



**Universitat Autònoma de Barcelona**

**Desenvolupament d'un microscopi  
òptic de camp proper (SNOM) per a  
la caracterització de components  
optoelectrònics integrats.**

Memòria presentada per  
Xavier Borrisé Nogué  
per a optar al grau de  
Doctor en Enginyeria Electrònica.

*Bellaterra, Juliol de 2000*

*A l'Imma*

# Index

## Introducció

### CAPITOL 1

## **El Microscopi Òptic de Camp Proper** 7

1.1 Microscòpia òptica i microscòpia electrònica.	8
1.2 El microscopi d'efecte túnel i la família dels SPM	11
1.3 El microscopi òptic de camp proper	15
1.3.1 Camp llunyà i camp proper	16
1.3.2 Microscopi òptic de camp proper	19
1.3.3 PSTM	22
Referències	27

### CAPITOL 2

## **Disseny i construcció de l'SNOM** 31

2.1 Tuning fork Shear Force Feedback	33
2.1.1 Model del <i>tuning fork</i>	36
2.1.2 Dinàmica del sistema	37
2.1.3 Muntatge i mesures experimentals	40
2.2 El Capçal	43
2.2.1 Ceràmiques piezoelèctriques: els Bimorfs	43
2.2.2 L'escàner	45
2.2.3 El trípod	47
2.3 Sistema complet i Calibració	48
2.4 Fabricació de puntes	53
Referències	57

### CAPITOL 3

## **Introducció a la caracterització de guies amb SNOM: guies de nitrur de silici** 59

3.1 Teoria de propagació en guies	60
3.2 La guia de nitrur de silici	66
3.3 Caracterització experimental	69
3.4 L'SNOM en el procés de fabricació	78
Referències	83

## CAPITOL 4

<b>Caracterització de guies ARROW</b>	85
4.1 Teoria de les guies ARROW	87
4.2 Guies rectes	90
4.3 Unió Y d'un interferòmetre de Mach-Zehnder	96
4.4 Acoblador òptic direccional	99
Referències	103

## CAPITOL 5

<b>Estudi de la propagació de la llum en guies modificades localment</b>	105
5.1 Modificació de guies de $\text{Si}_3\text{N}_4$ mitjançant litografia LASER	106
5.2 Modificació de guies per AFM	114
Referències	124

## Conclusions

## Llista d'acrònims

## Agraïments

# Introducció

L'objectiu d'aquesta tesi és el desenvolupament d'una nova eina de caracterització local, basada en tècniques de microscòpia d'escombrat, que permeti estudiar la propagació de la llum en medis de guiat òptic. L'aplicació d'aquest nou instrument a diferents estructures i dispositius òptics integrats ha permès obtenir informació del comportament de la propagació de la llum en funció dels paràmetres del procés tecnològic.

L'any 1990 es proposà per primer cop l'ús d'una nova tècnica de caracterització de guies d'ona òptiques integrades anomenada PSTM (*Photon Scanning Tunneling Microscopy*). Aquest sistema està basat en el microscopi d'efecte túnel, inventat 8 anys abans, i consisteix a recollir i monitoritzar la llum que viatja per l'interior d'una guia d'ona òptica mitjançant una fibra òptica afilada, que fa de punta. La forma per fer-ho és realitzant escombrats amb la punta per sobre de la guia d'ona, a una distància de nanòmetres de la superfície de la guia, i detectar el camp evanescent de la guia present a aquesta distància, i que dóna compte de la propagació de la llum per l'interior de la guia. D'aquesta forma s'aconsegueixen mapes de la distribució de la llum per la guia, tal i com es fa en un microscopi d'efecte túnel a través del corrent túnel d'electrons. En aquest cas el senyal de control de la distància punta-mostra és la llum recollida.

Amb aquest mètode s'aconsegueix per primer cop avaluar directament la propagació de la llum per la guia, alhora que també permet obtenir altres paràmetres, com l'índex de refracció efectiu amb què la llum viatja per la guia. Fins aleshores la caracterització de la propagació de la llum en guies i dispositius òptics era del tipus "caixa negra", mesurant la intensitat de la llum a l'entrada i la sortida de la guia, i per tant la informació de la propagació per l'estructura està parcialment perduda. Això significa que es pot fer molt difícil determinar amb exactitud l'origen de possibles pèrdues, o fins i tot validar models teòrics sobre la propagació de la llum per determinades estructures complexes.

Una millora important sobre aquesta tècnica és la incorporació d'un sistema de control de la distància punta-mostra independent del senyal òptic. La tècnica per realitzar-ho és a través de la detecció de forces laterals entre la punta i la mostra, molt similar al microscopi de forces atòmiques. D'aquesta forma s'aconsegueix distingir la informació

topogràfica de la òptica, evitant acoblaments que feien molt difícil la interpretació de les imatges. A més a més, també s'aconsegueix una caracterització topogràfica de la superfície. A la pràctica, el microscopi usat d'aquesta forma no difereix en res del microscopi òptic de camp proper, que permet estudiar la interacció de la llum amb diferents tipus de mostra amb una resolució inferior al límit de difracció.

La informació que s'obtindrà es pot separar en dues parts, una caracterització topogràfica de l'estructura i una caracterització òptica de la propagació de la llum a través del dispositiu. La resolució topogràfica ens ha de permetre caracteritzar l'estructura morfològica com la rugositat de la superfície o les dimensions geomètriques dels dispositius estudiats amb una resolució molt alta ( $\sim$ nm), i sense malmetre la mostra. Per altra banda, la caracterització òptica ens dóna la possibilitat d'estudiar la propagació òptica per l'estructura, amb una resolució per sota del límit de difracció, essent la única tècnica que permet realitzar aquest tipus de caracterització. A més a més també permet l'obtenció dels índexs de refracció efectius de propagació per la guia.

La incorporació d'aquesta tècnica per a l'estudi de guies d'ona òptica és molt recent, i aquesta tesi representa una contribució a aquesta aproximació per a l'estudi de dispositius òptics integrats. La distribució de la tesi la podem separar en dues parts diferenciades.

Al capítol 1 i 2 descriurem la teoria i la pràctica per al desenvolupament del microscopi òptic de camp proper. Primer farem un repàs sobre els diferents tipus de tècniques de microscòpia, i triarem el mètode a implementar. A continuació veurem com s'ha realitzat el microscopi i quines són les seves principals característiques.

Als següents capítols, 3, 4 i 5, s'explotarà la tècnica aplicada sobre diferents estructures i dispositius. Començarem al capítol 3 repassant els conceptes bàsics del guiatge de llum en medis dielèctrics, i observarem aquesta propagació experimentalment en guies de nitrur de silici, que serviran de guies de test. Al capítol 4 estudiarem diferents dispositius basats en un altre tipus d'estructura, anomenada ARROW, i que tal i com veurem presenten importants avantatges respecte altres tipus d'estructures. Finalment proposarem noves tècniques per a la realització de dispositius òptics, basats en modificació local d'estructures convencionals, i estudiarem efectes locals en la propagació de la llum.

Per últim és interessant fer un incís sobre l'origen històric d'aquest treball. Per una banda hi ha el Grup de Circuits i Sistemes Electrònics del departament d'Enginyeria Electrònica de la Universitat Autònoma de Barcelona, amb una dilatada experiència en les tècniques SPM, especialment en l'STM i l'AFM. Per altra banda, a l'Institut de Microelectrònica de Barcelona (IMB-CNM) fa uns anys que està en marxa un projecte per desenvolupar estructures de guiat òptic prenent com a material base el silici. Aquest treball representa la intenció d'ajuntar coneixements i esforços en una col·laboració que, aprofitant l'experiència d'uns i altres, permeti obtenir una nova eina de caracterització per als dispositius fabricats a l'IMB, i que permeti millorar-ne la fabricació i l'eficiència. Fruit d'aquesta voluntat és el projecte TIC-95-0910-CO2-01 i posteriorment el TIC-98-0499, que han donat suport al desenvolupament d'aquesta tesi.

# Capítol 1

## El Microscopi Òptic de Camp Proper.

*“Litterae quamuis minutae et obscurae per uitream pilam aqua plenam maiores clarioresque cernuntur.”<sup>1</sup>*

*Naturales quaestiones, Luci Anneu Sèneca, s.I a.c*

Probablement aquesta sigui la primera referència històrica escrita que parla, encara que primitivament, sobre l'ús d'una lent com a microscopi simple. Tot i així, l'interès de l'home per les coses més petites i invisibles a simple vista no és tan llunyà com això. Els primers microscopistes, cap allà al segle XVI, no van tenir una feina fàcil. A més d'haver de lluitar amb una peça de vidre fos, polint-lo contra dues peces de fusta per treure'n una lent, tenien en contra la creença generalitzada que només s'aconseguiria veure més gran, allò que ja era apreciable a simple vista. Podríem qualificar els treballs de *Marcello Malpighi* (1660) sobre el descobriment dels capil·lars, que confirmaren la teoria de la circulació de la sang en moviment circular, i el “*Micrographia*” de *Robert Hooke* (1665) com les puntes de llança que van fer entrar el microscopi al món de la ciència per la porta gran. Des d'aleshores hi ha hagut una constant evolució, creació i innovació de velles i noves tècniques que avui en dia permeten veure les cèl·lules de què estem fets, l'ADN que les diferencia, o els àtoms de què està formada la matèria.

Sense anar gens errat es pot afirmar que la biologia ha estat, i és encara, un dels principals motors pel desenvolupament de la microscòpia; els primers treballs de Malpighi i Hooke, fa gairebé 350 anys, en foren els primers exemples, i tota innovació en la disciplina de la microscòpia sempre ha cercat l'ús en la biologia com una de les seves principals aplicacions. No en va, l'estudi de tot tipus de teixit, cèl·lula, proteïna, fàrmac, etc., necessita eines de gran resolució per a la seva caracterització, i per tant, el

---

<sup>1</sup> Les lletres, per petites i confuses que siguin, vistes a través d'una bola plena d'aigua, apareixen majors i més clares.

mercat que representa el fa enormement atractiu. No obstant això, durant aquest segle que podríem anomenar de la tecnologia, l'interès en l'estudi dels materials i, més recentment, la revolució electrònica, ha suposat també un gran incentiu per al desenvolupament de la microscòpia. La creixent miniaturització dels components electrònics, per sota del límit de la resolució de la llum visible, ha fet necessària la invenció de noves tècniques que permetin caracteritzar circuits i components, alhora que els processos de creixement dels materials per fabricar-los. Al mateix temps, l'incorporació d'aquests avenços tecnològics a la microscòpia també ha aportat innovacions extraordinàries, com ho és el microscopi electrònic d'escombrat, inventat al 1935, o més modernament, el microscopi d'efecte túnel al 1982. Parlem doncs, d'un món en constant evolució, amb reptes nous a cada instant, i que cerca el límit de la raó humana en l'estudi d'allò més petit.

En aquest capítol repassarem els principis i aplicacions bàsiques de les diferents formes de microscòpia, a través de llum (microscòpia òptica) o d'electrons (microscòpia electrònica), s'introduirà la família dels microscopis d'escombrat amb sonda, descrivint-ne les innovacions tecnològiques i conceptuals que han representat dins el món de la microscòpia, fins arribar al microscopi òptic de camp proper, una de les últimes formes de microscòpia a arribar, i que parcialment resumeix les anteriors. Es deduirà com es pot trencar el límit de resolució òptic, i quines són les configuracions típiques i els modes de treball d'un microscopi òptic de camp proper. Per últim es farà esment de la tècnica anomenada PSTM (*Photon Scanning Tunneling Microscope*), que és una variant del microscopi de camp proper.

## 1.1 Microscòpia òptica i microscòpia electrònica.

El microscopi òptic tradicional, basat en lents, és, de llarg, la tècnica més utilitzada en microscòpia. Les raons per això són moltes: baix cost, fàcil maneig, i sobretot la gran quantitat de tècniques de contrast existents per a visualitzar les diferents propietats de les mostres a estudiar: polarització, fase, fluorescència, modulació, interferència diferencial, etc. D'aquesta forma, doncs, hi ha un amplíssim ventall de mostres al qual es pot aplicar aquesta tècnica; objectes vius o inerts; estàtics o dinàmics; dessecats o en dissolucions líquides; opacs o transparents; plans o rugosos; en estat sòlid, líquid o plasma, etc. A més a més, tot i que habitualment es treballa en condicions ambient, també es pot treballar en casos extrems de temperatura i pressió. Un altre avantatge important és la presumpció que la radiació usada per observar a través del microscopi no pertorba el medi, excepte en casos excepcionals on això és precisament el que es busca, i per tant és una tècnica no-destructiva. Finalment, la incorporació del món digital a la captura i el tractament de les imatges, ha permès la realització de mesures més acurades i eficients sobre els espècimens a estudiar.

A la figura 1 es mostren els elements òptics i el camí que segueix el feix de llum en un microscopi òptic convencional. La mostra és projectada a la retina de l'ull, augmentada primer per la lent, que projecta la imatge en l'anomenat pla intermig del microscopi, i posteriorment magnificat altre cop per l'ocular. El valor estàndard de la longitud del tub del microscopi és de 160mm.



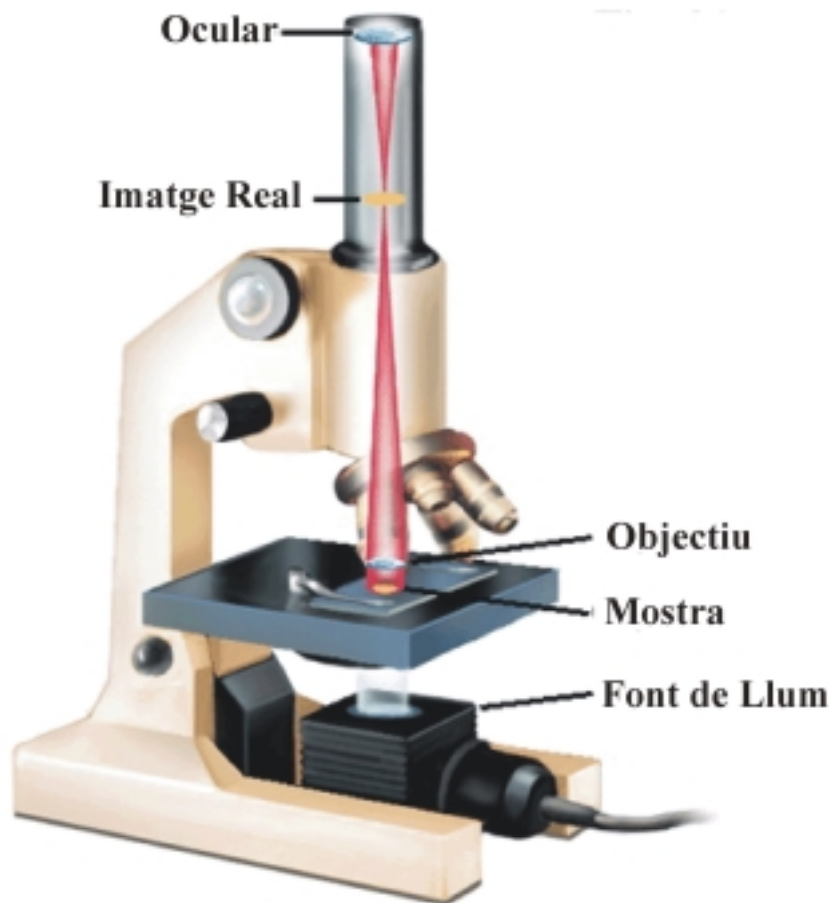
Definim la resolució lateral, seguint el criteri de Rayleigh [1], com la “*mínima distància  $d$  entre dos punts objecte que poden ser distingits a la imatge*”, i que podem expressar com:

$$d = \frac{1.22\lambda}{2NA} \quad (1-1)$$

on

$$NA = n\sin(\theta) \quad (1-2)$$

essent  $\lambda$  la longitud d'ona de la llum,  $NA$  l'obertura numèrica de l'objectiu,  $n$  l'índex de refracció entre la mostra i l'objectiu, i  $\theta$  és la meitat de l'angle d'acceptància màxim de l'objectiu.



*Figura 1-1. Microscopi òptic convencional. La llum provinent de la font travessa la mostra i és amplificada per l'objectiu primer, i per l'ocular posteriorment.*

A l'aire i per un objectiu ideal ( $NA=1$ ), il·luminant amb llum vermella ( $\lambda=633\text{nm}$ ), la resolució que podem aconseguir és de 386nm. Per aconseguir millorar la resolució es pot canviar l'índex de refracció del medi, aconseguint obertures numèriques superiors a

1: són els anomenats microscopis d'immersió, amb obertures numèriques de fins a 1.4, de forma que es pot aconseguir una resolució al voltant de 200nm. Aquest, però, és un últim límit a la resolució òptica dels microscopis convencionals, i tenint en compte que gran part dels processos biològics i físics que s'estudien avui en dia es produeixen a una escala de l'ordre d'unes desenes de nanòmetres, ens trobem davant serioses limitacions alhora d'utilitzar un microscopi òptic.

Una millora important sobre el microscopi òptic convencional és el microscopi confocal [2]. En aquest sistema s'incorpora un objectiu de microscopi per enfocar la llum sobre la mostra, i alhora dos petites obertures que permeten eliminar la llum difractada que no està originada al pla focal dels objectius del microscopi. En aquest cas s'ha d'anar desplaçant la mostra per reconstruir-la, ja que la informació que s'obté és punt a punt. Les imatges que es poden reconstruir són tridimensionals, amb una millor relació senyal-soroll, i amb una resolució superior, típicament per sota dels 200nm, que no millora molt la resolució lateral, però en canvi si hi ha una gran millora en la profunditat de camp, que representa la resolució vertical.

Tornant a la fórmula (1-1), es veu que una altra forma d'aconseguir millorar la resolució és variant la longitud d'ona amb la que s'il·lumina la mostra. Al 1924 Louis de Broglie proposà per primer cop la dualitat ona-partícula. D'aquesta forma, s'associa una longitud d'ona als electrons que ve donada per la relació:

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1-3)$$

Accelerant un electró en un camp elèctric es poden aconseguir electrons amb una longitud d'ona associada inferior al nanòmetre. Al 1931, Ruska aconsegueix les primeres imatges amb un microscopi electrònic de transmissió (TEM) aprofitant la longitud d'ona dels electrons, i al 1935 Knoll crea el primer microscopi electrònic d'escombrat (SEM), amb una resolució de 100µm. Un cop optimitzats els sistemes, la resolució es veié dràsticament reduïda, fins arribar a resolucions properes al nanòmetre pel SEM i inferiors a l'Angstrom pel TEM. El preu a pagar, però, és la necessitat d'una acurada preparació de les mostres. En el cas d'un SEM es necessita metal·litzar la mostra, i per al TEM hi ha un complicat procés de poliment de la mostra fins a aconseguir una làmina molt fina per tal que els electrons la travessin.

Tot i que hom podria pensar que la necessitat de tenir una mostra metàl·lica o metal·litzada és un gran impediment alhora d'estudiar mostres biològiques o certs materials no conductors, la gran resolució i quantitat d'informació que es pot obtenir a través del microscopi electrònic fa que el seu ús estigui amplísimament estès.

En un SEM [3], els electrons es generen aplicant un voltatge a un filament de tungstè, que actua de càtode, de forma que a l'escalfar-se emet electrons termoionímicament. Degut al gran camp elèctric present, els electrons són accelerats cap a l'ànode, que té forma d'anella. D'aquesta forma, part dels electrons travessen l'anella i van cap a la columna, on una sèrie de lents electromagnètiques dirigeixen el feix cap a la part desitjada de la mostra. Els electrons emesos o reflectits per la mostra són visualitzats bé en un tub de raigs catòdics, bé al monitor d'un ordinador. Les interaccions que poden

tenir lloc a la mostra són múltiples; analitzant-les a través dels electrons o fotons, tant generats com dispersats, es pot obtenir diferent informació de la mostra. A la figura 1-2 s'esquematitzen les principals interaccions i la informació que se'n pot obtenir.

Tal i com ja hem comentat, el desavantatge que presenta aquesta tècnica és la necessitat de metal·litzar la mostra, necessitat que impedeix aplicar tècniques de contrast o fer estudis en ambients líquids, ja que la mostra s'estudia en ambient de buit, de forma que per mostres biològiques, aquestes mai no seran estudiades en el seu ambient, és a dir, que tindrem sempre teixits o cèl·lules mortes i metal·litzades.

Tot i així, l'elecció d'una tècnica particular depèn bàsicament de quina és la informació que es vol obtenir de la mostra, de forma que podríem dir que la microscòpia òptica i l'electrònica no són excloents, sinó que es complementen.

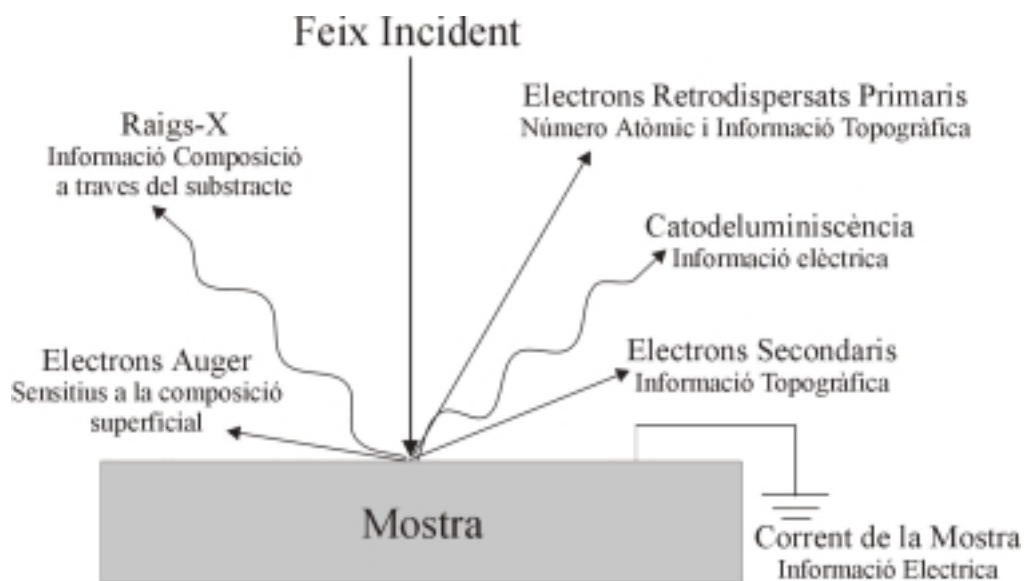


Figura 1-2. Esquema de les interaccions que esdevenen en un SEM. El feix incident d'electrons al xocar amb la mostra pot provocar dispersió dels electrons elàsticament (electrons primaris), dispersió inel·làstica (electrons secundaris), electrons superficials per dispersió inelàstica (electrons Auger) o bé fotons per l'energia de recombinació dels electrons, que poden donar Raigs-X o Catodeluminiscència.

## 1.2 El microscopi d'efecte túnel i la família dels SPM.

Al 1982 Binning i Rohrer obriren una nova dimensió en el món de la microscòpia [4,5]. La seva revolució representà tant innovacions tecnològiques com conceptuals. Abandonaren la idea de mesurar a partir de la difracció, per part de la mostra, del feix incident de naturalesa ondulatoria, ja sigui llum o bé electrons. Introduïren el concepte d'interacció a escala atòmica per explorar la superfície de les mostres. El seu invent fou l'anomenat microscopi d'efecte túnel o STM (*Scanning Tunneling Microscope*), on s'explota l'efecte túnel quàntic per estudiar mostres conductores. Aquest invent els valgué el premi Nobel de Física l'any 1986.

La idea és ben simple: acostant una punta metàl·lica molt afilada (idealment acabada en un sol àtom) a una superfície conductora, a una distància on es superposin les funcions d'ona dels electrons de cada un dels materials, es pot aconseguir, aplicant un voltatge de polarització, el pas d'electrons per efecte túnel de la mostra a la punta o viceversa; és l'anomenat corrent túnel. Si hom és capaç de mantenir la distància punta-mostra, escombrant la seva superfície, i al mateix temps recollint el corrent túnel, es pot crear una imatge que permet aconseguir resolució atòmica, entesa aquesta com a mapes de les densitats electròniques al voltant dels seus nuclis, més que no pas com la posició dels àtoms tal i com es podria definir per la posició dels seus nuclis.

Tot i que el principi sobre el qual es basa aquest microscopi es coneix des de principis de segle, sembla estrany que no s'aconseguís abans la realització d'aquest microscopi. Probablement això és degut a la diferent problemàtica que incorpora aquest nou sistema de visualització del món microscòpic: moviments amb resolució sub-nanomètrica, un aïllament vibratori de grans prestacions per evitar acoblaments del sistema amb l'ambient, i la necessitat d'un sistema de control i monitorització nous per controlar els moviments d'alta resolució. Tal i com es veu, doncs, les matèries en que es mou aquest nou microscopi són varies, i cap d'elles relacionades amb la òptica, per tant no és estrany que el propi Binning i Rohrer no vinguessin del món de la microscòpia tradicional.

Per aconseguir els moviment d'alta resolució introduïren les ceràmiques piezoelèctriques, materials que a l'aplicar-los un voltatge es deformen. Per controlar el moviment dels piezoelèctrics utilitzaren un sistema de realimentació electrònic, i més endavant ho controlaren tot per ordinador. El sistema d'aïllament de vibracions que utilitzaren inicialment fou per levitació superconductora, però aquest sistema és molt complex, i actualment hi ha formes molt més simples d'aconseguir-ho.

A la figura 1-3 es pot observar un esquema del funcionament del microscopi d'efecte túnel. Una punta (sonda del microscopi), feta normalment de W o Pt-Ir, s'uneix a un trípode piezoelèctric consistent en tres barres piezoelèctriques orientades en les 3 direccions espacials. A l'aplicar un voltatge als piezoelèctrics s'estiren o es contreuen amb una sensibilitat típicament d'uns nanòmetres per volt. Així, si s'aplica una rampa de tensió lenta al piezo Y i una de més ràpida al piezo X, la punta escombrarà el pla xy. Amb un mecanisme d'aproximació (posicionador) i el piezo Z s'acosta la punta a la mostra des d'una distància d'alguns centímetres fins a uns pocs Angstroms. A aquesta distància les funcions d'ona dels electrons de la punta i la mostra es superposen, de forma que aplicant un voltatge de polarització entre punta i mostra s'obté el corrent túnel. Aquest corrent és típicament d'uns nanoampers quan s'aplica una tensió de polarització al voltant d'1V. Així doncs, cal amplificar aquest corrent i convertir-lo a voltatge, per tal de comparar-lo amb un valor de referència. La diferència s'amplificarà altre cop i s'aplicarà al piezo Z de tal forma que si el corrent túnel esdevé més gran que el valor de referència, el voltatge aplicat farà retirar la punta de la mostra, i viceversa, creant així un llaç de realimentació negatiu. D'aquesta forma s'aconsegueix mantenir la distància punta-mostra constant. Si alhora s'està escombrant el pla xy, s'aconsegueix una matriu bidimensional de punts d'alçada constant. Assignant diferents intensitats als voltatges aplicats al piezo Z i representant en una pantalla els punts de voltatge (x,y) s'obté el contorn de la superfície a corrent constant.

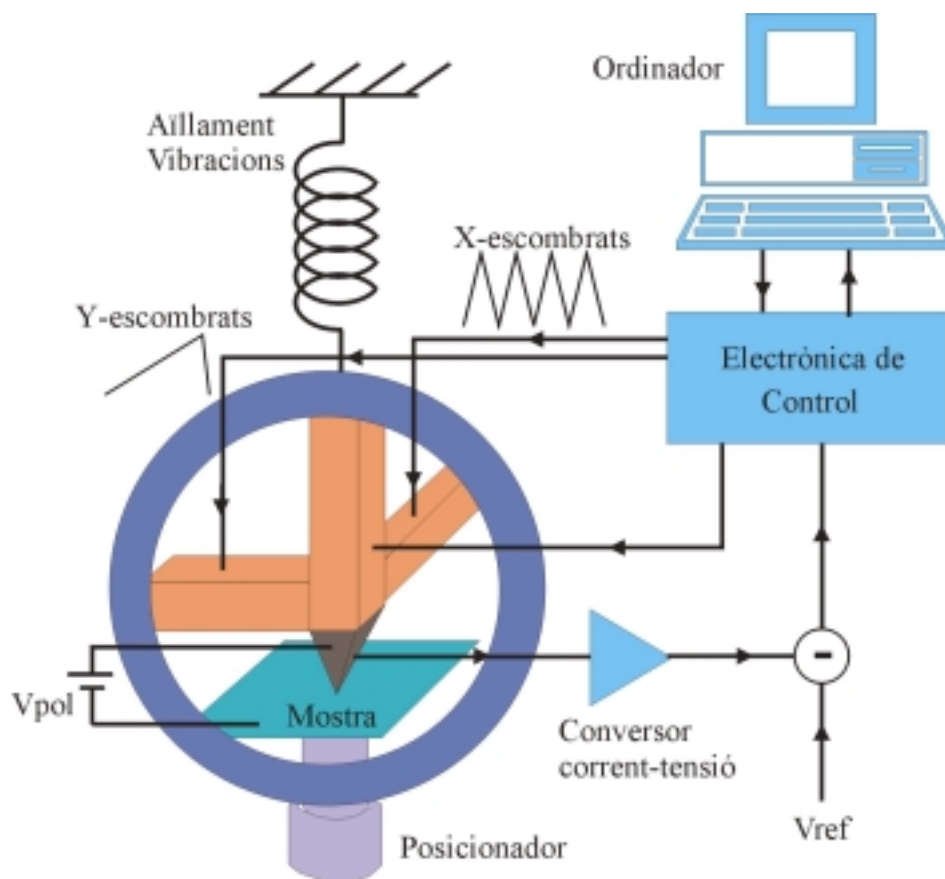


Figura 1-3. Esquema de les parts que componen un microscopi d'efecte túnel.

La senzillesa del mecanisme i la seva gran versatilitat fa que avui en dia es puguin realitzar experiments a l'aire, amb gasos inerts, a Ultra Alt Buit, o en medis líquids, i amb temperatures que poden anar des de la de l'Heli líquid fins a centenars de graus.

Una altra conquesta important d'aquest tipus de microscòpia és la possibilitat d'utilitzar el microscopi com a eina activa per a la manipulació de la mostra a estudiar. En aquest cas, la punta esdevé el nanomanipulador, construint finalment el nanomón imaginat per Feynman al 1959 [6]. Nanolitografia mitjançant oxidacions de superfícies semiconductores [7,8] o la manipulació d'àtoms individuals [9] en són una mostra.

Fins ara hem parlat només de l'STM, però la idea d'utilitzar interaccions a escala atòmica no s'acaba amb l'efecte túnel. Un cop s'és capaç de mantenir control sobre distàncies subnanomètriques, el plat està servit per a tot tipus d'interacció imaginable: forces atòmiques, electrostàtiques o magnètiques, interacció capacitiva, tèrmica, acústica, de potencial químic..., és a dir, que la família no ha parat de créixer, fins a constituir l'anomenat grup dels microscopis d'escombrat amb sonda o de sonda local SPM (*Scanning Probe Microscopy*).

De tots ells, el microscopi de forces atòmiques o AFM (*Atomic Force Microscope*) mereix un especial esment. Realitzat al 1986 per Quate i Binnig [10], ha trobat un ràpid desenvolupament i comercialització, que fa que sigui probablement el més estès

de tots. L'eliminació de la necessitat de metal·litzar les mostres n'és una raó important, de forma que en la biologia ha trobat un gran camp d'expansió. Un altre motiu important per comentar-la aquí breument, és la similitud amb la tècnica anomenada *Shear-Force*, que van desenvolupar simultàniament Betzig et al. [11] i Toledo-Crow et al. [12] per a controlar la distància punta-mostra en un microscopi òptic de camp proper SNOM, i que està inspirada en aquest tipus de microscopi.

En un AFM, la interacció que té lloc entre la punta i la mostra és la presència de forces atòmiques, ja sigui del tipus de Van der Waals, per enllaços iònics o covalents, forces repulsives interatòmiques, capil·lars, etc. Per mesurar-les, la punta amb forma de palanca, que anomenarem *cantilever*, es situa paral·lela a la mostra, amb un extrem unit a les ceràmiques piezoelèctriques, i l'altre acabat amb una punta en forma piramidal, situada perpendicular a la mostra, i que escombrarà la superfície. Per interacció amb la superfície, el *cantilever* deflecta verticalment. Detectant òpticament aquesta deflecció, s'obté un mapa de la superfície. Tot i que la resolució és inferior a la de l'STM, en aquest cas es pot estudiar qualsevol tipus de mostra, tant a l'aire com en ambient líquid. Un exemple n'és el treball de J.van Noort et al. [13], on estudien la reparació mitjançant proteïnes, d'ADN danyat per raigs Ultraviolats, i que s'estudia en ambient líquid. També en aquest cas s'han dut a terme experiències utilitzant la sonda com a element actiu per modificar superfícies [14,15].

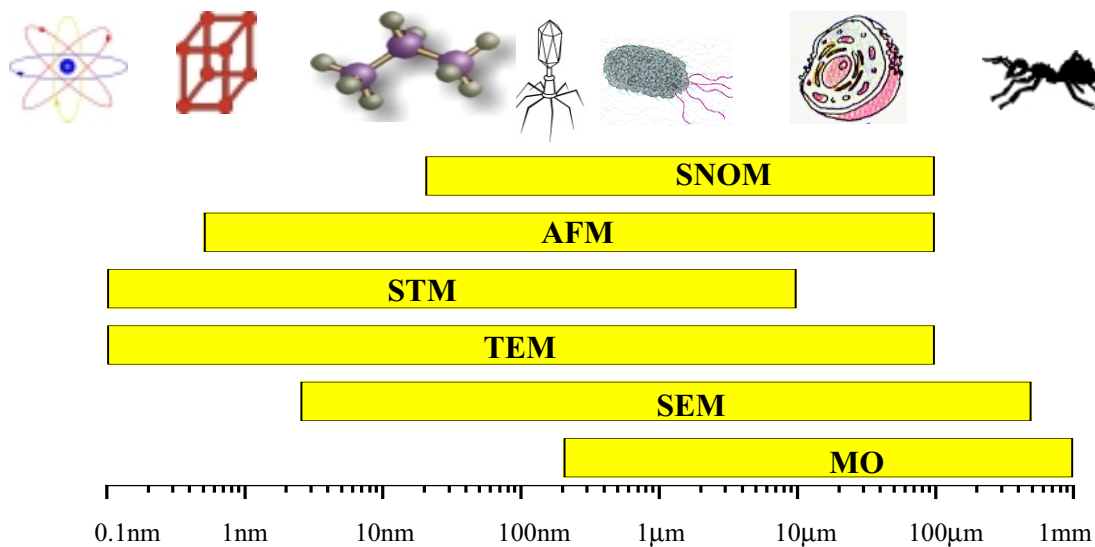


Figura 1-4. Resolució per diferents tècniques de microscòpia. L'escala de mesura va des de l'àtom als insectes passant per cristalls, mol·lècules, virus, bactèries i cèl·lules.

Podríem resumir que, fins ara, hem diferenciat entre dos tipus de microscòpia: aquella que per visualitzar la mostra utilitza la difracció de la llum (o electrons amb una longitud d'ona associada); i aquella en que es visualitza a través de la mesura d'interaccions a petita escala entre una sonda i la mostra. Tot i l'evident guany de resolució aconseguit amb les tècniques alternatives a la MO, així com la possibilitat d'estudiar nous paràmetres com ara la fricció o les forces interatòmiques, en la majoria de casos continua essent necessària una preparació de la mostra destructiva, i sobretot, no s'aprofiten de la gran quantitat de tècniques de contrast i d'identificació desenvolupades per a la microscòpia òptica convencional. El Microscopi Òptic de Camp

Proper representa la síntesi d'ambdues tècniques: aprofita la gran resolució de les tècniques SPM mitjançant l'exploració del camp proper i, al visualitzar llum, els avantatges de la microscòpia òptica convencional. La figura 1-4 representa la resolució de varies de les típiques tècniques de microscòpia.

### 1.3 El microscopi òptic de camp proper.

En un SNOM (*Scanning Near Field Optical Microscope*), es situa una font de llum, amb una obertura de dimensions per sota la longitud d'ona, a la zona de camp proper de la mostra (figura 1-5). D'aquesta forma, l'àrea de la mostra il·luminada ve determinada per les dimensions de l'obertura i no per la longitud d'ona amb la que s'està il·luminant. Movent la mostra respecte l'obertura podem obtenir la imatge de la mostra. Reversiblement, també es pot il·luminar la mostra i recollir la llum difractada a través de la obertura. Veiem doncs, que les principals fites per aconseguir realitzar un microscopi de camp proper passen per: (i) aconseguir realitzar una obertura de dimensions submicromètriques; (ii) situar aquesta obertura a una distància nanomètrica de la superfície d'una forma estable. La invenció del microscopi d'efecte túnel posà les bases per acomplir ambdues condicions, ja que introdueix el concepte de sonda local situada a pocs nanòmetres de la superfície.

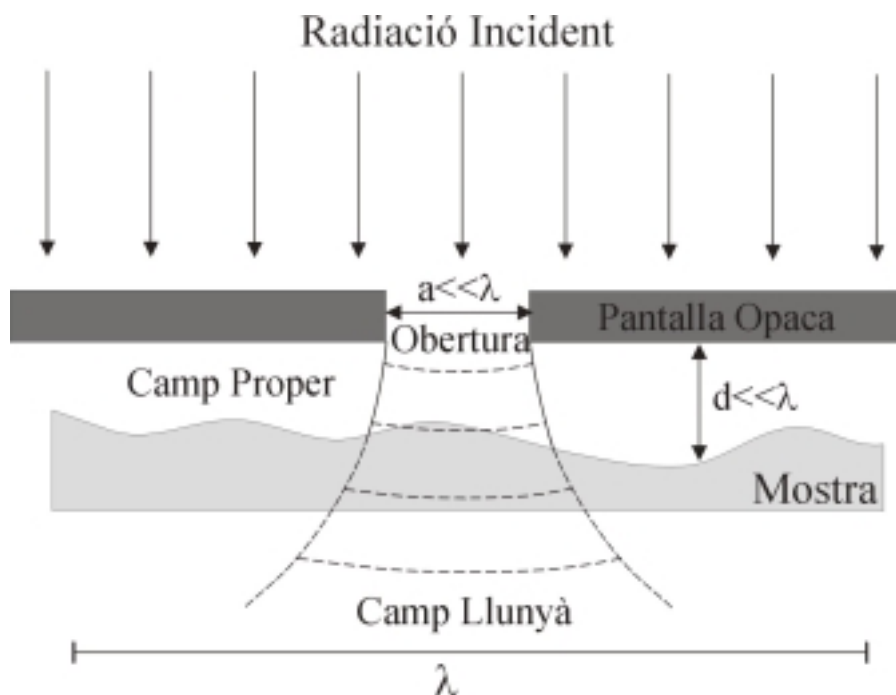


Figura 1-5. Esquema del concepte d'escombrat en camp proper. Els dos requeriments bàsics són (1) font de llum d'obertura inferior a la longitud d'ona i (2) distància punta-mostra a la zona de camp proper ( $\ll \lambda$ ).

Tot i que podria semblar nou, el concepte del microscopi de camp proper fou introduït ja al 1928 per Synghe [16]. Sembla ser que esperonat pel propi Einstein, Synghe descrigué, amb una extraordinària visió, quins són els passos a seguir per aconseguir

realitzar el microscopi de camp proper. Seguint la seva formulació, introduí el concepte d'obertura de tamany submicromètrica ( $10^{-6}$ cm), situada a una distància de  $10^{-6}$ cm de la mostra a estudiar, així com la realització de les imatges per escombrat (amb passos de  $10^{-6}$ cm). Tot i la gran similitud amb l'SNOM actual, sembla ser que aquesta proposta fou oblidada i redescoberta posteriorment per varis autors [17]. No fou fins a l'arribada de l'STM que s'aconseguien complir totes les condicions ja esmentades per Synghe.

Abans d'això, però, val la pena esmentar el treball d'Ash i Nicolls [18], que al 1972 aconseguiren trencar el límit de difracció treballant amb microones de  $\lambda=3$ cm, aconseguint una resolució de  $\lambda/60$ . En aquest règim de longituds d'ona, la creació d'obertures adients i la distància punta-mostra són de dimensions clarament superiors, de forma que la seva realització és més simple.

L'extensió al món del visible, en canvi, hagué d'esperar fins al 1984, quan Pohl et al. [19] en publicà el primer treball experimental, aconseguint una resolució òptica de  $\lambda/20$ . Com a nota cal assenyalar que no és estrany que aquest primer treball es desenvolupés als laboratoris d'IBM a Zurich, on l'STM acabava de sortir del forn.

De tot l'explicat fins ara, no queda clar perquè quan ens situem molt a prop de la mostra podem aconseguir incrementar la resolució per sota del límit de Rayleigh. Utilitzant anàlisi de Fourier, a continuació veurem, com això és possible teòricament.

### 1.3.1 Camp llunyà i camp proper.

Què és una imatge? I, com es forma? La teoria difraccional de la formació d'imatges ens diu que una imatge no és més que la reconstrucció per interferència de les múltiples ones de llum que arriben a l'objectiu després d'interaccionar amb el cos que ens interessa observar. Per poder distingir dos punts separats caldrà que la diferència d'intensitats entre aquests dos punts sigui "apreciable": això fou el que calcularen primer Abbé i més tard Rayleigh a partir de la teoria de la difracció, arribant al prou conegut resultat ja expressat a la l'equació (1-1).

Aquesta reconstrucció, però, s'ha realitzat a partir de la suposició que la mostra i l'objectiu es troben separats a una distància superior a la longitud d'ona a la qual estem il·luminant, de forma que es pot aplicar l'aproximació d'ones planes per la radiació que arriba a l'objectiu. En aquest cas es diu que estem en règim de *camp llunyà*, i està format per termes radiats que es propaguen fins a l'objectiu. Ara bé, si ens situem molt a prop de la mostra, entrarem en el règim de *camp proper*, amb unes diferències importants: en aquest cas el camp està compost de termes radiats i termes no radiats. Els primers són els que es propagaran fins a la mostra, mentre que els segons desapareixen a mesura que ens allunyem de la mostra, i per tant no se'ls pot aplicar l'aproximació d'ones planes. A continuació veurem perquè observant el *camp proper* podem obtenir una resolució major que observant el *camp llunyà*. Estudiarem la propagació del camp fent un anàlisi de Fourier [20].



Suposem que tenim la mostra situada al pla  $(x,y,0)$  (figura 1-6) i il·luminem amb llum monocromàtica de longitud d'ona  $\lambda$ :

$$E(x, y, z < 0, t) = \exp\{jkz\} \exp\{-j\omega t\} \quad (1-4)$$

on  $k$  és la constant de propagació:

$$k = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{\omega}{c} \quad (1-5)$$

Després de passar per la mostra, el camp al punt  $(x,y,+0,t)$  el podem expressar com:

$$E(x, y, +0, t) = A_0(x, y) \exp\{-j\omega t\} \quad (1-6)$$

essent  $A_0(x,y)$  l'amplitud del camp.

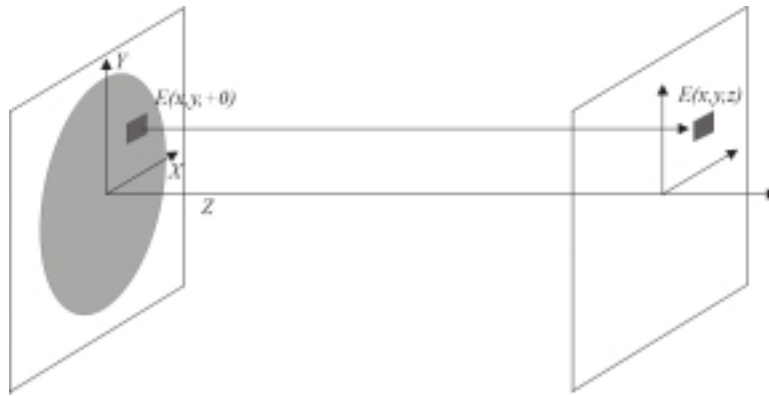


Figura 1-6. Propagació al camp llunyà  $E(x,y,z)$ , a partir de la difracció del camp incident per la mostra  $E(x,y,+0)$ .

Donat que l'equació d'ones que hem de resoldre és lineal, podem aplicar anàlisi de Fourier, de forma que descomponem  $A_0$  en:

$$A_0(x, y) = \iint A_0(v, \mu) \exp[-2\pi j(vx + \mu y)] dv d\mu \quad (1-7)$$

on  $A_0$  és la transformada de Fourier de  $A_0$ , i  $v$  i  $\mu$  les freqüències espacials en les direccions  $x$  i  $y$  dels components de la mostra. Cadascun dels termes  $A_0$  donarà lloc a una ona del tipus:

$$\exp\{2\pi j(xv + y\mu + z\eta)\} \exp\{-j\omega t\} \quad (1-8)$$

Estem, doncs, expressant el camp com un conjunt d'ones planes propagant-se en la direcció

$$\vec{k} = (k_x, k_y, k_z) = \left( 2\pi\nu, 2\pi\mu, 2\pi \left[ \frac{1}{\lambda^2} - (\nu^2 + \mu^2) \right]^{1/2} \right) \quad (1-9)$$

Les diferents freqüències espacials no són més que l'invers dels diferents períodes de les ones en que descomponem la mostra, de forma que a períodes grans correspondran freqüències petites i viceversa.

Finalment, el camp quedarà expressat en la forma

$$E(x, y, z, t) = \exp\{-j\omega t\} \times \iint A_0(\nu, \mu) \exp\left\{2\pi j \left[ -\lambda^2(\nu^2 + \mu^2) \right]^{1/2} \frac{z}{\lambda} \right\} \exp\{2\pi j(x\nu + y\mu)\} d\nu d\mu \quad (1-10)$$

D'aquesta equació podem distingir 2 casos:

$$(a) (\nu^2 + \mu^2) \cdot \lambda^2 < 1$$

En aquest cas les exponencials són complexes, i per tant representa canvis de fase en la propagació del camp. Són les components de *camp llunyà*, i les freqüències espacials que compleixen la desigualtat són les menors, i que per tant corresponen als períodes grans.

$$(b) (\nu^2 + \mu^2) \cdot \lambda^2 > 1$$

En aquest cas l'exponencial corresponent a la dimensió de propagació  $z$  és real, i per tant el camp s'atenuarà a mesura que ens allunyem de la mostra. Són les anomenades *ones evanescentes*, i només estan localitzades en el *camp proper*. Les freqüències espacials que compleixen aquest cas són les superiors, de forma que corresponen als períodes inferiors a la longitud d'ona.

$$(\nu^2 + \mu^2) > \frac{1}{\lambda^2} \Rightarrow k_x^2 + k_y^2 > k^2 \Rightarrow k_z^2 < 0 \Rightarrow k_z \in \mathbb{C} \quad (1-11)$$

de forma que podem posar el vector de propagació com:

$$k = k_e + jk_a \Rightarrow \frac{1}{\lambda^2} = \frac{1}{\lambda_e^2} - \frac{1}{\lambda_a^2} \quad (1-12)$$

on  $\lambda_e$  es la longitud d'ona de l'ona evanescent, inferior a la longitud d'ona de la llum, i  $\lambda_a$  l'atenuació del camp evanescent.

Acabem de veure que els termes amb la informació de més resolució de la mostra no es propaguen, sinó que són evanescents. Per exemple, pel cas d'una mostra amb un període de 100nm ( $\nu=10^7 \text{ m}^{-1}$ ,  $\mu=0$ ), que està per sota del límit de resolució, il·luminant amb llum vermella (633nm), trobem que a l'allunyar-nos 10nm de la mostra, la intensitat

s'ha reduït gairebé a la meitat. Si volem aconseguir trencar el límit de resolució de Rayleigh i observar aquest període, caldrà situar-nos a una distància al voltant d'aquests 10nm, és a dir, en el camp proper de la mostra; d'aquí el nom i el funcionament de l'SNOM.

### 1.3.2 Microscopi òptic de camp proper.

Recordem que per aconseguir mesurar en camp proper necessitem (i) una obertura de dimensions submicromètriques i (ii) mantenir una distància punta-mostra de l'ordre dels nanòmetres. Per aconseguir realitzar la punta, el mètode utilitzat per Pohl fou el d'utilitzar una barra de quars afilada mecànicament. Posteriorment polida, s'evapora una capa d'alumini sobre la punta, que es poleix novament fins a obtenir una qualitat òptica. Per aconseguir l'obertura es pressiona la punta contra la mostra, de forma que la capa metàl·lica es deforma fins a perforar-la i generar una obertura d'uns quants nanòmetres. El mètode, tot i l'aparent simplicitat, té el problema de ser molt poc reproducible i amb una vida mitja de les obertures formades d'unes poques hores.

Per aconseguir mantenir la distància punta-mostra, el mètode usat per Pohl en aquest experiment fou el corrent túnel entre la punta metal·litzada i la mostra, que per tant també ha d'estar metal·litzada. Tot i l'evident èxit del seu experiment, les limitacions i poca reproduïbilitat són evidents, de forma que ha calgut el desenvolupament de millors formes de fabricació de puntes i nous sistemes per mantenir la distància punta-mostra.

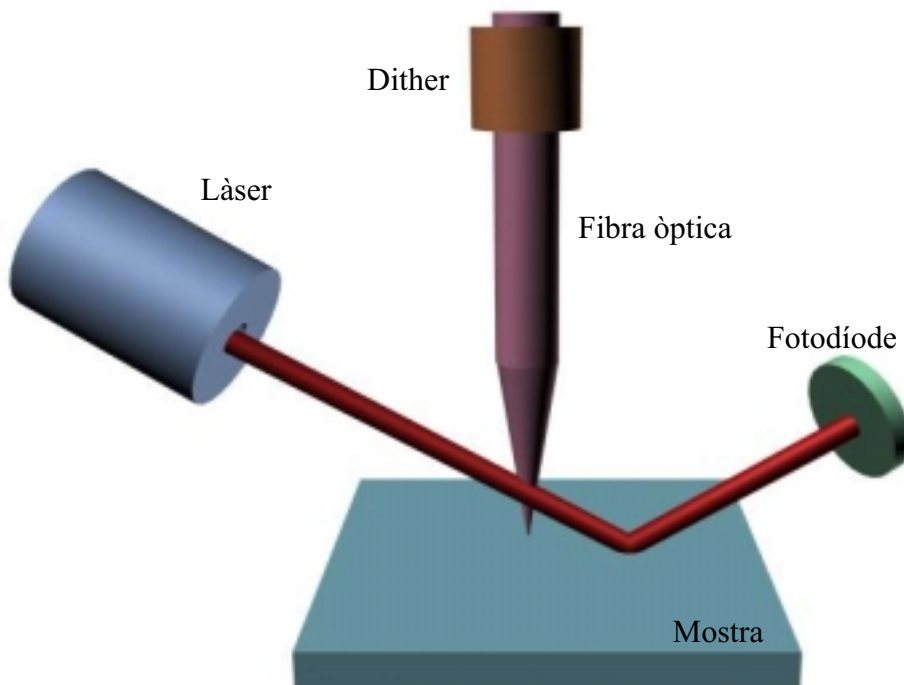
Per a la fabricació de puntes, el gran salt endavant es deu a Betzig et al [21], que proposaren la fabricació de les puntes per l'estirament de fibra òptica de silici mitjançant una "*micropipette puller*". Aquesta màquina s'utilitza normalment per fabricar micropipetes en biologia. Convenientment adaptada i testada, aconsegueix realitzar puntes amb obertures inferiors als 100nm. La forma d'aconseguir-ho és mitjançant un procés controlat d'estirament de la fibra, alhora que s'escalfa amb un làser de CO<sub>2</sub> fins que es trenca. Un cop fabricada la punta es metal·litza excepte pel seu extrem afilat. Això es realitza evaporant una capa d'alumini d'un centenar d'Angstroms en una cambra d'evaporació, on la punta es situa inclinada i es va rotant, de forma que la pluja d'alumini no recobreix l'extrem que queda amagat.

Una altra forma de fabricació de puntes a partir de fibra òptica és mitjançant un atac químic. Controlant les dissolucions, temperatura, temps d'atac, o realitzant varis atacs consecutius, es poden aconseguir geometries controlades de les puntes. Aquest és el mètode que nosaltres hem seguit, i que s'explicarà amb més detall al següent capítol.

Per mantenir la distància punta-mostra, Betzig et al. [11] i Toledo-Crow et al. [12] proposen simultàniament un mètode semblant, basat en la detecció forces d'interacció entre la punta i la mostra, situada ortogonalment a la punta. La base del mètode consisteix a utilitzar com a senyal de control l'esmoreïment de les oscil·lacions laterals de la punta, portada a la seva freqüència de ressonància, quan aquesta està molt a prop de la mostra (~10nm). Aquest mètode s'anomena *shear force* (SF), que podríem traduir per "detecció de forces laterals". D'aquesta forma, addicionalment a la imatge òptica, s'obté una imatge topogràfica de la superfície, tal i com s'entén en un AFM. La diferència entre els dos treballs està en la detecció d'aquest esmoreïment. Cal tenir en

compte que la punta oscil·la unes desenes de nanòmetres lateralment, i per tant el seu esmorteïment és d'uns pocs nanòmetres. Per fer-ho, els dos proposaren mètodes òptics.

A la figura 1-7 s'ha representat un esquema de detecció òptica típica. La fibra òptica es fa vibrar lateralment a la seva freqüència de ressonància, típicament entre 10kHz i 120kHz, mitjançant un petit cristall piezoelèctric enganxat a la punta anomenat *dither* (DP). Es fa passar un làser a través de la punta oscil·lant, i a l'altre costat de la punta s'hi situa un fotodíode de 4 quadrants on s'hi projectarà l'espota del feix làser, amb una ombra deguda a la punta que oscil·la. Mitjançant aquest fotodíode, doncs, tenim una detecció diferencial per mesurar l'amplitud de vibració de la punta. Quan l'amplitud de vibració disminueix degut a la presència de forces laterals entre la punta i la mostra, l'ombra sobre el fotodíode també disminueix, i per tant el corrent generat pel fotodíode varia. Tractat convenientment, aquest senyal ens servirà de control pel sistema electrònic PID (proporcional-integrador-derivador) de realimentació, que permetrà mantenir la distància punta-mostra.



*Figura 1-7. Detecció de shear-force. La llum provinent d'un làser atravesa la punta oscil·lant i es reflexa a un fotodíode. L'ombra projectada de la punta sobre el detector dona una mesura de l'amplitud de vibració.*

Aquest mètode és àmpliament utilitzat avui en dia, però presenta varis desavantatges:

- Degut a que el feix làser difracta amb la punta a prop de seu extrem, això genera llum paràsita que es tradueix en soroll a la imatge òptica.
- Degut a l'amplitud de vibració necessària per poder detectar-la òpticament (~50nm), la resolució lateral disminueix, alhora que hi ha més possibilitats de malmetre la punta quan més gran sigui la oscil·lació.

- Degut al tipus de detecció, la mostra és qui ha de realitzar l'escombrat, mentre que la punta roman quieta per no sortir de l'alineament del feix làser que l'enfoca. Això, en segons quines aplicacions pot representar un problema.

Tots aquests inconvenients fan que s'hagin trobat noves propostes [22-27], les quals passen per un sistema actuator-detector piezoelèctric. La diferència bàsica respecte l'anterior és la detecció, que en aquests casos es realitza mitjançant algun element piezoelèctric enganxat a la punta, de forma que segueix les seves vibracions. Detectant els canvis en el corrent piezoelèctric generat per la vibració, s'obté una mesura de l'amplitud de vibració. D'aquesta forma eliminem la llum provocada per la difracció del feix làser a la punta, i alhora simplifiquem el sistema de detecció, ja que amb un convertidor corrent/tensió serà suficient. A més a més, tindrem total llibertat per moure la punta o bé la mostra. Un últim avantatge és la reducció de l'amplitud de vibració necessària per detectar els canvis de vibració, degut a la gran sensibilitat dels materials piezoelèctrics.

Tot i així, hom podria pensar que a hores d'ara ja s'hauria d'haver abandonat el mètode amb el feix làser, i en canvi no és així. Això és degut a diversos motius: actualment tots aquests sistemes passen per enganxar de forma manual l'element piezoelèctric a la fibra, ferragós i poc reproduïble d'una punta a una altra. A més a més, tots aquests sistemes són força recents, i en la seva majoria encara necessiten demostrar quines millores en els resultats es poden obtenir respecte d'utilitzar una detecció òptica, i per tant no passen de ser eines utilitzades només pels propis autors.

Hi ha però, una excepció: el mètode proposat per Karrai et al. [22] al 1995 anomenat "*tuning fork shear force feedback*", que s'ha anat estenent per diversos laboratoris i fins i tot un parell de cases comercials el tenen implementat actualment. Aquest mètode serà finalment l'utilitzat al nostre sistema, i per tant l'explicarem més detalladament al capítol següent.

Fins ara hem parlat de com mantenir la distància punta-mostra. A continuació cal triar el mode de funcionament òptic del microscopi, és a dir, el sistema per enviar la llum i recollir-la. Bàsicament hi ha dos models: el de transmissió i el de reflexió (figura 1-8).

En transmissió un petit spot de llum travessa la mostra. La fibra pot actuar en aquest cas tant d'emissor de llum, emetent un focus de llum molt concentrat sobre la mostra i detectant la llum amb un objectiu de microscopi en camp llunyà, que correspondria al sistema descrit a la introducció d'aquest apartat (figura 1-5), o bé de forma inversa, usant la fibra de col·lector en camp proper i enfocant amb un objectiu de microscopi en camp llunyà. La simetria del problema fa que siguin equivalents, tot i que hi ha algunes diferències de caire pràctic: en el mètode col·lectiu la llum és fàcilment polaritzable, però en canvi es poden donar interferències indesitjades degut a que el focus de llum no està tan localitzat. El mètode emissiu és probablement el mètode més usat a la literatura. De totes formes, quan la mostra no és prou prima o prou transparent s'ha d'utilitzar el mètode reflectiu.

En el mode reflectiu la llum s'envia a la mostra amb un cert angle i és recollida per la punta. Una variant d'aquest mètode és el col·lectiu emissiu, on la pròpia punta emet i recull la llum reflexada per la mostra.

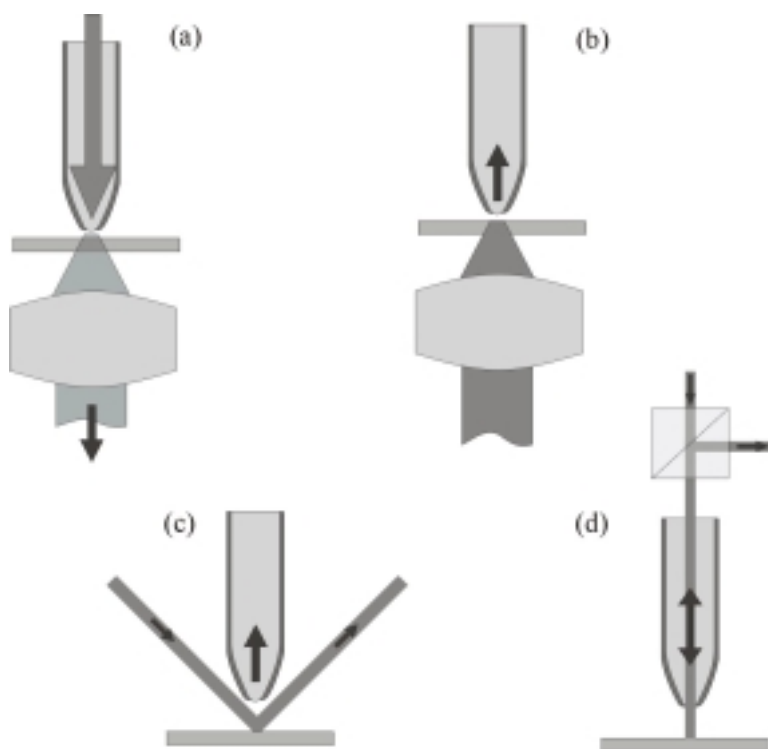


Figura 1-8. Modes de funcionament d'un SNOM: (a) transmissió-emissiu (b) transmissió col·lectiu (c) reflexió col·lectiu i (d) reflexió col·lectiu-emissiu

La possibilitat de trencar el límit de difracció ha fet que l'SNOM s'hagi aplicat en moltes i variades disciplines. En biologia, per exemple, Moers et al. [28] aconseguen detectar fluorescència de cromosomes de metafase etiquetant fragments del cromosoma, amb una resolució lateral propera als 50nm. Per a l'emmagatzematge d'informació magneto-òptic, Betzig et al. [29] aconseguen llegir i escriure amb una densitat de 45Gbits/in<sup>2</sup>. Madsen et al. [30], usant l'SNOM per nanolitografia, aconseguen escriure línies de 35nm d'amplada a la superfície de silici passivat. Un altre tema molt de moda és la "single molecule detection" o detecció de molècules individuals. Betzig et al [31] aconseguen per primer cop detectar fluorescència de molècules individuals, i fins i tot identificar-ne la orientació. També s'està utilitzant l'SNOM per fer espectroscòpia local d'alta resolució [32], o més especulativament, per a la manipulació d'àtoms [33].

### 1.3.3 PSTM

Fins ara la tècnica utilitzada en l'SNOM ha estat l'exploració de la llum difractada per la mostra, provinent d'un feix incident i detectada en camp proper. Aquesta, però, no és l'única forma de crear ones evanescents. Al 1989 Reddick et al. [34] i Courjon et al. [35] proposen simultàniament l'ús de les ones evanescents creades per reflexió interna total entre dues superfícies dielèctriques de diferent índex de refracció, per a crear un nou microscopi anomenat PSTM (*Photon Scanning Tunneling Microscope*).

Quan la llum viatja d'un medi a un altre, es compleixen les lleis d'Snell de la reflexió i la refracció. Ara bé, si el medi pel qual viatge és d'índex ( $n_i$ ) superior al medi al qual ha de passar ( $n_r$ ), la llum incident serà totalment reflexada quan el seu angle d'incidència superi l'angle crític donat per l'expressió:

$$\sin\theta_c = \frac{n_r}{n_i} \quad (1-13)$$

D'aquesta forma, la llum queda confinada al medi incident. De fet, aquest és el principi de funcionament de les guies d'ona òptiques, com per exemple les fibres òptiques que fan de punta de l'SNOM i que s'encarreguen de transportar la llum fins al detector.

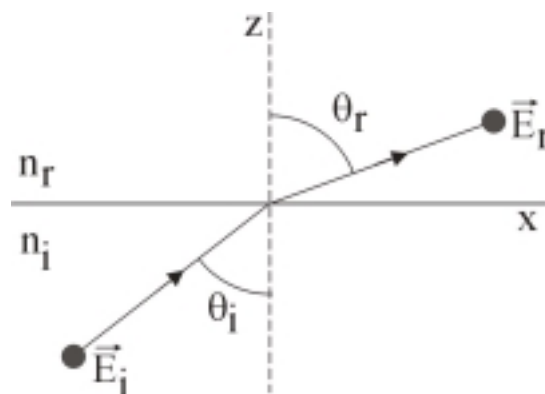


Figura 1-9. Refracció de la llum al passar d'un medi d'índex superior a un d'inferior.

Si ens fixem en el camp, simplificant pel cas 2-D, per una ona incident amb un angle superior al crític, la component del camp elèctric val.

$$E_i = E_0 \exp[j\omega t - jk_i(x\sin\theta_i + z\cos\theta_i)] \quad (1-14)$$

L'ona refractada serà:

$$E_r = E'_0 \exp[j\omega t - jk_r(x\sin\theta_r + z\cos\theta_r)] \quad (1-15)$$

Substituint a les expressions els valors de  $\sin\theta_r$  i  $\cos\theta_r$ :

$$\sin\theta_r = \frac{n_i}{n_r} \sin\theta_i = \frac{\sin\theta_i}{\sin\theta_c} > 1$$

$$\cos\theta_r = \sqrt{1 - \sin^2\theta_r} = -j \sqrt{\frac{\sin^2\theta_i}{\sin^2\theta_c} - 1}$$
(1-16)

ens queda finalment:

$$E_r = E_0 \exp\{j(\omega t - k_i \sin\theta_i)\} e^{-\gamma z}$$
(1-17)

$$\frac{1}{\gamma} = \frac{1}{k_r \sqrt{\frac{\sin^2\theta_i}{\sin^2\theta_c} - 1}} = \frac{\lambda_0}{2\pi \sqrt{n_i^2 \sin^2\theta_i - n_r^2}}$$
(1-18)

Així doncs, pel cas d'incidència amb un angle superior al crític ( $\theta_i > \theta_c$ ) el camp penetra al segon medi però s'extingeix exponencialment, és l'anomenat *camp evanescent*, i  $1/\gamma$  n'és la longitud de decaïment:

Per similitud amb el corrent túnel, que també decau exponencialment, els primers treballs de Reddick et al.[34] i Courjon et al.[35] proposen d'utilitzar el propi camp evanescent com a senyal per a controlar la distància punta-mostra. Per crear el camp evanescent posen la mostra sobre un prisma. La llum la incideixen obliquament sobre el prisma, de forma que se superi l'angle crític. Finalment, amb la fibra òptica afilada recullen el camp evanescent després d'interaccionar amb la mostra (figura 1-10).



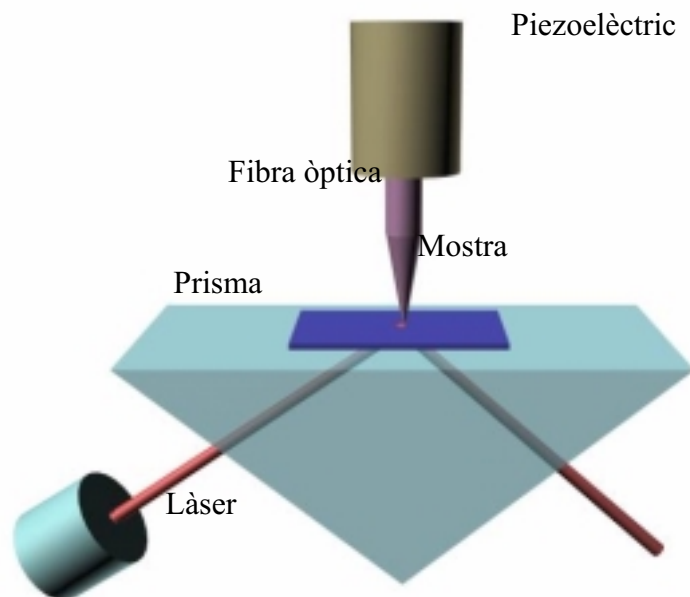


Figura 1-10. Principi de funcionament del PSTM. La llum incideix obliquament amb un angle superior al crític, per tal que a la superfície del prisma es formin ones evanescents, que són recollides per la punta un cop han interaccionat amb la mostra.

Tal i com veurem, a les guies d'ona òptiques integrades la llum també viatja per reflexió interna total, de forma que aquesta tècnica s'intueix com a molt poderosa per a poder-les caracteritzar. En aquest cas simplement s'ha de substituir el prisma i la mostra per la guia directament. Això ho proposaren primer Tsai et al.[36] al 1990, i més endavant han anat sortint treballs a la literatura on exploten aquesta possibilitat [37,38]. Al nostre laboratori, també s'ha implementat aquesta tècnica [39,40], demostrant que es pot detectar el camp evanescent sobre les guies, tal i com es pot veure a la figura 1-11.

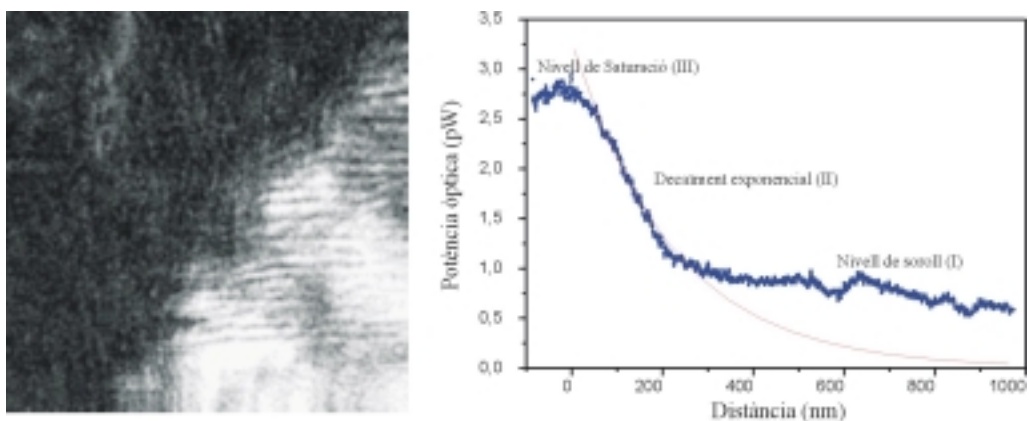


Figura 1-11. Aplicació de la tècnica PSTM a l'estudi de guies d'ona òptiques. (a) Imatge de  $22\mu\text{m} \times 27\mu\text{m}$  de la interfície lateral guia-substrate. (b) Perfil del camp evanescent on es mostra el comportament exponencial. De la ref.[39].

El mètode PSTM presenta diversos inconvenients importants;

- Barreja d'informació topogràfica i òptica a les imatges que no es pot separar: per tant la interpretació de les imatges és complicada.
- No es pot eliminar la llum paràsita de camp llunyà que hi pugui haver, que en el cas de les guies és per dispersió, i que representa pèrdues. Això ens pot enganyar, ja que nosaltres no podem distingir quan la llum prové del camp evanescent o per dispersió. Alhora d'acostar-se, per exemple, això pot provocar que ens aturem abans d'arribar a la zona evanescent, i quan estem realitzant imatges ens pot arribar a fer sortir de rang, cas que en alguna zona hi hagi molta dispersió.
- Pel fet d'observar el camp evanescent, no podem caracteritzar els laterals de les guies, on no hi ha camp evanescent.
- Degut a la propagació en les guies, on tal i com veurem, es produeixen interferències constructives i destructives, els canvis d'intensitat del camp evanescent són molt més importants que els que s'esdevenen al corrent túnel en un STM, i poden fer que la punta surti de rang si el senyal és massa intens, o arribi a col·lisionar amb la superfície quan el senyal sigui molt dèbil.

Vistos els inconvenients que presenta el PSTM usant la llum com a sistema de realimentació, el següent pas és incorporar el control de la distància punta-mostra per SF, tal i com s'utilitza en l'SNOM, i mesurar al mateix temps la llum evanescent. Això ho proposen Hecth et al. [41], tot i que resolent el problema invers d'injecció de la llum des de la punta cap a la mostra, i recollint els termes evanescent a través d'una semiesfera de vidre en comptes d'un prisma, en el que ells anomenen STOM (*Scanning Tunneling Optical Microscope*).

La implementació del control per SF combinat amb mesures PSTM, també s'ha dut a terme per a la caracterització de guies, tal i com ho demostren els resultats de Bourzeix et al [42], Balistreri et al [43] i els propis d'aquesta tesi.

## Referències

- [1] M.Born, E.Wolf “*Principles of Optics.*” 6th ed. Pergamon Press (1987).
- [2] T.R.Corle, G.S.Kino, “*Confocal Scanning Optical Microscope and Related Imaging Systems.*” Academic Press (1996).
- [3] R.González, R.Pareja, C.Ballesteros, “*Microscopía Electrónica.*” Eudema Universidad (1991).
- [4] G.Binning, H.Rohrer, “*Scanning tunneling microscopy.*” *Helv.Phys.Acta.* **55**, 726-735 (1982).
- [5] C.J.Chen, “*Introduction to Scanning Tunneling Microscopy.*” Oxford University Press (1993).
- [6] R.P.Feynman, “*There’s Plenty of Room at the Bottom.*” *J. of Microelectromechanical Sys.* **1**, 60-66 (1992). Transcripció de la xerrada original donada pel propi autor durant el meeting anual de l’American Physical Society al 1959.
- [7] J.A. Dagata, J.Schneir, H.H.Harary, C.J.Evans, M.T.Postek, J.Bennet, “*Modification of Hydrogen-passivated silicon by a scanning tunneling microscope operating in air.*” *Appl.Phys.Lett.* **56**, 2001-2003 (1990).
- [8] N.Barniol, F.Pérez-Murano, X.Aymerich, “*Modification of HF-treated silicon (100) surfaces by scanning tunneling microscopy in air under imaging conditions,*” *Appl.Phys.Lett.* **61**, 462-464 (1992).
- [9] M.F.Crommie, C.P.Lutz, D.M.Eigler, “*Confinement of Electrons to Quantum Corrals on a Metal Surface.*” *Science* **262**, 218-220 (1993).
- [10] C.F.quate, G.Binning, C.Gerber, “*Atomic Force Microscope.*” *Phy.Rev.Lett.* **56**, 930-932 (1986).
- [11] E.Betzig, P.L.Finn, J.S.Weiner, “*Combined shear force and near-field scanning optical micsocopy.*” *Appl.Phys.Lett.* **60**, 2484-2486 (1992).
- [12] R.Toledo-Crow, P.C.Yang, Y.Chen, M.Vaez-Iravanni, “*Near-field differential scanning optical microscope with atomic force regulation.*” *Appl.Phys.Lett.* **60**, 2957-2959 (1992).
- [13] J.van Noort, K.O.van der Werf, A.P.M.Eker, C.Wyman, B.de Grooth, N.F.van Hulst, J.Greeve, “*Direct visualisation of dynamic protein-DNA interactions with a dedicated Atomic Force Microscope.*” *Biophys.J.* **74**, 2840-2849 (1998).

- [14] E.S.Snow, P.M.Campbell, P.J.McMarr, “*Fabrication of silicon nanostructures with a atomic force microscope,*” *Appl.Phys.Lett.* **63**, 749-751 (1993).
- [15] F.Pérez-Murano, G.Abadal, N.Barniol, X.Aymerich, J.Servat, P.Gorostiza, F.Sanz, “*Nanometer scale modification of silicon (100) surfaces with tapping mode AFM.*” *J.Appl.Phys.* **78**, 6797-6801 (1995).
- [16] E.A.Synghe, “*A Suggested Method for extending Microscopic Resolution into the Ultra-Microscopic Region.*” *Philosophical Magazine* **66**, 356-362 (1928).
- [17] M.A.Paesler, P.J.Moyer, “*Near-Field Optics: Theory, Instrumentation and Applications.*” John Wiley & Sons Inc., cap.1 (1996).
- [18] E.A.Ash, G.Nicholls, “*Super-resolution aperture scanning microscope.*” *Nature* **237**, 510-512 (1972).
- [19] D.W.Pohl, W.Denk, M.Lanz, “*Optical sthetoscopy: image recording with resolution  $\lambda/20$ .*” *Appl.Phys.Lett.* **44**, 651-653 (1984).
- [20] J.Goodman, “*Introduccion to Fourier Optics.*” 2nd ed. McGraw Hill (1996).
- [21] E.Betzig, J.K.Trautman, T.D.Harris, J.S.Weiner, R.L.Kostelak, “*Breaking the Diffraction Barrier: Optical Microscopy on a Nanometric Scale.*” *Science* **251**, 1468-1470 (1991).
- [22] K.Karrai, R.D.Grober. “*Piezoelectric tip-sample distance control for near field optical microscopes.*” *App.Phys.Lett.* **66**, 1842-1844 (1995).
- [23] M.Lee, E.B.McDaniel, J.W.P.Hsu. “*An impedance method based non-contact feedback control system for scanning probe microscopes.*” *Rev. Sci. Instrum.* **67**, 1468-1471 (1996).
- [24] J.Barenz, O.Hollricher, O.Marti. “*An easy-to-use non-optical shear-force distance control for near-field optical microscopes.*” *Rev. Sci. Instrum.* **67**, 1912-1926 (1996).
- [25] A.Dräbenstedt, J.Wrachtrup, C. von Borczyskowski. “*A distance regulation scheme for near-field optical microscopy.*” *Appl. Phys. Lett.* **68**, 3497-3499 (1996).
- [26] R.S.Decca, H.D.Drew, K.L.Empson. “*Mechanical oscillator tip-to-sample separation control for near-field optical mircsocopy.*” *Rev. Sci. Instrum.* **68**, 1291-1295 (1997).
- [27] A.Débarre, A.Richard, P.Tchénio. “*High-contrast piezoelectric fiber resonance detection for near-field optical microscopy.*” *Rev. Sci. Instrum.* **68**, 4120-4123 (1997).

- [28] M.H.P.Moers, “*Near-Field Optical Microscopy*,” Tesi Doctoral, Univ.Twente (1995).
- [29] E.Betzig, J.K.Trautman, R.Wolfe, E.M.Gyorgy, P.L.Finn, “*Near-field magneto-optics and high density data storage.*” *Appl.Phys.Lett.* **61**, 142-144 (1992).
- [30] S.Madsen, S.I.Bozhevolnyi, K.Birkelund, M.Müllenborn, J.M.Hvam, F.Grey, “*Oxidation of hydrogen-passivated silicon surfaces by scanning near optical lithography using uncoated and aluminum-coated fiber probes.*” *J.Appl.Phys.* **82**, 49-53 (1997).
- [31] E.Betzig and R.J.Chichester, “*Single Molecules Observed by Near-Field Scanning Optical Microscopy.*” *Science* **262**, 1422-1425 (1993).
- [32] T.Guenther, V.Emiliani, F.Intonti, C.Lienau, T.Elsaesser, R.Nötzel, K.H.Ploog, “*Femtosecond near-field spectroscopy of a single GaAs quantum wire.*” *Appl.Phys.Lett.* **75**, 3500-4502 (1999).
- [33] M.Ohtsu, “*Near-Field Nano/Atom Optics and Technology.*” Springer (1998).
- [34] R.C. Reddick, R.J. Warmack, T.L. Ferrell, “*New form of scanning optical microscopy.*” *Phys. Rev. B* **39**, 767-769 (1989).
- [35] D. Courjon, K. Sarayedine, M. Spajer. “*Scanning tunneling optical microscopy.*” *Opt. Commun.* **71**, 23-28 (1989).
- [36] D.P. Tsai, H.E.Jackson, R.C.Reddick, S.H.Sharp, R.J.Warmack, “*Photon scanning tunneling microscope study of optical waveguides.*” *Appl.Phys.Lett.* **56**, 1515-1517 (1990).
- [37] A.G.Choo, H.E.Jackson, U.Thiel, G.N. de Brabander, J.T.Boyd, “*Near field measurements of optical channel waveguides and directional couplers.*” *Appl. Phys.Lett.* **65**, 947-949 (1994).
- [38] Y.Toda, M.Ohtsu, “*High spatial resolution diagnostics of optical waveguides using a photon-scanning tunneling microscope.*” *IEEE Phot.Technol.Lett.* **7**, 84-86 (1995).
- [39] X.Borrisé, “*Disseny d’un microscopi d’efecte túnel per aplicacions optoelectròniques.*” Memòria de Treball de Recerca de Tercer Cicle (1996).
- [40] X.Borrisé, D.Jiménez, N.Barniol, F.Pérez-Murano, X.Aymerich, “*Evanescent field optical sensor for studying ARROW waveguides.*,” *Proc. CLEO’96*, 193 (1996).
- [41] B.Hecht, H.Heinzelmann, D.W.Pohl, “*Combined aperture SNOM/PSTM: best of both worlds?*” *Ultramicroscopy* **57**, 228-234 (1995).

- [42] S.Bourzeix, J.M.Moison, F.Mignard, F.Barthe, A.C.Boccaro, C.Licoppe, B.Mersali, M.Allovon, A.Bruno, “*Near-field optical imaging of light propagation in semiconductor waveguide structures.*” *Appl.Phys.Lett.* **73**, 1035-1037 (1998).
- [43] M.L.M.Balistreri, D.J.W.Klunder, F.C.Blom, A.Driessen, H.W.J.Hoekstra, J.P.Korterik, L.Kuipers, N.F.van Hulst, “*Visualizing the whispering gallery modes in a cylindrical optical microcavity.*” *Opt.Lett.* **24**, 1829-1831 (1999).