

**Centro de Investigación Científica y de
Educación Superior de Ensenada**



**UN NUEVO MECANISMO DE LA
FUERZA CORTANTE PARA EL CONTROL DE DISTANCIA EN EL
MICROSCOPIO OPTICO DE BARIDO DE CAMPO CERCANO**

**TESIS
MAESTRIA EN CIENCIAS**

CARLOS ALBERTO GUTIERREZ MANUEL

ENSENADA BAJA CFA, MEXICO AGOSTO DE 2000

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y DE EDUCACIÓN SUPERIOR
DE ENSENADA**



CICESE

**PROGRAMA DE POSGRADO EN CIENCIAS
EN FÍSICA DE MATERIALES**

**UN NUEVO MECANISMO DE LA
FUERZA CORTANTE PARA EL CONTROL DE DISTANCIA
EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO DE BARIDO DE CAMPO CERCANO**

TESIS

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de
MAESTRO EN CIENCIAS

Presenta:

CARLOS ALBERTO GUTIÉRREZ MANUEL

Ensenada, Baja California, México, Agosto del 2000.

RESUMEN de la tesis de **Carlos Alberto Gutiérrez Manuel**, presentada como requisito parcial para la obtención del grado de MAESTRO EN CIENCIAS en FÍSICA DE MATERIALES. Ensenada, Baja California. Agosto del 2000.

UN NUEVO MECANISMO DE LA FUERZA CORTANTE PARA EL CONTROL DE DISTANCIA EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO DE BARRIDO DE CAMPO CERCANO

Resumen aprobado por:

Dr. Mufei Xiao Wu
Director de Tesis

En un microscopio óptico de campo cercano es esencial que la sonda pueda ser traída y mantenida a distancias mucho menores que la longitud de la onda de la muestra. Para realizar esto, diferentes sistemas han sido propuestos siendo la técnica de fuerza cortante (shear-force) una de las opciones más convenientes. En la técnica de fuerza cortante, la sonda de campo cercano (punta afilada de una fibra óptica) es puesta mecánicamente a vibrar en dirección paralela a la superficie. Cuando la sonda se encuentra muy cerca de la superficie, la amplitud de vibración decrece drásticamente debido a la interacción de las fuerzas entre la muestra y la sonda. Sin embargo, hoy en día muy poco es conocido sobre la naturaleza de esa interacción de fuerzas. La hipótesis de que la fuerza cortante se debe a capas superficiales de agua, con un espesor de aproximadamente 10 nm es de las consideraciones más adecuadas en este contexto. Bajo esa premisa, en este trabajo se realiza un estudio teórico sobre el movimiento de una punta afilada de fibra óptica. Partiendo de la ecuación de movimiento de vibración de amplitudes pequeñas de una viga, se añadió una fuerza de amortiguamiento para incluir el efecto de las capas de agua sobre la superficie, ya que la punta, al interactuar con esta capa, recibe una fuerza oscilatoria de amortiguamiento proporcional al volumen de agua desalojada. Se ha encontrado una dependencia del cambio de la amplitud vibracional para los diferentes meniscos formados alrededor de la punta. El resultado principal es la dependencia del cambio de la amplitud respecto a la distancia punta-muestra que demuestra el efecto que produce el agua sobre este movimiento, corroborando en buena medida, nuestras consideraciones iniciales.

Palabras clave: Fuerza cortante, SNOM.

ABSTRACT of the thesis presented by **Carlos Alberto Gutiérrez Manuel** as a partial requirement to obtain the **MASTER OF SCIENCES** degree in **PHYSICS OF MATERIALS**. Ensenada, Baja California, Mexico. August 2000.

A NEW MECHANISM OF THE SHEAR-FORCE FOR THE DISTANCE CONTROL IN THE NEAR-FIELD SCANNING OPTICAL MICROSCOPE

Abstract approved by

In a scanning near-field optical microscope is essential that the sounding can be brought and be maintained to distances of much lower than the wavelength of the sample. In order to make this, different systems have been proposed being the technique of shear-force, one of the most advisable options. In the technique of shear-force, the probe of near field (sharpened end of an optical fiber) is vibrated mechanically in parallel line of the surface. When the probe is closely together of the surface, the vibration amplitude decreases drastically due to interaction of the forces between sample and probe. However, nowadays very little it is know on the nature of the interaction of these forces. The hypothesis that the shear-force is due to superficial water layers, with a thickness of approximately 10 nm is more of the suitable considerations in this context. Under this premise, in this work the movement of a sharpened optical fiber end is studied theoretically. Starting from the equation of motion of vibration for small amplitudes of a beam, a damping force was added to include the effect of the layers of water on the oscillating force proportional to the volume of the e vacuated water. It has been found a dependency of the change of the vibrational amplitude for the different meniscus formed around the end. The main result is the dependency of the change of the amplitude with respect to the distance probe-sample that demonstrates the effect that produces the water on this movement, corroborating our initial considerations.

Keywords: Shear force, SNOM.

A Dios

A mi Flor

A mis padres

A mis hermanas

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por todo lo que me ha dado.

A mi esposa, Flor, por su invaluable apoyo incondicional

A mis padres y hermanas

A mis asesor, Dr. Mufei Xiao Wu y a los miembros del comité de tesis, al Dr. José Valenzuela Benavides, al Dr. Ricardo Villagómez Tamez y al Dr. Martín Pedroza Montero por sus valiosas asesorías y comentarios

A mis compañeros y amigos, Eduardo Martínez y Diego Soto, quienes siempre estuvieron dispuestos a apoyarme incondicionalmente.

A mis compañeros, quienes siempre de una forma u otra mostraron su interés en que terminara este trabajo, y en general a todas mis amistades.

Al Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada

Al Centro de Ciencias de la Materia Condensada, de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología.

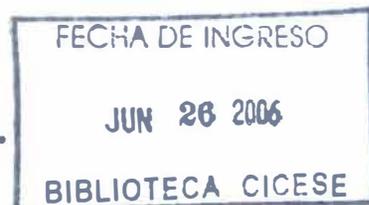
CONTENIDO

Lista de figuras

<i>Capítulo I Introducción</i>	5
I.1 Detección de ondas evanescentes	7
I.2 Configuraciones para SNOM.....	9
I.3 Objetivos	11
I.4 Alcances.....	11
I.5 Limitaciones.....	11
<i>Capítulo II El SNOM estandar</i>	13
II.1 Configuración básica	14
II.1.1 Unidad de iluminación.....	14
II.1.2 El colector óptico	14
<i>Capítulo III Fuerza cortante (shear-force)</i>	15
III.1 Métodos de control de distancia punta-muestra	15
III.1.1 Control óptico de distancia	15
III.1.2 Control de distancia por fuerza cortante	16
III.1.3 Métodos ópticos.....	16
III.1.4 Métodos no-ópticos.....	17
III.2 Fuerza cortante.....	19
III.3 Mecanismos de fuerza cortante.....	24

CONTINUACIÓN CONTENIDO

III.4	Explicaciones del mecanismo de fuerza cortante	27
<i>Capítulo IV Modelo teórico</i>		28
IV.1	Ecuación de movimiento de la punta	29
IV.2	Vibración libre con amortiguamiento	30
IV.2.1	Vibración libre con amortiguamiento viscoso	30
IV.2.2	Amortiguamiento sólido	40
<i>Capítulo V Resultados numéricos</i>		42
V.1	Solución a la ecuación de movimiento	42
V.2	Obtención de ω_0	43
V.3	Aplicación de una fuerza en el sistema	51
V.4	Comparación con los resultados reportados en la literatura	54
<i>Capítulo VI Conclusiones</i>		56
<i>Bibliografía</i>		58



Lista de figuras

Figura	Página
1: Configuración básica de un SNOM de transmisión	10
2: Punta de SNOM atada a un tubo piezoeléctrico	16
3 : Gráfica del voltaje recibido vs.distancia punta-muestra	16
4: Configuración del SNOM utilizado por Betzig <i>et al.</i>	17
5 : Punta oscilando sobre la muestra	18
6: Modelo del diapasón utilizada por Karrai et al.	19
7: Configuración de un SNOM de <i>fuerza cortante</i> diseñado por Toledo-Crow <i>et al.</i>	20
8: Interacción punta-superficie.	22
9: Análisis de la exploración de la punta y su correspondiente curva de aproximación. El eje vertical corresponde a la amplitud de vibración de la punta	23
10: Viga oscilando con una punta fija. L: longitud; R: diámetro y $x=(z,t)$: amplitud de la vibración de la viga	25
11: Vibración libre con amortiguamiento viscoso.	28
12: Movimiento no periódico: $\zeta > 1.0$	31
13: Oscilaciones amortiguadas: $\zeta < 1.0$	32
14: Movimiento con amortiguamiento crítico: $\zeta=1.0$	33
15: Vibración libre con $\zeta = 1.8, 0.2$ y 1.0	34
16: La razón de decaimiento de oscilación es medida por el decremento logarítmico	35
17: Decremento logarítmico como una función de ζ .	36

Continuación de Lista de figuras

18: Primeros dos valores de kl donde la determinante se vuelve cero.	42
19: Otros dos valores de kl donde la determinante se vuelve cero.	42
20: Amplificación de la vibración de la fibra en el extremo libre.	45
21: Vibración de la punta a su frecuencia de resonancia.	46
22: Efecto del término de amortiguamiento en la resonancia del sistema	47
23: Efecto de la variación de α en la amplificación de la vibración	48
24: Efecto de una fuerza externa de amortiguamiento debido a las capas superficiales de agua	49
25: Resultados experimentales del decaimiento de la vibración de la punta	51

UN NUEVO MECANISMO DE LA FUERZA CORTANTE PARA EL CONTROL DE DISTANCIA EN EL MICROSCOPIO ÓPTICO DE BARRIDO DE CAMPO CERCANO

Capítulo I Introducción

El microscopio óptico de barrido de campo cercano (SNOM, por sus siglas en inglés) es de nueva creación y rápido crecimiento en el campo de la óptica. Como su nombre lo indica, el SNOM pertenece a la familia de microscopios de reconocimiento por barrido. En esta familia se encuentran, entre otros, el *microscopio electrónico de efecto túnel* (STM, por sus siglas en inglés) (Binnig, 1982) y el *microscopio de fuerza atómica* (AFM, por sus siglas en inglés) (Binnig, 1986), los cuales son muy conocidos y tienen una alta resolución a escala atómica.

El SNOM ha sido desarrollado en pocos años, si bien la idea fue propuesta hace mucho tiempo. La concepción del microscopio óptico de campo cercano fue propuesta

como una alternativa al límite clásico en la resolución de los microscopios ópticos convencionales, detectando el campo eléctrico que se genera en el campo cercano.

Los microscopios ópticos clásicos detectan el campo electromagnético en la zona lejana y por esto no puede obtener información que brindan las ondas de campo cercano de la estructura de la superficie. Por consiguiente, es necesario sobrepasar el límite clásico de resolución en el microscopio óptico para detectar el campo evanescente (Massey, 1984). Este campo es confinado cerca del objeto a ser detectado, *i.e.* dentro de unas pocas longitudes de onda, y esta detección es algo dificultoso ya que la sonda debe ser movida cerca del objeto.

Abbe y Rayleigh en: (Born, 1959) establecieron que, si se utiliza radiación luminosa de longitud de onda λ la longitud del mínimo detalle de resolución que puede obtenerse es $\frac{\lambda}{2n \sin\theta}$ donde n es el índice de refracción del medio en que se encuentra el microscopio y θ es el semiángulo de la apertura. Si suponemos que el medio es el vacío ($n = 1$) y que el valor máximo que puede tomar θ es $\pi/2$, se puede representar este límite como $\lambda/2$. Para una longitud de onda $\lambda \approx 600 \text{ nm}$ (longitud de onda de la luz roja), la resolución típica que se puede obtener con luz visible es del orden de 300 nm .

En 1928 Synge y posteriormente en 1956 O'Keefe propusieron obtener resoluciones por debajo del límite propuesto por Abbe y Rayleigh. La propuesta consistía en utilizar la información contenida en las ondas evanescentes, que no son captadas por el microscopio óptico tradicional, ya que solo tienen valores significativos en la proximidad de la muestra.

La forma de hacer esto, sería acercando a una corta distancia de la muestra una pequeña apertura de dimensiones mucho menores que la longitud de onda λ de la luz

utilizada (dimensiones *sub-lambda*), que convertiría las ondas evanescente en ondas propagantes, las cuales podrían ser detectadas en la forma tradicional.

En 1972 Ash y Nichols (Ash y Nichols, 1972) obtienen la primera demostración experimental de la microscopía óptica de alta resolución, utilizaron microondas $\lambda = 3 \text{ cm}$. y obtuvieron una resolución de aproximadamente $\lambda / 60$.

Posteriormente, en 1984, Pohl *et al* concretaron la propuesta de Synge y obtuvieron el primer SNOM. En este trabajo, la pequeña apertura se sitúa en el ápice de una sonda de forma cónica, recubierta de metal, que se coloca a 5 nm de la superficie de la muestra. Para que la muestra sea irradiada con ondas evanescentes, la base del cono se ilumina y la radiación esparcida por la muestra se capta por medio de un microscopio convencional enfocado en el plano de la apertura. Se consiguió una resolución de 20 nm .

1.1 **Detección de ondas evanescentes**

Cuando un objeto es iluminado por una onda monocromática de longitud de onda λ que viaja perpendicularmente a su plano, difractará la luz que pasa a través de él. El resultado de esta difracción será que el vector de propagación de la onda adquiera una componente $k_x = 2 \pi N / d$ donde $N = 0, 1, 2, \dots, \infty$. El módulo del vector de propagación no cambia, así que, como $|k| = \omega/c$, el valor de k_z estará dado por:

$$k_z = \sqrt{\left(\frac{\omega}{c}\right)^2 - k_x^2} \quad (1.)$$

Si $k_x \leq \omega/c$, es decir para todos los $N < d/\lambda$, k_z será real y el campo eléctrico tendrá la forma

$$E(x,z) = \text{Re}[E_0 e^{i(k_x x + k_z z)}] = E_0 \cos(k_x x + k_z z) \quad (2.)$$

lo que corresponde a ondas propagantes con energía en la dirección $\theta = \sin^{-1} \frac{N\lambda}{d}$. Estas ondas se conocen como ondas propagantes.

Pero si $k_x \geq \omega/c$, es decir para todos los $N > d/\lambda$, k_z será imaginaria y el campo eléctrico tendrá la forma

$$E(x,z) = \text{Re}[E_0 e^{-|k_z|z} e^{ik_x x}] = E_0 e^{-|k_z|z} \cos(k_x x) \quad (3.)$$

y esto corresponde a ondas que propagan energía en la dirección tangencial a la superficie, y cuya amplitud decrece exponencialmente en dirección normal a ésta. La energía de estas ondas, llamadas evanescentes, se encuentra confinada en la superficie del objeto; es decir, las ondas evanescentes no son radiativas. Si $d \ll \lambda$ todos los modos, excepto el de orden cero, son evanescentes. El modo de orden cero no contiene información acerca de la superficie de la muestra, así que no existe información en forma de ondas propagantes. Los valores que puede tomar k_x se extiende desde $-\infty$ hasta $+\infty$, por lo que la utilización de ondas evanescentes en microscopías permite sobrepasar el límite de Rayleigh-Abbe.

1.2 Configuraciones para SNOM

Podemos dividir las distintas configuraciones del SNOM entre las que usan una sonda que no es fibra óptica, y las que usan una sonda que sí es de fibra óptica. En las primeras, las ondas propagantes viajan a través del aire después de haber sido convertidas de evanescentes a propagantes. Se necesita un microscopio óptico convencional para enfocarlas a la fibra que lleva las ondas al fotomultiplicador. Las sondas utilizadas son, o bien, pequeñas aperturas o pequeñas protuberancias. Es posible tener una resolución de hasta 20 *nm*.

Otra configuración es, obviamente, de aquellos que sí utilizan sonda de fibra óptica que tienen la ventaja de que la punta sirve como sonda y el resto de la fibra puede llevar la señal hasta el fotomultiplicador. Esto se consigue recubriendo toda la punta excepto el ápice con una película delgada.

También podemos clasificarlos dependiendo de si la luz atraviesa o no a la muestra. Cuando la trayectoria de la luz atraviesa la muestra tenemos un *SNOM de transmisión* y cuando la trayectoria de la luz se refleja y no atraviesa la muestra nos encontramos ante un *SNOM de reflexión*.

Para los SNOM que utilizan sonda de fibra óptica existen de dos tipos: los que utilizan *reflexión total* para producir ondas evanescentes que deben ser moduladas por la muestra denominadas de *reflexión interna* y en los que se provoca que la punta genere ondas evanescentes y luego colecte la luz que es reflejada por la muestra se denominan de *reflexión externa*.

Un SNOM trabaja en *modo iluminador* cuando una punta de fibra óptica o cualquier otra sonda genera ondas evanescentes y *modo colector* cuando la punta colecta las ondas evanescentes. El SNOM de *reflexión externa* puede trabajar tanto en el *modo iluminador* como en el *modo colector*, mientras que el SNOM de punta de fibra óptica de *reflexión interna* trabaja en el *modo colector*.

Otra clasificación que se hace de los SNOM son el *modo de distancia constante* si la distancia punta-muestra se mantiene constante y la información se obtiene a partir de las variaciones en la intensidad de la señal detectada o el *modo de intensidad constante* si la intensidad de la señal se mantiene constante y son las variaciones en la distancia punta-muestra las que se utilizan para generar la imagen.

Además de estos modos, es necesario cumplir con algunas características muy importantes sin las cuales no podría funcionar bien. Entre ellos tenemos a los *piezo-posicionadores* que sirven para mover la sonda lateral y verticalmente, o bien, mover la sonda verticalmente y la muestra lateralmente. Son materiales piezoeléctricos y generalmente se utilizan piezoeléctricos *bimorfos* que son dos delgadas placas de dos distintas cerámicas piezoeléctricas una de las cuales se expande y la otra se contrae cuando se les aplica la misma excitación. También se necesita una *mesa anti-vibraciones* que sirve para aislar el instrumento de las vibraciones del edificio. El SNOM utiliza circuitos electrónicos analógicos que controlan su operación como los *transductores* que sirven para convertir las distintas variables involucradas en la operación del instrumento a señales eléctricas. Entre los principales transductores tenemos los *piezoeléctricos* que son transductores voltaje-movimiento y un fotomultiplicador o fotodiodo que son transductores luz-corriente.

I.3 *Objetivos*

El objetivo de la presente tesis es proponer un modelo teórico que explique el mecanismo de fuerza cortante. Como se mostrará más adelante (sección III.3), existen diversas teorías con respecto a las causas de la fuerza cortante. Nuestro objetivo es demostrar que una de las fuerzas principales por las cuales existe el amortiguamiento en la vibración de la punta se debe a pequeñas capas superficiales de agua, las cuales influyen en el sistema punta-superficie dando como resultado una disminución en la amplitud de la vibración.

I.4 *Alcances*

Uno de los principales alcances que se desean obtener es la de proponer un modelo matemático en base a las condiciones iniciales del problema para explicar, de esta manera, una de las causas de la fuerza cortante.

I.5 *Limitaciones*

La presente tesis está limitada a la capacidad de cálculo de los sistemas informáticos, y a los programas computacionales requeridos.

También es importante mencionar que algunos efectos no son considerados, ya que como se verá (sección IV.2.4) sus efectos son prácticamente despreciables.

En el capítulo II se presenta una breve descripción de SNOM estándar utilizado actualmente, la configuración básica empleada en los experimentos reportados en la literatura.

El capítulo III describe la fuerza cortante, comenzando con los diferentes métodos de control de distancia punta-muestra, la descripción de la fuerza cortante y las diferentes explicaciones o teorías que actualmente se manejan en el área.

Posteriormente, en el capítulo IV, se describe el modelo matemático empleado para analizar la vibración de la punta, comenzando con la ecuación de movimiento de ésta.

Los resultados numéricos obtenidos son descritos en la unidad V. Aquí se establecen las condiciones de frontera del problema y se resuelve la ecuación, primero para un sistema en el cual no existe una fuerza externa y posteriormente introduciendo una fuerza, la cual representa la fuerza de amortiguamiento de las capas superficiales de agua. También se comparan los resultados obtenidos con los reportados en la literatura.

Finalmente, en el capítulo VI, se presentan las conclusiones que se obtienen en base al análisis de los resultados obtenidos en el capítulo V.

Capítulo II El SNOM estándar

El arreglo estándar de un microscopio óptico de barrido de campo cercano de transmisión que es usado generalmente se muestra en la Figura 1 y consiste de dos partes básicas: (i) una unidad de iluminación y (ii) el colector óptico. La unidad de iluminación es esencialmente la misma para todos los experimentos. El colector óptico, sin embargo, varía de experimento a experimento.

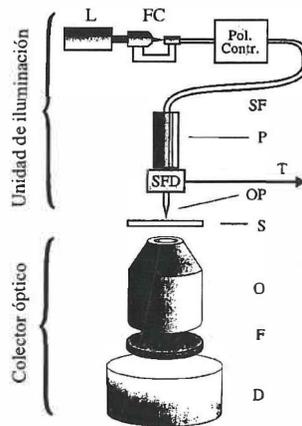


Figura 1: Configuración básica de un SNOM de transmisión

II.1 Configuración básica

II.1.1 Unidad de iluminación

La unidad de iluminación es muy parecida en la mayoría de las configuraciones de SNOM (Pohl, 1984; Betzig, 1992). Un láser es usado como fuente de luz (L). Se acopla a una fibra unimodal (SF) por medio de un acoplador de fibra (FC). En la otra punta de la fibra óptica el ápice se recubre con un metal con una apertura de 50-100 nm en el ápice. La punta óptica es montada sobre un tubo piezoeléctrico (Binning y Smith, 1986). La punta es la que generalmente efectúa el barrido en la mayoría de los experimentos. La unidad de iluminación también comprende aproximaciones mecánicas bruscas y finas de la punta óptica a la muestra.

II.1.2 El colector óptico

La luz que es transmitida por la muestra (S) es tomada por el colector óptico (O). Las imágenes son producidas midiendo la intensidad transmitida en cada punto durante el barrido de la punta (o la muestra). El colector óptico en el SNOM estándar consiste de un objetivo de microscopio que es alineado con el eje de la fibra óptica. El objetivo es colimado o enfocado hacia la luz con un detector adecuado. Entre el objetivo y el detector pueden ser colocados filtros, polarizadores u otros elementos ópticos.

Capítulo III Fuerza cortante (shear-force)

III.1 *Métodos de control de distancia punta-muestra*

De gran importancia para microscopía de campo cercano es la distancia a la cual se encuentra la punta de la superficie a analizar. Para conocer esta distancia se han ideado distintos métodos, ya que el rango de separación es de nanómetros. En las primeras configuraciones de SNOM el parámetro utilizado era la corriente de tunelaje, pero tenían la desventaja de que la muestra debía ser conductora. Actualmente existen *métodos ópticos* y *no ópticos* para el control de la distancia.

III.1.1 Control óptico de distancia

En los métodos ópticos para el control de distancia, se utiliza la intensidad luminosa como referencia para el control de la distancia. En el método óptico-interferométrico se utiliza una segunda fibra óptica que se coloca paralela a la superficie de la muestra pero cuenta con la desventaja de que la distancia de operación es mayor que en otros métodos, lo que dificulta la detección de campos evanescentes con baja longitud de decaimiento.

III.1.2 Control de distancia por fuerza cortante

Otro importante método es el de control de la distancia por *fuerza cortante*. Se hace vibrar una punta paralelamente a la superficie, en su modo de resonancia. Cuando ésta se acerca a la muestra a una distancia menor de 10 *nm*, la vibración se reduce bruscamente. Esta reducción es causada por fuerzas cortantes que actúan solo en las proximidades de la superficie. Midiendo el amortiguamiento de la vibración de la punta es posible implementar métodos de control de distancia.

III.1.3 Métodos ópticos

Consiste en enfocar un haz de láser en la punta y medir la señal luminosa modulada por este movimiento. El movimiento de la punta debe detectarse cerca de la superficie de la muestra, las irregularidades de ésta pueden tapar parcialmente el haz del láser llevando a una medición errónea. También puede generar mucho ruido por la potencia del láser, además de que puede excitar la muestra en experimentos de espectroscopía o con semiconductores

III.1.4 Métodos no-ópticos

En este método, la fibra óptica se pega a un diapasón de cuarzo. El diapasón está montado rígidamente sobre un tubo de cerámica piezoeléctrico por medio del cual puede ser puesto a vibrar. Las dos prolongaciones del diapasón están acopladas por medio de dos contactos hechos de material piezoeléctrico. El diapasón se hace vibrar a su frecuencia de resonancia, lo que genera un voltaje en los contactos de las prolongaciones. Cuando el sistema punta-diapasón se aproxima a la muestra, las *fuerzas cortantes* causan que la amplitud de la vibración disminuya y con ella el voltaje de los contactos.

El voltaje de los contactos de las prolongaciones del diapasón es una medida de la distancia punta-muestra y puede usarse para excitar directamente el circuito de retroalimentación. Pero tiene la desventaja de que el diapasón y los cables están demasiado cercanos a la punta, por lo que pueden alterar la colección o la reflexión de la luz de la muestra y así distorsionar la imagen.

Otro método *no-óptico* utilizado generalmente, como ya se mencionó, es el de la fuerza cortante. Una punta se pega a un tubo piezoeléctrico de cuatro segmentos, uno de los segmentos se utiliza para excitar la fibra y hacerla vibrar mientras que los otros tres se usan para detectar la amplitud de la vibración de la fibra y se conectan en paralelo.

El voltaje de los segmentos detectores proviene de dos contribuciones: la vibración de la punta y la vibración del segmento excitador. El primero es la señal útil y la segunda actúa como ruido de fondo. A las frecuencias de resonancia de la punta, el ruido es esencialmente constante y puede eliminarse ajustando la referencia de voltaje. Tiene las

ventajas de que el cambio de puntas es fácil y rápido y no necesita de muchos ajustes (Figuras 2 y 3).

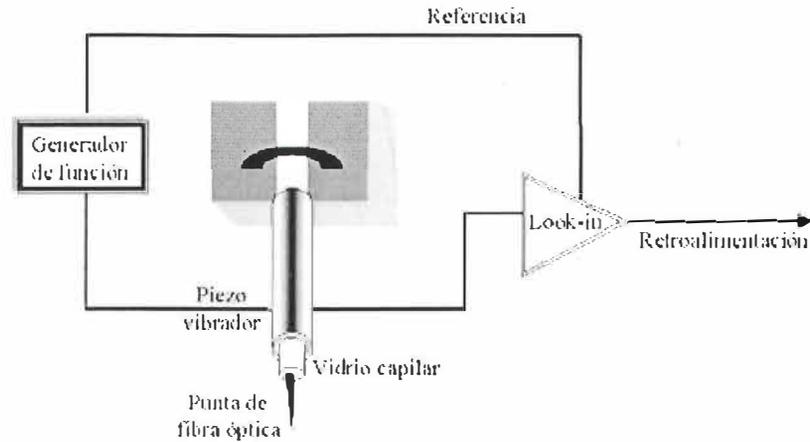


Figura 2: Una punta de SNOM atada a un tubo piezoeléctrico está recubierta por un vidrio capilar y éste, a su vez, se encuentra atada a un tubo piezoeléctrico. El tubo se encuentra adherido a un diapasón, el cual es puesto a vibrar a una frecuencia de resonancia. La señal generada se compara con una referencia y posteriormente es enviada a un sistema de retroalimentación.

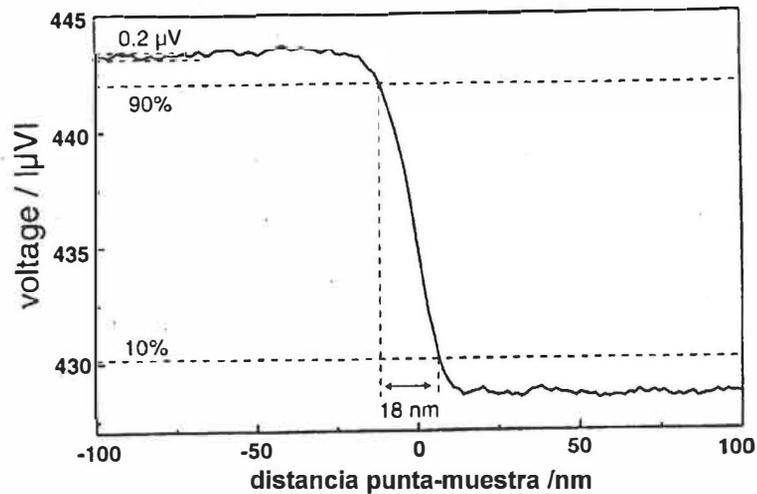


Figura 3: Gráfica del voltaje recibido vs. distancia punta-muestra. Esta gráfica muestra el efecto en el voltaje de la Figura 2 debido al amortiguamiento de la punta al acercarse a la muestra.

III.2 Fuerza cortante

Para analizar una muestra en un microscopio de campo cercano, la apertura de la fibra óptica usada para iluminar la muestra, debe ser llevada hasta la proximidad de la muestra. En 1992, Betzig et al desarrollaron un mecanismo de retroalimentación, el cual mantiene una distancia constante entre la punta y la muestra. Ellos propusieron un método para la regulación de distancia conocido como *fuerza cortante*. Este método se ha convertido en el estándar en el SNOM. Prácticamente todas las publicaciones sobre SNOM han sido hechos basados en instrumentos que utilizan el método de regulación de distancia por *fuerza cortante*. Figura 4.

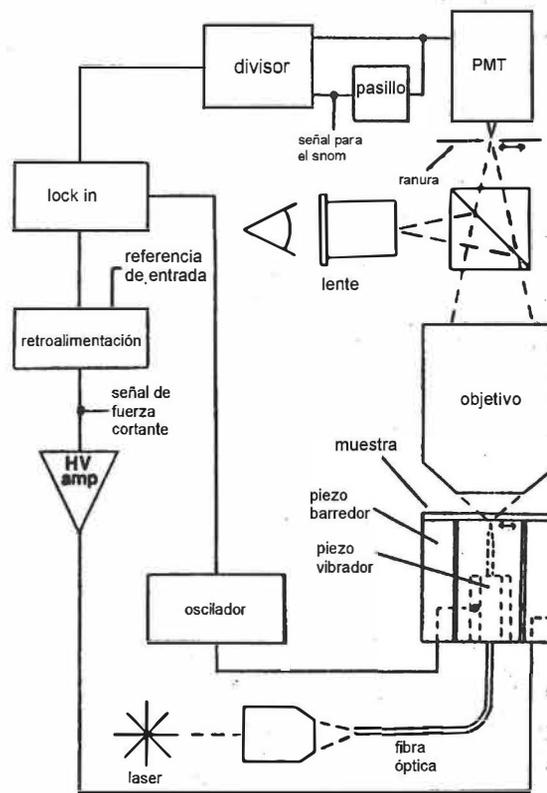


Figura 4: Configuración del SNOM utilizado por Betzig *et al*, 1992. El láser emite una señal que es llevada por la fibra óptica hasta la muestra, en donde el piezovibrador hace vibrar la punta de la fibra. La señal atraviesa la muestra y es detectada en un objetivo.

En el modo de operación de *fuerza cortante*, la punta oscila horizontalmente sobre la superficie. Al acercarse a la superficie, se puede medir una interacción a unas decenas de nanómetros de la superficie de la muestra. Figura 5.

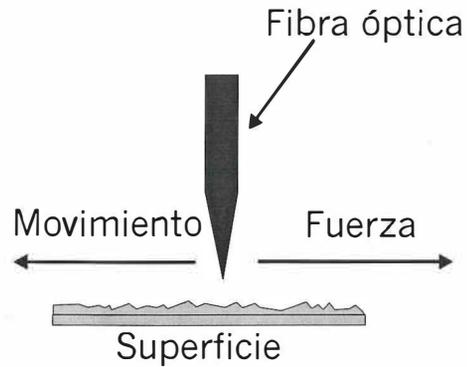


Figura 5 : Punta oscilando sobre la muestra. La fuerza cortante se opone al movimiento de vibración de la fibra óptica.

Esta interacción es medida generalmente como un amortiguamiento en la amplitud o como un cambio de fase mientras la punta está oscilando en su frecuencia de resonancia. La medición de la amplitud se hace por medios ópticos y no ópticos. El sensor óptico más confiable comúnmente usado incorpora un diapasón (Karrai y Grober, 1995). Aquí, la punta es adherida a un diapasón como se puede observar en la figura 6. Cualquier cambio causado por la interacción punta-superficie es medido eléctricamente. Las ventajas sobre los métodos ópticos son: (i) la ausencia de interferencia entre el láser de retroalimentación con la luz observada, (ii) no es necesario adaptar el sistema cada vez que se va a utilizar, y (iii) es altamente sensible.

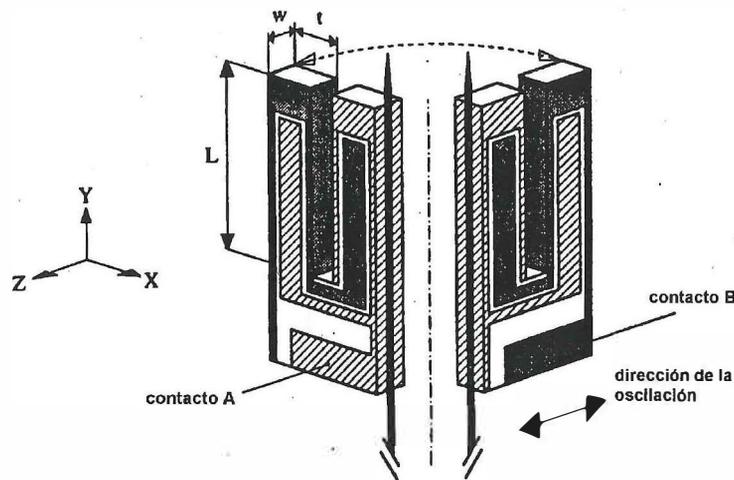


Figura 6: Modelo del diapasón utilizada por Karrai et al, 1995. Para detectar la fuerza cortante. La fibra óptica es adherida a un diapasón el cual es puesto a vibrar, y por medio de los contactos, se mide la diferencia en el voltaje.

El cambio en la amplitud es monótona, cuando la distancia disminuye, y debido a este cambio en la amplitud puede ser usado para la regulación de distancia. Aunque el nombre sugiere un mecanismo altamente destructivo, en realidad es una técnica de *no-contacto*, y por lo tanto, muy benigno con la muestra. Las muestras duras, como vidrios, pueden ser barridos por horas sin dañarlos, debido su frágil apertura. Las muestras biológicas blandas, tales como el DNA también pueden ser barridos sin dañarlos.

Independientemente de Betzig et al, 1992 y Toledo-Crow et al, 1992, presentaron también un SNOM el cual proveía simultáneamente de una fuerza atractiva (shear-force) e imágenes de óptica de campo cercano. La configuración del sistema que utilizaron se muestra en la figura 7.

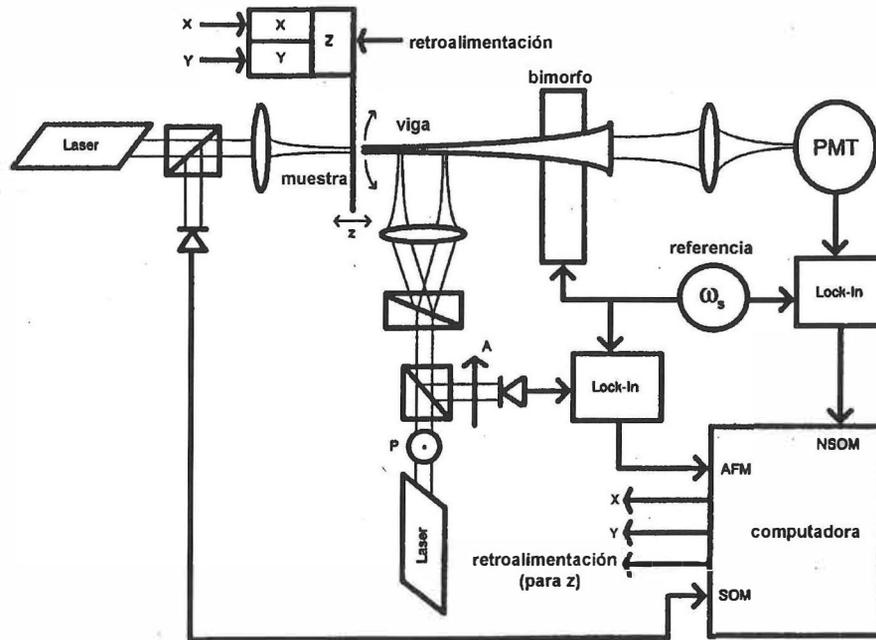


Figura 7: Configuración de un SNOM de *fuerza cortante* diseñado por Toledo-Crow *et al*, 1992. La luz emitida por el láser interactúa sobre la superficie. La viga, que se encuentra vibrando, detecta el campo evanescente, con lo cual, después de comparar con una referencia, se obtiene una imagen. Por medio del otro láser es detectada la fuerza cortante.

El *corazón* del sistema es una micropipeta de vidrio, estirado para formar una punta con forma afilada. Unos 25 nm de oro son depositados en la extremidad de la pipeta. La pipeta es montada en un piezoeléctrico bimorfo y se pone a oscilar cerca de su frecuencia de su resonancia. Al acercarse la muestra, la distancia entre ésta y la punta es afectada por distintas fuerzas que actúan en la punta. Esto da como resultado una reducción de la amplitud de la vibración de la punta. Esta amplitud es monitoreada y comparada con valores preestablecidos. La diferencia resultante sirve para ajustar la distancia de separación entre la punta y la muestra.

III.3 *Mecanismos de fuerza cortante*

Aunque en años recientes muchos sistemas de detección óptica y no óptica han introducido el mecanismo de *fuerza cortante* para medir cambios en la amplitud de la vibración o de la fase durante la aproximación a la superficie, este mecanismo aún no ha sido bien entendido (Courjon, 1998) (Brunner, 1999).

El amortiguamiento detectado en este mecanismo parece ser una combinación de varias fuerzas tales como *fuerzas electrostáticas*, *fuerzas de viscosidad* y *fuerzas de Van der Waals*, dependiendo de las condiciones experimentales. Cualquiera que sea el origen de esta fuerza, es obvio que la superficie de la muestra juega un papel importante en el amortiguamiento cuando la punta se aproxima a la superficie. (Gregor, 1996).

En 1996, Gregor et al. estudiaron en detalle la interacción punta-superficie para el control de la distancia por *fuerza cortante* para medir la resonancia de vibración y curvas de aproximación en vacío y helio líquido. Simulaciones basadas en un modelo oscilatorio no lineal considerando la geometría de la punta, sus propiedades elásticas, el contacto de la punta con la superficie y el ángulo de inclinación de la punta con respecto a la normal a la superficie, probó que los resultados concordaban con los datos obtenidos experimentalmente. (Figura 8)

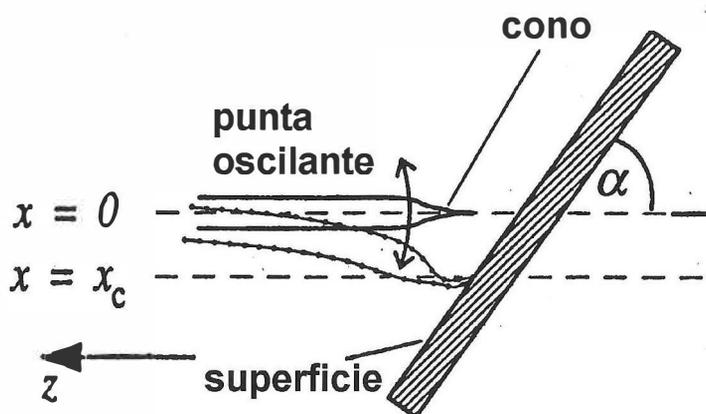


Figura 8: Interacción punta-superficie, según Gregor *et al*, 1996. La punta, al estar oscilando, comienza a chocar con la superficie a medida que se acerca a ella.

Sin embargo, en condiciones ambientales, que son las condiciones en que generalmente se trabaja en los microscopios ópticos, la mayoría de los materiales son hidrofílicos, es decir, atraen la humedad del aire formando capas de agua de unos cuantos nanómetros de espesor. Estas delgadas capas perturban la interacción punta-muestra y probablemente es la causa del amortiguamiento en la vibración de la punta (Davy *et al*, 1998). (Figura 9)

Según Davy *et al*, 1998, la curva de amortiguamiento presenta tres regímenes particulares que dependen de la distancia punta-muestra. Además, el amortiguamiento varía significativamente después de la primera hora, señalándola complejidad del control de distancia por detección de fuerza cortante.

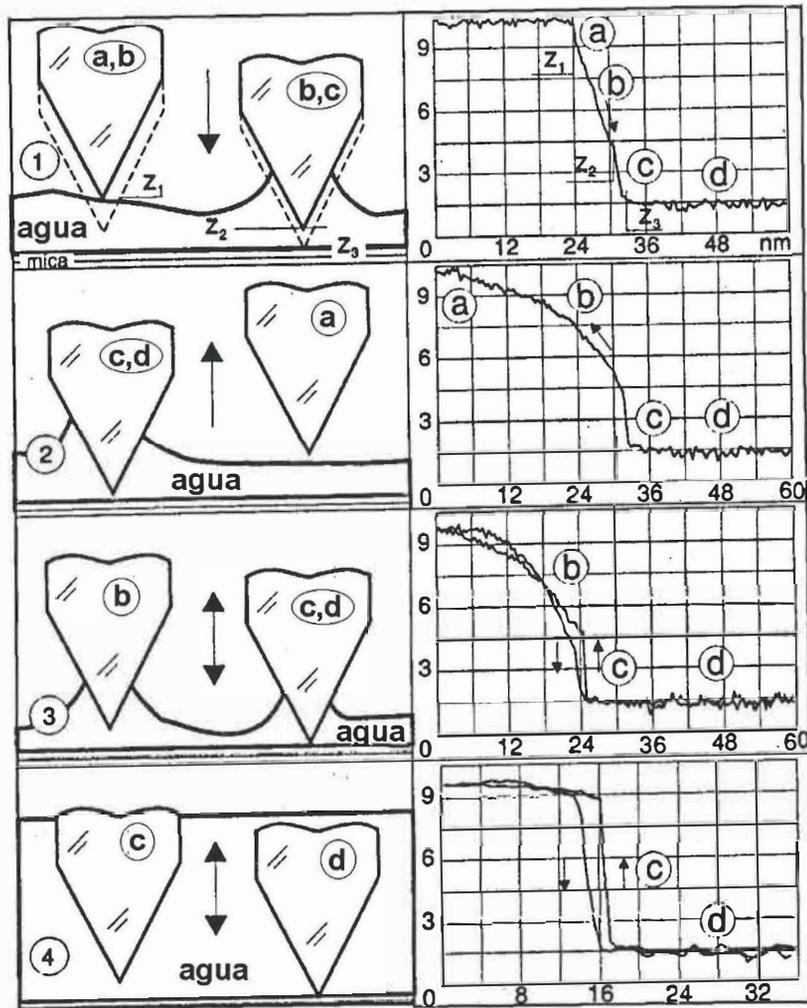


Figura 9: Análisis de la exploración de la punta y su correspondiente curva de aproximación. El eje vertical en las gráficas de la derecha corresponde a la amplitud de vibración de la punta. En la parte 1 de la figura, se muestra el momento en que la punta, al estar bajando, entra en contacto con el agua. La figura superior de la derecha muestra la respectiva curva de amortiguamiento para estos primeros pasos. La parte 2 muestra el proceso inverso de las dos primeras, es decir, el momento en que la punta se retira de la superficie. La parte 3 muestra una punta que baja y luego sube, y se comparan las gráficas de ambos casos y en la última parte se analiza también cuando la punta sube y baja, pero ahora la capa de agua es mucho mayor. (Davy, 1998)

Con este estudio se demostró la importancia de la capa de agua en el microscopio por fuerza cortante en ciertas estructuras cristalinas.

Sin embargo, investigaciones posteriores apoyaron la teoría del contacto punta-muestra (Hsu y Gheber, 1999). Después de analizar y comparar la interacción entre la punta de un SNOM y la muestra con un modelo simple de contacto. Las curvas de aproximación obtenidas con el SNOM fueron de excelente congruencia con el modelo, y experimentos adicionales apuntaron hacia una interacción de contacto. Los resultados obtenidos de estos nuevos trabajos, es que el mecanismo de contacto punta-muestra es la causa de la fuerza cortante. La longitud del rango en que se nota esta dinámica de las curvas de aproximamiento depende del ángulo de interacción punta-muestra, lo cual también está en acuerdo con la ecuación en la que se basa este modelo.

Sin embargo, debido a las evidentes contradicciones reportadas, es importante analizar de qué depende este mecanismo del sistema, particularmente la amplitud de la vibración de la punta.

III.4 Explicaciones del mecanismo de fuerza cortante

Una de las ventajas de tener una mayor comprensión de la *fuerza cortante* es que si la fuerza es sensible a la superficie, esto puede ser usado para probar las propiedades mecánicas a escala nanométrica de la muestra. Otra gran ventaja es que la muestra no es invadida y por lo tanto es útil para materiales blandos, tales como sistemas biológicos (Wei y Fann, 1998)

Capítulo IV Modelo teórico

Para calcular el movimiento de vibración de una punta de fibra adelgazada, se ha desarrollado el siguiente modelo teórico. Las coordenadas del sistema son de tal forma que el eje de la punta está a lo largo de la dirección del eje z y el movimiento de vibración en la dirección del eje x . (Figura 10)

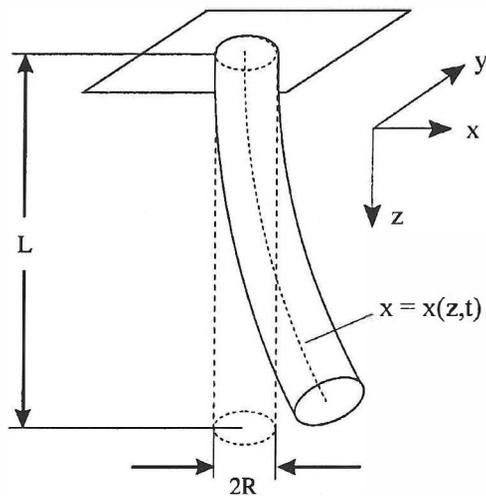


Figura 10: Viga oscilando con una punta fija. L : longitud; R : diámetro y $x=(z,t)$: amplitud de la vibración de la viga. La parte fija se considera en $z = l$, mientras que la punta de la fibra está en $z = 0$.

IV.1 Ecuación de movimiento de la punta

La ecuación de movimiento para pequeñas vibraciones de una viga, sin términos de amortiguamiento, es (Yang, 1997) (Wei y Fann, 1998):

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left(EI \frac{\partial^2 x}{\partial z^2} \right) + \rho \pi R^2 \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0 \quad (4.)$$

donde E es el módulo de Young, ρ es la densidad de la viga, R es el diámetro de la viga, I es el momento de inercia y es igual a $\frac{1}{4} \pi \rho$. Es importante notar que esta ecuación se deriva de suponer que el desplazamiento transversal es pequeño comparado con la longitud total de la viga. La sección transversal de la viga puede ser variable. De esta forma, la ecuación es válida para las puntas de fibra adelgazadas utilizadas en SNOM, es decir, una viga con una sección transversal variable, $R=R(z)$. Para una viga sin adelgazamiento, $R=R_0 = \text{constante}$, la ecuación 4 se reduce a la conocida ecuación de movimiento de una viga

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left[E \left(\frac{1}{4} \pi R_0^4 \right) \frac{\partial^2 x}{\partial z^2} \right] + \rho \pi R_0^2 \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0 \quad (5.)$$

$$\frac{1}{4} \pi E R_0^4 \frac{\partial^4 x}{\partial z^4} + \rho \pi R_0^2 \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0 \quad (6.)$$

$$\frac{\partial^4 x}{\partial z^4} + \frac{\rho}{E R_0^2} \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0 \quad (7.)$$

En situaciones reales, la ecuación 4 incluye términos de amortiguamiento, con los cuales se puede explicar la pérdida de energía. Hay diferentes tipos de fuerzas de amortiguamiento, dos de los cuales discutiremos brevemente ya que es conveniente en este punto hacer un análisis acerca del movimiento amortiguado de un sistema.

IV.2 Vibración libre con amortiguamiento

Amortiguamiento viscoso: el amortiguamiento viscoso se encuentra en cuerpos moviéndose a velocidades moderadas a través de un fluido. Este tipo de amortiguamiento nos lleva a una fuerza de resistencia al movimiento proporcional a la velocidad:

$$F = -cv \quad (8.)$$

donde c es una constante de proporcionalidad y v es la velocidad.

Amortiguamiento sólido: el amortiguamiento sólido, también conocido como amortiguamiento estructural, se debe a la fricción interna dentro del mismo material.

IV.2.1 Vibración libre con amortiguamiento viscoso

El amortiguamiento viscoso se encuentra en cuerpos moviéndose a velocidades moderadas a través de un fluido. Este tipo de amortiguamiento nos lleva a una fuerza de resistencia al movimiento proporcional a la velocidad:

$$F = -cv$$

donde c es el coeficiente de amortiguamiento viscoso con dimensiones de fuerza por unidad de velocidad, y v es la velocidad.

La ecuación de movimiento para la vibración libre de un sistema de masa y resorte con amortiguamiento viscoso como la que se muestra en la figura 11 viene dado como

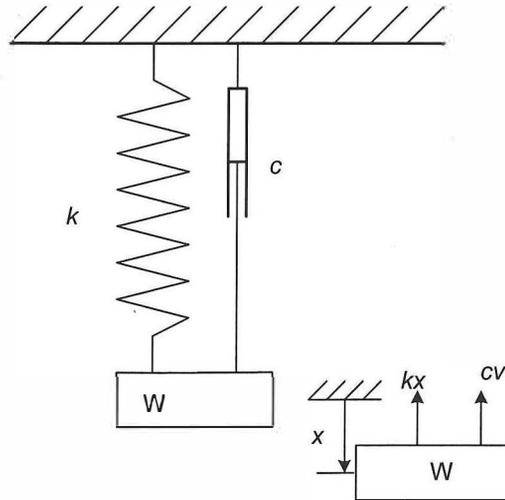


Figura 11: Vibración libre con amortiguamiento viscoso. Una masa de peso W se encuentra atada a un resorte.

$$m\ddot{x} = -c\dot{x} - kx \quad (9.)$$

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = 0 \quad (10.)$$

Podemos suponer una solución de la forma

$$x = e^{st} \quad (11.)$$

donde s es una constante a ser determinada, la ecuación diferencial puede ser reducida a una ecuación algebraica como sigue:

$$x = e^{st}$$

$$\dot{x} = se^{st}$$

$$\ddot{x} = s^2 e^{st}$$

Sustituyendo la segunda derivada en la ecuación 10 obtenemos

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = 0$$

$$m(s^2 e^{st}) + c(se^{st}) + k(e^{st}) = 0$$

$$(ms^2 + cs + k)e^{st} = 0$$

La relación anterior se satisface para todos los valores de t cuando

$$s^2 + \frac{c}{m}s + \frac{k}{m} = 0$$

y la solución que fue supuesta tiene su solución correcta cuando

$$s_{1,2} = -\frac{c}{2m} \pm \sqrt{\left(\frac{c}{2m}\right)^2 - \frac{k}{m}} \quad (12.)$$

De aquí que la solución general puede ser escrita como

$$x = Ae^{s_1 t} + Be^{s_2 t} \quad (13.)$$

donde A y B son constantes arbitrarias, dependiendo de las condiciones iniciales.

IV.2.2 Amortiguamiento crítico

El comportamiento de un sistema depende de si la raíz de la ecuación 12 es real, imaginario o cero. Definiendo, el *coeficiente de amortiguamiento crítico* c_c es cuando el radical de la ecuación 12 es cero, y de esta manera obtenemos que:

$$\left(\frac{c_c}{2m}\right)^2 - \frac{k}{m} = 0$$

$$\frac{c_c}{2m} = \sqrt{\frac{k}{m}} = \omega_n \quad (14.)$$

La cantidad de amortiguamiento en cualquier sistema puede ser especificado en términos de una razón adimensional

$$\zeta = \frac{c}{c_c} \quad (15.)$$

conocido como el factor de amortiguamiento ζ .

La ecuación 12 puede ahora ser reemplazado por una expresión más conveniente en términos de el factor de amortiguamiento ζ :

$$s_{1,2} = -\frac{c}{2m} \pm \sqrt{\left(\frac{c}{2m}\right)^2 - \frac{k}{m}}$$

$$\frac{c}{2m} = \frac{c}{c_c} \frac{c_c}{2m} = \zeta \omega_n$$

$$s_{1,2} = -(\zeta \omega_n) \pm \sqrt{(\zeta \omega_n)^2 - \omega_n^2} = -\zeta \omega_n \pm \sqrt{\omega_n^2 (\zeta^2 - 1)}$$

$$s_{1,2} = \left[-\zeta \pm \sqrt{\zeta^2 - 1} \right] \omega_n \quad (16.)$$

A partir de la ecuación 16 es evidente que hay tres casos de interés los cuales dependen de si ζ es mayor, igual o menor que 1.0

Movimiento sobreamortiguado ($\zeta > 1.0$)

El radical en este caso es real y siempre menor que ζ . El desplazamiento viene dado como la suma de dos decaimientos exponenciales con valor inicial de $A+B$:

$$x = Ae^{[-\zeta + \sqrt{\zeta^2 - 1}] \omega_n t} + Be^{[-\zeta - \sqrt{\zeta^2 - 1}] \omega_n t}$$

Este tipo de movimiento no vibratorio es conocido como movimiento no periódico.

Se muestra en la figura 12)

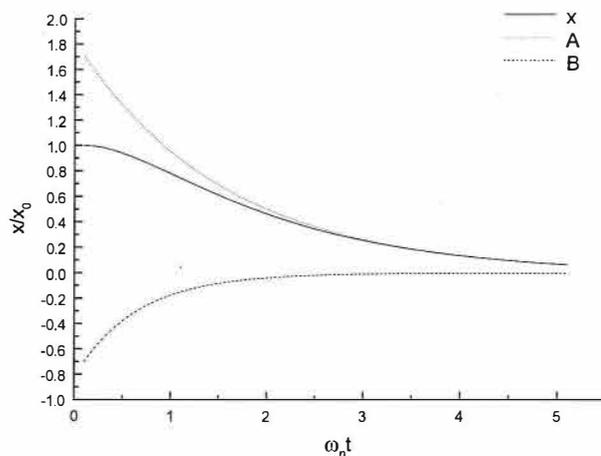


Figura 12: Movimiento sobreamortiguado: $\zeta > 1.0$.

Movimiento subamortiguado ($\zeta < 1.0$)

El radical en este caso es imaginario, y s puede ser escrito como

$$s_{1,2} = \left[-\zeta \pm i\sqrt{1-\zeta^2} \right] \omega_n$$

La solución general queda de la siguiente forma

$$x = e^{-\zeta\omega_n t} \left[A e^{i\sqrt{1-\zeta^2}\omega_n t} + B e^{-i\sqrt{1-\zeta^2}\omega_n t} \right]$$

$$x = X e^{-\zeta\omega_n t} \text{sen} \left[\sqrt{1-\zeta^2} \omega_n t + \phi \right] \quad (17.)$$

y el desplazamiento es oscilatorio con disminución de la amplitud, como se muestra en la figura 13)

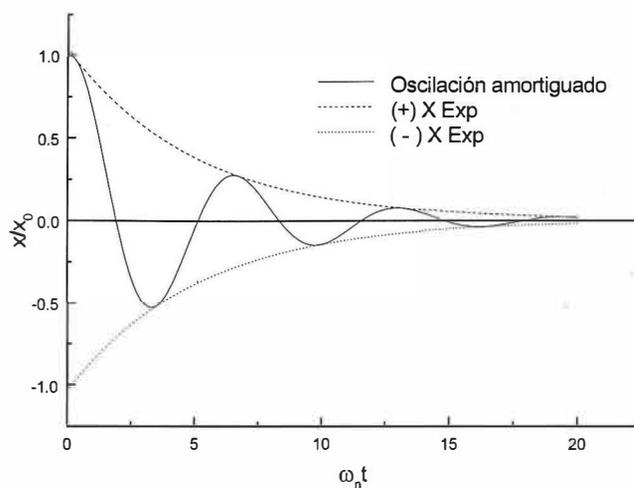


Figura 13: Movimiento subamortiguado: $\zeta < 1.0$

Amortiguamiento crítico ($\zeta = 1.0$)

Ya que el radical de la ecuación 16 es cero para el amortiguamiento crítico, las dos raíces s_1 y s_2 son iguales a $-\omega_n$. La ecuación 13 viene dada entonces como

$$x = (A + B)e^{-\omega_n t}$$

Podemos encontrar una ecuación de la forma $te^{-\omega_n t}$ que satisfaga la ecuación diferencial para sustituir, y la solución general puede ser escrita como

$$x = (A + Bt)e^{-\omega_n t} \quad (18.)$$

y se muestra en la figura 15.

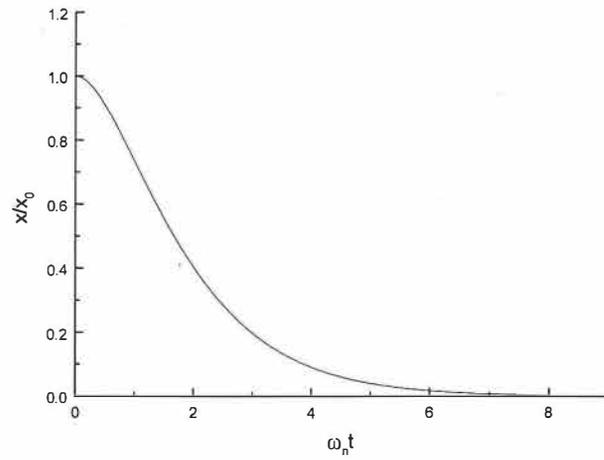


Figura 14: Movimiento con amortiguamiento crítico: $\zeta=1.0$

La ecuación de movimiento obtenida para valores de $\zeta = 1.8, 0.2$ y 1.0 son graficadas en la figura 15, con x/x_0 como ordenada y $\omega_n t$ como la abscisa.

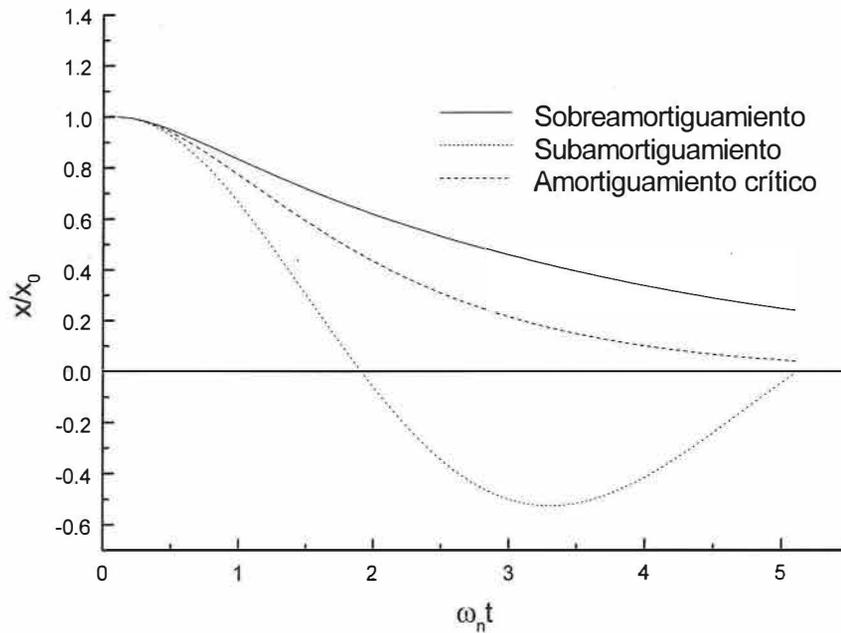


Figura 15: Vibración libre con $\zeta = 1.8, 0.2$ y 1.0

IV.2.3 Decremento logarítmico

Una forma conveniente para determinar la cantidad de amortiguamiento presente en un sistema es medir la proporción del decaimiento de la oscilación. Esto se conoce como decremento logarítmico y se define como el logaritmo natural de la razón entre cualesquiera dos amplitudes sucesivas.

Consideremos una vibración amortiguada expresada por la ecuación 17 y presentada gráficamente en la figura 16.

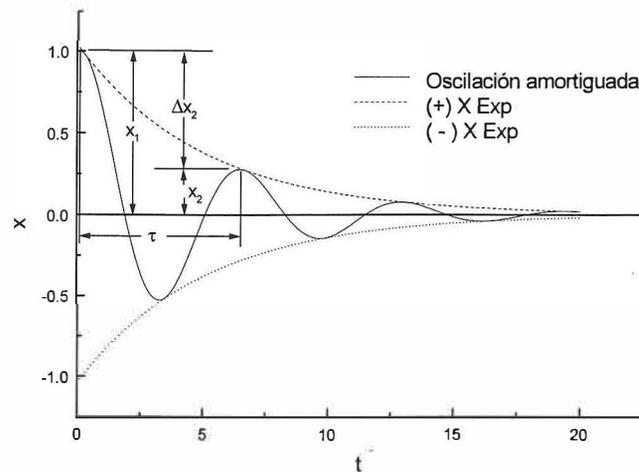


Figura 16: La razón de decaimiento de oscilación es medida por el decremento logarítmico

$$x = X e^{-\zeta \omega_n t} \operatorname{sen} \left[\sqrt{1 - \zeta^2} \omega_n t + \phi \right]$$

Cuando $\operatorname{sen} \left[\sqrt{1 - \zeta^2} \omega_n t + \phi \right] = 1$, la curva es tangente a la envolvente exponencial

$$x = X e^{-\zeta \omega_n t}$$

El decremento logarítmico δ es expresada matemáticamente como

$$\delta = \ln \frac{x_1}{x_2} = \ln \frac{e^{-\zeta \omega_n t_1}}{e^{-\zeta \omega_n (t_1 + \tau)}} = \ln e^{-\zeta \omega_n \tau}$$

$$\delta = -\zeta \omega_n \tau \quad (19.)$$

Ya que el periodo de una oscilación amortiguada es igual a

$$\tau = \frac{2\pi}{\omega} = \frac{2\pi}{\omega_n \sqrt{1 - \zeta^2}} \quad (20.)$$

$$\delta = \frac{2\pi\zeta}{\sqrt{1-\zeta^2}} \quad (21.)$$

Para valores pequeños de ζ (figura 17) el decremento es proporcional a ζ y viene dado por

$$\delta \cong 2\pi\zeta \quad (22.)$$

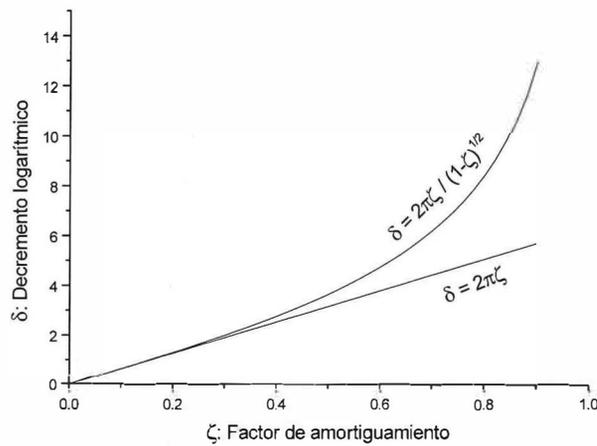


Figura 17: Decremento logarítmico como una función de ζ .

Para valores pequeños de amortiguamiento, otra expresión conveniente de δ puede ser obtenida mediante la expansión en serie del logaritmo, omitiendo todos los términos, excepto el primero:

$$\delta = \ln\left(\frac{x_2 + \nabla x_2}{x_2}\right) = \ln\left(1 + \frac{\nabla x_2}{x_2}\right) \quad (23.)$$

IV.2.4 Amortiguamiento sólido

Hay dos tipos de fuerzas viscosas para vibraciones libres de amortiguamiento de la punta en aire: (i) la pérdida intrínseca de la viga al estar vibrando y (ii) la pérdida externa debido a la resistencia del aire.

La pérdida intrínseca en un sólido por ciclo de vibración generalmente se denomina fricción interna o elasticidad imperfecta.

Un modelo simple para explicar esta pérdida intrínseca es considerar la relación entre presión y tensión (Landau y Lifshitz, 1986).

$$\sigma = E\epsilon + \mu \frac{d\epsilon}{dt} \quad (24.)$$

donde σ es la presión, μ es el coeficiente de fricción interna. Es posible obtener el coeficiente de fricción interna multiplicando el módulo de Young por un factor α , el cual es conocido como factor de pérdida intrínseca:

$$\mu = \alpha E \quad (25.)$$

y la ecuación 24 puede reescribirse como:

$$\sigma = E \left(\epsilon + \alpha \frac{d\epsilon}{dt} \right) \quad (26.)$$

De esta manera, el término de viscosidad asociado con la fricción interna puede ser incorporada en la ecuación 4 reemplazando el módulo de Young, E , por $E \left(1 + \alpha \frac{d}{dt} \right)$.

Para pérdidas externas de energía, podemos suponer que la fuerza viscosa es proporcional a la sección transversal y a la velocidad:

$$f = 2\eta R \frac{dx}{dt} \quad (27.)$$

donde η es el coeficiente de amortiguamiento. Por lo tanto, la ecuación completa para una viga vibrando es

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left[EI \frac{\partial^2}{\partial z^2} \left(x + \alpha \frac{dx}{dt} \right) \right] + 2\eta R \frac{dx}{dt} + \rho\pi R^2 \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0 \quad (28.)$$

El ancho de la curva de resonancia de una viga es caracterizado por el factor de calidad Q y se define como $Q=f_0/\Delta f$, donde Δf es el ancho total en la frecuencia a la mitad del máximo de la amplitud de resonancia del diapason.

Es interesante comparar la contribución relativa de la resistencia del aire y la fricción interna con el factor de calidad, Q , de la punta afilada. Un método directo para comparar estos dos factores es medir el espectro de resonancia en aire y en vacío. El experimento ya ha sido realizado en una cámara de vacío (Hsu, 1995). La conclusión que se obtuvo fue que el mecanismo de amortiguamiento dominante a temperatura ambiente para puntas afiladas es la fricción interna. La resistencia externa debido al aire juega un papel menor. Por lo tanto, el término de amortiguamiento externo de la ecuación 28 puede ser eliminado, y el movimiento de vibración de la punta de fibra adelgazada puede ser escrita como

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left[EI \frac{\partial^2}{\partial z^2} \left(x + \alpha \frac{dx}{dt} \right) \right] + \rho\pi R^2 \frac{\partial^2 x}{\partial t^2} = 0 \quad (29.)$$

Capítulo V Resultados numéricos

V.1 Solución a la ecuación de movimiento

En la ecuación 29 es posible notar que solamente el parámetro α , puede ser determinado por el factor de calidad Q , de la viga vibrando libremente. Ya que la viga es impulsado por una señal senosoidal, x puede ser reemplazada por $u(z)e^{i\omega t}$.

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left[EI \frac{\partial^2}{\partial z^2} \left(ue^{i\omega t} + \alpha \frac{d}{dt} ue^{i\omega t} \right) \right] + \rho \pi R^2 \frac{\partial^2}{\partial t^2} ue^{i\omega t} = 0 \quad (30.)$$

$$\frac{\partial^2}{\partial z^2} \left[EI \frac{\partial^2}{\partial z^2} (1 + i\alpha\omega)u \right] - \rho \pi R^2 \omega^2 u = 0 \quad (31.)$$

De la región sin adelgazamiento, obtenemos a partir de la ecuación 31:

$$\frac{\partial^2 u}{\partial z^2} = k^4 u \quad (32.)$$

en donde

$$k^4 = \frac{4\omega^2 \rho}{ER_0^2(1 + i\alpha\omega)} \quad (33.)$$

La solución en la región no adelgazada es:

$$u(z) = A \cos kz + B \operatorname{sen} kz + C e^{kz} + D e^{-kz} \quad (34.)$$

Para hallar los valores de las constantes, es importante establecer de una manera precisa las condiciones iniciales, las cuales son las siguientes (como referencia, la parte libre de la punta se considera como $z=0$, mientras que la parte pegada al sistema que lo impulsa está en $z=l$):

En $z=l$, la punta es impulsada y se encuentra sujeta. De aquí que como condiciones de frontera se imponga que $u'(l)=0$. En $z=0$, la punta está libre; de esta manera, la segunda y la tercera derivada son cero, es decir, $u''(0)=0$ y $u'''(0)=0$. Esta última condición implica que no hay fuerzas cortantes externas. En $z=l$, el valor de x es $u(l)=u$, donde u es la posición original de donde nos basamos para partir.

V.2 Obtención de ω_0

Para obtener la frecuencia de resonancia ω_0 , suponemos que no existen fuerzas externas al sistema, es decir, $u = 0$. De esta manera, tenemos un sistema de cuatro ecuaciones con cuatro incógnitas, pero las cuatro ecuaciones igualadas a cero. De aquí, obtenemos una solución trivial, donde los coeficientes A , B , C y D son iguales a cero. Sin embargo, podemos hallar otro valor para las constantes, que también cumpla con la igualdad, pero para ello, obtenemos la determinante de las cuatro ecuaciones de la siguiente forma:

Partiendo de la ecuación original:

$$u(z) = A \cos kz + B \sin kz + C e^{kz} + D e^{-kz} \quad (35.)$$

Obtenemos las siguientes ecuaciones:

$$u(l)=0$$

$$u(l) = A \cos kl + B \operatorname{sen} kl + Ce^{kl} + De^{-kl} = 0$$

$$u'(l)=0$$

$$u'(l) = k(-A \operatorname{sen} kl + B \cos kl + Ce^{kl} - De^{-kl}) = 0$$

$$u''(0)=0$$

$$u''(0) = k^2(-A + C + D) = 0$$

$$u'''(l)=0$$

$$u'''(0) = k^3(-B + C - D) = 0$$

Como podemos notar, tenemos cuatro ecuaciones con cuatro incógnitas A , B , C , y D . Debido a que este sistema tiene un infinito número de soluciones, podemos obtener los eigenvalores de este sistema. Para ello, se obtiene la determinante de las cuatro ecuaciones, se iguala a cero y lo resolvemos.

La determinante a resolver es:

$$\operatorname{Det} \begin{bmatrix} \cos kl & \operatorname{sen} kl & e^{kl} & e^{-kl} \\ -\operatorname{sen} kl & \cos kl & e^{kl} & -e^{-kl} \\ -1 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & -1 & 1 & -1 \end{bmatrix} = 0 \quad (36.)$$

Podemos graficar los valores que se obtienen de la determinante a medida que va variando el valor de kl .

Se obtienen dos gráficas del valor de la determinante con respecto a los valores que toma kl (Figura 18 y Figura 19)

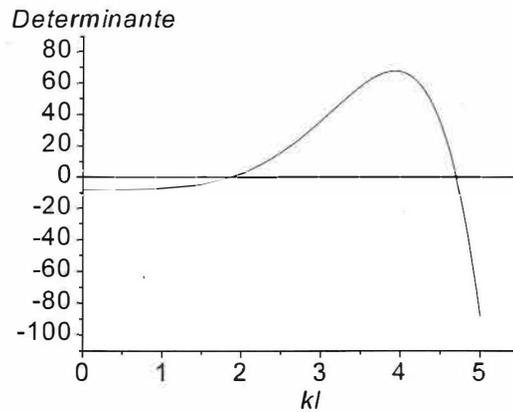


Figura 18: Primeros dos valores de kl donde la determinante se vuelve cero. Estos son los dos primeros valores donde tenemos resonancia en el sistema, los cuales son $kl = 1.875$ y $kl = 4.694$.

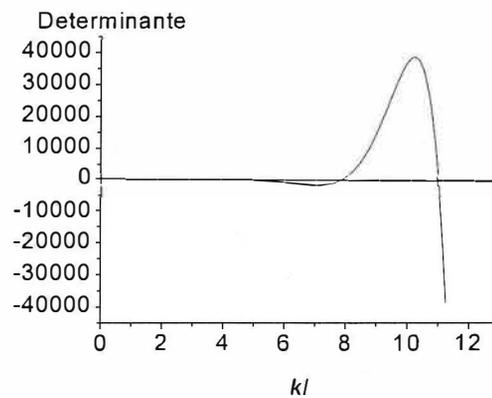


Figura 19: Estos son los siguientes dos valores de kl donde la determinante se vuelve cero. Los nuevos puntos donde la determinante se vuelve cero son: $kl = 7.854$ y $kl = 10.995$.

Los primeros cuatro valores de kl para los cuales la determinante es cero son los siguientes:

$$kl=1.875$$

$$kl=4.694$$

$$kl=7.854$$

$$kl=10.995$$

Para el primer valor, cuando $kl = 1.875$ obtenemos una frecuencia de resonancia el cual se encuentra de la siguiente manera:

$$kl = 1.875$$

$$k = \frac{1.875}{l}$$

Tomando la ecuación 33 y sustituyendo estos datos obtenidos y además, para un fibra donde $\alpha = 0$ es decir, considerando que no existen pérdidas intrínsecas debido a la fricción interna, obtenemos que:

$$k^4 = \frac{4\omega_0^2 \rho}{ER_0^2}$$

Despejando ω_0

$$\omega_0 = k^2 R_0 \sqrt{\frac{E}{4\rho}} = 1.758 \frac{R_0}{l^2} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (37.)$$

Aplicando este resultado a un caso particular, tomamos los valores reportados en la literatura (Yang, 1997), tenemos entonces que los valores de E , ρ , l , R_0 son los siguientes:

$$E = 6.3 \times 10^{11} \frac{g}{cm s^2} = 63 \times 10^9 \frac{kg}{m s^2}$$

$$\rho = 2.2 \frac{g}{cm^3} = 2.2 \times 10^3 \frac{kg}{m^3}$$

$$l = 0.22 \text{ cm} = 2.2 \times 10^{-3} \text{ m}$$

$$R_0 = 62.5 \times 10^{-4} \text{ cm} = 62.5 \times 10^{-6} \text{ m}$$

Y de aquí que

$$\omega_0 = 121483 \text{ Hz}$$

y la frecuencia de resonancia más baja es:

$$f_0 = \frac{\omega}{2\pi} = 19334.57 \text{ Hz}$$

Con este valor de ω_0 y considerando que $kl = 1.875$ resolvemos el sistema de ecuaciones que se obtiene aplicando las condiciones de frontera a la ecuación 35 (el valor utilizado de u es 4.8):

$$\begin{aligned} A \cos kl + B \operatorname{sen} kl + Ce^{kl} + De^{-kl} &= 0 \\ -A \operatorname{sen} kl + B \cos kl + Ce^{kl} - De^{-kl} &= 0 \\ -A + C + D &= 0 \\ -B + C - D &= 0 \end{aligned} \quad (38.)$$

Los valores obtenidos de las constantes son:

$$A = 1.994 \times 10^8$$

$$B = -1.464 \times 10^8$$

$$C = 2.652 \times 10^7$$

$$D = 1.729 \times 10^8$$

Estos son los valores de las constantes cuando el sistema se encuentra en resonancia. Al sustituir estos valores en la ecuación 35, obtenemos:

$$u(z) = 1.994 \times 10^8 \cos kz - 1.464 \times 10^8 \sin kz + 2.652 \times 10^7 e^{kz} + 1.729 \times 10^7 e^{-kz} \quad (39.)$$

Graficando $u(z)$ tomando los valores de z desde cero hasta l obtenemos la siguiente gráfica (figura 20):

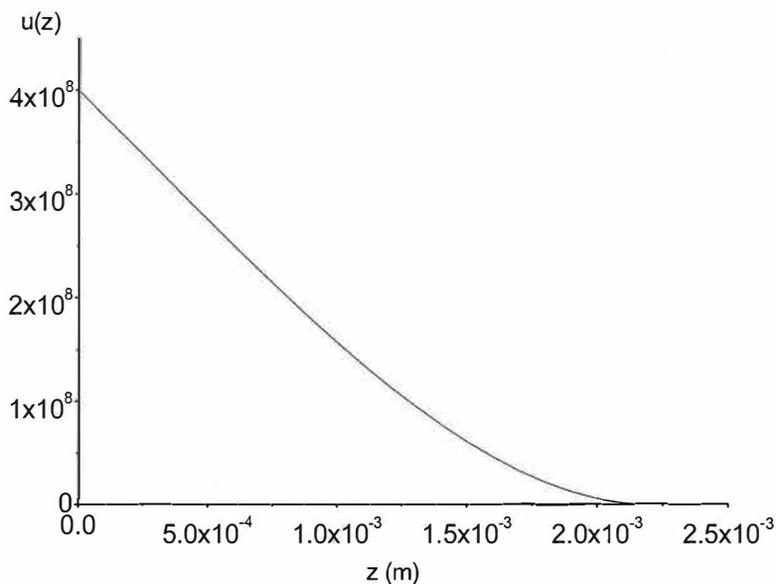


Figura 20: Amplificación de la vibración de la fibra en el extremo libre. Como podemos notar, la parte libre de la fibra se encuentra tiene un valor muy elevado, lo cual nos indica que efectivamente, hay resonancia en el sistema.

Esto nos demuestra que efectivamente estamos en la frecuencia de resonancia, ya que la parte libre de la fibra (en $u(0)$) tiende a ser mucho mayor que la parte que se encuentra fija (en $u(l)$).

La amplificación en la vibración de la punta tiende hacia el infinito en esta frecuencia de resonancia. Podemos hacer ahora un barrido de $\frac{u(0)}{u(l)}$ vs k de donde obtenemos que en $k = 8.523$ la gráfica tiende al infinito (Figura 21).

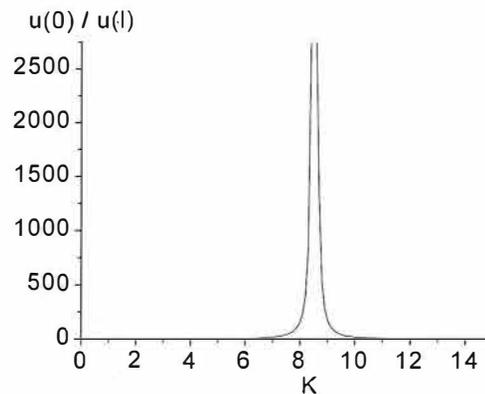


Figura 21: Vibración de la punta a su frecuencia de resonancia.

Esto nos muestra que al acercarnos al valor de ω_0 , la amplificación de la vibración aumenta significativamente.

Ahora, introduciremos el factor de amortiguamiento α en el valor de k encontramos que los valores de $\frac{u(0)}{u(l)}$ disminuyen.

$$k^4 = \frac{4\omega^2 \rho}{ER_0^2(1+i\alpha\omega)} \quad (40.)$$

La figura 22 muestra este cambio.

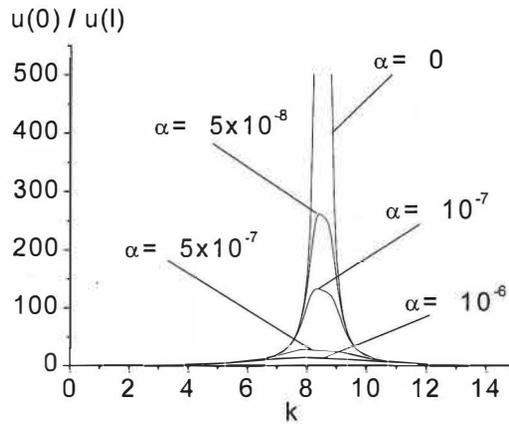


Figura 22: Efecto del término de amortiguamiento en la resonancia del sistema

Podemos notar que cuando $\alpha = 0$, $\frac{u(0)}{u(l)}$ tiende al infinito en ω_0 , mientras que para valores de $\alpha = 5 \times 10^{-8}$, $\alpha = 10^{-7}$, $\alpha = 5 \times 10^{-7}$ y $\alpha = 10^{-6}$, la amplificación es cada vez menor a medida que aumenta α . Esto se debe a que el factor de pérdida intrínseca aumenta, y existe un mayor amortiguamiento debido al material mismo.

También obtenemos una gráfica de $\frac{u(0)}{u(l)}$ (figura 23) para cuando el valor de α va cambiando. El rango en que varía α es entre -10^{-6} hasta 10^{-6} .

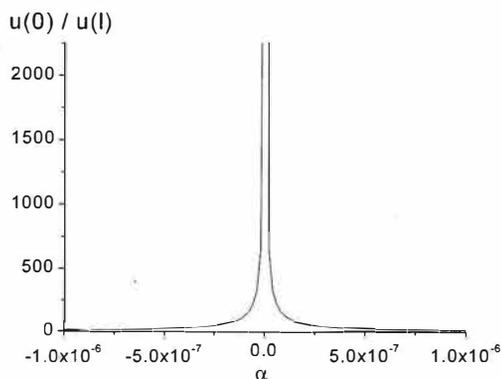


Figura 23: Efecto de la variación de α en la amplificación de la vibración

La figura anterior nos muestra que, efectivamente, cuando el factor de amortiguamiento intrínseco tiende a cero, $\frac{u(0)}{u(l)}$ aumenta. Esto se debe a que en la ausencia de amortiguamiento intrínseco interno, la parte libre de la punta vibra en resonancia. A medida que se le aplica un amortiguamiento, hay una disminución sustancial de la amplificación que tiene $u(0)$ con respecto a $u(l)$.

V.3 Aplicación de una fuerza en el sistema

En la sección anterior se analizó el efecto de la fuerza de amortiguamiento α en el sistema debido a fuerzas intrínsecas al sistema. Ahora, introduciremos dentro de las condiciones de frontera una fuerza de amortiguamiento en la tercera derivada que representa a la fuerza con la cual el agua amortiguará el movimiento.

Como se ha explicado en la sección III.3, hay varias hipótesis respecto a las causas de la fuerza cortante. Una de las hipótesis apoya la presencia de capas delgadas de agua sobre la superficie de las muestras, ya que regularmente, las condiciones de trabajo implican una relativa humedad en el ambiente (Wei y Fann, 2000).

Nuestras condiciones de frontera quedaron entonces de la siguiente manera:

$$u(l)=u$$

$$u(l) = A \cos kl + B \sin kl + Ce^{kl} + De^{-kl} = u$$

$$u'(l)=0$$

$$u'(l) = k(-A \sin kl + B \cos kl + Ce^{kl} - De^{-kl}) = 0$$

$$u''(0)=0$$

$$u''(0) = k^2(-A + C + D) = 0$$

$$u'''(l)=f$$

$$u'''(0) = k^3(-B + C - D) = f$$

Al resolver el sistema de ecuaciones, obtener los valores de las constantes A , B , C y D podemos hallar una gráfica tridimensional de $\frac{u(0)}{u(l)}$ contra k y f manteniendo constante el

valor de α . La gráfica obtenida se muestra en la figura 24.

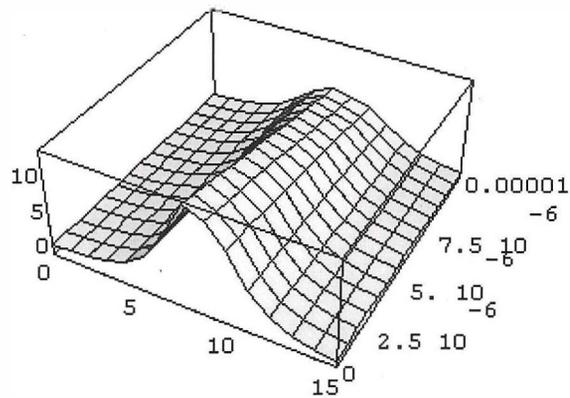


Figura 24: Efecto de una fuerza externa de amortiguamiento debido a las capas superficiales de agua

Como podemos notar, a medida que la fuerza va aumentando, la altura máxima alcanzada por $\frac{u(0)}{u(l)}$ va disminuyendo, lo que nos indica que efectivamente, la fuerza va a afectar directamente la vibración de la punta. Por los valores obtenidos podemos notar que la fuerza necesaria para afectar este movimiento es muy pequeña como se nota en la figura 25.

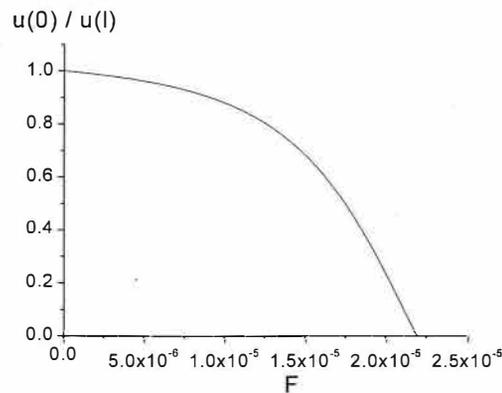


Figura 25: Disminución en la vibración de la punta debido a una fuerza viscosa de amortiguamiento

Como podemos notar, a medida que la fuerza va aumentando, la amplitud de la vibración va decreciendo, lo cual apoya el hecho de la presencia de agua sobre la superficie. Las unidades en las que se da la fuerza son de Dinns, y está en el orden de 10^{-6} Dinns, equivalente a unos cientos pN. Aunque a primera vista esta fuerza parecer ser muy pequeña como para influir sobre la punta, en realidad esto está en total congruencia con los resultados reportados en la literatura, donde se habla de fuerzas del orden de 100 pN (Schmidt, 2000)

V.4 Comparación con los resultados reportados en la literatura

Uno de los resultados más importantes obtenidos es la curva representada en la figura 24. Estos datos nos llevan a analizar resultados reportados por Davy, 1998. (Figura 9). Como podemos observar, el perfil gráfico al ir acercándose la punta a la muestra, tiene

un gran parecido al perfil obtenido por este método que hemos desarrollado. La curva comienza a decaer ligeramente al principio, pero posteriormente se observa una caída más pronunciada (Brunner, 1999) (Figura 25)

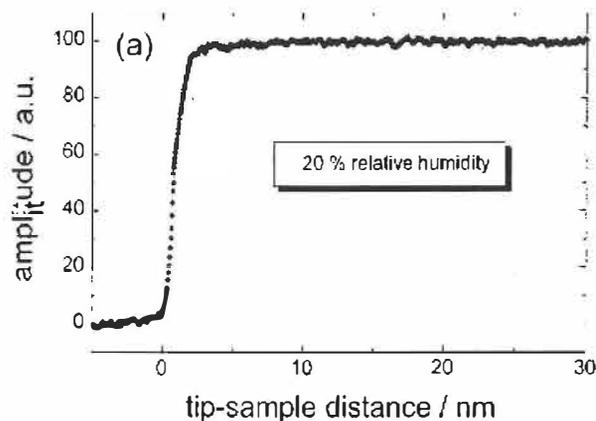


Figura 25: Resultados experimentales del decaimiento de la vibración de la punta

Otros trabajos experimentales también apoyan estos cálculos (Schmidt, 2000).

También es importante notar que cuando tenemos una fibra con un valor alto del factor de pérdida intrínseca α , al ir aumentando, la punta tiene fuerzas internas que hacen que el pico de la resonancia sea de menor altura.

Además, podemos notar que la fuerza cortante tiene su efecto a distancias muy pequeñas de la muestra, aproximadamente del orden de nanómetros.

Capítulo VI Conclusiones

Las conclusiones que obtenemos de estos resultados son los que a continuación se enumeran:

- Debido a que los materiales observados en SNOM son generalmente muestras hidrofílicas, la superficie de estas contienen una pequeña capa de agua debido a la humedad del ambiente, lo cual amortigua el movimiento de la punta al acercarse a la muestra.
- El amortiguamiento en la vibración de la punta al acercarse a la superficie se debe en buena medida, a las interacciones entre la punta y la capa de agua depositada sobre la superficie. Esta capa es de unos cuantos nanómetros, sin embargo, es suficiente para tener efecto sobre la vibración.
- La fuerza necesaria para que la amplitud de la vibración de la punta disminuya es del orden de unos cientos de *picoNewtons*, lo que nos indica que es una fuerza muy pequeña la que afecta la estabilidad del movimiento.

- También es importante resaltar la forma que debe tener la fibra en el ápice, ya que de esto depende la interacción que exista entre la fibra y la capa de agua sobre la superficie.
- Es importante llevar a cabo los experimentos inmediatamente después de obtener la muestra y tenerla en un lugar en la que haya la menor cantidad de humedad relativa. De esta manera, el amortiguamiento se llevará a cabo cuando la punta se encuentre a distancias más pequeñas de la muestra, lo que traerá consigo un aumento en la resolución.

Bibliografía

- Betzing, E., P. L. Finn, y J. S. Weiner, 1992. "Combined shear force and near field scanning optical microscopy". *Appl. Phys. Lett.* 60(20): 2484-2486 p.
- Betzig, E. y J. Trautman. 1992. "Near-Field optics: microscopy, spectroscopy, and surface modification beyond the diffraction limit". *Science.* 257: 189-195.
- Betzig, E. y J. K. Trautman. 1992. "Near-Field optics: Microscopy, Spectroscopy, and surface modification beyond the diffraction limit". *Science.* 257:189-195 p.
- Binning, G., C. F. Quate y C. Gerber. 1986. Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.* 56: 930 p.
- Binning, G., H. Rohrer, C. Gerber y E. Weibel. 1982. Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.* 49: 57 p.
- Born, M. y E. Wolf. 1959. Principles of Optics. Pergamon London. 942 pp.
- Brunner, R., A. Bietsch, O. Hollricher y O. Marti. 1997. "Distance control in near-field optical microscopy with piezoelectrical shear-force detection suitable for imaging in liquids". *Rev. Sci. Instrum.* 68(4): 1769-1772 p.
- Brunner, R., O. Marti y O. Hollricher, 1999. "Influence of environmental conditions on shear-force distance control in near-field optical microscopy". *J. Appl. Phys.* 86(12): 7100-7106 p.

- Davy, S., M. Spajer y D. Courjon. 1998. "Influence of the water layer on the shear force damping in near-field microscopy". *Appl. Phys. Lett.* 73(18): 2594-2596 p.
- Débarre, A., A. Richard, y P. Tchério. 1997. "High-contrast piezoelectric fiber resonance detection for near-field optical microscopy". *Rev. Sci. Instrum.* 68 (11): 4120-4123 p.
- Decca, R. S., H. D. Drew y K. L. Empson. 1997. "Mechanical oscillator tip-to-sample separation control for near-field optical microscopy". *Rev. Sci. Instrum.* 68 (2): 1291-1295 p.
- Durkan, C. y I. V. Shvets. 1996. "Investigation of the physical mechanisms of shear-force imaging". *J. Appl. Phys.* 80(10): 5659-5664 p.
- Gregor, M. J., Blome P. G., Schöfer J. y Ulbrich R. G. 1996. "Probe-surface interaction in Near-field optical microscopy: The Nonlinear Bending Force Mechanism". *Appl. Phys Lett.* 68(3): 307-309 p.
- Hsu, J.W., M. Lee y B. S. Deaver. 1995. A nonoptical tip-sample distance control method for near-field scanning optical microscopy using impedance changes in an electromechanical system. *Rev. Sci. Instrum.* 66: 3177 p.
- Hsu, K. y L. A. Gheber. 1999. "Tip sample interaction in a "shear force" near-field scanning optical microscope". *Review of Scientific Instruments.* 70(3): 3609-3613 p.
- Karrai, K. y R.D. Grober. 1995. "Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes". *Appl. Phys. Lett.* 66 (14): 1842-1844 p.

- Kirstein, S., M. Mertesdorf y M. Schönhoff. 1998. "The influence of a viscous fluid on the vibration dynamics of scanning near-field optical microscopy fiber probes and atomic force microscopy cantilevers". *J. App. Phys.* 84 (5): 1782-1790 p.
- Landau, L. D. y E. M. Lifshitz. 1986. "Theory of Elasticity". Pergamon. 3^a edición. Oxford. 190 pp.
- Okamoto, T. e I. Yamaguchi. 1997. Near-field scanning optical microscopy combined with a tapping mode atomic force microscope. *Optical Review*. 4 (2): 297-300 p.
- Okajima T.y S. Hirotsu. 1997. "Study of shear force between glass microprobe and mica surface under controlled humidity". *Appl. Phys. Lett.* 71 (4): 545-547 p.
- Pohl D. W., W. Denk y M Lanz. 1984. "Optical Stethoscopy: image recording with resolution $\lambda/20$ ". *Appl. Phys. Lett.* 44: 651 p.
- Schmidt, J. U., H. Bergander y L. M. Eng. 2000. "Shear force interaction in the viscous damping regime studied at 100 pN force resolution". *J. App. Phys.* 87 (6): 3108-3112 p.
- Smolyaninov I. I., W. A. Atia, S. Pilevar, y C. Davis. 1998. "Experimental study of probe-surface interaction in near-field optical microscopy". *Ultramicroscopy*. 71: 177-182 p.
- Toledo-Crow, R., P.C. Yang, Y. Chen y M. Vaez-Iravani. 1992. "Near-field differential scanning optical microscope with atomic force regulation". *Appl. Phys. Lett.* 60 (24): 2957-2959 p.
- Valaskovic, G. A., M. Holton y G. H. Morrison. 1995. "Parameter control, characterization, and optimization in the fabrication of optical fiber near-field probes". *Applied Optics*. 34(7): 1215-1228 p.

- Wei P. K. y W. S. Fann. 1998. "The probe dynamics under shear force in near-field scanning optical microscopy". *J. Appl. Phys.* 83(7): 3461-3468 p.
- Wei, P. K. y W. S. Fann. 2000. "The effect of humidity on probe-sample interactions in near-field scanning optical microscopy". *J. Appl. Phys.* 87(5): 2561-2564 p.
- Wetsel, G. C. Jr., y M. A. Drummond. 1995. "Dynamic scanned-probe lateral-force determination". *Appl. Phys. Lett.* 67(18): 2735-2737.
- Yang, Y. T., D. Heh, P. K. Wei, y W. S. Fann, M. H. Gray y J. W. P. Hsu. 1997. "Vibration dynamics of tapered optical fiber probes". *J. Appl. Phys.* 81(4): 1623-1627 p.