. P. Vlahacos, B. J. Feenstra, A Schwartz, D. E. Steinhauer, F. C. Wellstood and S. M. Anlage, *Magnetic permeability imaging of metals with a scanning near-field microwave microscopy*, Appl. Phys. Lett., Vol. 77, No. 26, 25 December 2000.
- [20] D. E. Steinhauer, C. P. Vlahacos, S. K. Dutta, B. J. Feenstra, F. C. Wellstood and S. M. Anlage, *Quantitative imaging of sheet resistance with a scanning near-field microwave microscope*, Appl. Phys. Lett., Vol. 72, No. 7, 16 February 1998.
- [21] Atif Imtiaz, S. M. Anlage, J. D. Barry and J. Melngailis, *Nanometer-scale material contrast imaging with a near-field microwave microscope*, Appl. Phys. Lett. 90, 143106 (2007).

- [22] C. P. Vlahacos, R. C. Black, S. M. Anlage, A. Amar and F. C. Wellstood, *Near-field scanning microwave microscope with 100 μm resolution*, Appl. Phys. Lett., 69 (21), 18 November 1996.
- [23] T. Wei, X. D. Xiang, W. G. Wallace-Freedman and P. G. Schultz, *Scanning tip microwave near-field microscope*, Appl. Phys. Lett. 68 (24), 10 June 1996.
- [24] D. W. van der Weide, *Localized picosecond resolution with a near-field microwave/canning-force microscope*, Appl. Phys. Lett., 1997.
- [25] F. Sakran, A. Copty, M. Golosovsky, N. Bontemps, D. Davidow and A. Frenkel, *Electron spin resonance microscopic surface imaging using a microwave scanning probe*, Appl. Phys. Lett., Vol. 82, No. 9, 3 March 2003.
- [26] K. Lee, H. Melikyan, A. Babajanyan, T. Sargsyan, J. Kim, S. Kim and Barry Friedman, *Visualization of magnetic domains by near-field scanning microwave microscope*, Ultramicroscopy 109 (2009) 889-893.
- [27] M. Tabib-Azar, D. P. Su, A. Pohar, S. R. LeClair and G. Ponchak, *0.4 μm spatial resolution with 1 GHz ($\lambda=30\text{cm}$) evanescent microwave probe*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 70, No. 3, march 1999.
- [28] N. Qureshi, O. Kolokoltsev, R. Ortega-Martinez, C. L. Ordoñez-Romero, and J. M. Saniger, *Nanopositioning for Polarimetric Characterization*, J. Nanosci. Nanotechnol, 8 (2008) 6466.
- [29] D. M. Pozar, *Microwave Engineering*, third edition, John Wiley&Sons, USA, 2005.
- [30] V. V. Talanov, L. V. Mercaldo and S. M, Anlage, *Measurement of the absolute penetration depth and surface resistance of superconductors and normal metals with the variable spacing parallel plate resonator*, Rev. Sci. Instrum., Vol. 71, No 5, pp. 2136-2146, May. 2000.
- [31] M. Park, H. Yoo, H. Yoo, S. Na, S. Kim, K. Lee, B. Friedman, E. Lim and M. Iwamoto, *Phase transition of copper (II) phthalocyanine thin films characterized by a near-field scanning microwave microscope*, Thin Solid Films 499 (2006) 318-321.
- [32] R. C. Hansen and W. T. Pawlewicz, *Effective Conductivity and Microwave Reflectivity of Thin Metallic Films*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques Vol. 30. No. 11, November 1982.

- [33] Y. Poo, R. Wu, X. Fan and J. Q. Xiao, *Measurement, of ac conductivity of gold nanofilms at microwave frequencies*, Rev. Sci. Instrum. 81, 064701, 2010.
- [34] Y. Ju, K. Inoue, M. Saka and H. Abé, *Contactless measurement of electrical conductivity of semiconductor wafers using the reflection of millimeter waves*, Appl. Phys. Lett., Vol. 81, No, 19, 4 November 2002.
- [35] D. I. Mircea and T. W. Clinton, *Near-field microwave probe for local ferromagnetic resonance characterization*, Appl. Phys. Lett. 90, 142504 (2207).
- [36] A. Babajanyan, K. Lee, E. Lim, T. Manaka, M. Iwamoto and B. Friedman, *Investigation of space charge at pentacene/metal interfaces by near-field scanning microwave microscope*, Appl. Phys. Lett., 90, 182104 (2007)
- [37] A. S. Thanawalla, B. J. Feenstra, W. Hu, D. E. Steinhauer, S. K. Dutta, S. M. Alange and F. C. Wellstood, *Frequency Following Imaging of Electric Fields from Resonant Superconducting Devices using a Scanning Near-Field Microwave Microscope*, IEEE transactions on applied Superconductivity, Vol. 9, No. 2, June 1999.
- [38] M. Tabib-Azar and Y. Wang, *Design and Fabrication of Scanning Near-Field Microwave Probes Compatible With Atomic Force Microscopy to Image Embedded Nanostructures*, IEEE Transactions on Microwave Theory and Techniques, Vol. 52, No. 3, March 2004.
- [39] C.A. Paulson and D.W. Van Der Weide, *Near-Field High-Frequency Probing*, Scanning Probe Microscopy, Part I, 2007, pp 315-345, Springer, New York.
- [40] L. Novotny, *The History of Near-Field Optics*, Progress in Optics 50, E. Wolf (ed), chapter 5, p.137-184, Elsevier, Amsterdam, The Netherlands, 2007.
- [41] V. Meunier and P. Lambin, *Theory of Scanning Probe Microscopy*, Scanning Probe Microscopy, Part II, 2007, pp 455-479, Springer, New York.
- [42] J. Hoffmann, M. Wollensack, M. Zeier, J. Niegemann, H.- P. Huber and F. Kienberger, *A Calibration Algorithm for Nearfield Scanning Microwave Microscopes*, 2012 12th IEEE International Conference on Nanotechnology (IEEE- NANO), The International Conference Centre Birmingham, 20-23 August 20112, Binmingham, United Kingdom.

8. Apéndices

Apéndice A Tornillo micrométrico, 250 µm por revolución



NOTE:
KNOB ENGRAVED FOR 250µm PER REVOLUTION
SLEEVE IS ENGRAVED TO 10.5mm

FOR INFORMATION ONLY
NOT FOR MANUFACTURING PURPOSES

DRAWING PROJECTION  

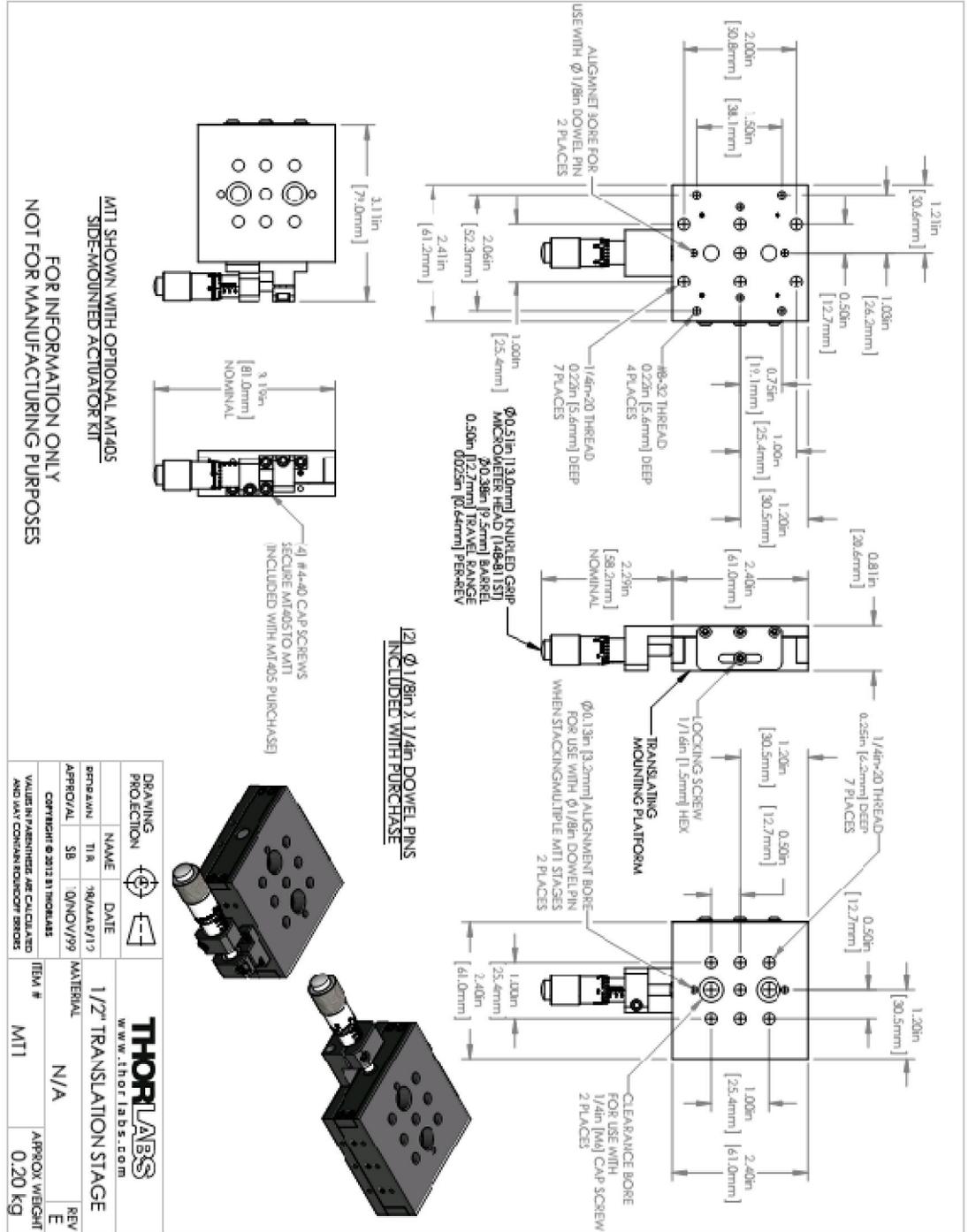
THORLABS
www.thorlabs.com

NAME DATE 0-10mm MICROMETER HEAD
 REDRAWN GA 22/MAY/12
 APPROVAL AC 05/MAY/00 MATERIAL N/A

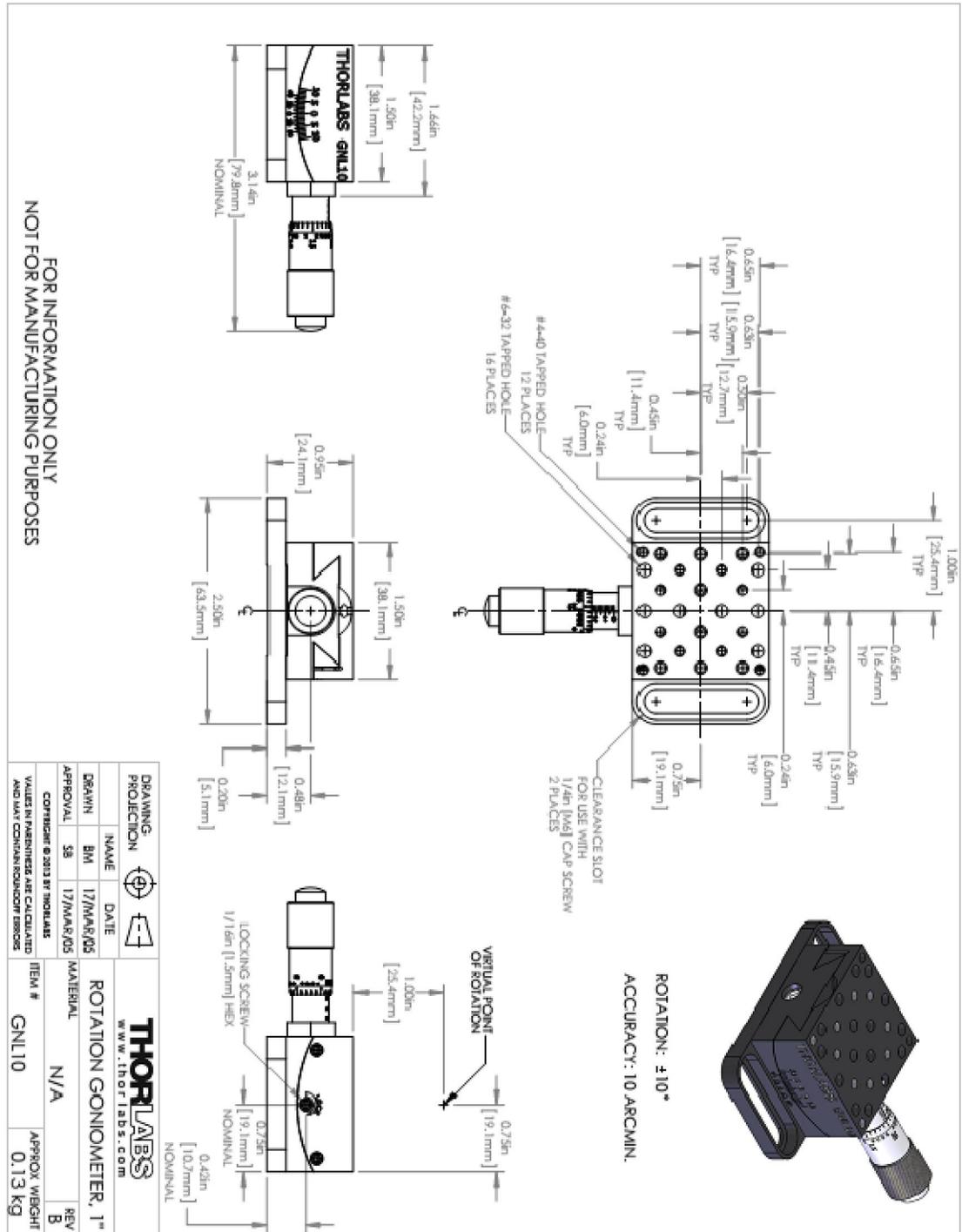
COPYRIGHT © 2012 BY THORLABS ITEM # 146-200 APPROX WEIGHT
 VALUES IN PARENTHESES ARE CALCULATED AND MAY CONTAIN ROUND-OFF ERRORS 0.05 kg

REV
C

Apéndice B Platina de desplazamiento lineal THORLABS MT1



Apéndice C Platina de nivelación angular horizontal X – Y THORLABS GNL10



Apéndice D Motor ZSS 25.500.0.6

ZSS 19 to 56

2-Phase Hybrid Stepper Motor

ZSS Precision Stepper Motors

The proven series of ZSS two-phase hybrid stepper motors come into operation in many different application ranges: mechanical engineering, positioning and handling, food and packaging, etc.

The holding torques amount from 3.8 to 700 mNm.

The ZSS stepper motor's standard number of steps/rev. is 200, depending on the motor size 8, 24, 56, 72 or 500 steps/rev. are available.

When installed appropriately and wired correctly, the ZSS stepper motors contribute to fulfill the EMC requirements of the entire system.

Overview: Extensions

- Stepper motor
- Geared stepper motor
 - GPL low-backlash planetary gears
 - PLG planetary gears ¹⁾
 - HD Harmonic Drive gears ¹⁾
 - GSR worm gears ¹⁾
- Stepper motor with motor brake ¹⁾
Permanent magnet brake for 24V_{DC} supply voltage
- Stepper motor with encoder ¹⁾
Standard resolution 500 lines
3-channel optical incremental encoder

¹⁾ Separate data sheets being prepared.

Types / Mechanical Characteristics

Size	Type	Number of steps					Standard windings - A	Holding torque mNm	Detent torque mNm	Rotor mass inertia 10 ⁻⁴ kg m ²	Permissible bearing load		Weight kg	Electrical connection		
		8	24	56	72	200					500	axial		radial	Free wire ends	Protective cover
19	ZSS 19	<input type="checkbox"/>	0.3 / 0.6 / 1.2	3.8	0.9	0.0009	3	3	0.04	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 20	<input type="checkbox"/>	0.3 / 0.6 / 1.2	5	1	0.0016	3	3	0.065	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
25	ZSS 25	<input type="checkbox"/>	0.3 / 0.6 / 1.2	13	2	0.0025	5	5	0.07	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 26	<input type="checkbox"/>	0.3 / 0.6 / 1.2	25	2.2	0.006	5	5	0.11	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
32	ZSS 32	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	50	3	0.01	5	15	0.15	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 33	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	75	3.3	0.018	5	15	0.23	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
42	ZSS 41	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	100	4	0.025	20	40	0.26	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 41/1	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	100	4	0.025	20	40	0.26	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 42	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	140	5	0.045	20	40	0.32	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 42/1	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	140	5	0.045	20	40	0.32	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 43	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	260	7	0.077	20	40	0.47	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
52	ZSS 43/1	<input type="checkbox"/>	0.6 / 1.2 / 2.5	260	7	0.077	20	40	0.47	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 52	<input type="checkbox"/>	1.2 / 2.5	450	13	0.15	25	70	0.65	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
56	ZSS 56	<input type="checkbox"/>	1.2 / 2.5	500	30	0.17	40	80	0.7	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					
	ZSS 57	<input type="checkbox"/>	1.2 / 2.5	700	50	0.24	40	80	0.9	<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>					

²⁾ ZSS 41/1, 42/1, 43/1, 52, 56, 57.
Terminal plate with earthing screw

³⁾ Bipolar mode

⁴⁾ red = popular types

standard optional

photron



Technical Information

- 2-phase hybrid stepper motors
- Standard number of steps 200 / step angle 1,8°
- Special numbers of steps depending on the motor size: 8, 24, 56, 72 or 500
- Standard type: 8-leads
 - Wiring as 4-lead stepper motor for bipolar control mode with parallel or in series connected windings
 - Wiring as 5- or 6-lead stepper motor for unipolar control mode
- Holding torques from 3.8 to 700 mNm
- Protection mode
 - IP 40 for ZSS with free wire ends
 - IP 50 for ZSS with protective cover
- Permiss. surface temperature -20 to +120 °C
- Design voltage
 - 42 V for ZSS 19 – 33, 41, 42, 43
 - 100 V für ZSS 41/1, 42/1, 43/1, 52 – 57 (with earthing screw)
- Insulation class F acc. to VDE 0530
- Test voltage
 - ZSS 19 – 52: 700 V (1 min)
 - ZSS 56 – 57: 1500 V (1 min)
- Optional:
 - 2nd shaft (IP 40)
 - 4-, 5- or 6-lead stepper motor wiring
- On request:
 - Cable output radial or flange side
 - Customized shaft design
 - Special windings

ultron Stepper Motors

customized solutions in motion

Electrical Connection / Connection Types / Allowable Phase Current

Electrical Connection

Type ZSS phytron stepper motors are 8-lead versions.

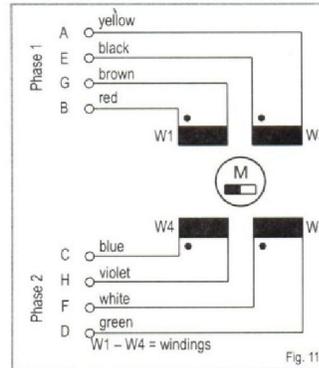
The motors can be used with unipolar or bipolar control mode, as the windings can be differently connected.

5-lead or 6-lead connection is applicable for the unipolar control mode.

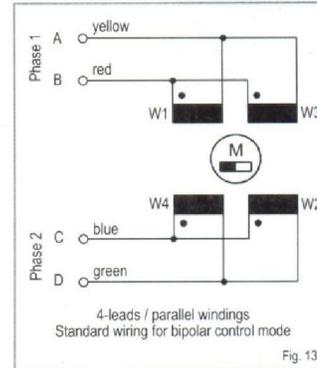
In the bipolar control mode, 4-lead motor wiring is required, windings connected in parallel or in series.

The information in the ZSS motor connection leaflet (delivered with each motor) must be regarded when wiring the motor in order to provide for EMC compliant wiring. The motor connection leaflets are also available by download from the phytron homepage.

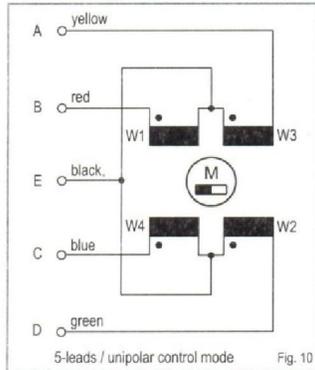
Stepper Motor ZSS with Free Wire Ends



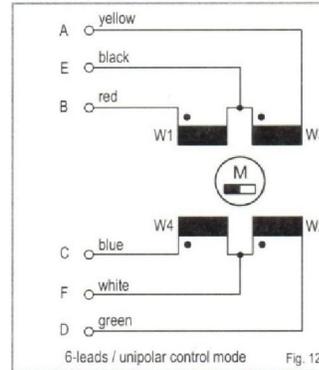
Connection Type 4-leads / parallel



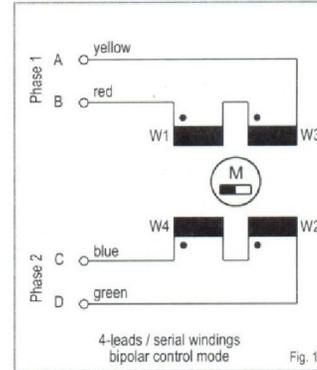
Connection Type 5-leads



Connection Type 6-leads



Connection Type 4-leads / serial



Phase Currents

For ZSS phytron stepper motors, the rated current [A] per motor phase is printed on the rating plate. The last digits of the motor's type number define the rated current.

Example: ZSS 32.200.1,2

The **rated current** is defined for full step operation, at bipolar control mode, with parallel connected motor windings.

According to the connection mode, the motor windings receive different currents. Therefore, for identical power dissipation in the motor, the allowable **phase current** is determined by the connection mode. For short time, double current overload is acceptable.

Control mode	Bipolar control mode Full step operation		Unipolar control mode Full step operation	
	4-leads parallel windings standard wiring for bipolar control mode	4-leads serial windings	5-leads	6-leads
Motor connection				
Allowable phase current for identical power dissipation	Rated current	Rated current x 0.5	Rated current x 0.707	Rated current x 0.707

Apéndice E NI-USB-6501



Technical Sales

(866) 531-6285
orders@ni.com

[Requirements and Compatibility](#) | [Ordering Information](#) | [Detailed Specifications](#) | [Pinouts/Front Panel Connections](#)

For user manuals and dimensional drawings, visit the product page resources tab on ni.com.

Last Revised: 2012-10-23 10:17:31.0

NI USB-6501

Low-Cost USB Digital I/O Device



- Small, portable digital I/O device
- 24 digital I/O lines, one 32-bit counter
- Overvoltage protection, 8.5 mA current drive
- Full-speed USB (12 Mbit/s) bus interface
- Built-in screw terminals with removable connectors for easier connectivity
- OEM version available with 34-pin IDC mass termination connectivity

Overview

The NI USB-6501 is a portable digital I/O device that provides reliable data acquisition and control at a low price. With plug-and-play USB connectivity, the USB-6501 is simple enough for home/academic applications but robust and versatile enough for laboratory/industrial applications. The board-only version is ideal for embedded OEM applications.

[Back to Top](#)

Requirements and Compatibility

OS Information

Linux®
Mac OS X
Windows 2000/XP
Windows 7
Windows Vista x64/x86

Driver Information

NI-DAQmx

Software Compatibility

ANSI C
LabVIEW
LabWindows/CVI
Measurement Studio
Visual Basic
Visual Studio
Visual Studio .NET

[Back to Top](#)

Comparison Tables

Product	Bus	Digital I/O Lines	Counters	Current Drive	Logic Level	Industrial Feature Set
NI 6501	USB	24	1	8.5 mA	5 V TTL/CMOS	No

[Back to Top](#)

Apéndice F DAC-AD7528

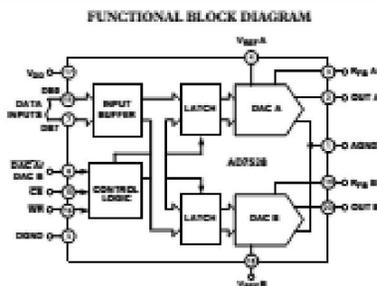


CMOS Dual 8-Bit Buffered Multiplying DAC

AD7528

FEATURES
On-Chip Latches for Both DACs
+5 V to +15 V Operation
DACs Matched to 1%
Four Quadrant Multiplication
TTL/CMOS Compatible
Latch Free (Protection Schottkys not Required)

APPLICATIONS
Digital Control of:
Gain/Attenuation
Filter Parameters
Stereo Audio Circuits
X-Y Graphics



GENERAL DESCRIPTION

The AD7528 is a monolithic dual 8-bit digital/analog converter featuring excellent DAC-to-DAC matching. It is available in skinny 0.3" wide 20-lead DIPs and in 20-lead surface mount packages.

Separate on-chip latches are provided for each DAC to allow easy microprocessor interface.

Data is transferred into either of the two DAC data latches via a common 8-bit TTL/CMOS compatible input port. Control input $\overline{\text{DAC A/DAC B}}$ determines which DAC is to be loaded. The AD7528's load cycle is similar to the write cycle of a random access memory and the device is bus compatible with most 8-bit microprocessors, including 6800, 8080, 8085, Z80.

The device operates from a +5 V to +15 V power supply, dissipating only 20 mW of power.

Both DACs offer excellent four quadrant multiplication characteristics with a separate reference input and feedback resistor for each DAC.

PRODUCT HIGHLIGHTS

1. DAC-to-DAC matching: since both of the AD7528 DACs are fabricated at the same time on the same chip, precise matching and tracking between DAC A and DAC B is inherent. The AD7528's matched CMOS DACs make a whole new range of applications circuits possible, particularly in the audio, graphics and process control areas.
2. Small package size: combining the inputs to the on-chip DAC latches into a common data bus and adding a $\overline{\text{DAC A/DAC B}}$ select line has allowed the AD7528 to be packaged in either a small 20-lead DIP, SOIC or PLCC.

Apéndice G Amplificador operacional de potencia LM675



LM675

www.ti.com

SNOSBP3E –MAY 1999–REVISED MARCH 2013

LM675 Power Operational Amplifier

Check for Samples: LM675

FEATURES

- 3A Current Capability
- A_{VO} Typically 90 dB
- 5.5 MHz Gain Bandwidth Product
- 8 V/ μ s Slew Rate
- Wide Power Bandwidth 70 kHz
- 1 mV Typical Offset Voltage
- Short Circuit Protection
- Thermal Protection with Parole Circuit (100% Tested)
- 16V–60V Supply Range
- Wide Common Mode Range
- Internal Output Protection Diodes
- 90 dB Ripple Rejection
- Plastic Power Package TO-220

APPLICATIONS

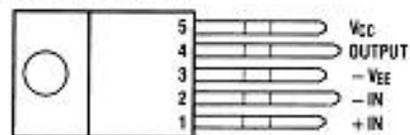
- High Performance Power Op Amp
- Bridge Amplifiers
- Motor Speed Controls
- Servo Amplifiers
- Instrument Systems

DESCRIPTION

The LM675 is a monolithic power operational amplifier featuring wide bandwidth and low input offset voltage, making it equally suitable for AC and DC applications.

The LM675 is capable of delivering output currents in excess of 3 amps, operating at supply voltages of up to 60V. The device overload protection consists of both internal current limiting and thermal shutdown. The amplifier is also internally compensated for gains of 10 or greater.

Connection Diagram



*The tab is internally connected to pin 3 (-VEE)

Figure 1. Front View
TO-220 Power Package (NDH)
See Package Number NDH0005D

Typical Applications

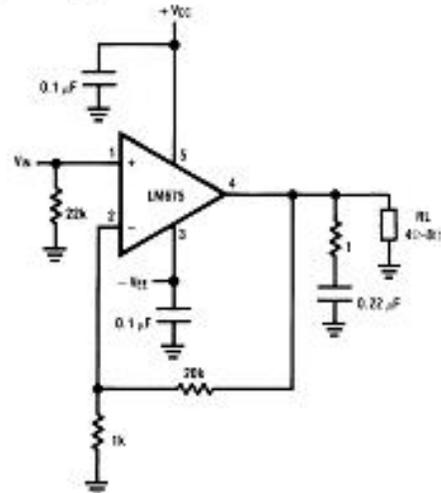


Figure 2. Non-Inverting Amplifier

Apéndice H Analizador Vectorial de Redes (AVR) Wiltron 360B

GENERAL DESCRIPTION

The Model 360B Vector Network Analyzer System measures the magnitude and phase characteristics of networks: amplifiers, attenuators, and antennas. It compares the incident signal that leaves the analyzer with either the signal that is transmitted through the test device or the signal that is reflected from its input. Figures 3-1 and 3-2 illustrate the types of measurements that the 360B can make.

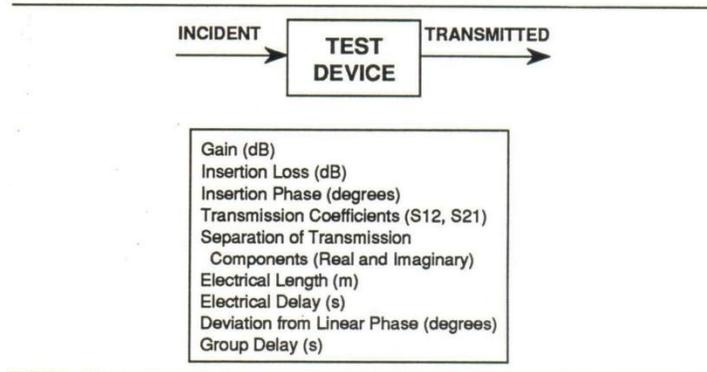


Figure 3-1. Transmission Measurements

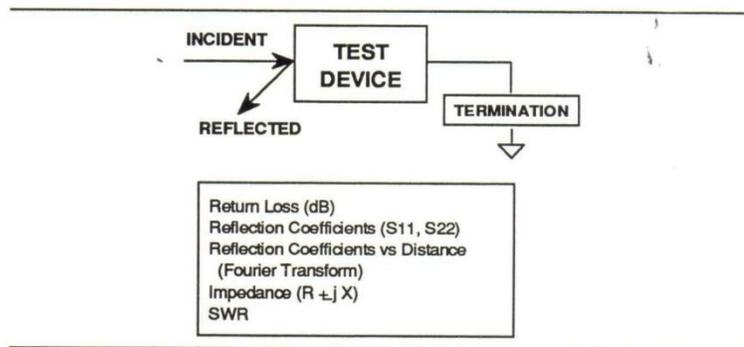


Figure 3-2. Reflection Measurements

The 360B is a self-contained, fully integrated measurement system that includes an optional time domain capability. The system hardware consists of the following:

- Analyzer
- Test set (auto reversing, active device, or millimeter wave)
- Signal source
- Precision components required for calibration and performance verification.

The 360B system instruments perform the following functions:

Signal Source This instrument provides the stimulus to the device under test (DUT). The frequency range of the source and test set establish the frequency range of the system. The signal source normally provides two frequency ranges: 10 MHz to 20 GHz and 10 MHz to 40 GHz. The frequency stability of the source is an important factor in the accuracy (especially phase accuracy) of the network analyzer. Hence, the 360B always phase locks the source to an internal 10 MHz crystal reference.

Test Set The test set routes the stimulus signal to the DUT and samples the incident, reflected, and transmitted signals. The type of test port connector used is important, as is the "Auto Reversing" feature. Auto Reversing means that it applies the measurement signal in both the forward and reverse direction. The direction is reversed automatically. This saves you from having to reverse the test device physically to measure all four scattering parameters (S-parameters). Frequency conversion (1st, 2nd, and 3rd IFs) occurs in the test set.

Analyzer The analyzer receives and interprets the 3rd IF signal for phase and magnitude data. It then displays the results of this analysis on a large, 190 mm (7-1/2 inch) diagonal color display. This display can show all four S-parameters simultaneously. In addition to the installed display, you can also view the measurement results on an external color monitor.

Apéndice I NI-DAQ-USB-6009



Technical Sales
(866) 531-6285
orders@ni.com

[Requirements and Compatibility](#) | [Ordering Information](#) | [Detailed Specifications](#)
For user manuals and dimensional drawings, visit the product page resources tab on ni.com.

Last Revised: 2013-07-10 09:55:53.0

Low-Cost, Bus-Powered Multifunction DAQ for USB 12- or 14-Bit, Up to 48 kS/s, 8 Analog Inputs



- 8 analog inputs at 12 or 14 bits, up to 48 kS/s
- 2 analog outputs at 12 bits, software-timed
- 12 TTL/CMOS digital I/O lines
- One 32-bit, 5 MHz counter
- Digital triggering
- Bus-powered
- 1-year warranty

Overview

With recent bandwidth improvements and new innovations from National Instruments, USB has evolved into a core bus of choice for measurement applications. The NI USB-6008 and USB-6009 are low-cost DAQ devices with easy screw connectivity and a small form factor. With plug-and-play USB connectivity, these devices are simple enough for quick measurements but versatile enough for more complex measurement applications.

[Back to Top](#)

Requirements and Compatibility

OS Information

Mac OS X
Windows 2000/XP
Windows 7
Windows CE
Windows Mobile
Windows Vista 32-bit
Windows Vista 64-bit

Driver Information

NI-DAQmx
NI-DAQmx Base

Software Compatibility

ANSI C/C++
LabVIEW
LabWindows/CVI
Measurement Studio
SignalExpress
Visual Basic .NET
Visual C#

[Back to Top](#)

Comparison Tables

Product	Analog Inputs	Input Resolution	Max Sampling Rate (kS/s)	Analog Outputs	Output Resolution	Output Rate (Hz)	Digital I/O Lines	32-Bit Counter	Triggering
USB-6008	8 single-ended/4 differential	12	10	2	12	150	12	1	Digital
USB-6009	8 single-ended/4 differential	14	48	2	12	150	12	1	Digital

9. Carta de aceptación para la publicación del artículo
“Graphite thin film characterization using a simplified resonant near field scanning microwave microscope” en
“La Revista Mexicana de Física”.



AVISO DE ACEPTACION

México, D. F., 30 de septiembre de 2013.

No. de Ref. 4440
Sección: Instrumentación

Dr. Naser Qureshi

Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, UNAM
Ciudad Universitaria
04510 México, D. F.

Estimado Dr. Qureshi :

Me es grato informarle que el artículo titulado:

“Graphite thin film characterization using a simplified resonant near field scanning microwave microscope”,

de los autores G. López-Maldonado, N. Qureshi, O. V. Kolokoltsev, M. Avendaño-Alejo, H. Vargas-Hernández y C. L. Ordoñez-Romero, ha sido aceptado para publicación en la Revista Mexicana de Física, en la sección ***Instrumentación***.

La prueba de galera le será enviada tan pronto como sea posible a su correo electrónico.

Con un atento saludo

Dr. Francisco Ramos Gómez
Director