

## 4ª Aula

### Microscopia de Força Atômica

#### (AFM – Atomic Force Microscopy)

A microscopia de força atômica utiliza uma ponta muito fina como sonda para varrer a superfície da amostra, como ilustra a Figura 1. Esta ponta fica na extremidade livre de um cantiléver que irá vibrar sobre a superfície da amostra ou simplesmente tocar sua superfície. Em ambos os casos haverá forças de interação entre ponta e amostra gerando informações topográficas da superfície.

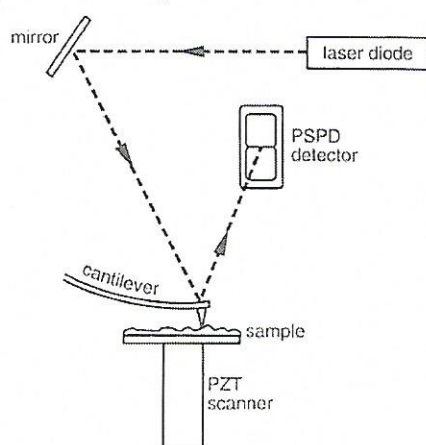


Figura 1

A modalidade de AFM se subdivide em basicamente 3 tipos: AFM de contato, AFM de não contato e AFM de contato intermitente (Tapping Mode), sendo que nas duas últimas modalidades o cantiléver oscila próximo à superfície da amostra. Outros dois tipos de AFM que também veremos são: microscopia de força lateral (LFM – *Lateral Force Microscopy*) e *Force Modulation Microscopy* (FMM).

Todos os tipos de AFM podem ser usados para estudar amostras isolantes, semicondutoras ou condutoras.

A força agente entre ponta e amostra no AFM é a de van der Waals. A dependência da força de van der Waals em termos da distância entre a ponta e a amostra é mostrada no gráfico da Figura 2. Neste gráfico os valores positivos de força correspondem à interação repulsiva e os negativos correspondem à interação atrativa. Para grandes distâncias entre ponta e amostra esta força tende a zero. Para pequenas distâncias ela é repulsiva e aumenta rapidamente com a diminuição da distância. Para valores intermediários ela é atrativa, possuindo um módulo máximo em distâncias da ordem de poucos nanômetros.

No modo AFM de contato a ponta é mantida muito próxima da superfície da amostra e a força entre ponta e amostra é repulsiva, como mostra a Figura 2. No modo AFM de não contato a ponta é mantida a distâncias de unidades ou dezenas de nanômetros da superfície da amostra e a força é atrativa. No modo AFM de contato

intermitente o cantiléver oscila mantendo distâncias entre ponta e amostra indicadas na Figura 2. Assim, a ponta oscila, tocando gentilmente a superfície da amostra a cada ciclo.

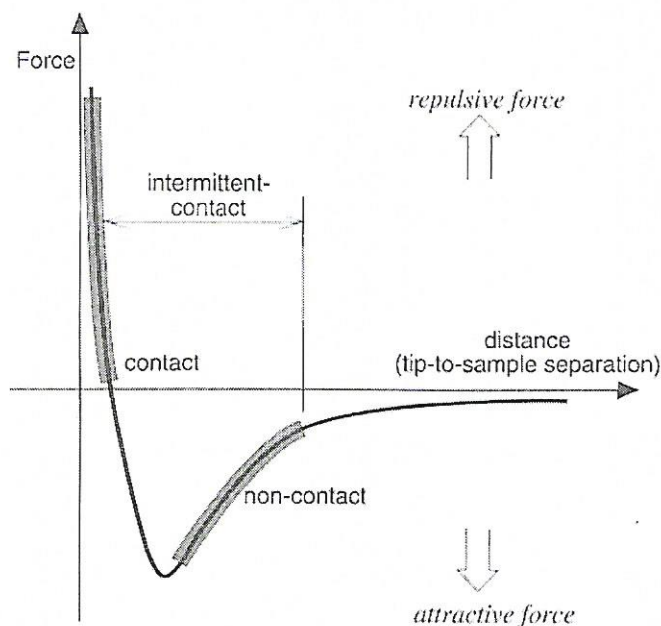


Figura 2

Note que a região, no gráfico da Figura 2, em que a ponta oscila para o caso do modo AFM de não contato é diferente da região do modo AFM de contato intermitente. No primeiro caso a amostra não é tocada pela ponta, já no segundo caso ela é tocada gentilmente a cada ciclo.

A ordem de grandeza da força total agente no modo AFM de contato é de  $10^{-6}$  ou  $10^{-7}$  N; para o modo de não contato é da ordem de  $10^{-12}$  N e no modo de contato intermitente fica entre estes dois valores.

### AFM de contato

Ponta e amostra são consideradas em contato quando a força de van der Waals se torna positiva, isto é, a força de interação é repulsiva. Como a inclinação da curva nessa região do gráfico é bastante acentuada, quando aumentamos a força entre ponta e amostra não temos uma aproximação maior entre elas, mas sim obtemos uma deformação do cantiléver.

Além da força repulsiva de van der Waals, duas outras forças estão presentes na interação ponta/amostra: força exercida pelo cantiléver:  $F = -k \Delta x$ , onde  $k$  é a constante elástica do cantiléver e  $\Delta x$  é a deflexão do cantiléver, e a força de capilaridade exercida pela fina camada de água frequentemente presente na superfície da amostra, como ilustra a Figura 3. A força de capilaridade é atrativa ( $\sim 10^{-8}$  N), ocorrendo devido à tensão superficial da água, presente na superfície da amostra, envolvendo a ponta. Enquanto a ponta estiver em contato com a amostra, a força de capilaridade deve ser constante, pois esta depende da distância ponta/amostra, que deve ser basicamente constante durante a varredura. Assim, a força variável no AFM de contato é a força exercida pelo cantiléver.



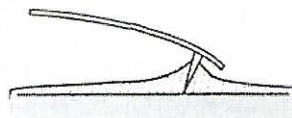


Figura 3

Neste modo de operação o cantiléver deve apresentar uma constante elástica ( $k$ ) menor que a constante elástica efetiva do acoplamento interatômica ( $k_{at}$ ) do material de que a amostra é composta. Pois na interação ponta / amostra, o cantiléver deve ser deformado e não a rede, para que imagens fidedignas sejam obtidas.

Veremos que para um oscilador harmônico temos  $\omega = \sqrt{k/m}$ , onde  $m$  é a massa efetiva do oscilador,  $k$  é a constante elástica e  $\omega$  é a frequência de ressonância do oscilador. Assim a constante elástica do cantiléver deve ser dada por  $k < k_{at} = \omega_{at}^2 m_{at}$ , onde frequências típicas de vibração atômica são da ordem de  $\omega_{at} = 10^{13}$  Hz e massas atômicas podem ser tomadas da ordem de  $m_{at} \cong 10^{-25}$  kg. Assim,  $k < \omega_{at}^2 m_{at} \cong 10$  N/m.

Cantiléveres com constantes elásticas menores que 10 N/m podem ser obtidos por microfabricação. Considerando um cantiléver na forma de uma haste de comprimento  $\ell$ , largura  $w$  e espessura  $t$ , sua constante elástica será dada por (R. Wiesendanger - "Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy". Cambridge University Press 1994, pp 217, eq 2.7):  $k = Ewt^3 / 4\ell^3$ , onde  $E$  é o módulo de Young (módulo elástico) do material de que é fabricado o cantiléver. Considerando um cantiléver fabricado em silício, isto é  $E = 162$  GPa, e dimensões onde  $\ell = 200$   $\mu\text{m}$ ,  $w = 25$   $\mu\text{m}$  e  $t = 3$   $\mu\text{m}$ , teremos  $k = 3,4$  N/m.

Como já vimos, a formação da imagem se dá da seguinte forma: quando a ponta varre a superfície da amostra, passa por pontos de diferentes alturas, gerando variação na deflexão do cantiléver. Esta deflexão é medida através de um feixe de laser refletido na extremidade do cantiléver, chegando até um fotodiodo. Através de um *feedback* com um computador, a deflexão do cantiléver é mantida constante durante a varredura, movendo o cantiléver verticalmente, a cada ponto. A posição vertical do cantiléver, juntamente com a posição ( $x,y$ ) correspondente, é armazenada em computador formando a imagem topográfica da superfície da amostra. Esse sistema de medida ótica de variações de altura tem sensibilidade para detectar até fração de angström.

Outra possibilidade de obtenção de imagem em modo AFM de contato é registrar ponto a ponto a deflexão do cantiléver, sem a realização de correções em altura. No modo onde se mantém a força constante, isto é, onde se faz correções na altura do cantiléver para que sua deflexão seja mantida constante, a velocidade de obtenção das imagens é limitada pelo tempo de resposta do sistema de *feedback*, mas a força total exercida pela ponta sobre a amostra é bem controlada. O modo de força constante é geralmente o mais utilizado. O modo onde não se realiza correções em altura é frequentemente utilizado para obtenção de imagens em resolução atômica, pois as variações na deflexão do cantiléver são pequenas e, portanto, as variações na força da ponta sobre a amostra são também pequenas. Esse modo, onde não se realiza correções em altura, é especialmente interessante para registro de imagens em tempo real de superfícies em formação, pois nesse caso é desejável uma alta velocidade de varredura.

Um exemplo de imagem obtida por AFM de contato é dado na Figura 4, onde se observa cromossomo humano.

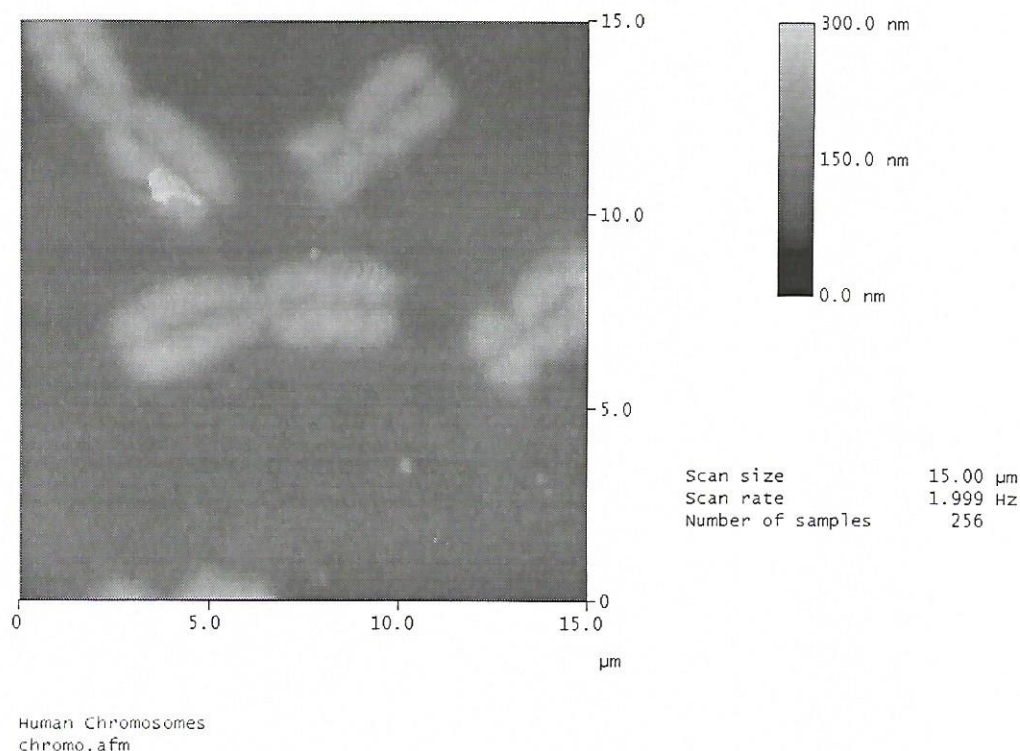


Figura 4

### Microscopia de Força Lateral (LFM – *Lateral Force Microscopy*)

LFM utiliza uma ponta igual ou similar a de AFM de contato, medindo a deflexão lateral do cantiléver, no modo de contato. Essa deflexão é devida ao arrastamento da ponta ao longo da direção de varredura rápida, produzindo uma força paralela à superfície da amostra o que produz um torque no cantiléver.

LFM é especialmente interessante no estudo de superfícies não homogêneas, onde regiões de diferentes coeficientes de atrito geram contraste nesse modo de operação. Outro interesse para o uso do modo LFM é quando se deseja ressaltar, no contraste da imagem, protuberâncias e bordas de estruturas da superfície.

Na Figura 5(a) é apresentado um esquema da visão frontal de uma ponta varrendo uma superfície com diferentes coeficientes de atrito. Assim, a deflexão lateral do cantiléver é maior nas regiões onde o atrito for maior. Na Figura 5(b) é apresentado um esquema onde se exemplifica a presença de estruturas com bordas ou cantos na imagem em LFM. Nesse caso o cantiléver será defletido quando encontra uma elevação ou depressão no perfil da amostra.



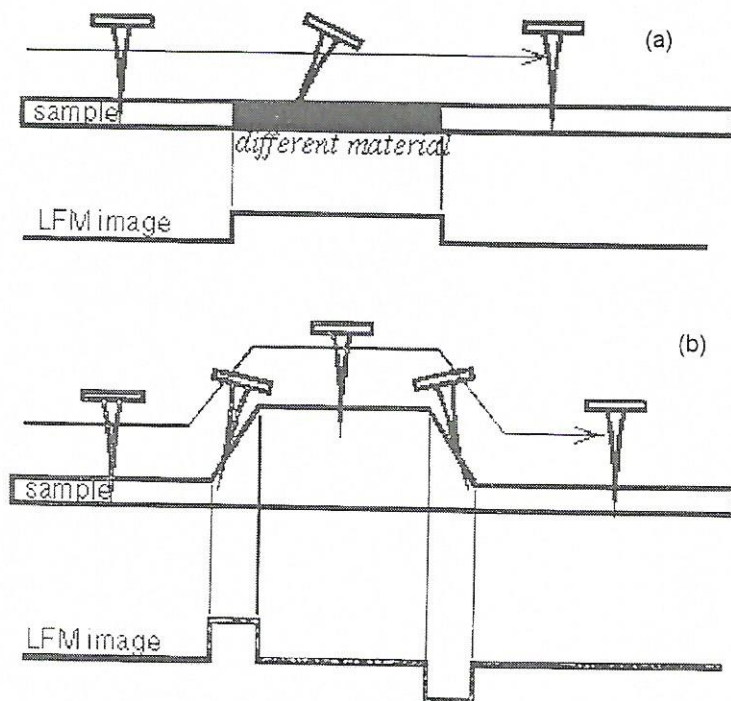


Figura 5

Para se diferenciar os dois efeitos descritos acima, uma imagem no modo AFM de contato deve ser obtida simultaneamente. Assim, conhecendo-se a topografia da superfície por AFM de contato, será possível identificar as regiões onde o sinal de LFM se refere às bordas ou protuberâncias da amostra, ou a regiões de diferentes coeficientes de atrito.

Descreveremos a seguir como são realizadas as medidas de deflexão lateral utilizadas no modo LFM.

A localização do foto detector no SPM é mostrada na Figura 6(a). O foto detector tem a propriedade de gerar uma tensão elétrica proporcional à quantidade de luz incidente em sua superfície. Especificamente o foto detector do SPM é dividido em quatro células, como indicado na Figura 6(b), onde A, B, C e D são as tensões elétricas geradas em cada um dos quadrantes indicados nessa figura. Para o alinhamento do laser temos três leituras de tensão elétrica disponíveis no painel frontal do microscópio. A leitura de cima fornece o valor  $(A+B) - (C+D)$ , assim, obtendo zero para este valor, teremos o feixe do laser na linha central horizontal do foto detector, ou completamente fora dele. Na leitura de baixo do painel frontal do microscópio temos o valor  $(A+C) - (B+D)$ , assim, obtendo zero para este valor, teremos o feixe do laser na linha central vertical do foto detector, ou completamente fora dele. Uma terceira leitura no painel fornece o valor  $(A+B+C+D)$ , o que sendo diferente de zero nos dá a garantia de que o feixe de laser não está completamente fora do fotodetector. Assim, posicionamos o foto detector de forma a maximizar o sinal  $(A+B+C+D)$  e levamos a zero os valores de  $(A+B) - (C+D)$  e  $(A+C) - (B+D)$ .

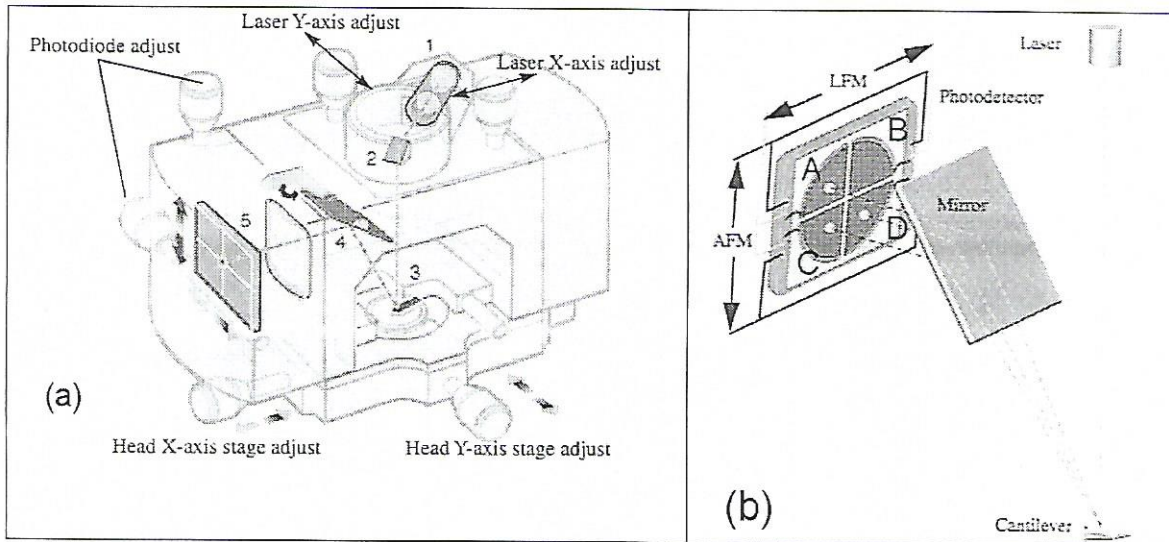


Figura 6

Durante as medidas de AFM de contato onde a deflexão é mantida constante, o sinal utilizado é dado por  $(A+B) - (C+D)$ , medido em Volts, o que fornece a deflexão vertical do cantiléver (ver Figura 7(a)).

Durante as medidas de LFM, o sinal utilizado é dado por  $(A+C) - (B+D)$ , também medido em Volts, o que fornece a torção do cantiléver (ver Figura 7(b)). Note que, os valores armazenados na escala  $z$  no modo LFM serão em Volts.

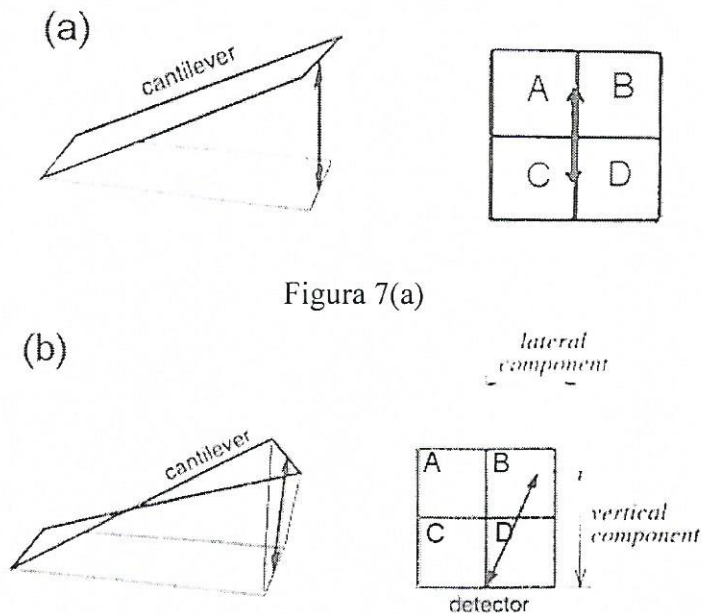


Figura 7(a)

Figura 7(b)

O procedimento para a obtenção de uma imagem em LFM deve iniciar com os ajustes de parâmetros para obtenção de uma imagem em AFM de contato (com deflexão constante). Então, devemos acionar o canal número 2 no modo de operação para LFM (*Friction*). No modo LFM o microscópio continua fazendo as correções em z, segundo a deflexão vertical do cantiléver, como no modo AFM de contato, mas as medidas coletadas passam a ser referente à deflexão lateral do cantiléver.

É importante notar que a direção de varredura rápida deve ser perpendicular ao eixo maior do cantiléver, como mostrado na Figura 8. Para tanto, no NanoScope IIIa, devemos colocar 90° no parâmetro *Scan angle*.

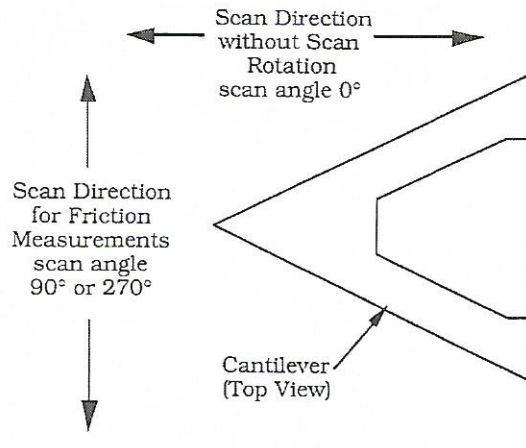


Figura 8

Aumentando o *setpoint* no modo AFM de contato estaremos aumentando o ganho no sinal do LFM. De fato, aumentando o *setpoint*, a ponta estará exercendo maior força normal ( $F_n$ ) à superfície, o que aumenta linearmente a força de atrito  $F_f = \mu F_n$ , onde  $F_n = k \Delta x$ , sendo  $\Delta x$  dado pelo *setpoint* e  $\mu$  sendo o coeficiente de atrito entre ponta e amostra; então, como indica a Figura 9, a força de atrito gera um torque ( $\tau = \vec{\ell} \times \vec{F}_f$ ) no cantiléver, que é dado por  $\tau = F_f \ell \sin(90^\circ - \theta) = \alpha \theta$ , onde  $\ell$  é a altura da ponta,  $\alpha$  é a constante elástica de torção do cantiléver e  $\theta$  é o ângulo de deflexão lateral do cantiléver. Mas  $\theta$ , por limitação da geometria do sistema, pode ser no máximo  $10^\circ$ , o que nos leva a  $\sin(90^\circ - \theta) = \cos \theta \cong 1$ . Assim,  $\mu k \Delta x \ell \cong \alpha \theta$  ou

$$\theta = \frac{\mu k \ell}{\alpha} \Delta x$$

o que evidencia a dependência da amplitude de deflexão lateral ( $\theta$ ) com o *setpoint* ( $\Delta x$ ). Note também que, nesta equação, fica clara a dependência do ângulo de torção  $\theta$  com o coeficiente de atrito  $\mu$ .

No entanto, se o *setpoint* for muito alto, a força de interação ponta / amostra poderá danificar um dos dois ou ambos.

É possível comprar comercialmente uma variedade muito grande de pontas, onde diferentes constantes elásticas de deflexão vertical ( $k$ ) e de torção lateral ( $\alpha$ ) podem ser obtidas.



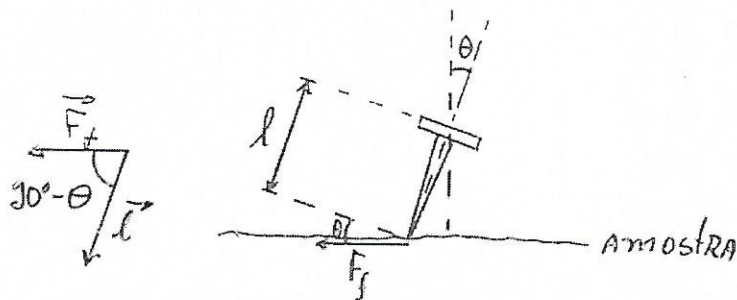


Figura 9

Linhas de varredura, traço e retraço, coletando dados no modo LFM são apresentadas na Figura 10. Neste caso a amostra é plana contendo diferentes coeficientes de atrito nas regiões onde se tem patamar.

Na Figura 11 são apresentadas linhas de varredura, também traço e retraço, coletando dados no modo LFM onde a amostra possui mesmo coeficiente de atrito em sua extensão, mas apresenta degraus com bordas bem definidas. Neste perfil podemos notar um transiente onde a ponta apresenta uma pequena oscilação ao atingir o degrau. Note que este transiente, que ocorre na presença de um degrau, pode também ocorrer no caso de uma mudança abrupta de coeficiente de atrito, o que exige do usuário especial atenção na comparação entre as imagens no modo LFM e AFM de contato obtidas simultaneamente. Finalmente, no último exemplo de linha de varredura no modo LFM apresentado na Figura 12, temos uma amostra contendo diferentes coeficientes de atrito e degraus com bordas bem definidas.

Um exemplo real de imagem obtida por LFM é dado na Figura 13. A imagem da direita foi obtida por AFM de contato e a da esquerda é a imagem em LFM. A amostra consiste em superfície de silício riscada, apresentando claramente sulcos retilíneos na imagem de AFM de contato. No entanto, a imagem em LFM ressalta algumas regiões de formato irregular, que são pouco visíveis, ou mesmo não observáveis, na imagem de AFM de contato. Essas regiões da superfície devem ser interpretadas como contendo uma contaminação que, por apresentar uma espessura muito fina, não são detectadas em altura no AFM de contato (na escala  $z$  apresentada), mas altera significativamente o coeficiente de atrito da superfície, permitindo sua visualização no modo LFM.



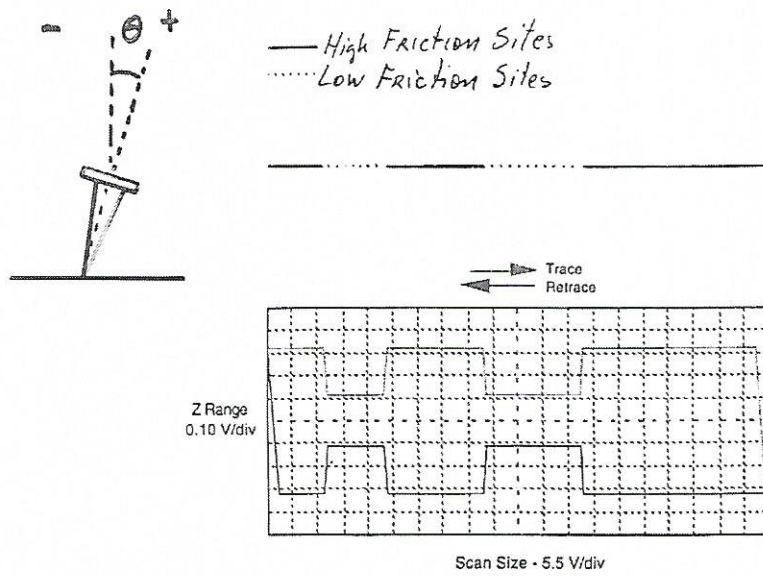


Figura 10

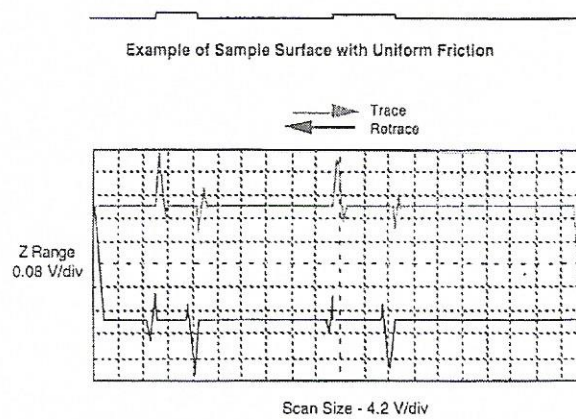


Figura 11

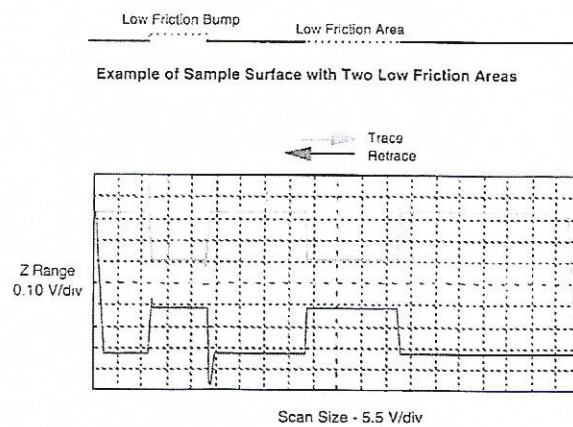


Figura 12

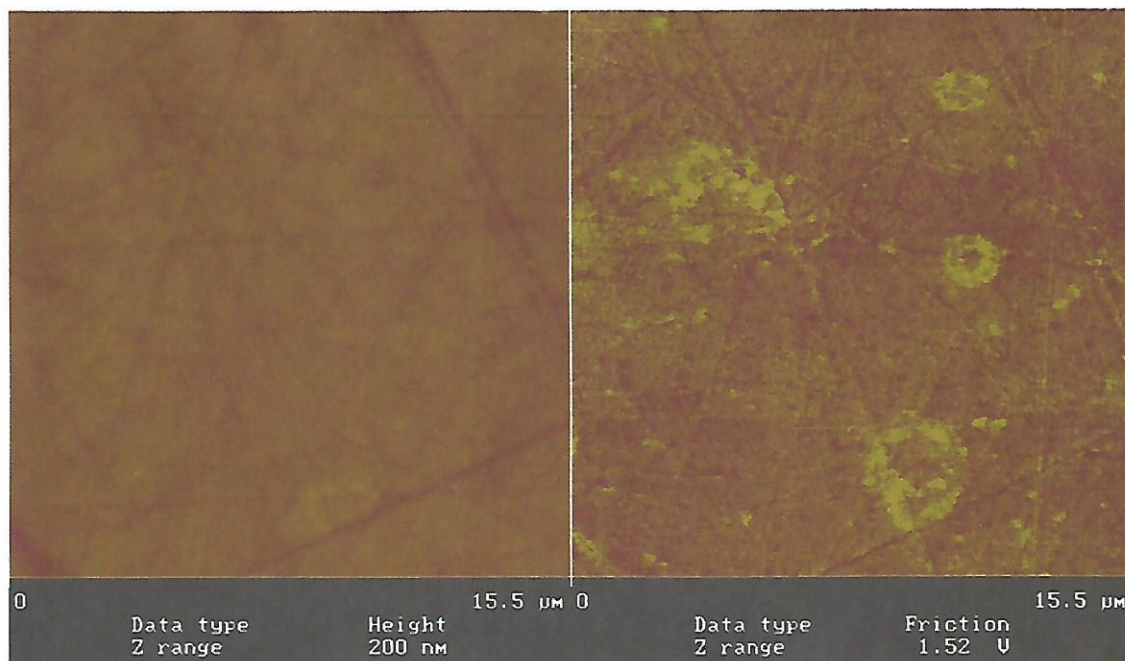


Figura 13

### AFM de não contato

Neste modo de operação o cantiléver oscila próximo a superfície da amostra sem tocá-la. A ponta é mantida a distâncias de unidades ou dezenas de nanômetros da superfície da amostra, sendo que, a essa distância, a força de van der Waals é atrativa.

Este modo é especialmente interessante por permitir uma análise topográfica da superfície sem que haja real contato entre ponta e amostra.

A força total de interação entre ponta e amostra, no caso do AFM de não contato, é muito baixa ( $10^{-12}$  N) quando comparada às forças agentes no modo de contato ( $10^{-6}$  a  $10^{-7}$  N). Esse aspecto torna o modo de não contato muito desejável para o caso de análise de amostras delicadas ou adesivas.

Analisaremos brevemente a seguir qual é a interação entre ponta e amostra no caso do AFM de não contato e quais os parâmetros que podem ser mantidos constantes nessa modalidade.

O cantiléver oscilante próximo à superfície deve ser visto como um oscilador harmônico forçado amortecido. A força atuante no cantiléver consiste em um transdutor posicionado no suporte da ponta (*tip holder*), cuja frequência é ajustável (*drive frequency*  $\omega$ ). Quanto ao amortecimento, a própria resistência do material do cantiléver proporciona.

O microscópio possui um sistema para medida da frequência de ressonância ( $\omega_0$ ) de cantiléveres, desde que é necessário o conhecimento preciso da frequência de ressonância para cada ponta a ser utilizada. Estas frequências estão normalmente entre 100 e 400 kHz.

Na Figura 14 é dado um gráfico típico apresentado pelo microscópio quando se está determinando a frequência de ressonância de um cantiléver.

O cantiléver é então posto para oscilar em sua frequência de ressonância, o que gera uma amplitude de oscilação entre 1 e 10 nm. Ao aproximar a ponta oscilante da



superfície da amostra, até uma distância onde a força atrativa de van der Waals passe a atuar, teremos uma contribuição dessa força no movimento oscilatório. Essa força gera uma perturbação no movimento oscilatório, cujo efeito é de uma modificação da constante elástica efetiva do oscilador, correspondente ao gradiente na direção vertical da força de interação entre ponta e amostra (força atrativa de van der Waals).

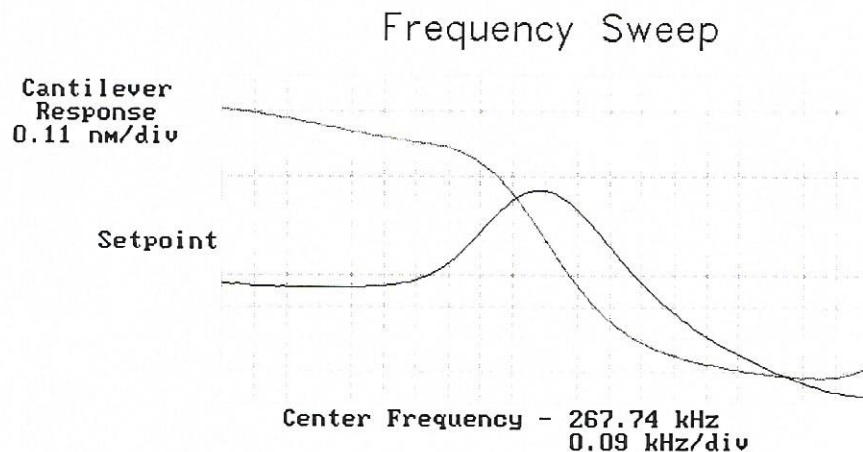


Figura 14

Essa modificação da constante elástica ( $k$ ) do oscilador (sistema formado por cantiléver e ponta) gera uma mudança na frequência de ressonância ( $\omega$ ) do sistema, pois  $\omega = \sqrt{k/m}$ , onde  $m$  é a massa efetiva do oscilador. Mas, veremos na próxima aula que uma variação da frequência de ressonância do oscilador gera também uma variação na amplitude de oscilação e na diferença de fase entre a força oscilante do transdutor e a oscilação do cantiléver. Assim, três diferentes métodos podem ser usados para se obter uma imagem no modo AFM de não contato. O sistema monitora a frequência de ressonância da ponta ou a diferença de fase, entre a força do transdutor e a oscilação do cantiléver, ou ainda a amplitude de oscilação (na verdade o seu rms - *root mean square*), mantendo-os constantes através de correções na altura da amostra. Mantendo um desses parâmetros constante, o sistema também estará mantendo a distância entre a ponta e a amostra constante, o que permite a obtenção da imagem topográfica da superfície através do registro das correções em altura a cada ponto da varredura.

A resolução do modo AFM de não contato é inferior a do modo contato. Para resolvermos uma estrutura de dimensão lateral  $\xi$ , devemos ter o raio da ponta ( $R$ ) e a distância entre a ponta e a amostra ( $s$ ) menores que  $\xi$ .

Um exemplo de imagem obtida por AFM de não contato é dado na Figura 15, onde se observa uma esfera polimérica, a imagem é apresentada no formato tridimensional e possui  $6 \times 6 \mu\text{m}^2$ .

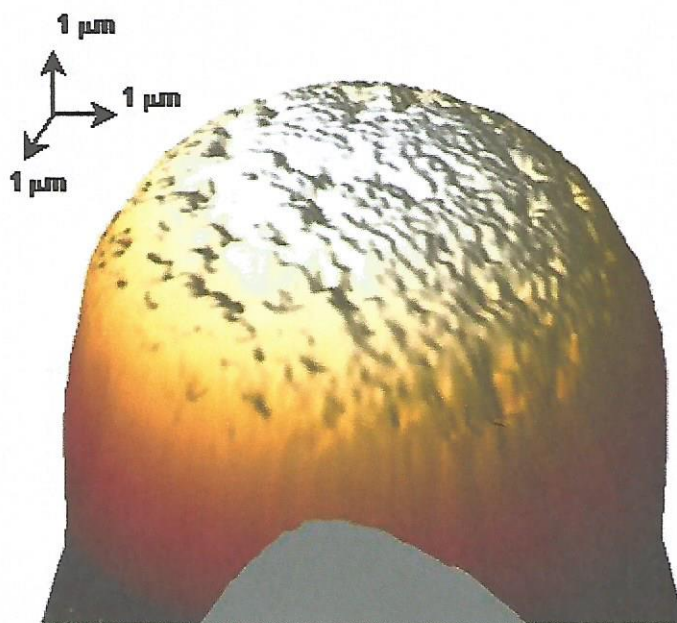


Figura 15

### AFM de contato intermitente

O modo AFM de contato intermitente é similar ao de não contato, com a diferença em que a ponta oscila, tocando gentilmente a superfície da amostra a cada ciclo de sua oscilação. As distâncias entre ponta e amostra para o modo AFM de contato intermitente são indicadas na Figura 2.

É mais adequado analisar topograficamente algumas amostras através da modalidade de AFM de contato intermitente, quando comparamos esse modo com o de contato ou não contato. A razão para isso está no fato da modalidade de contato acarretar uma força de arrastamento entre a ponta e a amostra, inerente ao método, que pode causar dano na superfície da amostra. E, a modalidade de não contato, além de possuir resolução lateral inferior, também pode apresentar artefatos.

Um exemplo de artefato na modalidade de não contato é apresentado na Figura 16, onde uma região da amostra possui uma gotícula de água condensada na superfície. As modalidades de contato ou contato intermitente geram imagens adequadas da superfície por penetrarem na gotícula durante a retirada de dados, já a de não contato fornecerá a imagem da superfície da gota nessa região.

Assim, a modalidade de contato intermitente se torna interessante por sanar parte das limitações existentes nas duas outras modalidades.

A amplitude de oscilação do cantiléver é da ordem de 20 a 100 nm e a frequência de oscilação pode variar entre 100 e 400 kHz.

No caso específico da modalidade de contato intermitente, a amplitude é o parâmetro utilizado para ser mantido constante, pois o contato com a superfície impede a análise por frequência ou fase.



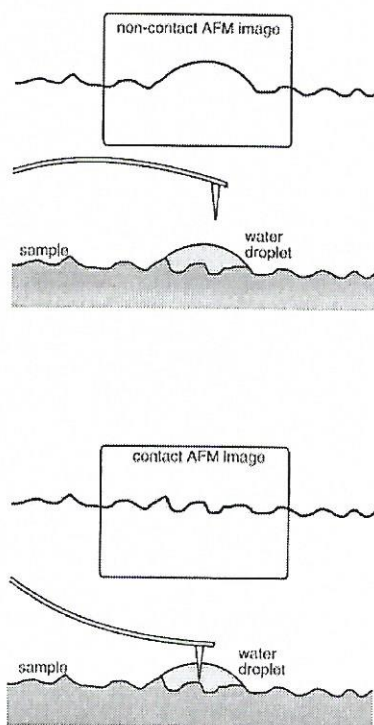


Figura 16

Assim, ao impormos que o rms da amplitude de oscilação seja constante equivale a manter a distância média entre ponta e amostra constante, através de correções em  $z$  ponto a ponto da varredura. Desta forma, ao final de uma varredura completa, tem-se uma imagem topográfica da superfície da amostra.

O *setpoint* para o modo *Tapping* tem um papel importante na interação ponta amostra. Para valores de *setpoint* altos (ver Figura 17), teremos a oscilação da ponta quase como uma oscilação livre e, portanto, a interação ponta / amostra será fraca, causando menor dano para ambas. A desvantagem dessa interação fraca está na necessidade de um maior tempo para a correção na altura  $z$  da amostra em cada ponto da varredura. No caso de valores de *setpoint* baixos (ver Figura 17), teremos a ponta tocando a amostra em uma amplitude inferior à sua amplitude máxima de oscilação, o que gera uma interação ponta / amostra mais forte, causando maior dissipação de energia na superfície da amostra, mas exigindo menor tempo para a correção na altura  $z$  em cada ponto da varredura.

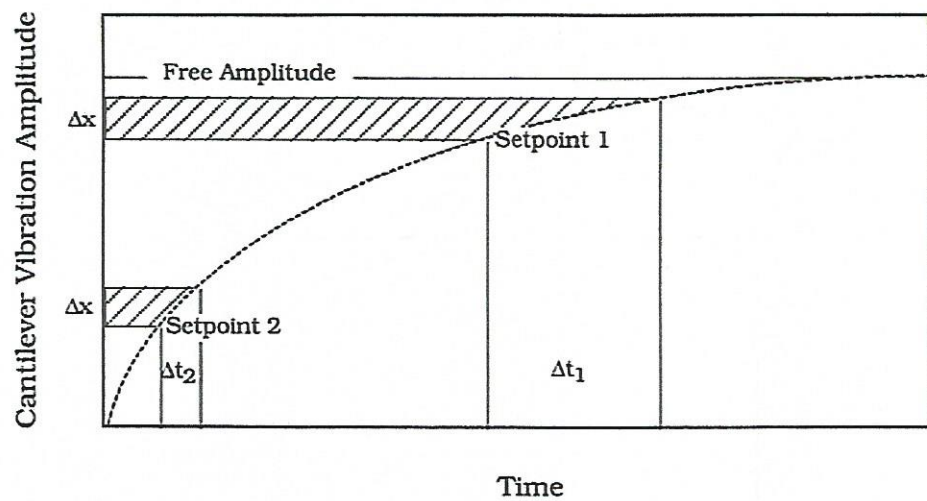


Figura 17

Um exemplo de imagem obtida por AFM de conato intermitente é dado na Figura 18, onde se observa um padrão, na forma de uma flor, obtido através de litografia por feixe de elétrons. As regiões em tons de amarelo são mais altas e se referem à superfície de polímero; as regiões mais escuras se referem à superfície de silício, e estão em um plano mais abaixo, desde que o polímero foi removido no processo de litografia.

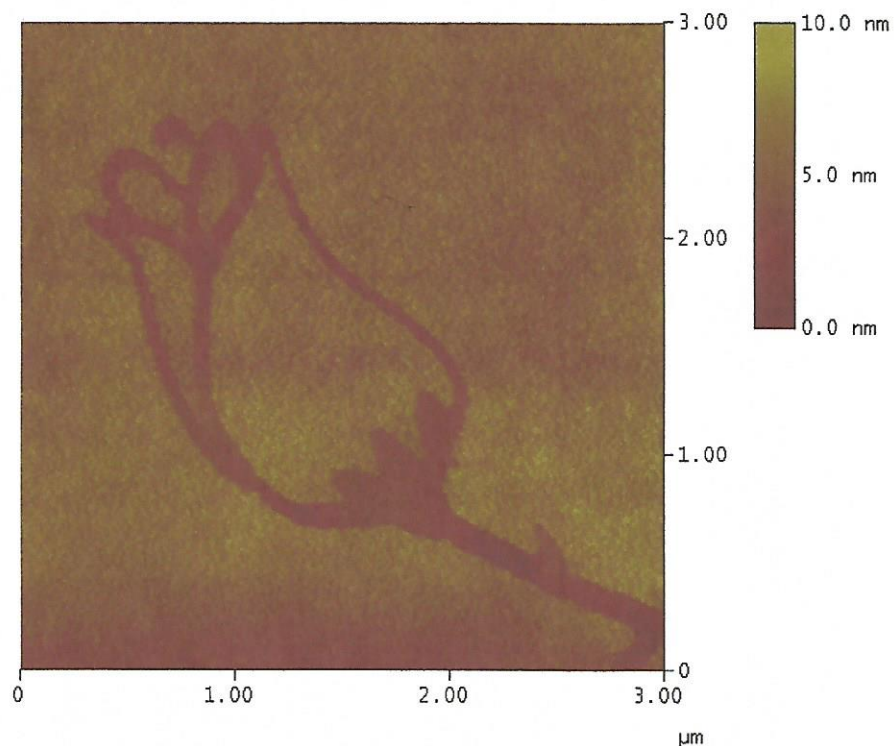


Figura 18



### FMM – *Force Modulation Microscopy*

FMM é uma extensão do AFM que inclui caracterização de propriedades mecânicas da amostra. Nessa técnica é possível se obter imagens com contraste ligado à rigidez ou elasticidade local da amostra. O FMM é especialmente interessante no estudo de materiais compósitos ou filmes de materiais de baixa dureza em substratos duros, onde é possível se obter contraste entre regiões com diferente elasticidade.

Nesta modalidade precisamos utilizar um suporte de ponta especial (ver Figura 19), que permite a aplicação de uma força de intensidade oscilante, mantendo contato constante com a amostra.

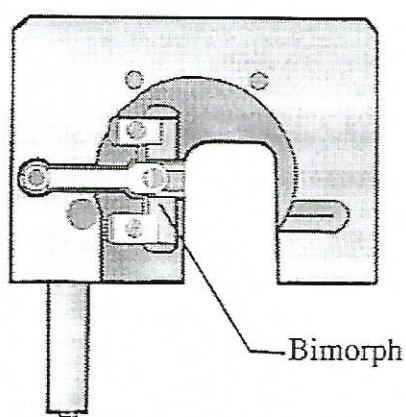


Figura 19

No modo FMM, uma ponta de AFM varre a amostra, em contato com a superfície, mas aplicando uma força oscilante no cantilêver, de forma que a ponta sujeita a superfície a uma branda endentação, testando sua elasticidade (ver Figura 20). A ponta irá deformar mais as regiões de maior elasticidade (menor rigidez) do que as regiões mais rígidas. Assim, a deflexão do cantilêver será inversamente proporcional à deformação da superfície na região de contato entre ponta e amostra.

Por exemplo, uma amostra muito elástica (macia) permite que a ponta "penetre" mais profundamente na superfície, resultando em uma pequena deflexão do cantilêver. Uma amostra mais rígida já permite que a ponta "penetre" menos na superfície, resultando em uma maior deflexão do cantilêver. Assim, a elasticidade relativa, ao longo da superfície da amostra, é obtida registrando a amplitude da deflexão do cantilêver em função da posição da varredura sobre a superfície. As regiões mais claras na amostra serão as de maior elasticidade (menor rigidez).

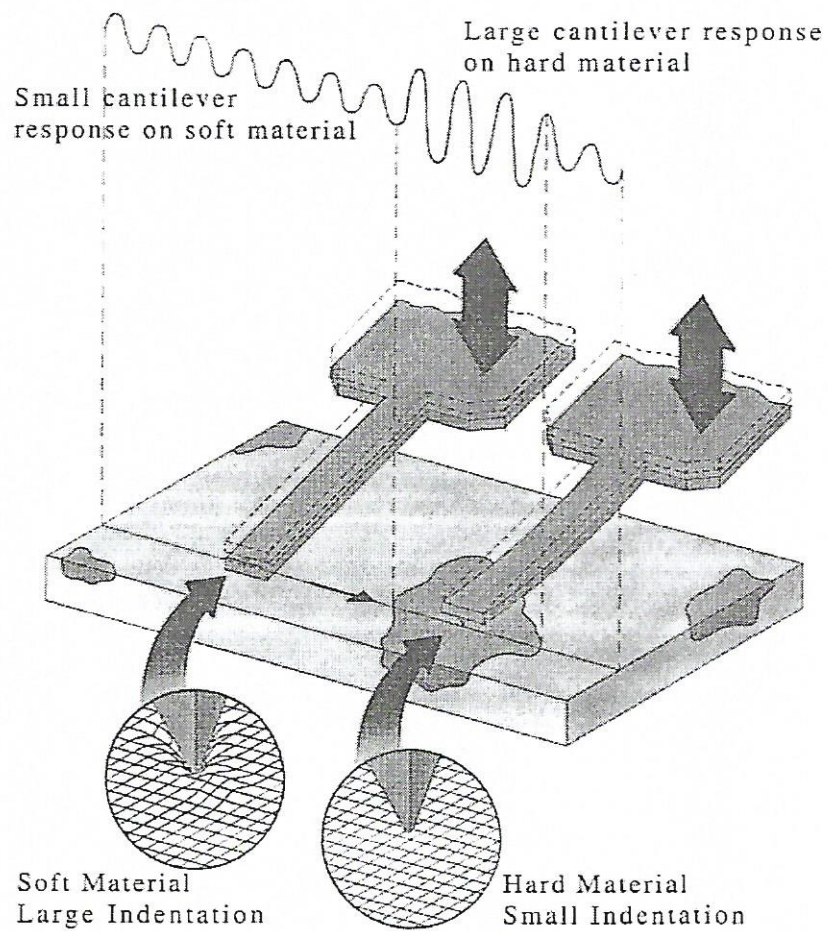


Figura 20

Na Figura 21 são apresentadas duas imagens da mesma região de uma amostra de compósito de polímero/fibras de carbono. A área de varredura corresponde a  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ . A da esquerda é no modo AFM de contato e a da direita no modo FMM. A região mais escura é a de maior rigidez.

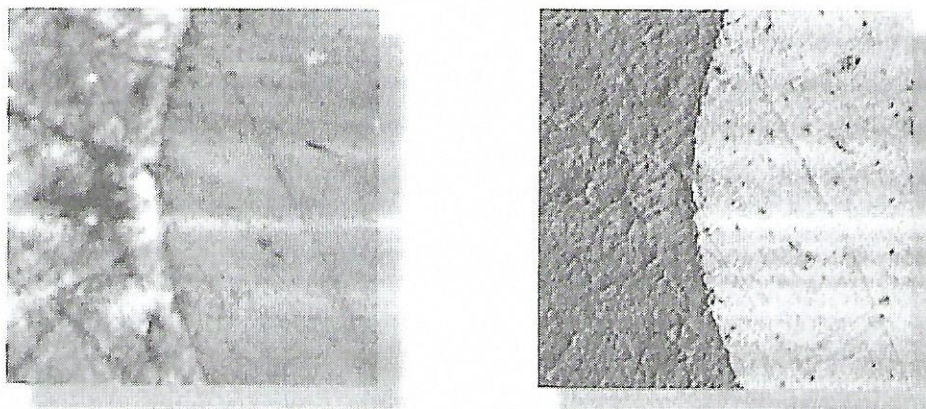


Figura 21



## QNM – *Quantitative Nanomechanical Mapping*

O modo de operação QNM gera um mapeamento das propriedades mecânicas da superfície da amostra, juntamente com sua topografia. O modo opera em contato intermitente, utilizando uma sonda de constante elástica adequada para o material em análise. O resultado gerado em uma única varredura consiste em 5 imagens, uma delas se refere a morfologia, e as demais são mapeamentos de módulo elástico, adesão, dissipação de energia e deformação para uma força conhecida. No modo de operação QNM, a frequência de oscilação do cantiléver é intencionalmente inferior a sua frequência de ressonância, o que permite registrar a força em função do tempo, como ilustra a figura 22. A linha pontilhada nessa figura corresponde à posição Z (altura) da ponta em função do tempo. A linha sólida azul na figura 22 representa a força medida durante a aproximação da ponta à amostra, enquanto a vermelha representa a força, enquanto a ponta se afasta da amostra. Como a frequência de oscilação da ponta é de cerca de 2 kHz, o tempo que decorre do ponto A ao ponto E é de cerca de 0,5 ms. Quando a ponta está muito longe da superfície (ponto A), existe pouca ou nenhuma força agindo sobre a ponta. Quando a ponta se aproxima mais da superfície, o cantiléver sofre uma força atrativa na direção da superfície (ponto B), que corresponde normalmente à força de van der Waals. Na sequência, a ponta permanece na superfície e a força aumenta até seu valor máximo (PeakForce - ponto C). A força máxima é mantida constante pelo sistema em cada ciclo, este é o parâmetro de referência para as correções em altura para o registro da topografia. Então a ponta inicia o retorno, diminuindo a força exercida sobre a superfície até atingir o ponto D que corresponde a força de adesão entre ponta e amostra. Assim que a ponta se desprende da superfície, apenas forças de longo alcance passam a afetar a ponta, correspondendo a uma força muito pequena ou nula até atingir o fim do ciclo no ponto E.

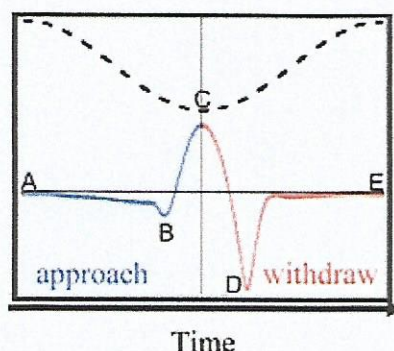


Figura 22: A linha pontilhada corresponde à posição Z (altura) da ponta em função do tempo. As linhas sólidas azul e vermelha são gráficos da força em função do tempo de aproximação e afastamento da ponta em relação à amostra. (A) Início do ciclo, (B) salto gerando contato, (C) força máxima (PeakForce), (D) adesão, (E) final do ciclo.

Como mencionado, a topografia da superfície é gerada através da manutenção da força máxima (PeakForce) entre ponta e amostra (ponto C). Quando a ponta varre a superfície da amostra, passa por pontos de diferentes alturas, gerando variações (transitórias) na deflexão máxima do cantiléver, alterando a força máxima entre ponta e amostra. Então, através de um feedback com um computador, a amostra é deslocada verticalmente até que a deflexão máxima do cantiléver volte a ser a originalmente



estabelecida. Finalmente, a posição vertical do cantiléver, juntamente com a posição (x,y) de varredura, é armazenada em computador formando, ao final da varredura, a imagem topográfica da superfície da amostra.

Para a obtenção do mapeamento das propriedades mecânicas da superfície, o sistema obtém o gráfico da força em função da distância entre ponta e amostra apresentado na figura 23. Nessa figura são apresentados os dados extraídos em cada ponto da varredura, consistindo no módulo elástico (obtido através do modelo de Derjaguin–Muller–Toporov – DMT [Maugis D. *Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids*. Springer-Verlag, Berlin 2000]), adesão entre ponta e amostra, energia dissipada e deformação máxima.

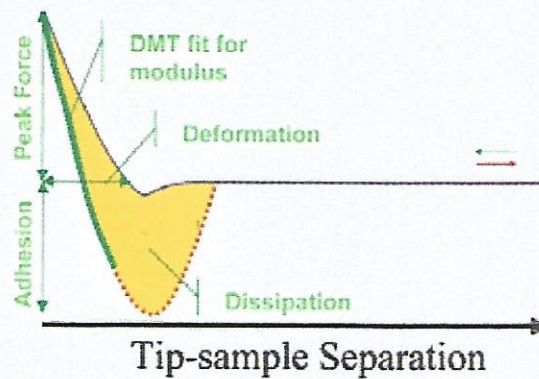


Figura 23: Gráfico da força em função da distância entre ponta e amostra