



Caracterización de sistemas moleculares a nano escala

Jhonattan de la Roche, Investigador postdoctoral proyecto 2: Nanosensores

jhonattan.delaroche@javerianacali.edu.co



El futuro
es de todos

Gobierno
de Colombia



CONTENIDO

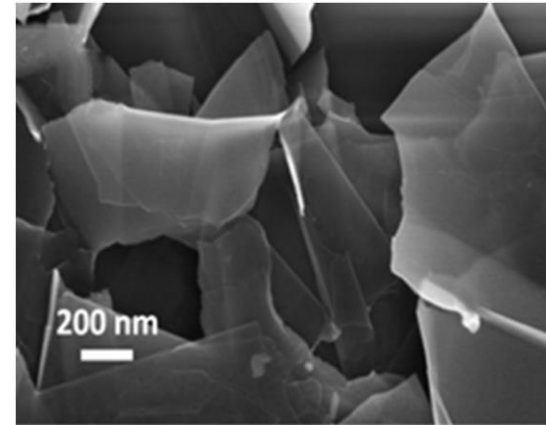
Módulo 1

- AFM: Principios básicos y Modo contacto
- Modo no contacto: Principios básicos
- Componentes del equipo
- Aplicaciones y otros modos de operación
- Curvas de fuerza / Mapeo de fuerza
- Modo fuerza lateral
- Demostración AFM – Modo contacto y medida de fuerza

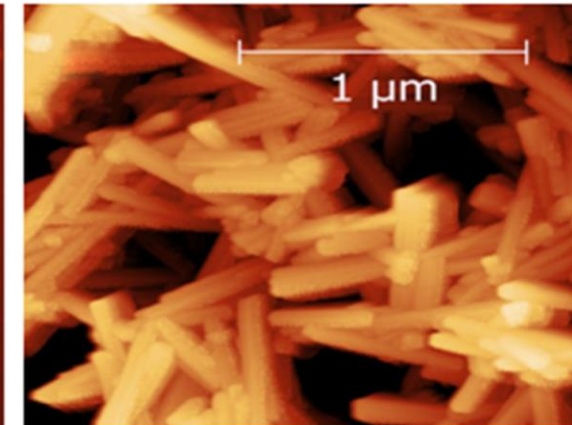
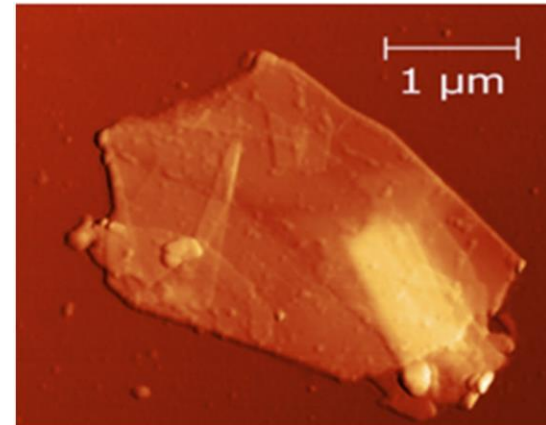
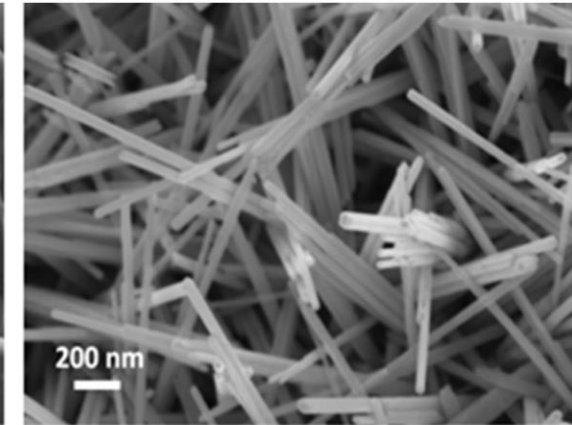
Módulo 2

- SEM: Principios básicos
- Componentes del equipo
- Aplicaciones en ciencia e ingeniería
- SEM vs otras microscopías
- Demostración SEM

Grafeno-NPla

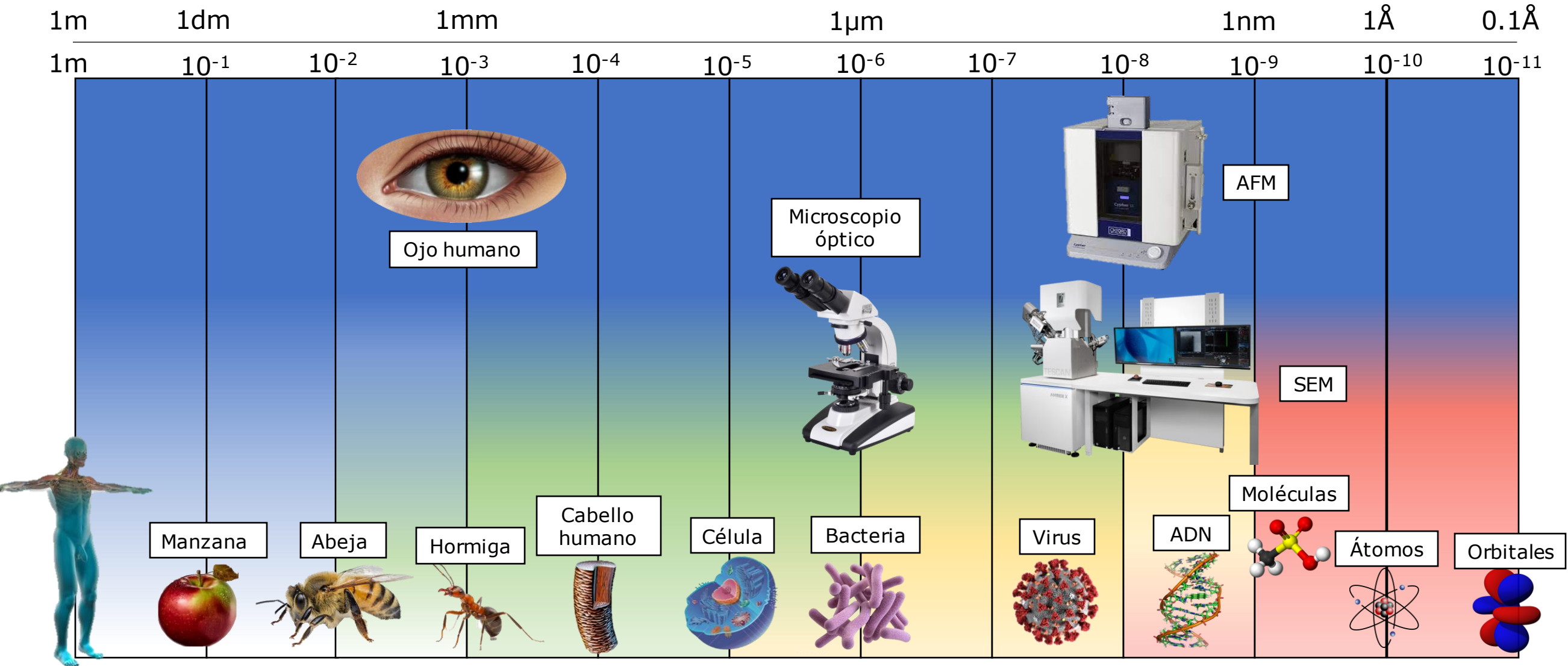


ZnO-NRs



Fuente: M. Fortunato et al., IEEE TRANSACTIONS ON NANOTECHNOLOGY 17 (2018) 955

MICROSCOPIA - "Hasta no ver, no creer"



Atomic Force Microscopy (AFM): PRINCIPIOS BÁSICOS Y MODO CONTACTO

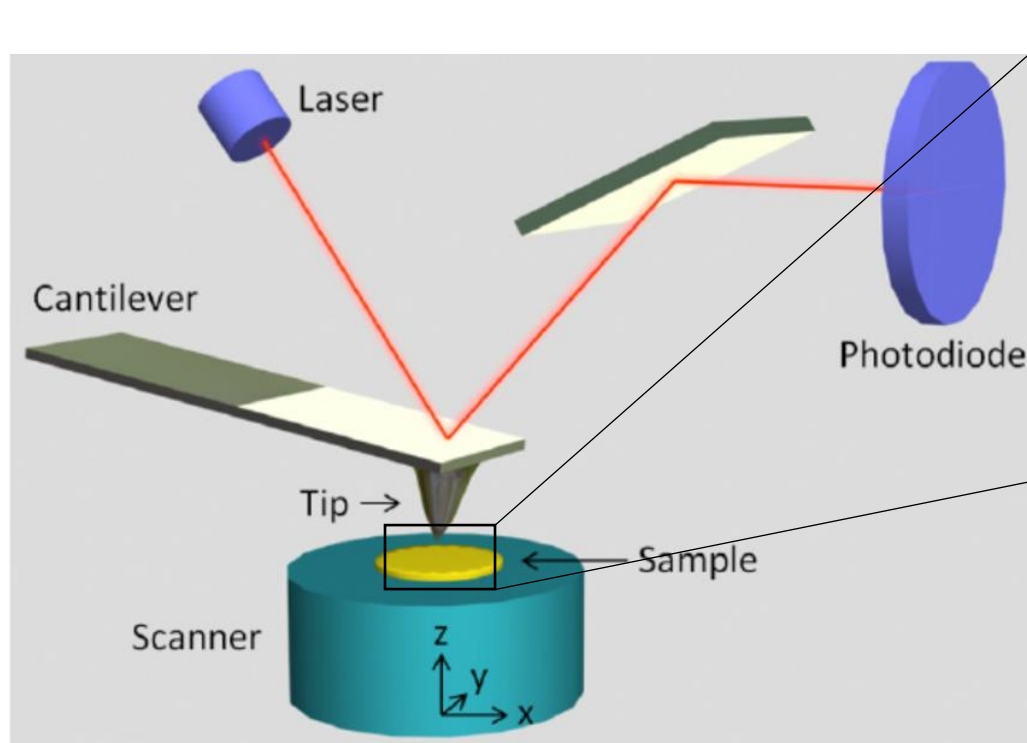
La técnica AFM nació a partir del desarrollo de la microscopía de efecto túnel (STM) ¹



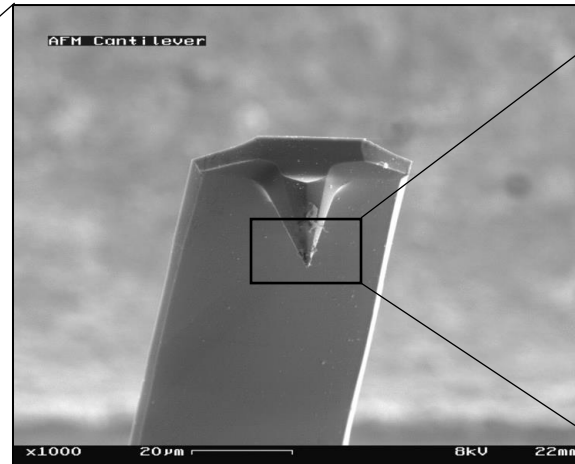
Gerd Binnig y Heinrich Rohrer premio Nobel en 1986 ¹



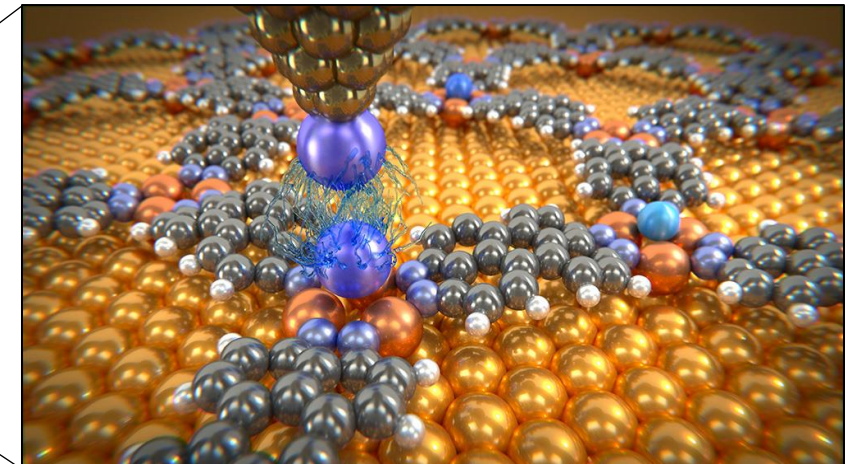
1986: Nacimiento del AFM por Binnig, Quate, y Gerber^{1,2}



Fuente: G. Zeng, Gong, et al. Atomic Force Microscopy Investigations into Biology-From Cell to Protein (2012)



Fuente: <https://thetuzaro.wordpress.com/tag/microscopio-de-fuerza-atmica/>



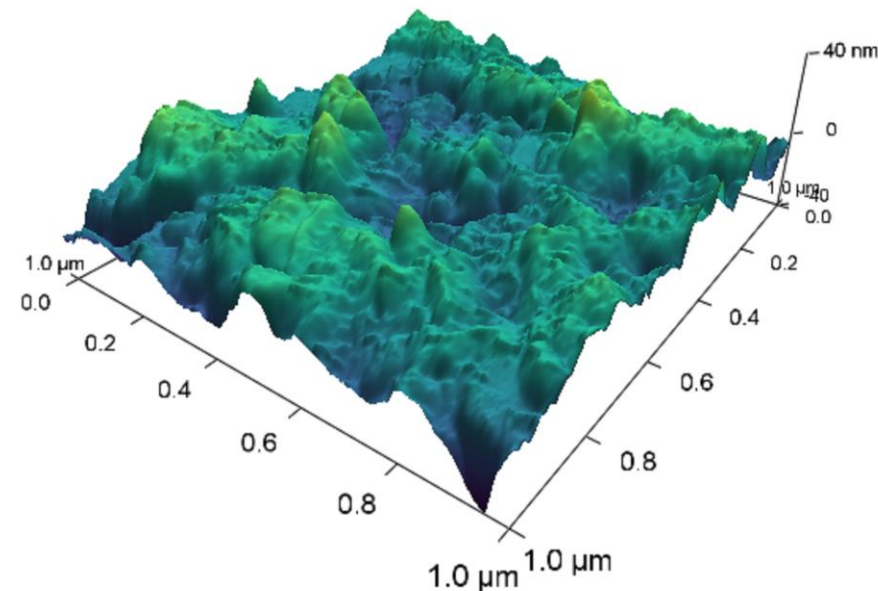
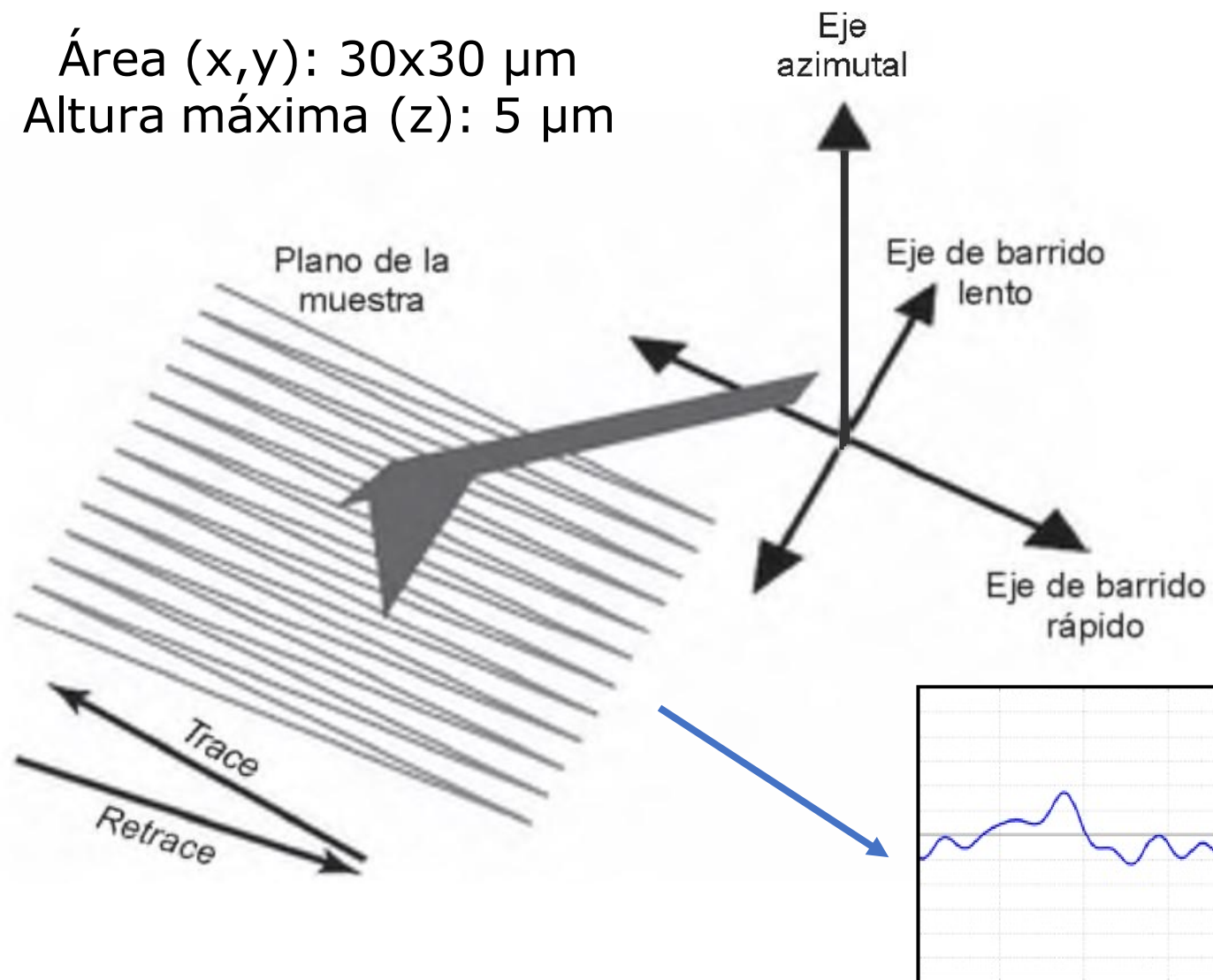
Fuente: <https://analyticalscience.wiley.com/doi/10.1002/imaging.5540/full/>

Van der Waals, fuerzas capilares, interacciones químicas, fuerzas electrostáticas, fuerzas magnéticas, fuerzas de solvatación, etc.

1. Ron Blonder et. al, *Journal of Chemical Education* 87 (2010), 1290
2. G. Binnig et. al, *Phys. Rev. Letters* 56, 1(1986), p. 930.

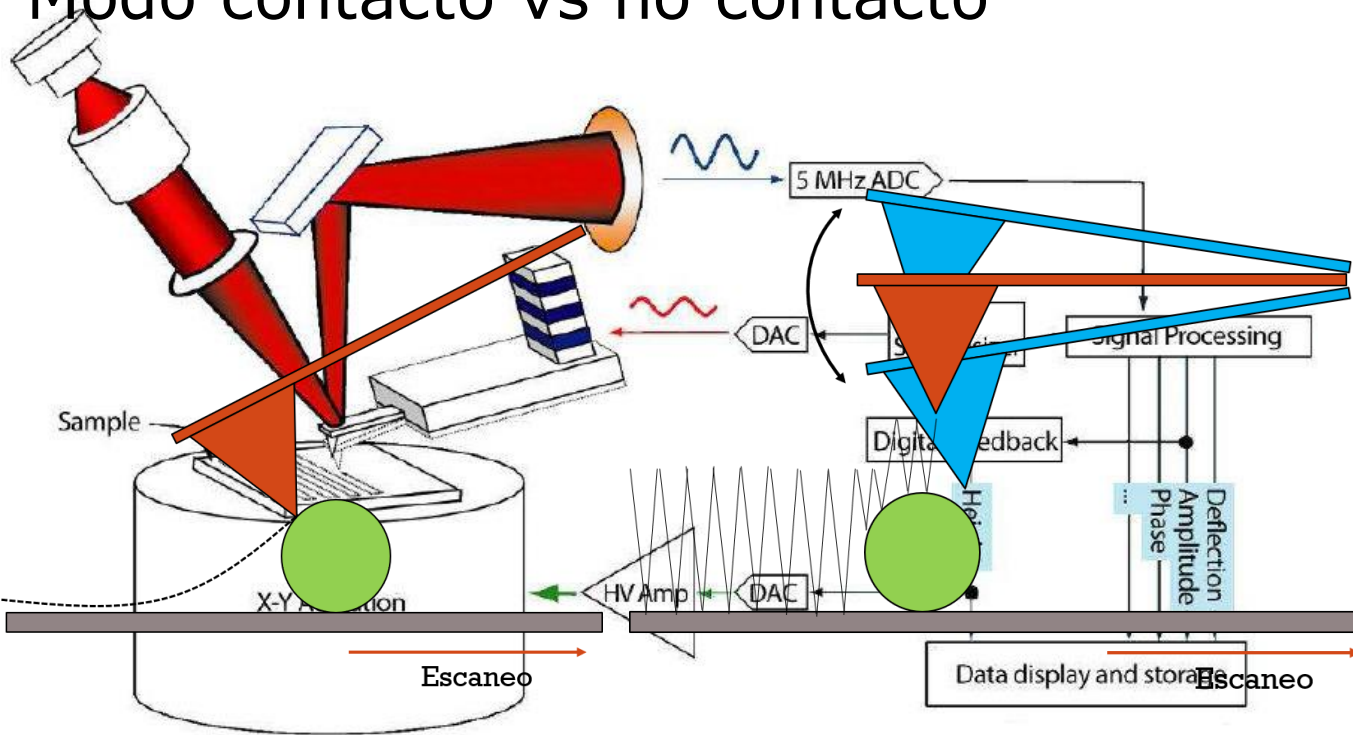
¿COMO MIDE EL AFM?

Área (x,y): 30x30 μm
Altura máxima (z): 5 μm



MODO NO CONTACTO: PRINCIPIOS BÁSICOS

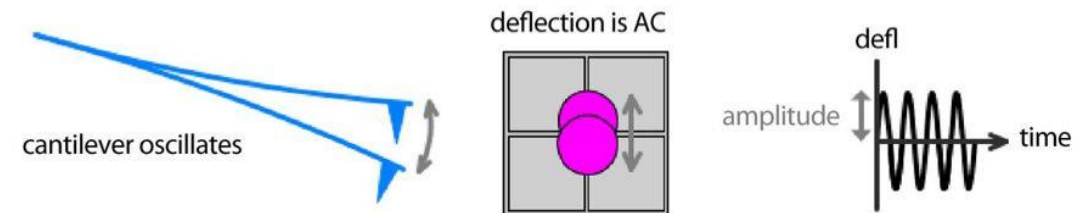
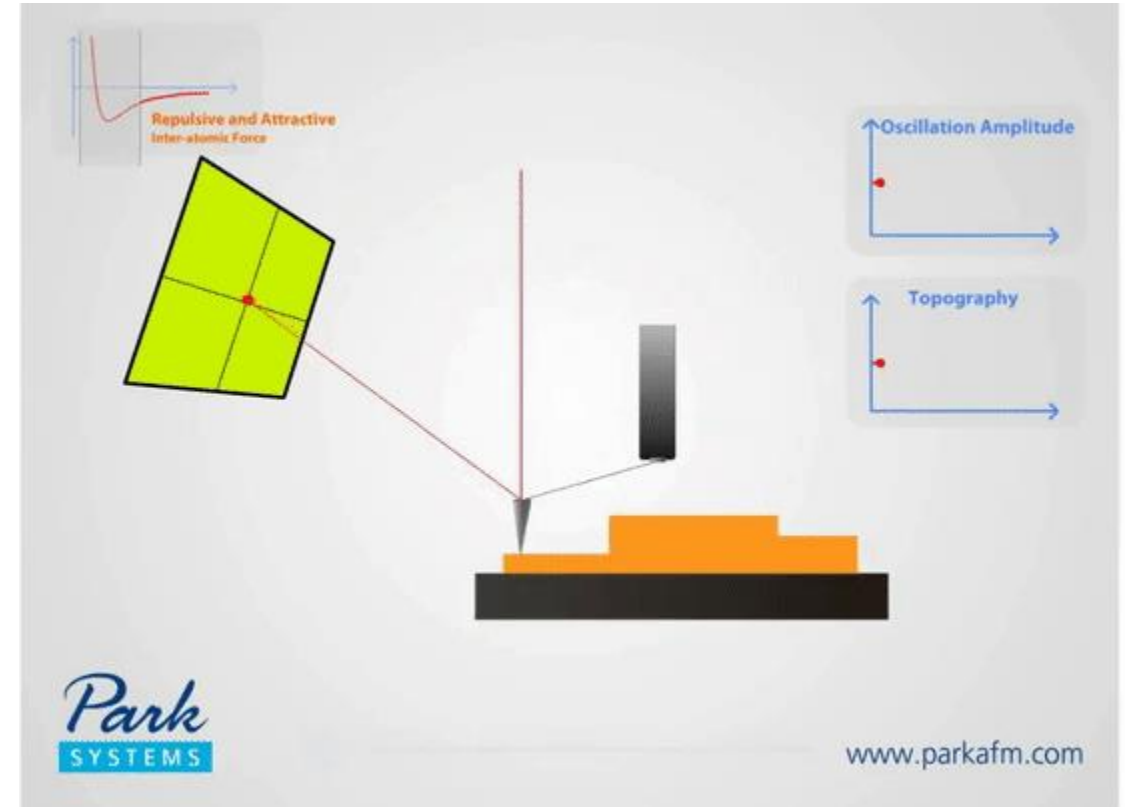
Esquema Modo contacto vs no contacto



Fuente: AR Applications guide (2018)

Ventajas del modo Tapping:

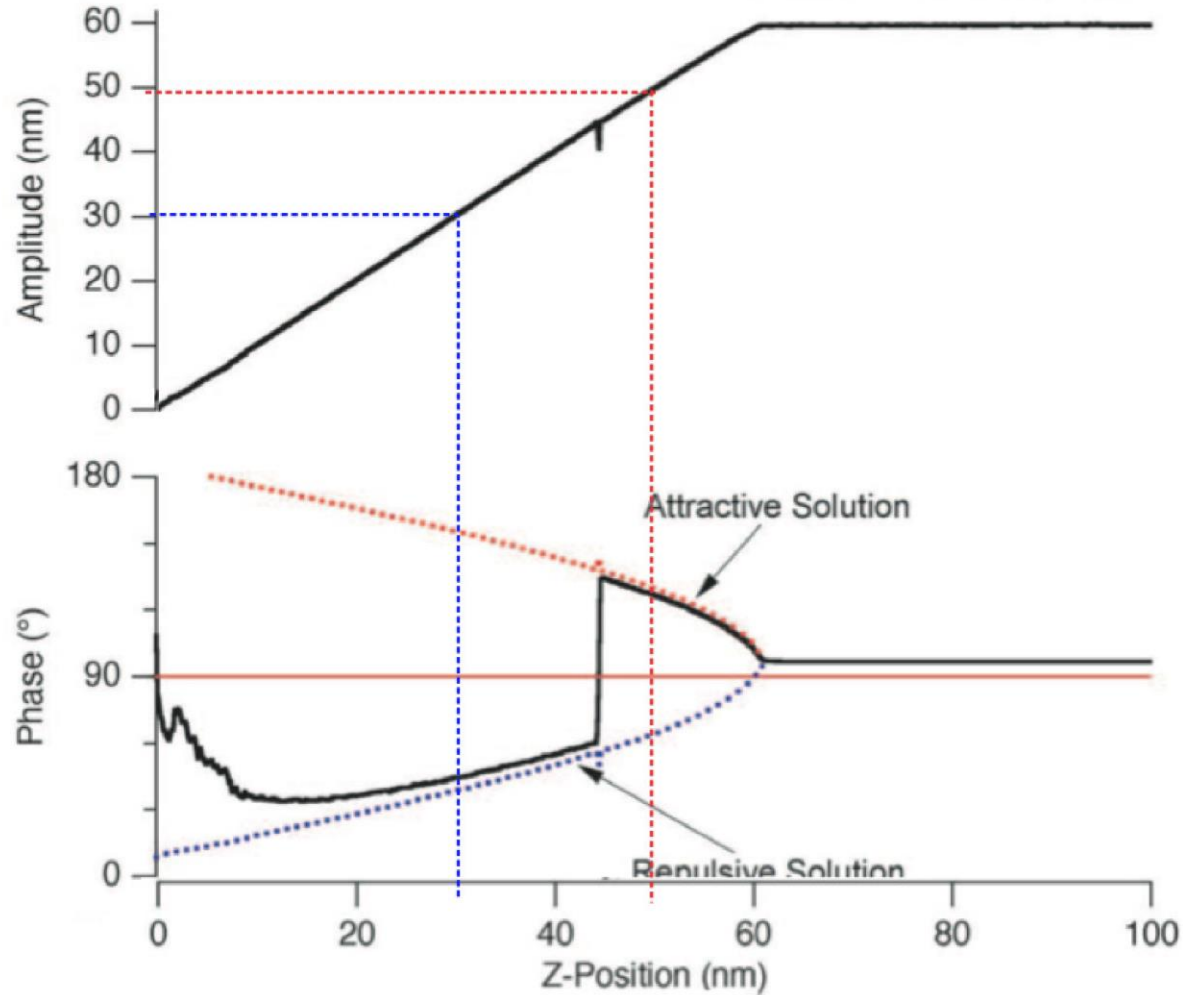
- Protección de la punta (mantiene afilada)
- Ausencia de fuerzas aplicadas sobre la muestra
- No hay fuerza lateral
- Alta resolución lateral



Fuente: AR Applications guide (2018)

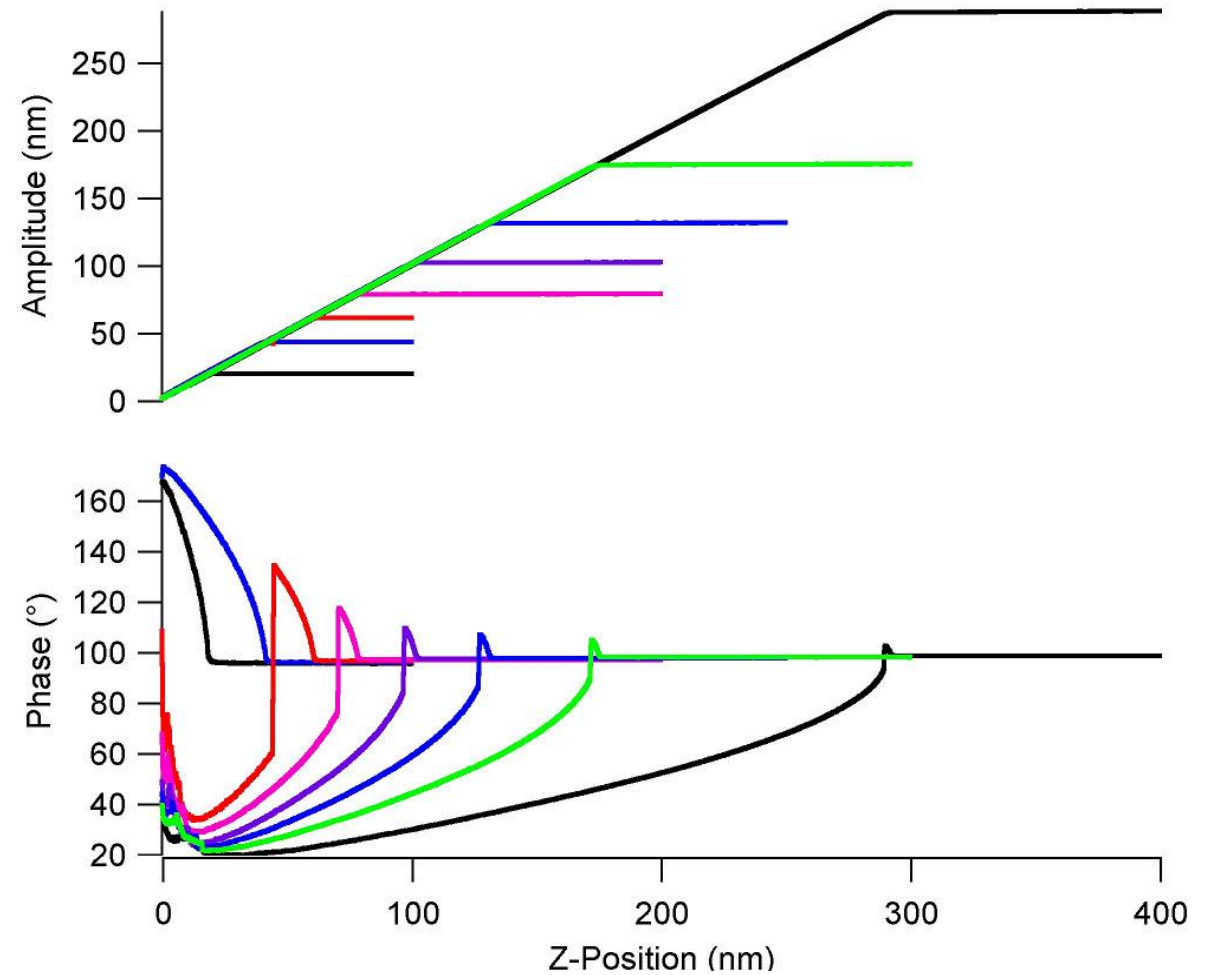
MODOS REPULSIVO Y ATRACTIVO

Comportamiento de la punta



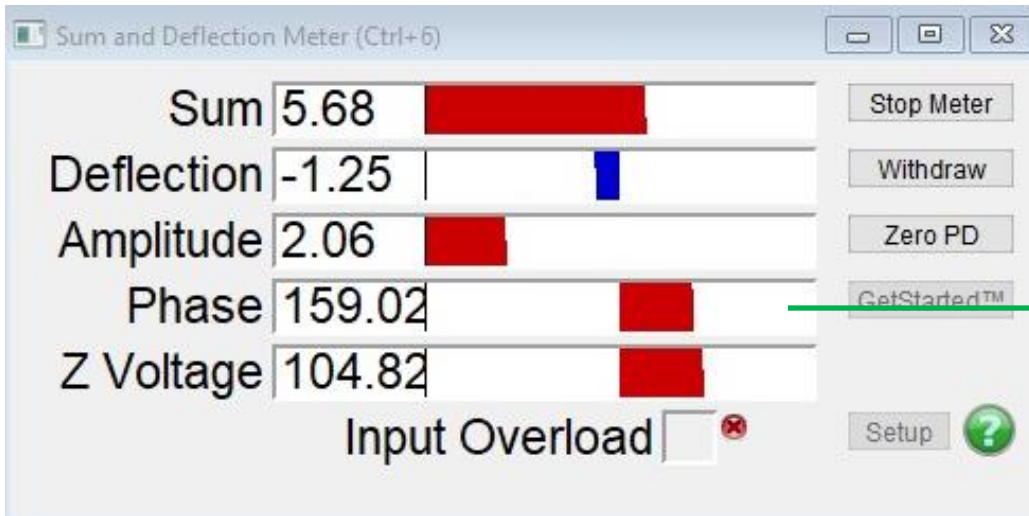
Fuente: AR Applications guide (2018)

Efecto de las propiedades de la punta



Fuente: AR Applications guide (2018)

¿ATRACTIVO O REPULSIVO?



Atractivo $>90^\circ$
Repulsivo $<90^\circ$

Modo repulsivo

Muestras duras
Mejor resolución

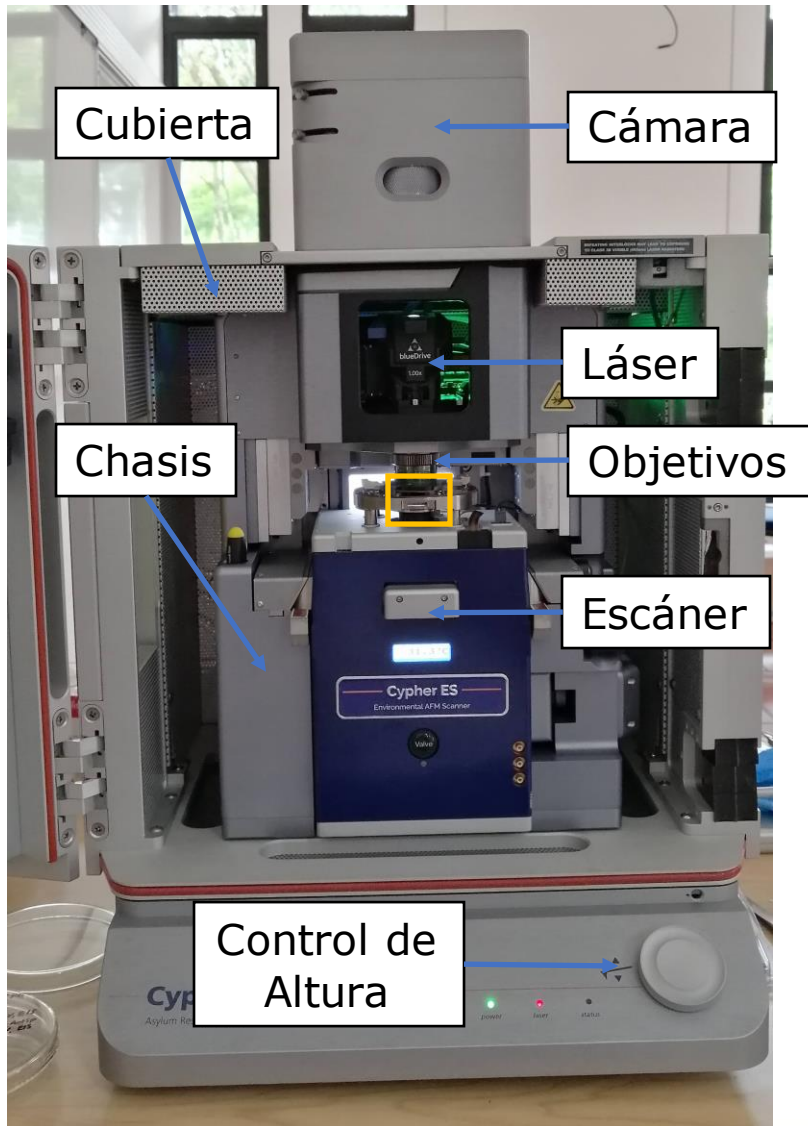
Modo atractivo

Muestras blandas
Se cuida la punta

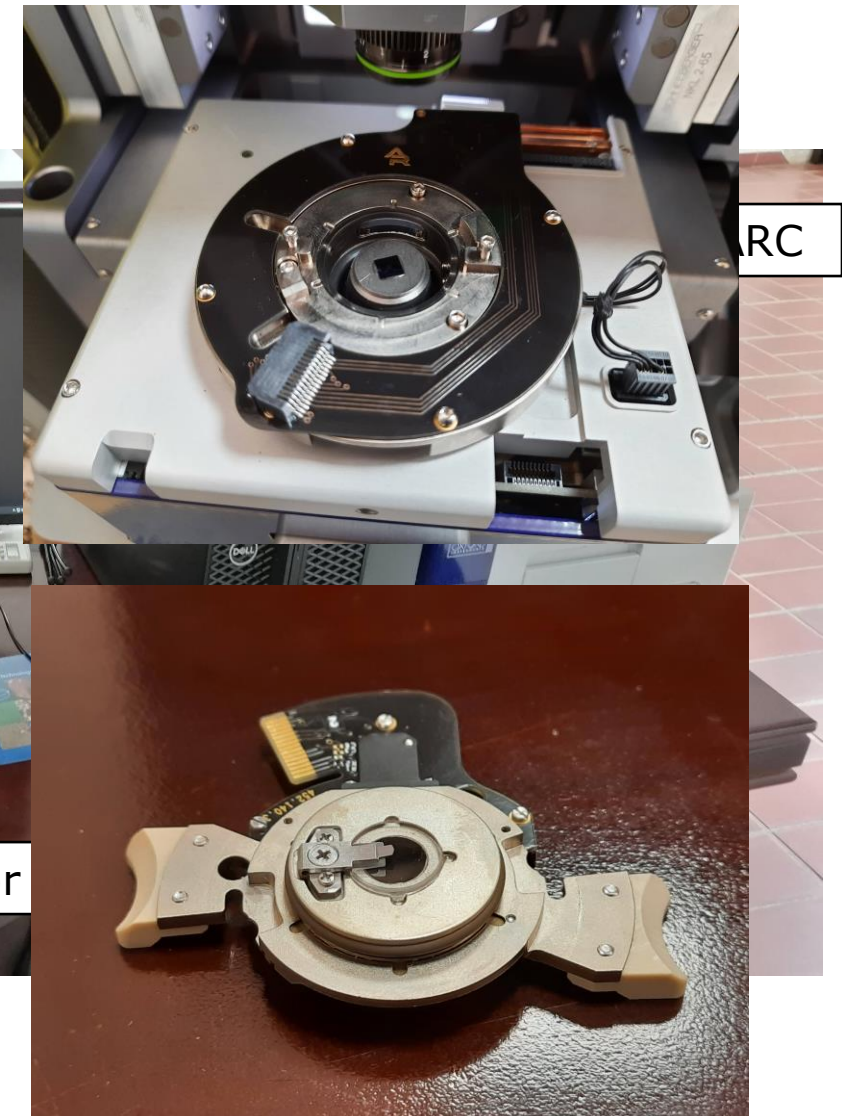
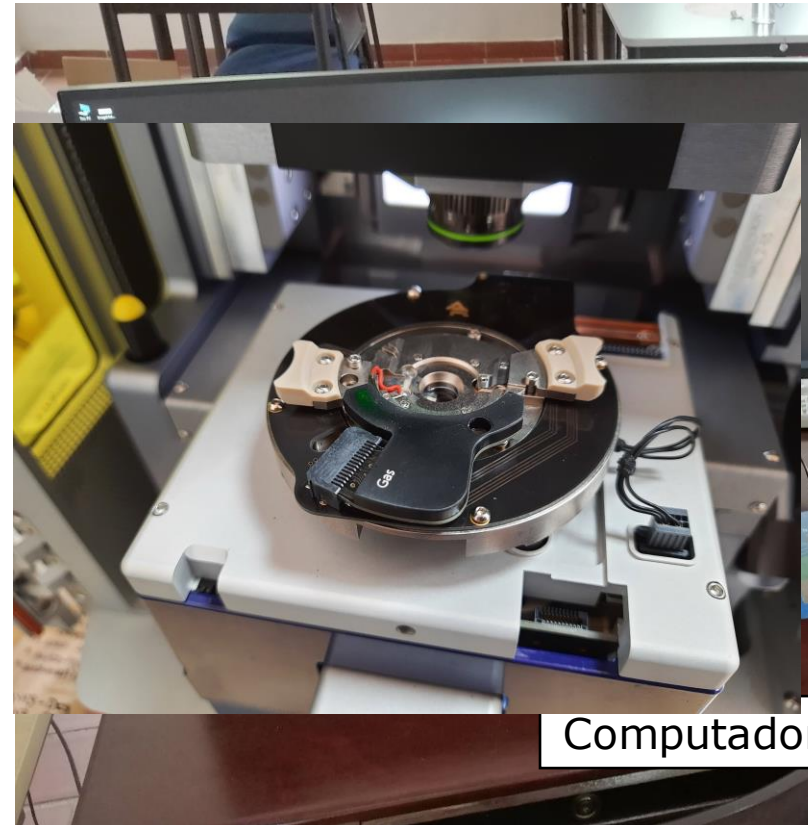
Para conseguir el modo A o R se necesita:

Modo repulsivo	Modo atractivo
"free amplitude" altas	"free amplitude" baja
Puntas rígidas (~ 40 N/m)	Puntas flexibles ($\sim 1-10$ N/m)
Drive frequency más baja que la resonancia	Drive frequency más alta que la resonancia
Bajo Q	Alto Q
Punta aguda	Punta redondeada

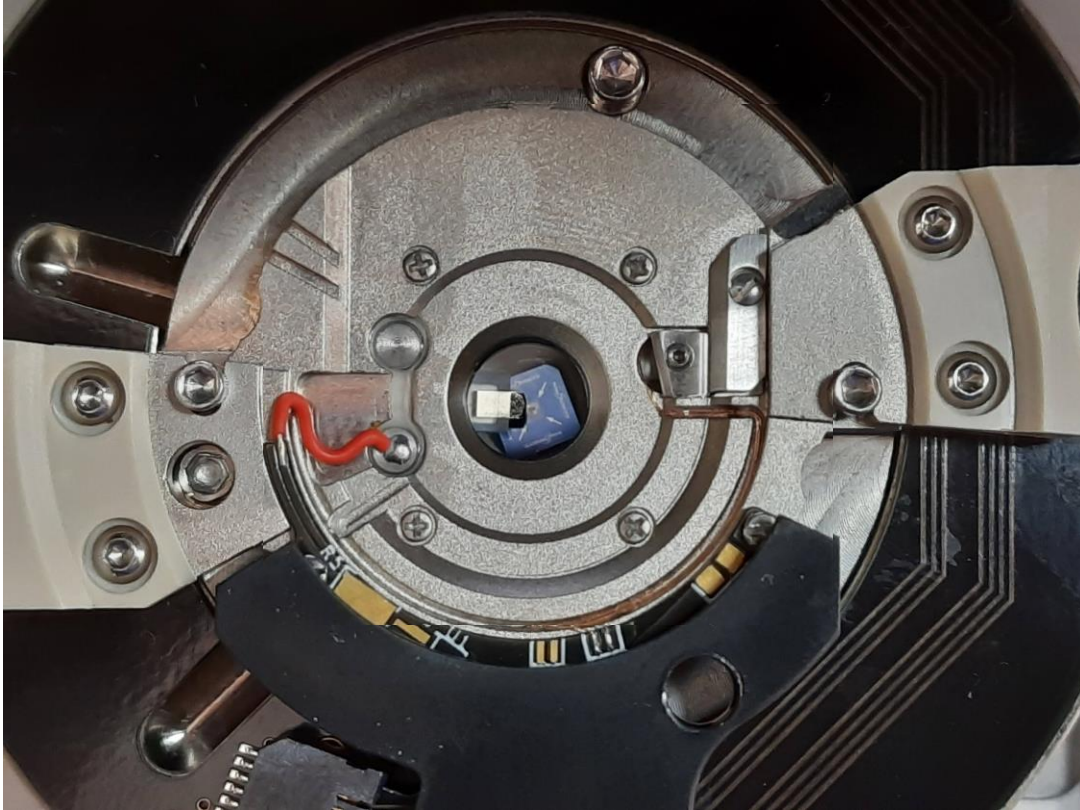
PARTES DEL EQUIPO



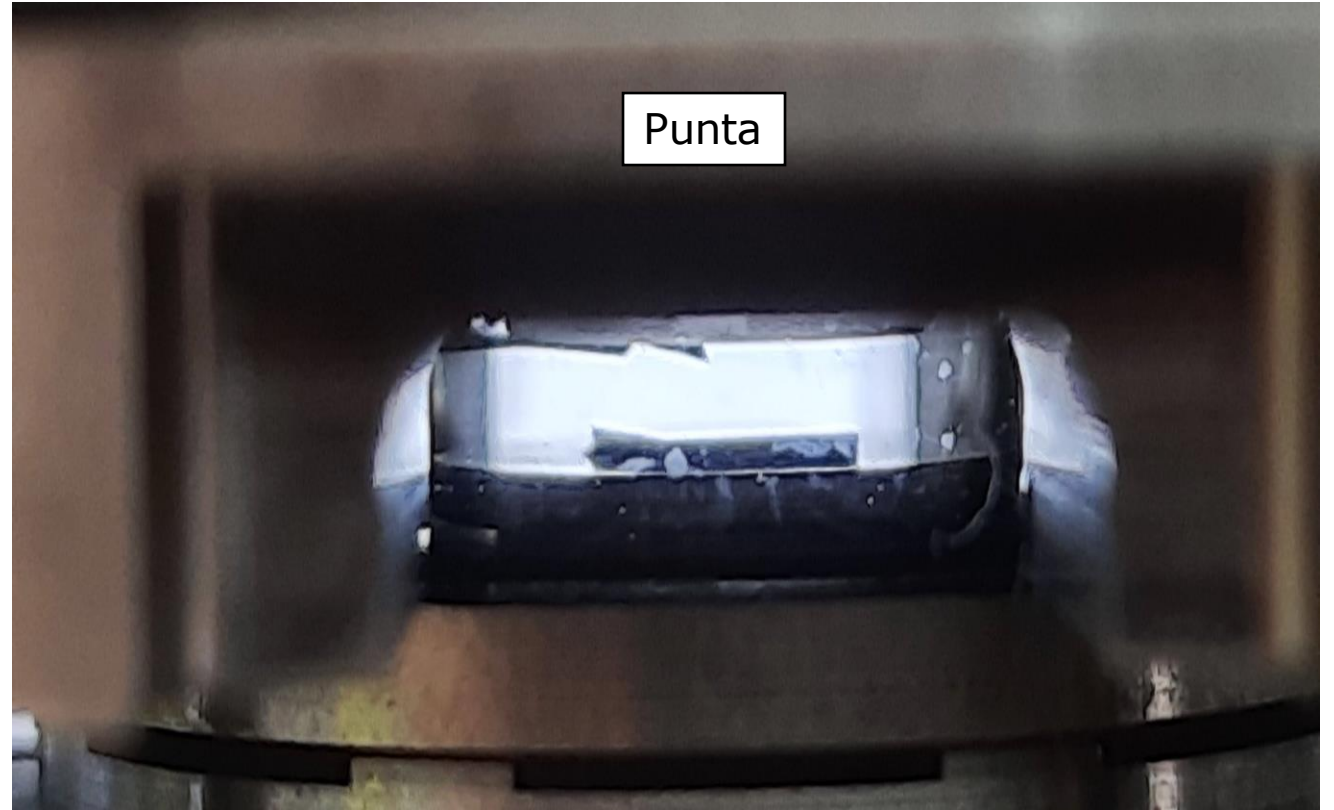
Introducir la muestra



POSICIONAMIENTO DE LA MUESTRA



Vista superior



Vista lateral

MODOS DE OPERACIÓN

Morfología

- Tapping mode (AC mode)
- Contact mode

Propiedades mecánicas

- Force Curves / Force Volume
- Fast Force Mapping (FFM)
- Lateral Force Mode (LFM)

Propiedades eléctricas

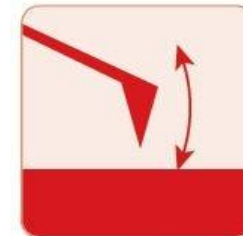
- Electrostatic Force Microscopy (EFM)
- Kelvin Probe Force Microscopy (KPFM)

Para destacar- Chypher ES

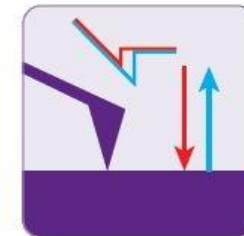
- Modo medición en líquidos
- Control de temperatura (0-120°C)
- Celda electroquímica

Otras propiedades o modos

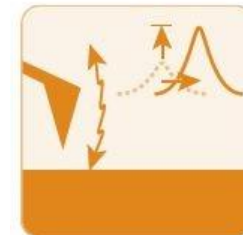
- Piezoresponse Force Microscopy (PFM)
- Magnetic Force Microscopy (MFM)
- Nanolithography
- Nanomanipulation
- Piezoresponse Force Microscopy (PFM)
- Switching spectroscopy PFM



Tapping Mode



Force Curves



AM-FM



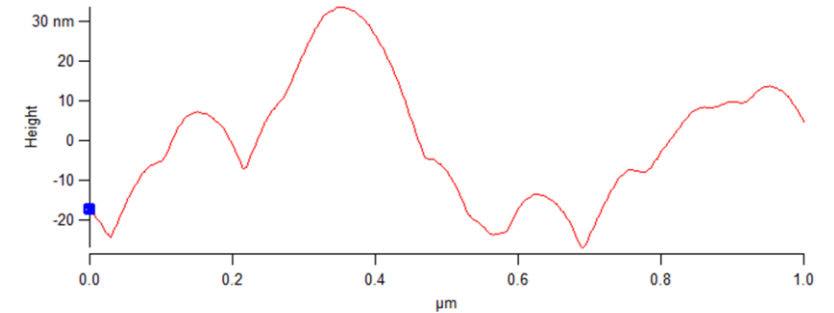
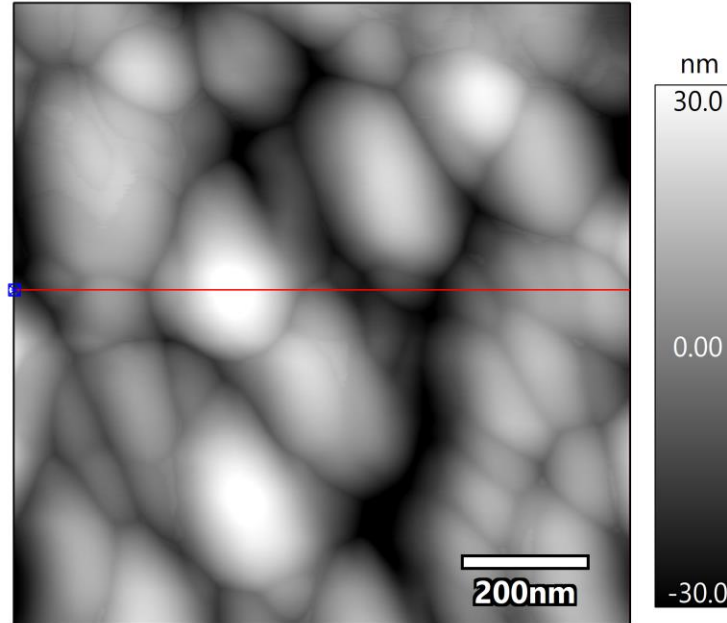
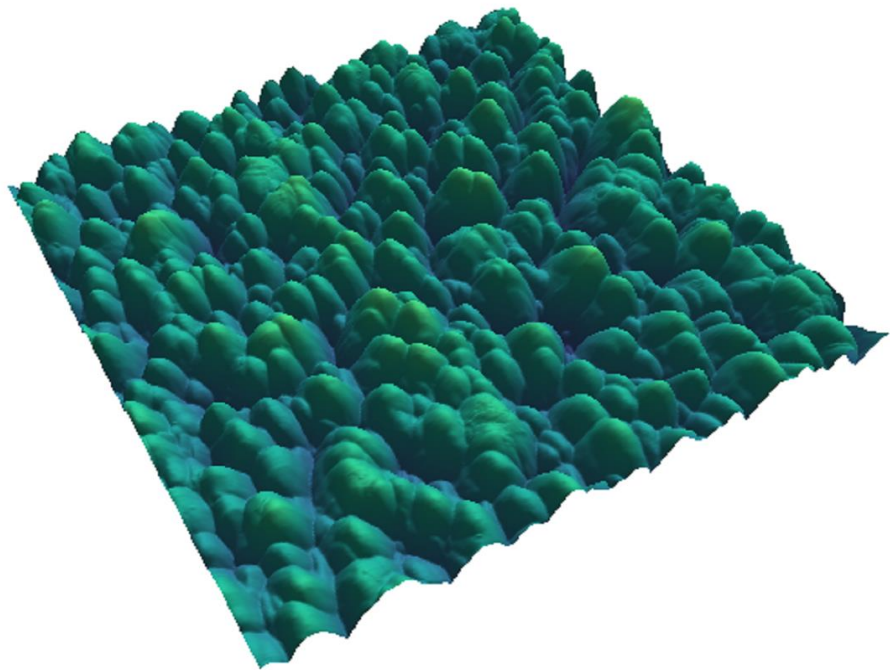
KPFM

¿Qué podemos obtener de las imágenes topográficas?

Height Image- Imágenes de altura

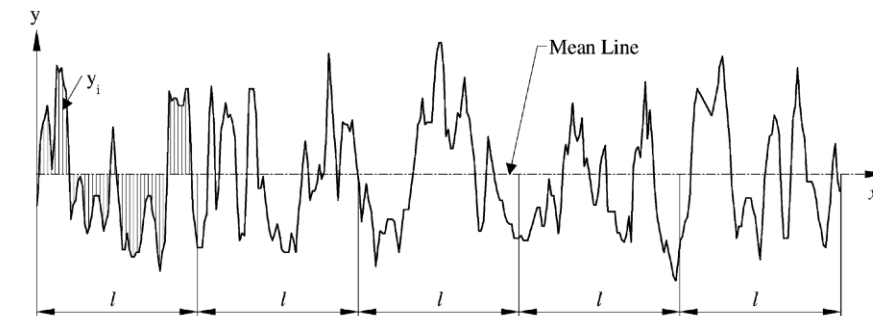
Phase Image- Imágenes de fase

Imágenes 3D



Rugosidad (nm)	Ra	Rq	Hmax	Hmin
	12.7	15.6	45.4	-
	5	9	7	69.67

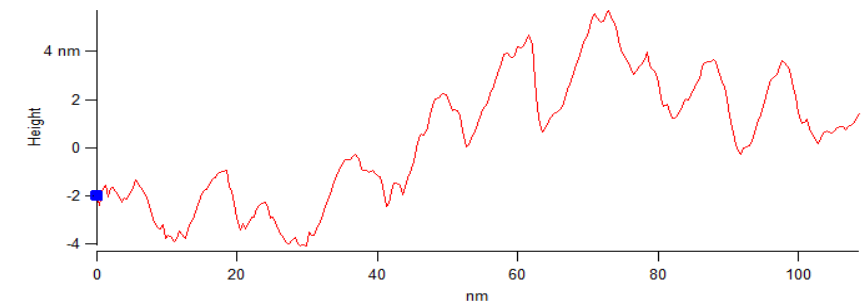
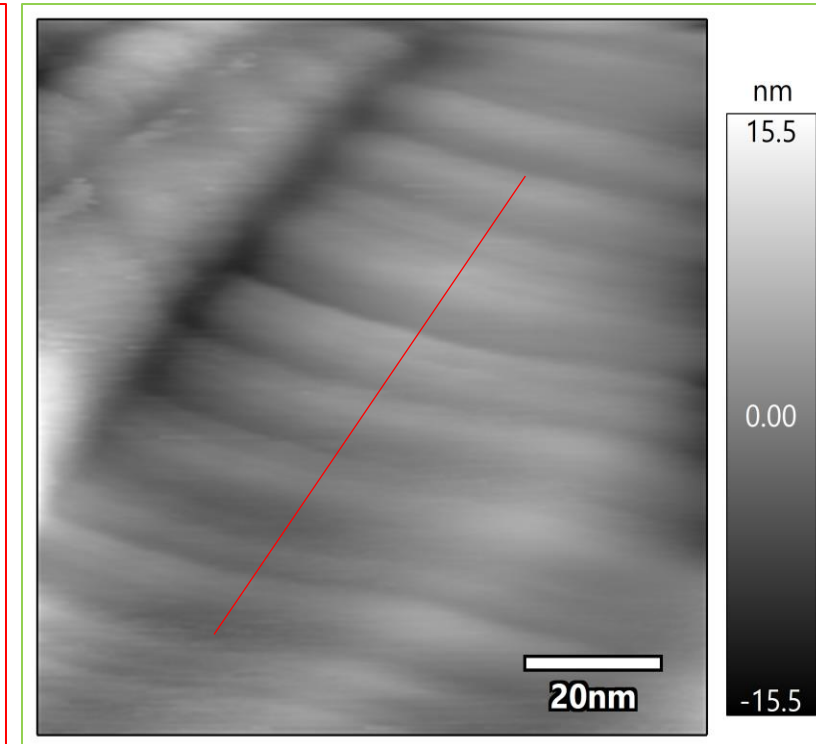
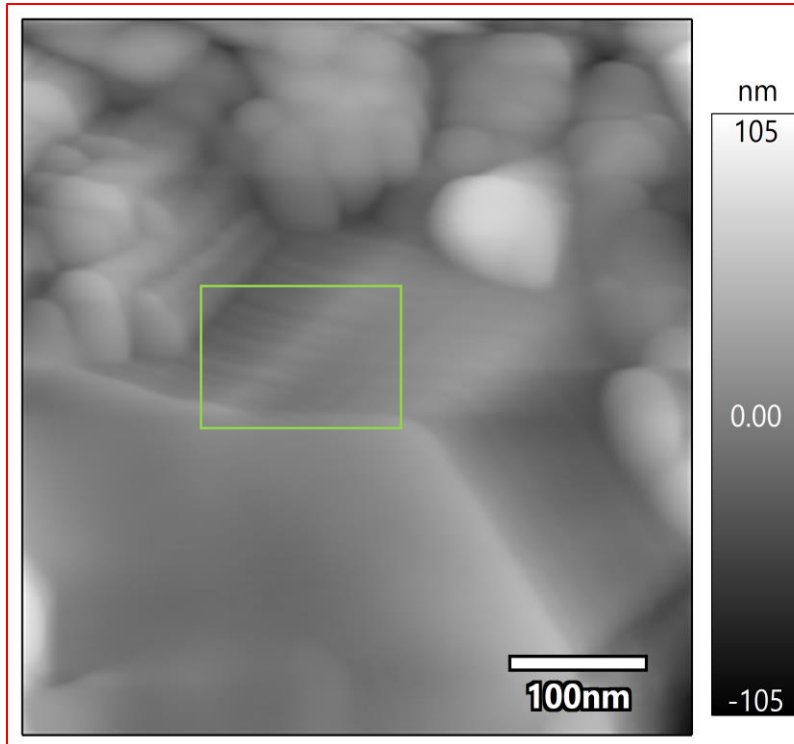
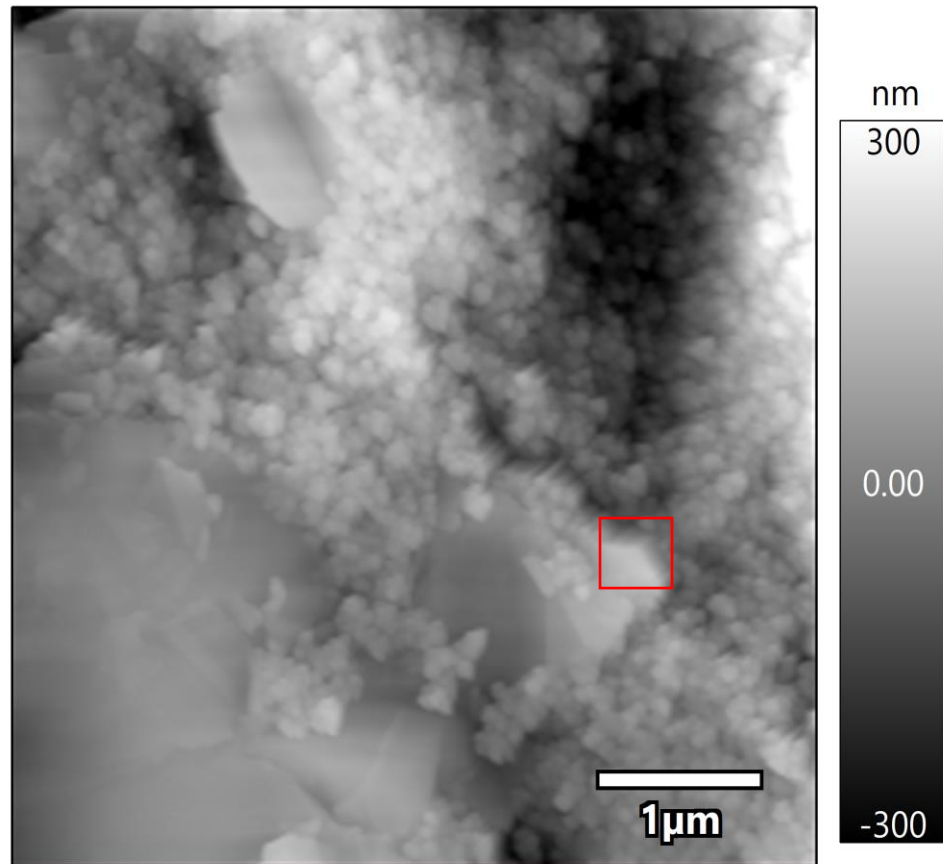
$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i| \quad R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2}$$



Películas de TiN por Sputtering

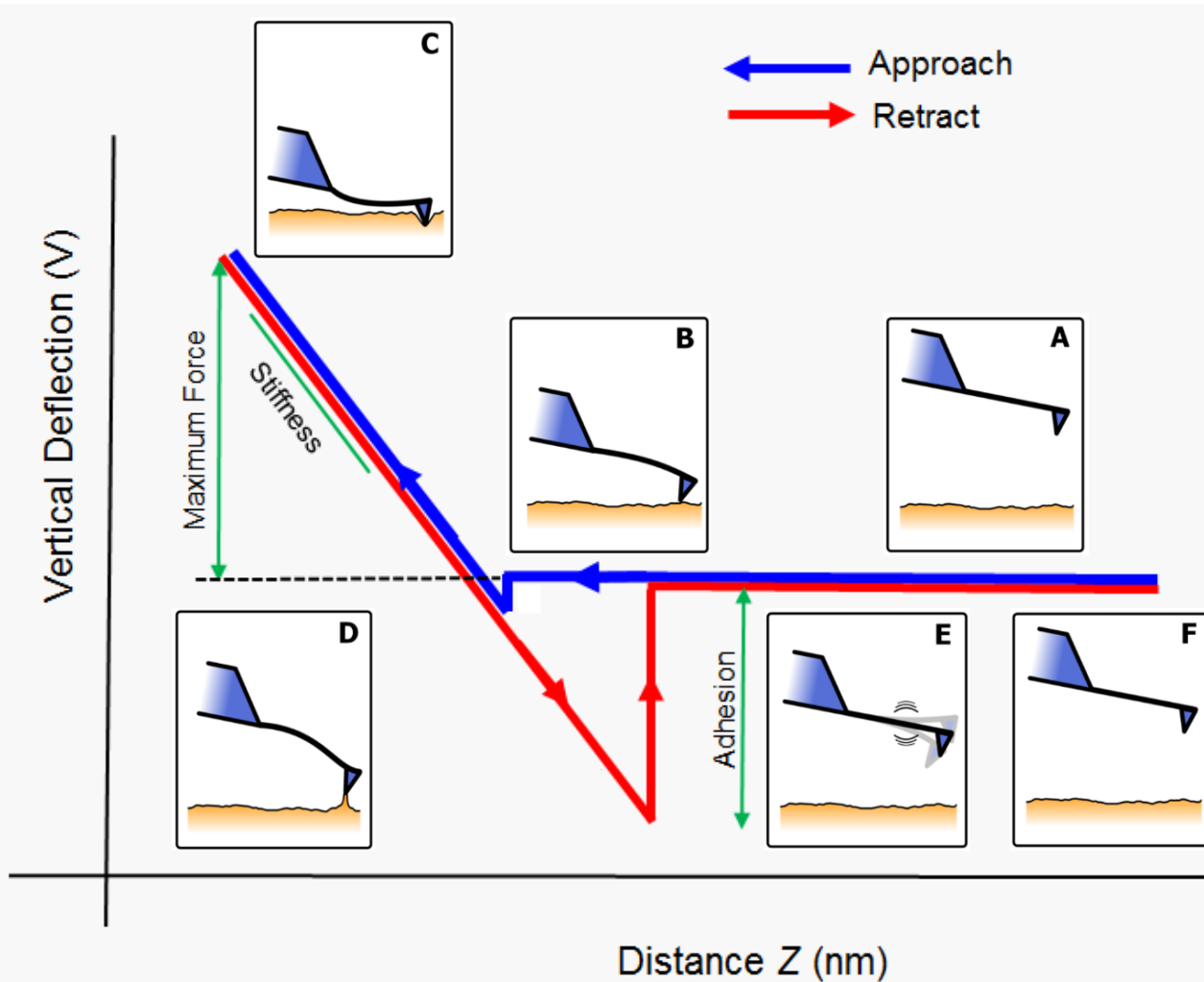
Fuente: Journal of materials processing Technology 123 (2002) 133

¿Qué podemos obtener de las imágenes topográficas?

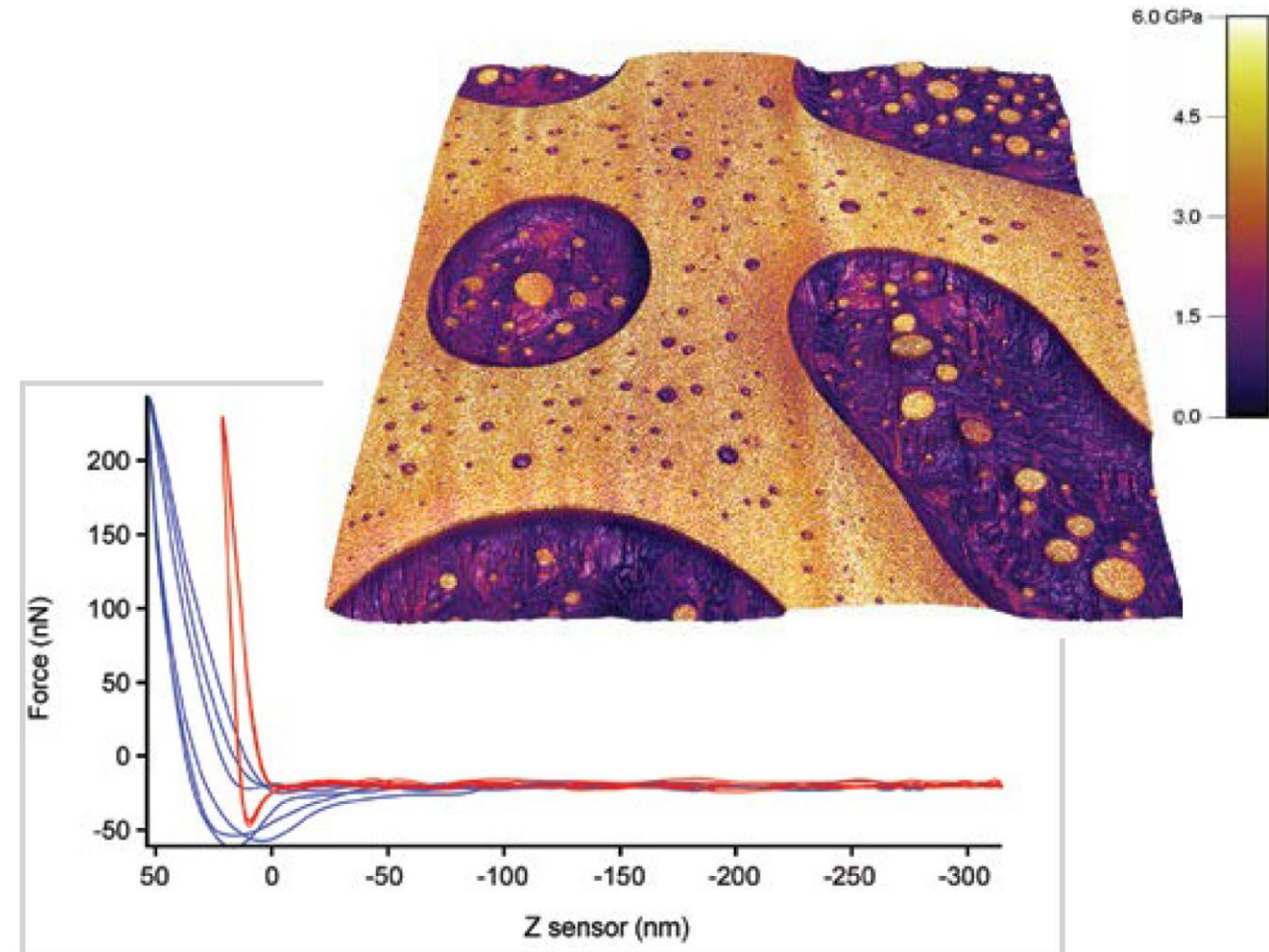


Electrodos grafeno comerciales

Curvas de fuerza/Mapeo de fuerza- *Force Curves/Fast Force Mapping (FFM)*

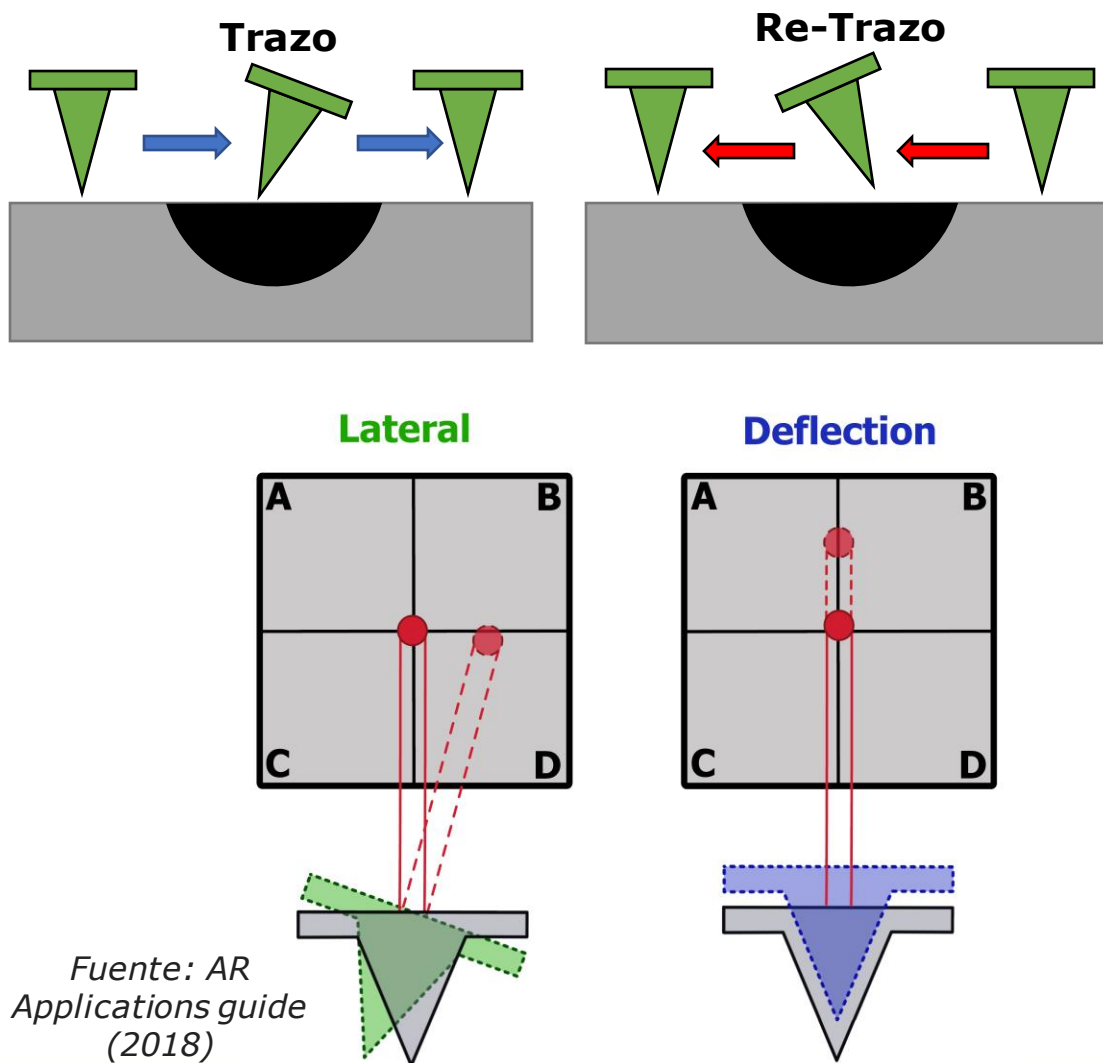


Modificado de: <https://wiki.anton-paar.com/en/atomic-force-microscopy-afm/> y AR Applications guide (2018)



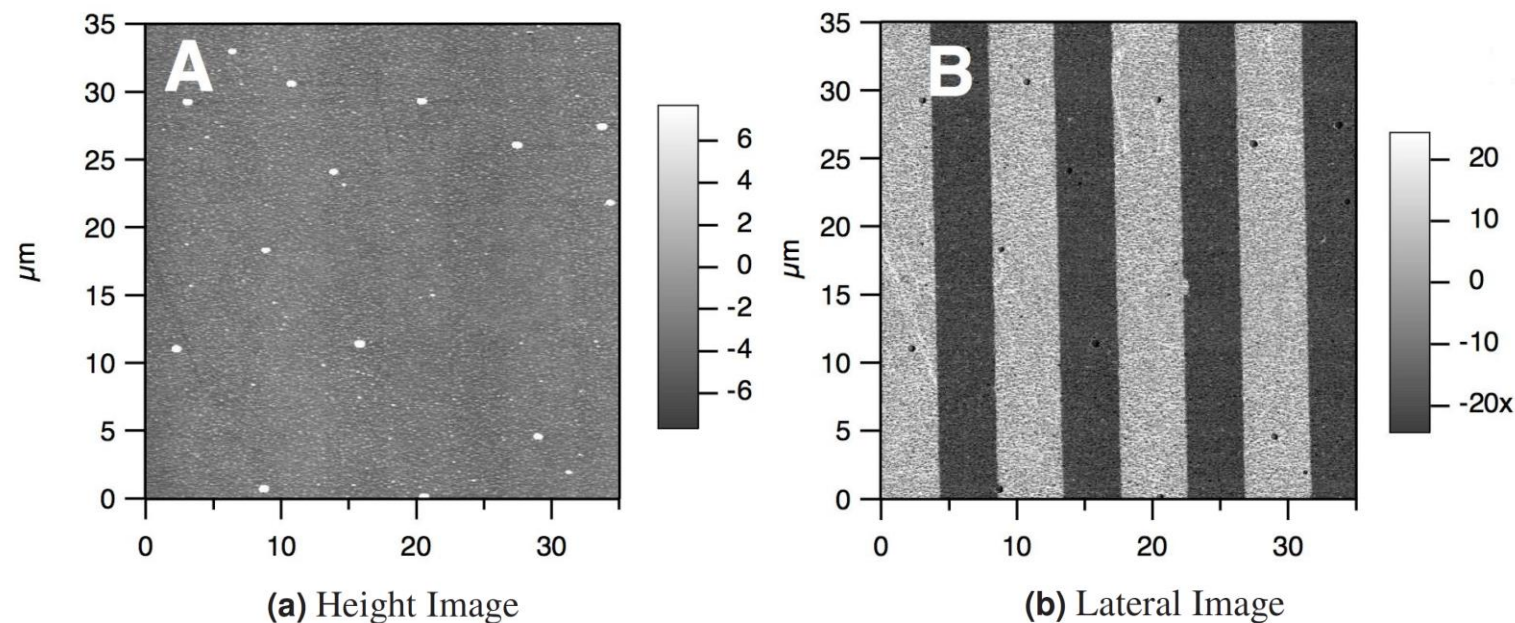
Fuerza lateral - *Lateral Force Mode (LFM)*

Principio de medida



Fuente: AR Applications guide (2018)

Topografía vs Fuerza lateral



Fuente: AR Applications guide (2018)

Microscopía Electrónica de Barrido

Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM- Algo de historia...



1897- Ernst Abbe, padre de la microscopía de luz moderna. "la microscopía de luz ha alcanzado el límite de resolución (200nm)"



1933- Primera Columna electrónica operacional, Tesis de doctorado Knoll-Ruska

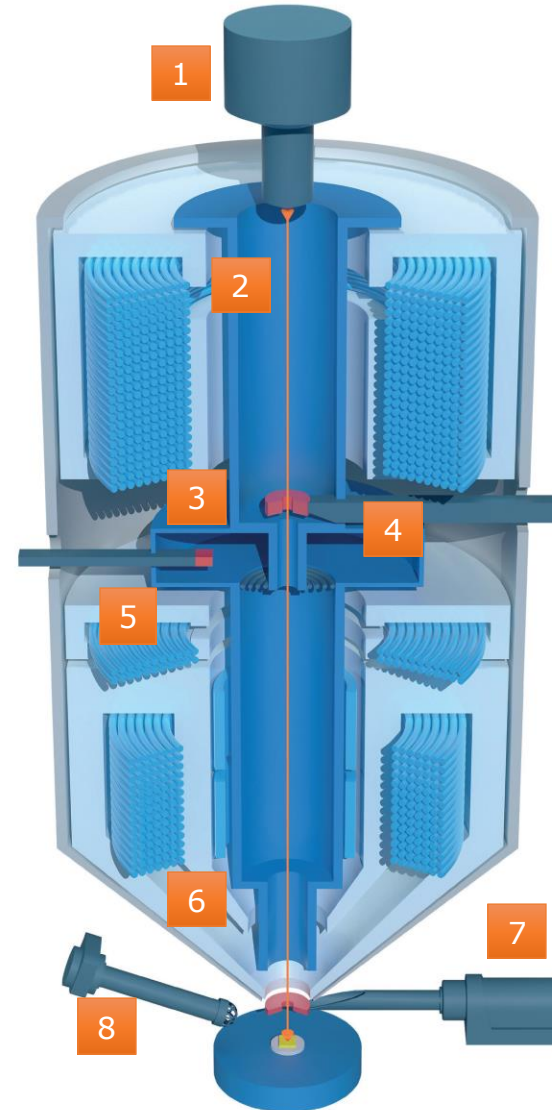
1938-Primer prototipo de TEM de Ruska hecho por Siemens

1986- Ruska recibe el Nobel de Física por el trabajo en microscopía electrónica



1942- Primer SEM operacional por C.W. Oatley

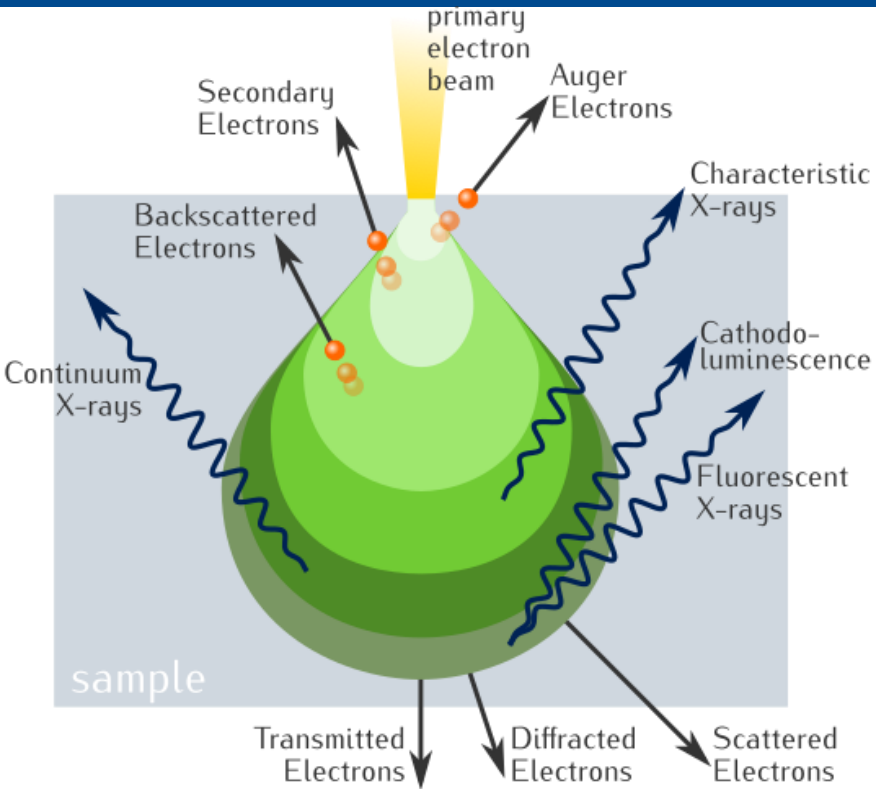
1948-1965- Nuevas versiones del SEM por C.W. Oatley y sus alumnos de doctorado



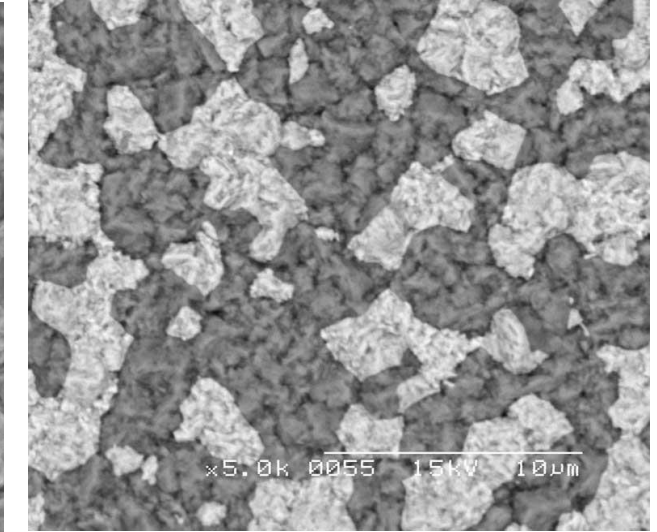
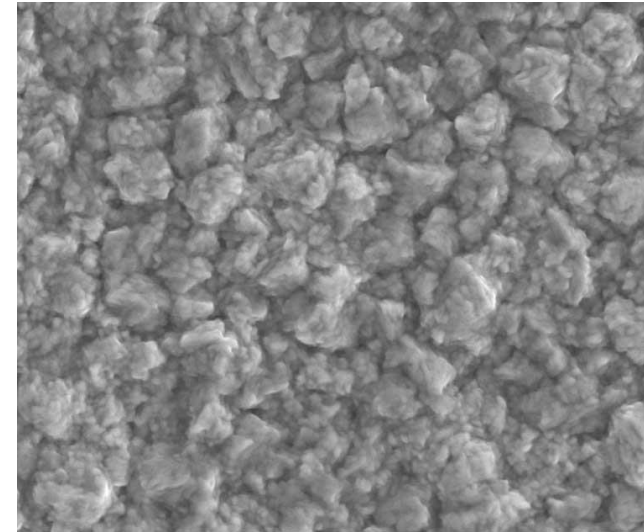
1. Fuente de electrones
2. Tubo de potencial
3. Multi-detector en haz
4. Detector axial en haz
5. Lentes magnéticas
6. Lentes Magnético-electrostáticos
7. Detector R-BSE
8. Detector E-T



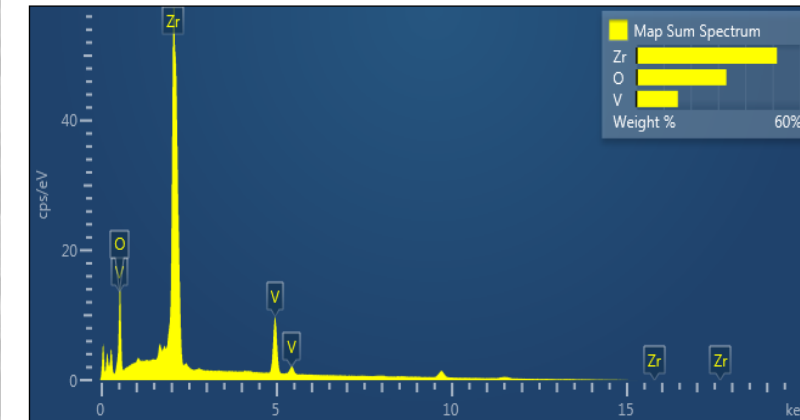
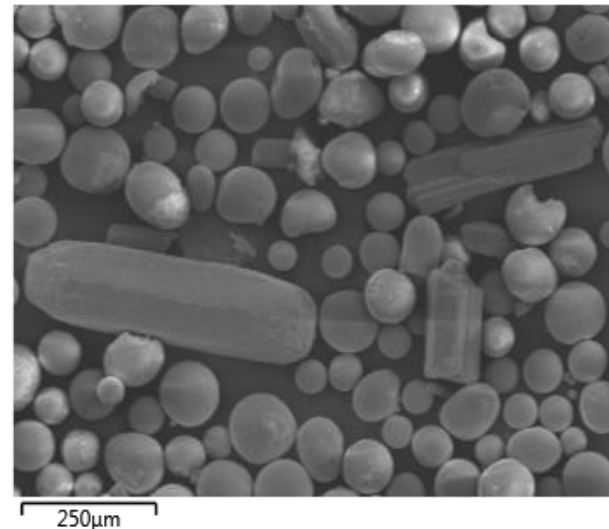
ELECTRONES Y RAYOS X



Depósito de
Sn-Pb sobre
sustrato
vítreo



Fuente: Alejandro Toro- Curso SEM Unal Med

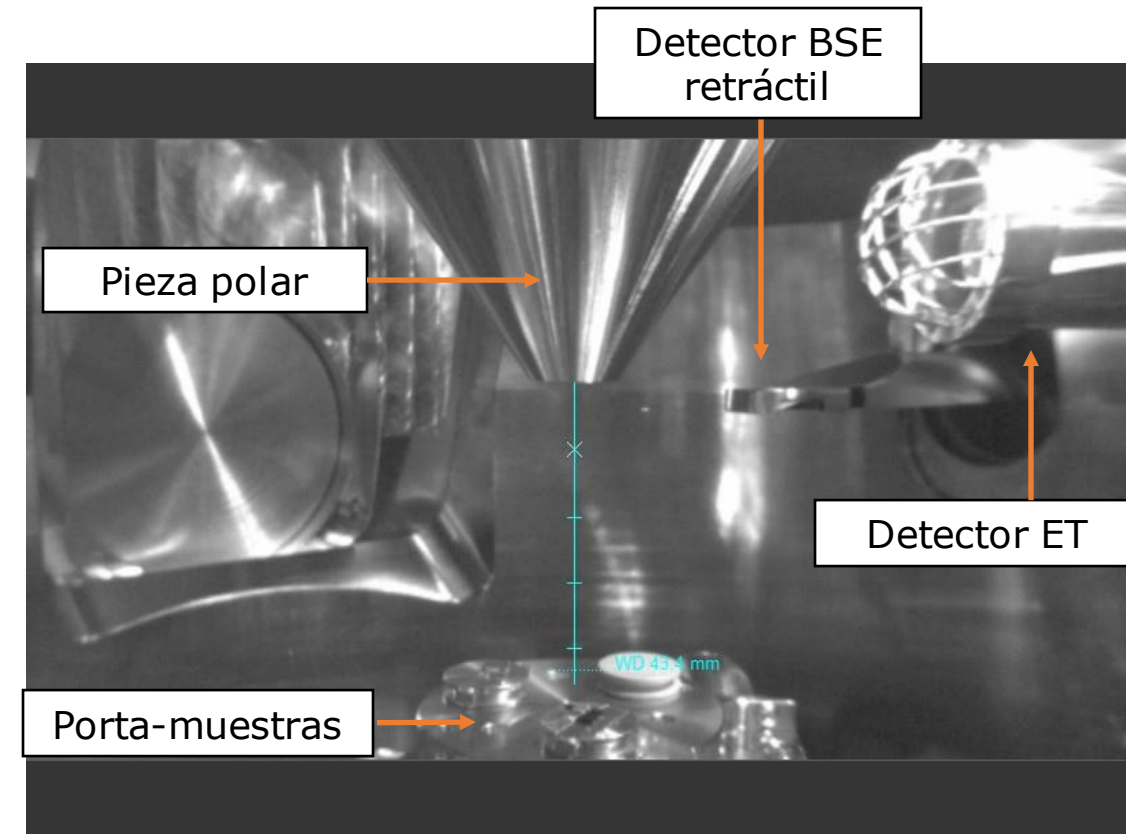
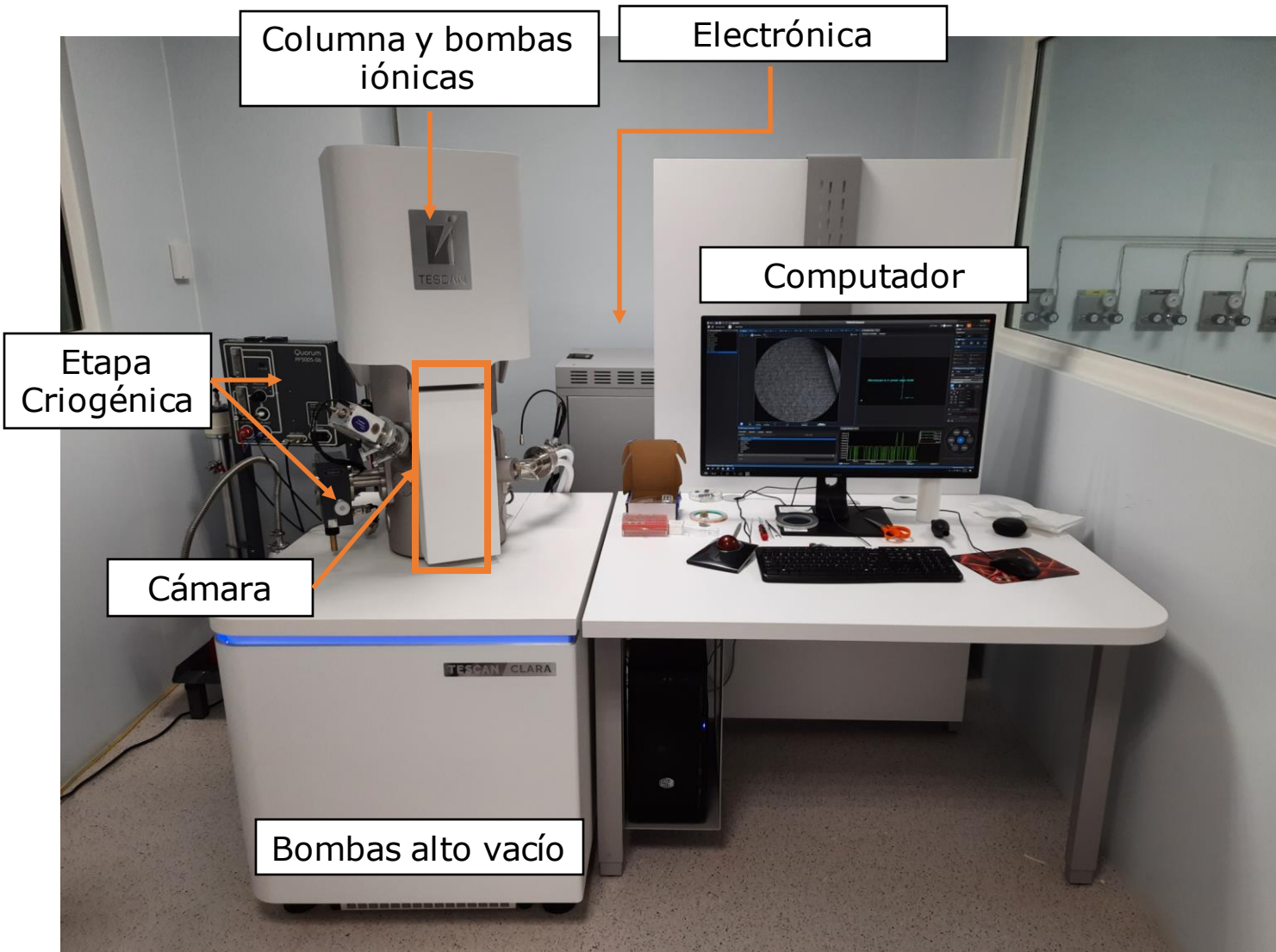


Fuente: Autor

Esta foto de Autor desconocido está bajo licencia [CC BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/)

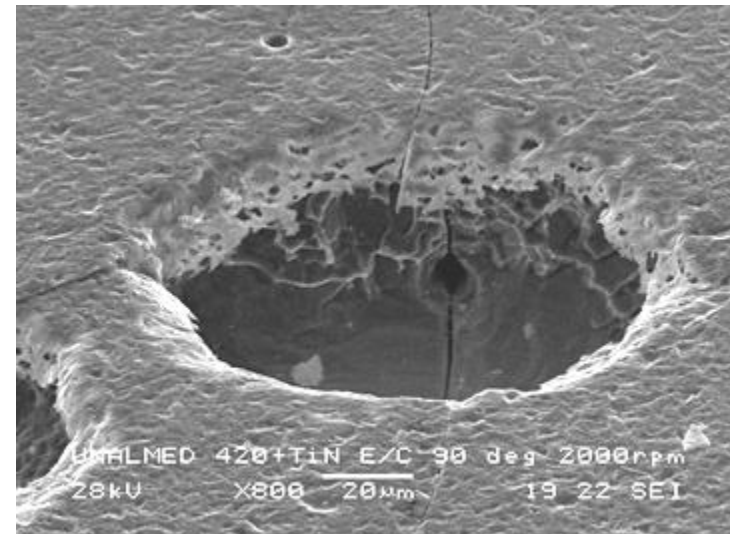
- **Electrones secundarios:** Información topográfica
- **Electrones retrodispersados:** Información composicional por número atómico
- **Rayos X:** Información química elemental

PARTES DEL EQUIPO



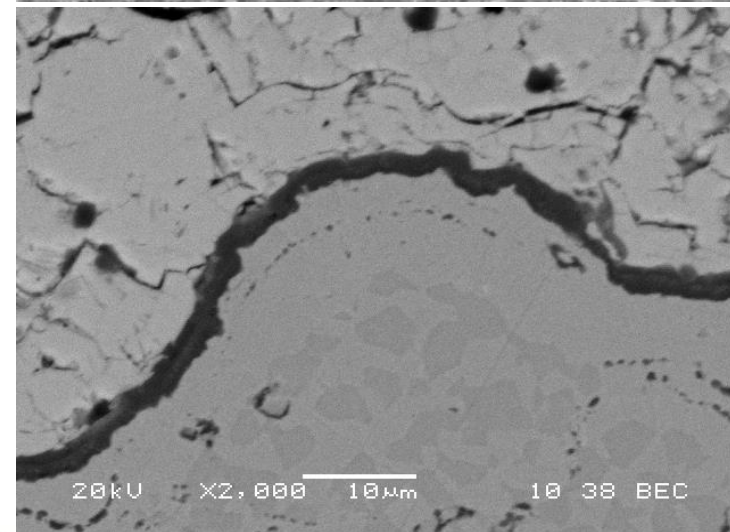
SEM en diversos campos de la ciencia e ingeniería

Análisis de falla de materiales



SE- Análisis de la porosidad superficial

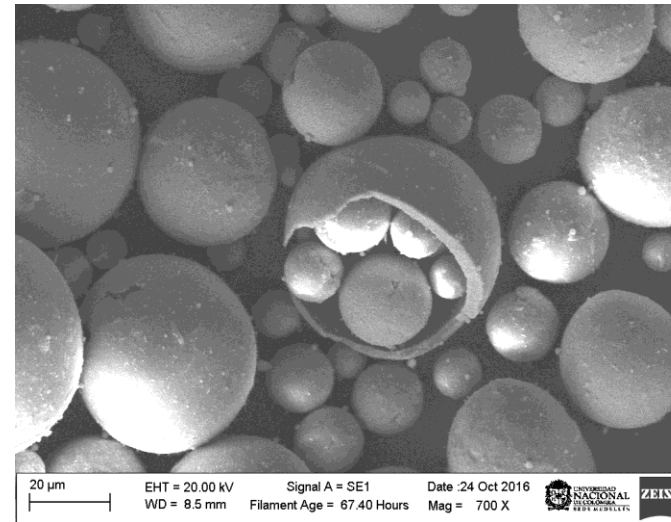
Fuente: Alejandro Toro- Curso SEM Unal Med



BSE- Análisis de la intercara de un sistema TBC después de 600 ciclos

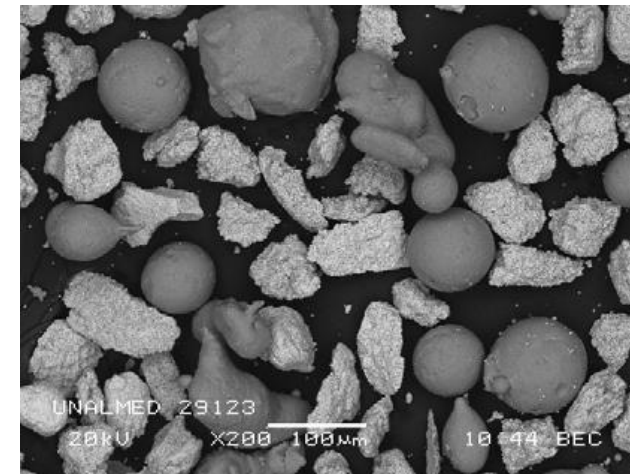
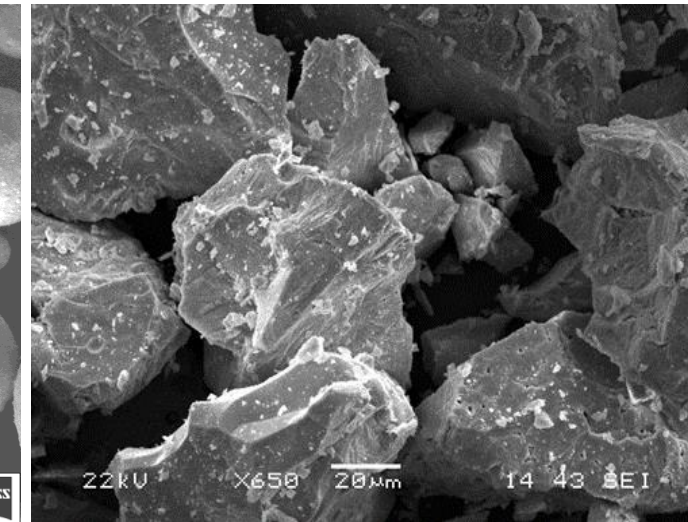
Fuente: Autor

Análisis de materias primas



SE-Polvos comerciales de Zirconia estabilizada con Itria

Fuente: Autor

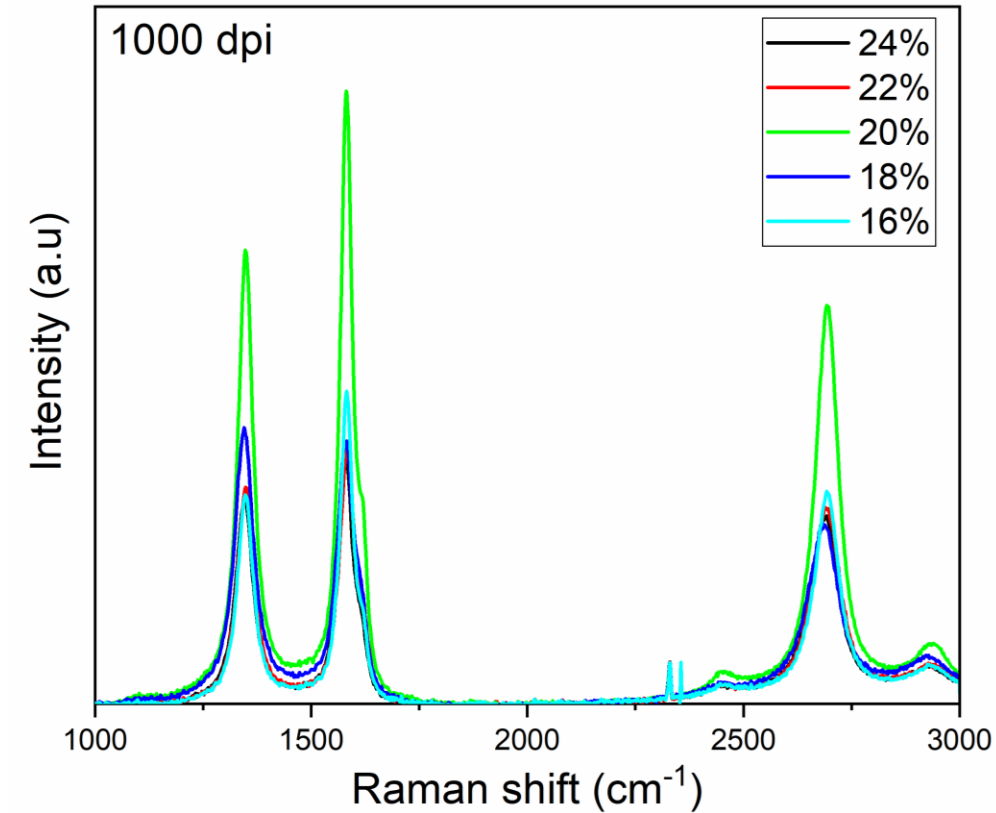
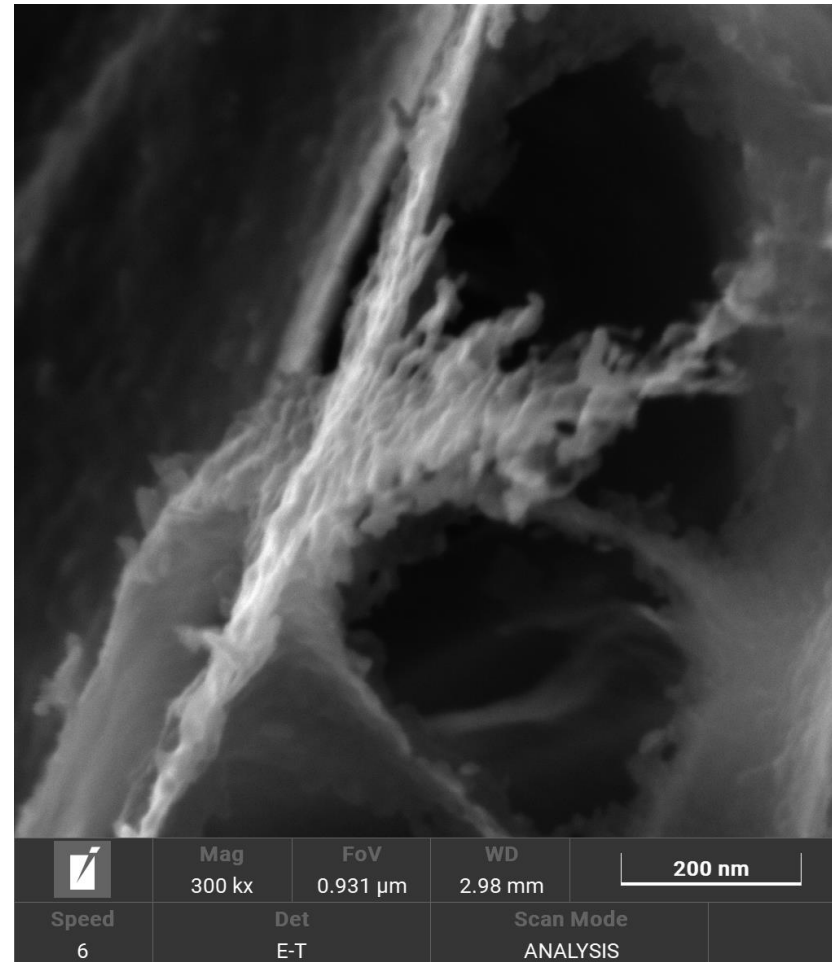
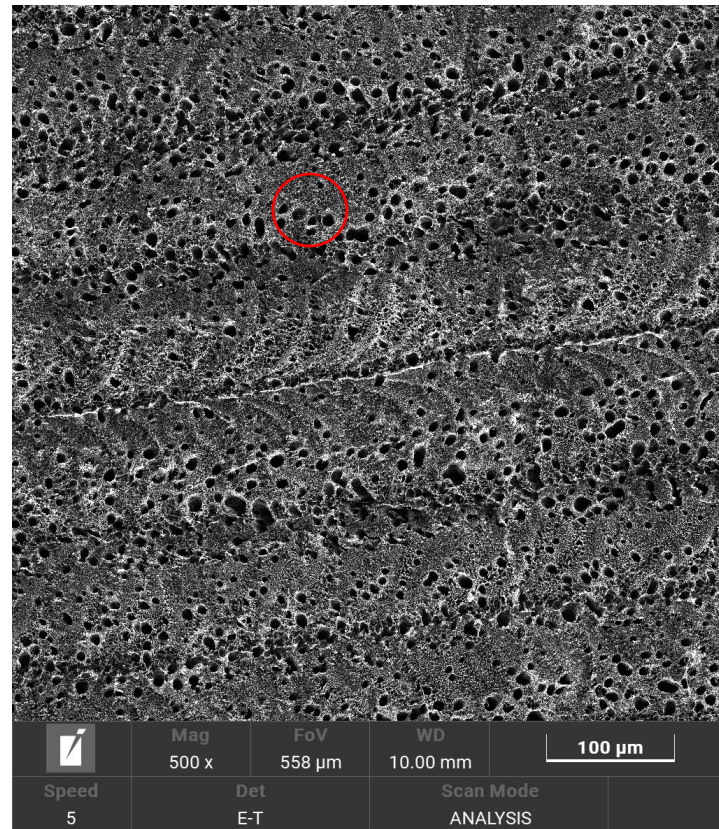


BSE-Polvos comerciales de Carburo de tungsteno

Fuente: Proyecto Termosierra fase III- UnalMed

SEM en diversos campos de la ciencia e ingeniería

Caracterización electrodos de Laser induced Graphene (LIG)



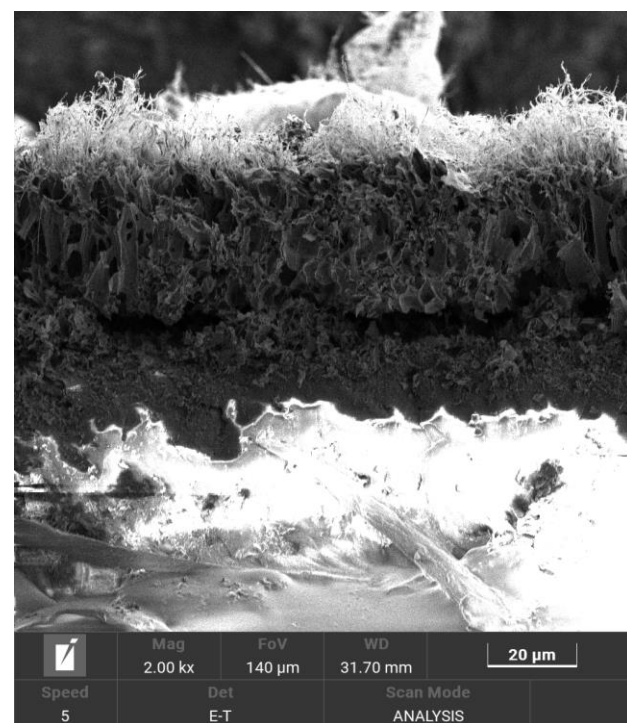
Fuente: Autor

Fuente: Autor

SEM en diversos campos de la ciencia e ingeniería

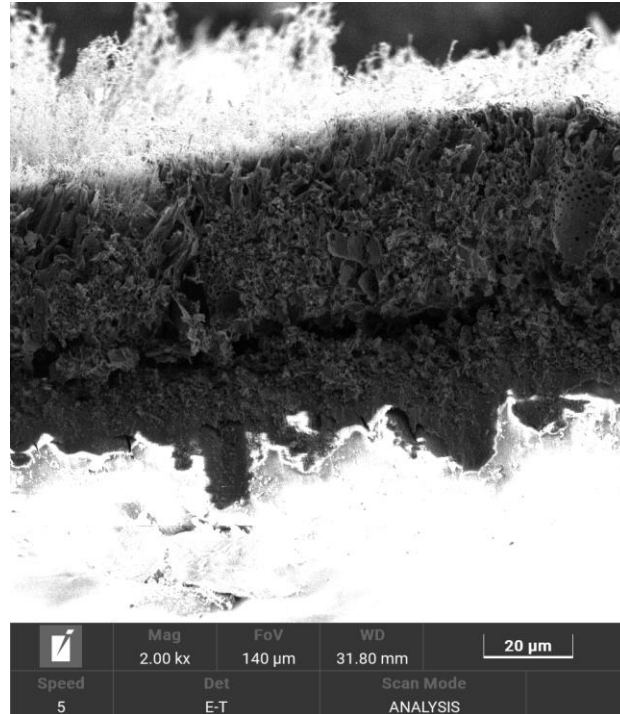
Caracterización electrodos de Laser induced Graphene (LIG)

Sección transversal



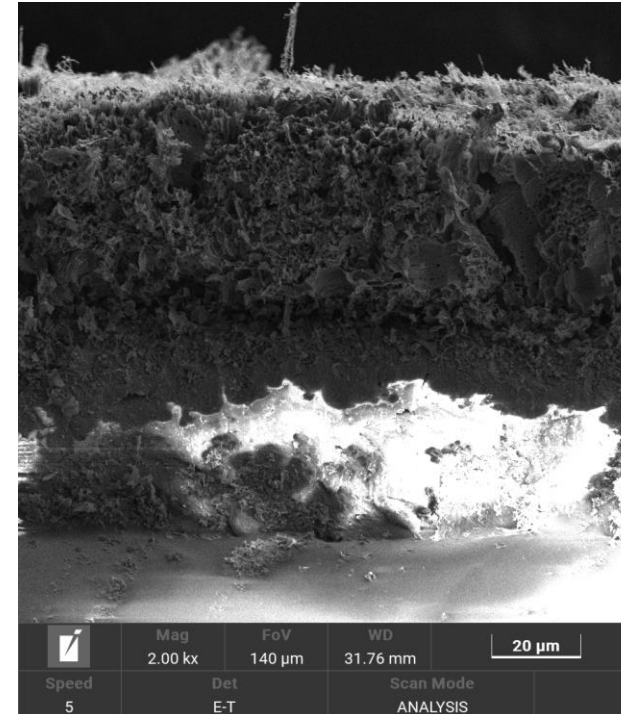
16%

Espesor de grabado: 43µm



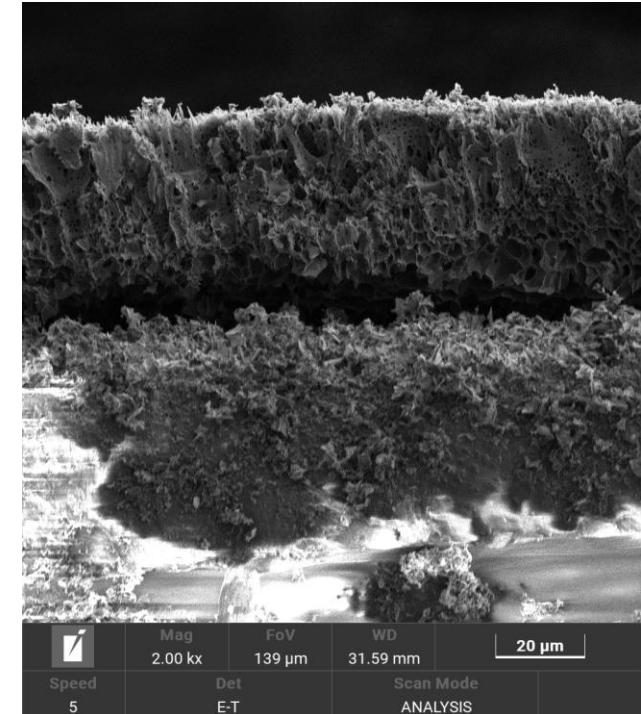
18%

Espesor de grabado: 44µm



20%

Espesor de grabado: 51µm



22%

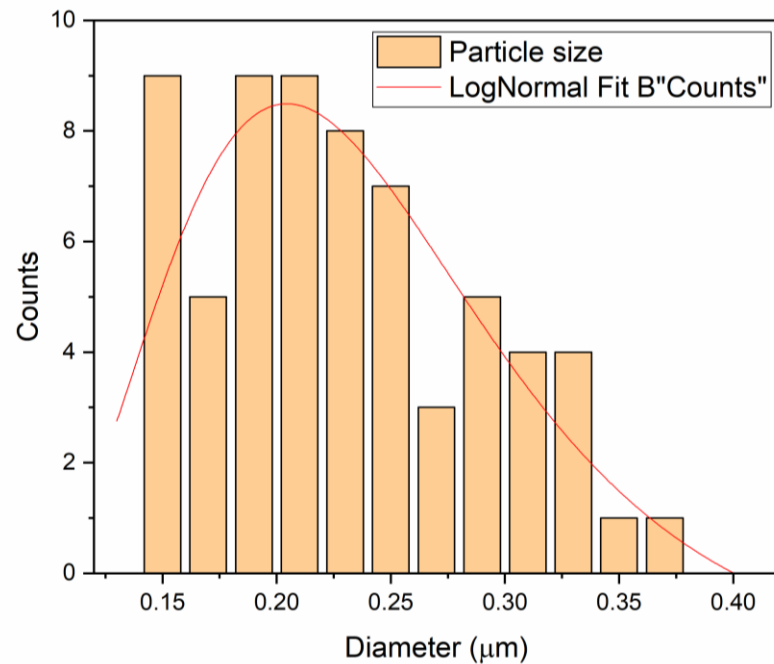
Espesor de grabado: 39µm

Fuente: Autor

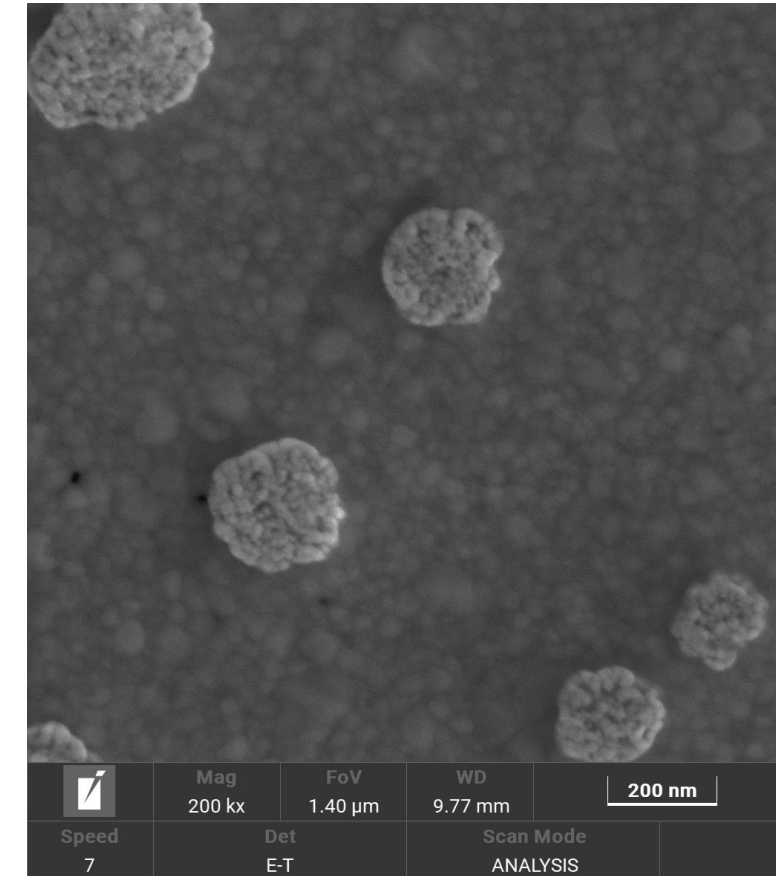
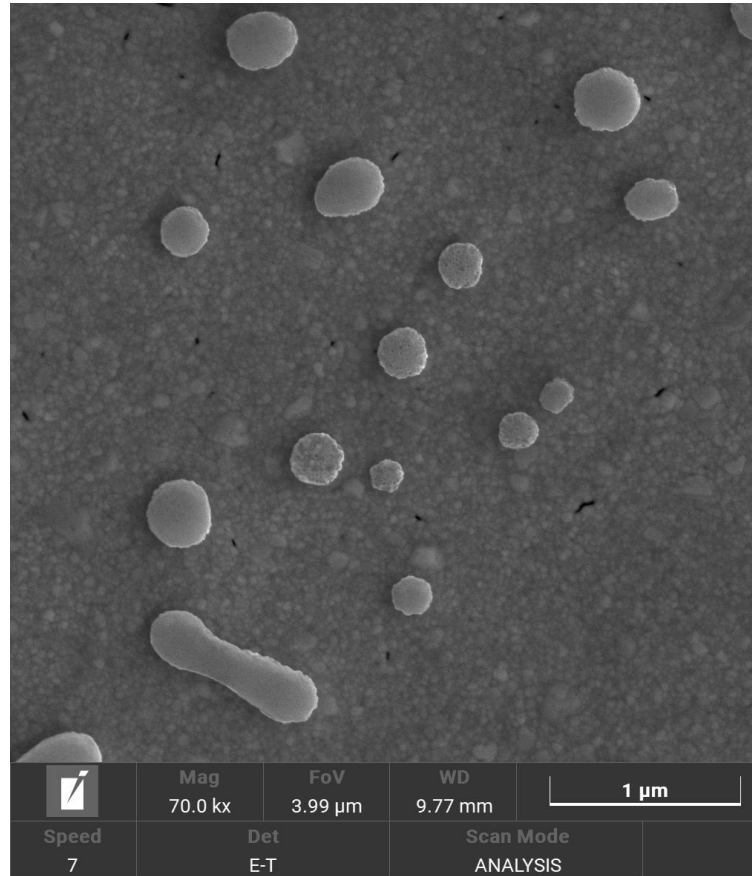
Caracterización de nanopartículas Ag

Metodología:

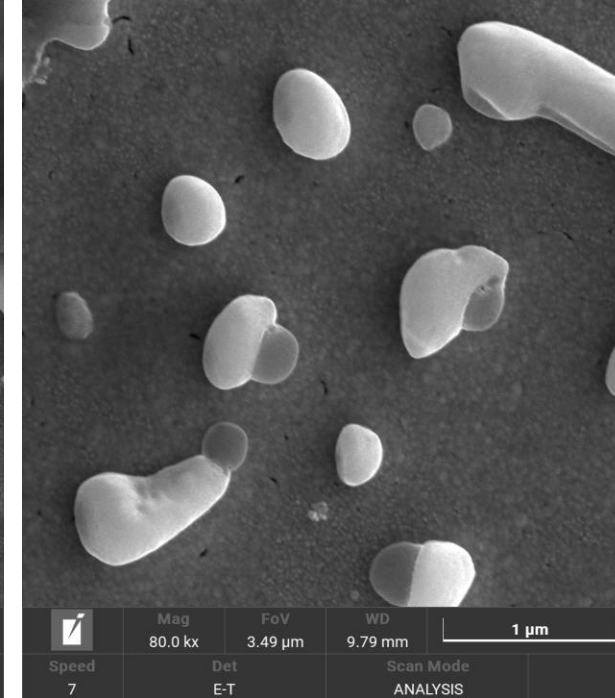
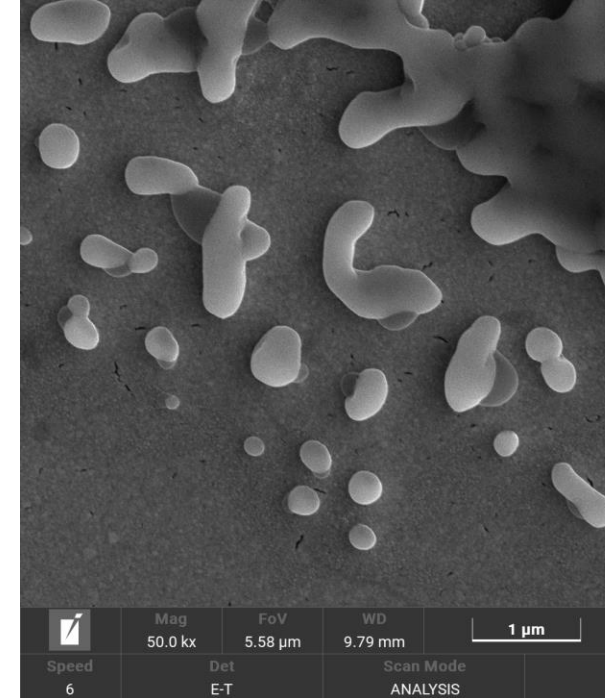
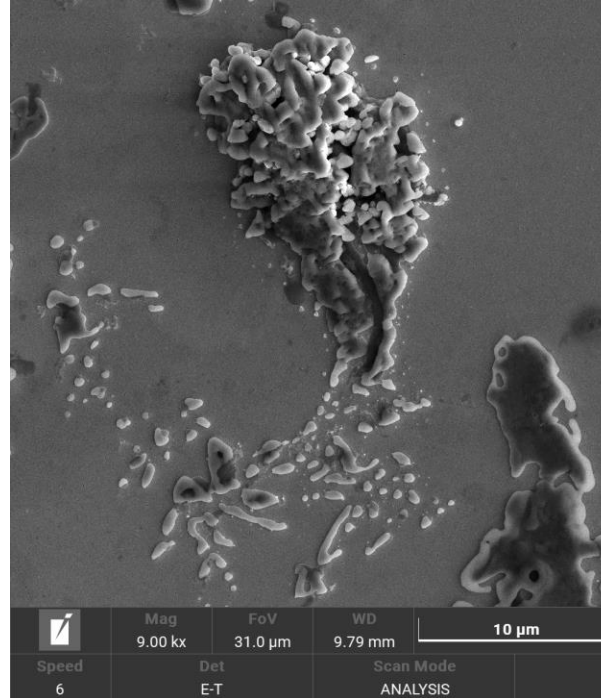
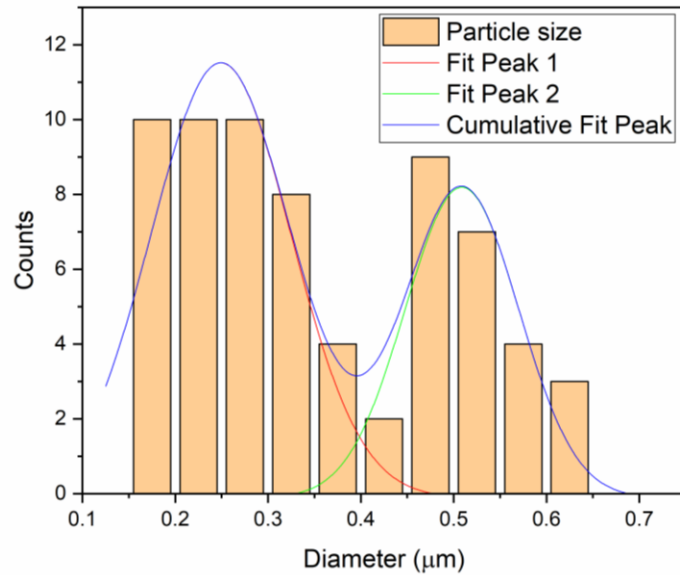
- Ultrasonido durante 5 minutos
- Deposición de 15 μL sobre sustrato de silicio



Tamaño promedio: $0.21 \pm 0.12 \mu\text{m}$



Caracterización de nanopartículas Ag



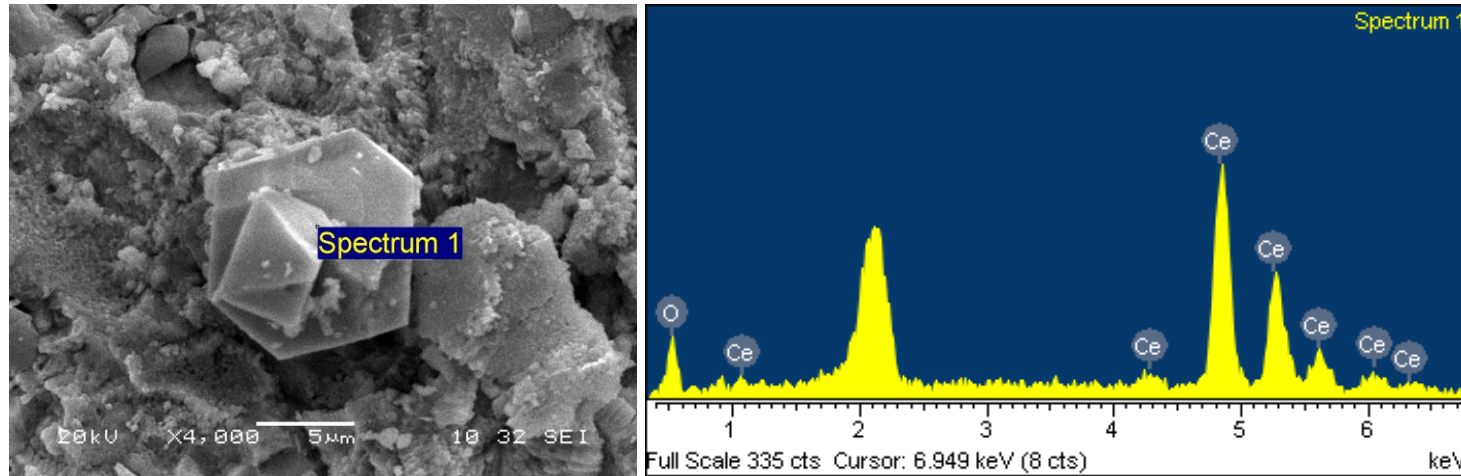
Distribución de la muestra Np2

Distribución Bimodal

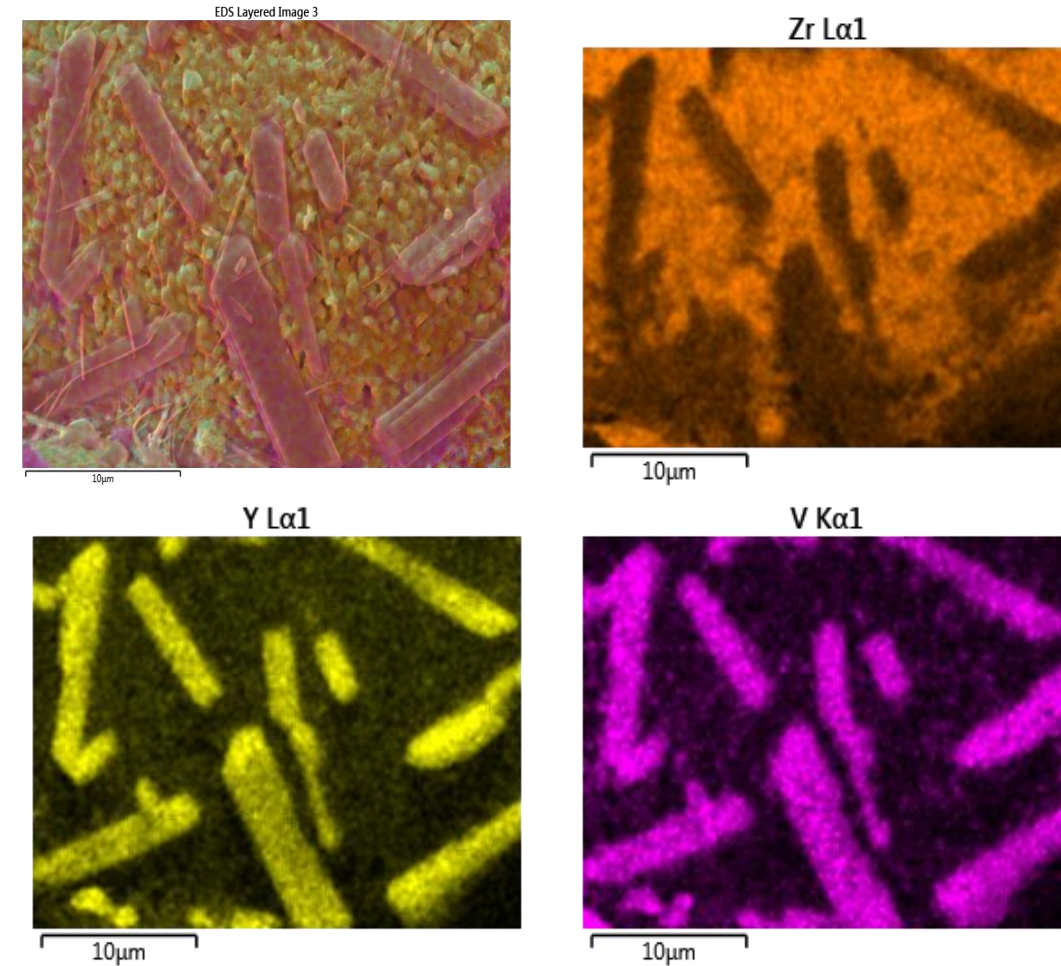
Tamaños promedio: $0.24 \pm 0.15 \mu\text{m}$ and $0.51 \pm 0.12 \mu\text{m}$

SEM en diversos campos de la ciencia e ingeniería

Análisis químico puntual

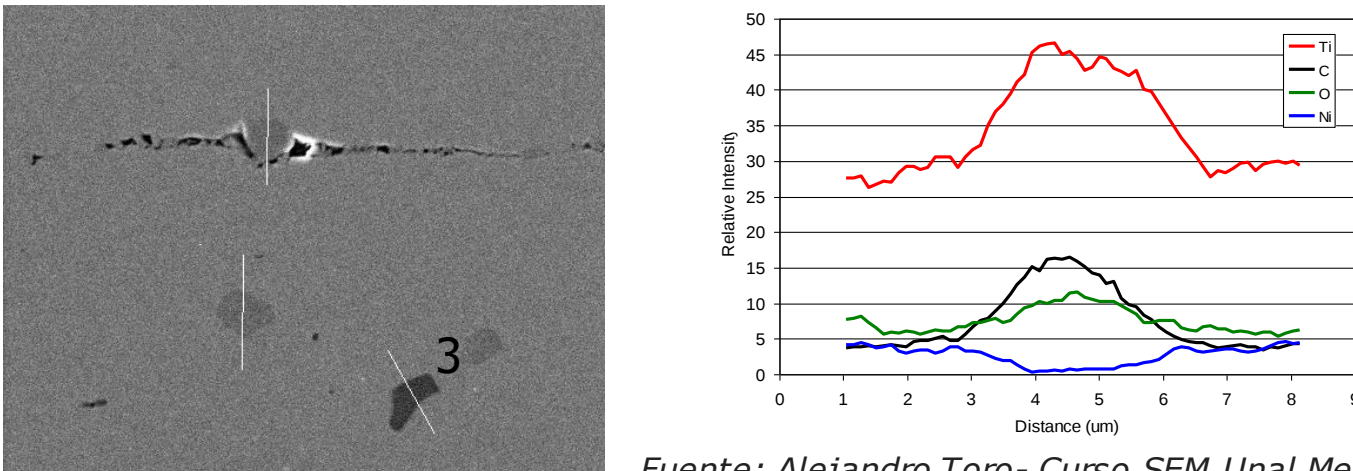


Mapeo químico



Fuente: Autor

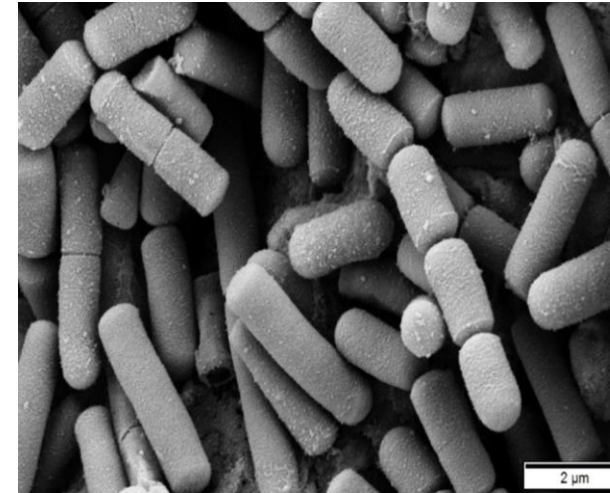
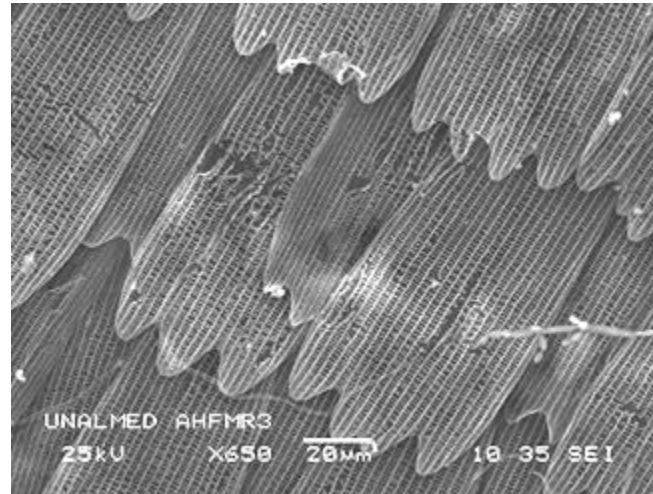
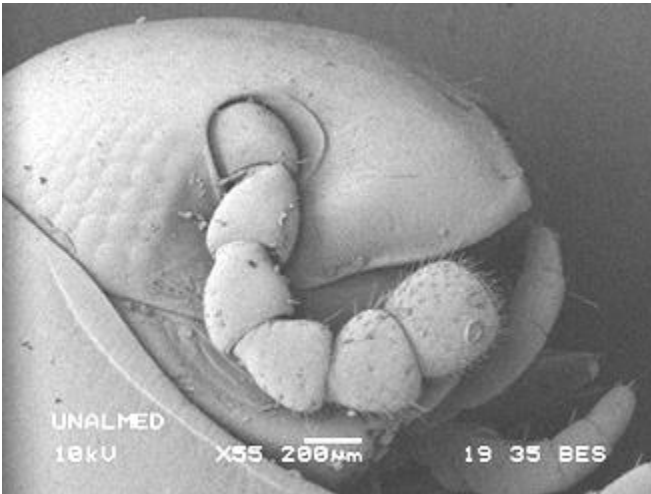
Análisis químico lineal



Fuente: Alejandro Toro- Curso SEM Unal Med

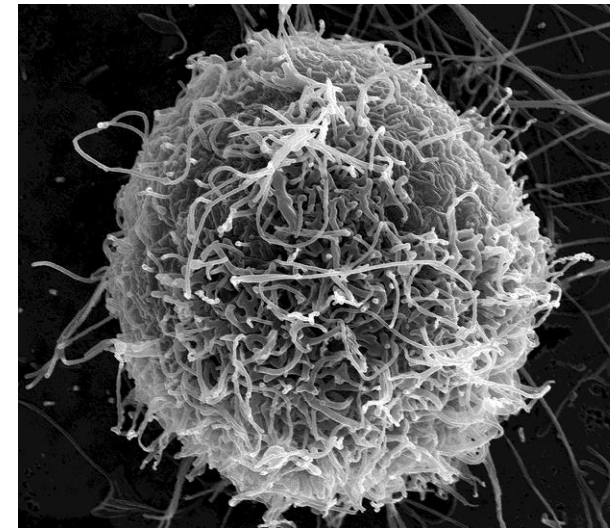
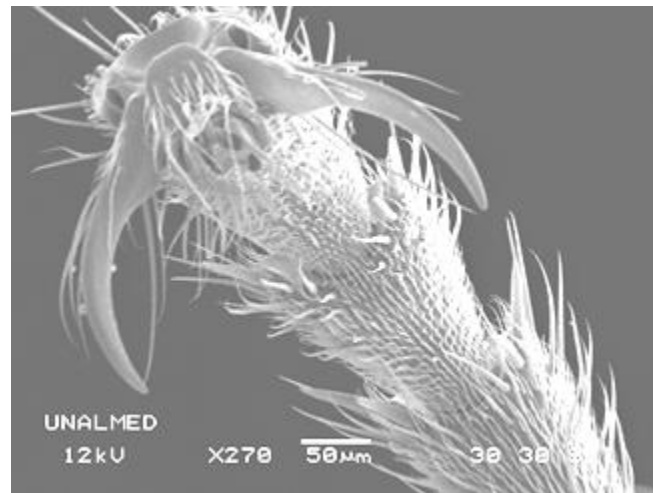
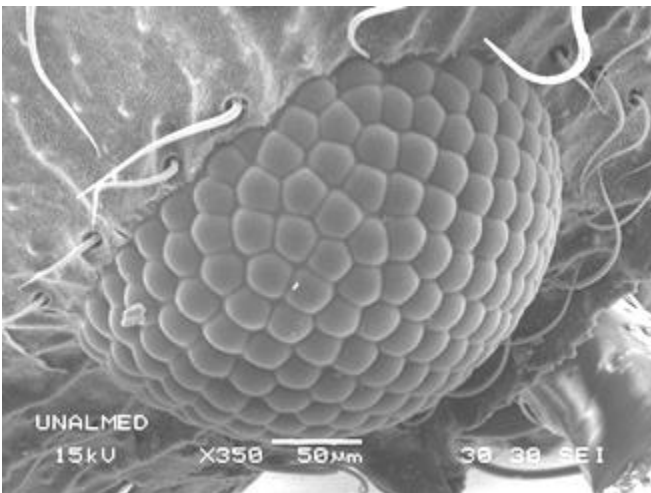
SEM en diversos campos de la ciencia e ingeniería

Muestras biológicas



Bacillus cereus

[Esta foto](#) de Autor desconocido está bajo licencia [CC BY-SA](#)



Partículas del virus Ebola

[Esta foto](#) de Autor desconocido está bajo licencia [CC BY-SA](#)

Fuente: Alejandro Toro- Curso SEM Unal Med

¿Que nos ofrece SEM con respecto a otras microscopías?

Microscopio Electrónico de Barrido - SEM

Versatilidad en Aumentos (50-400 KX)

Elevada profundidad de foco

Microanálisis Químico

Fácil Operación e Interpretación

Caro (200.000 – 600.000 USD)

Microscopio de Fuerza Atómica - AFM

Altos aumentos (Áreas desde 30x30µm hasta 10x10nm)

Limita a superficie planas

Versatilidad en propiedades (mecánicas, eléctricas, etc.)

Facilidad de llegar a altos aumentos

Menos caro (50.000 – 700.000 USD)

Microscopio Óptico - OM

Análisis Rápido

Limita a superficie planas

Fácil operación e interpretación

Bajos Aumentos (hasta 2000 X)

Baja profundidad de foco

Barato (5.000-20.000 USD)

Microscopio Electrónico de Transmisión - TEM

Muestreo MUY pobre

Altos aumentos (20 KX – 10 MX)

Baja profundidad de foco

Microanálisis Químico

Contraste por difracción: estructura cristalina

Más Caro (500.000 – 1.000.000 USD)



Aliados



Apoyan



El futuro
es de todos

Gobierno
de Colombia

