

3 Procedimento experimental

3.1. Métodos de fabricação

3.1.1. Síntese das nanopartículas por co-precipitação

Baseado em outros trabalhos [57, 61, 62, 63, 65], neste trabalho foram utilizados os seguintes reagentes:

- **FeSO₄ . 7 H₂O** (Sulfato de ferro II heptahidratado P.A.) PM = 278 g
- **FeCl₃ . 6 H₂O** (Cloreto férrico hexahidratado P.A.) PM = 270 g
- **NH₄OH** (Hidróxido de amônia 28% P.A.) aq, PM = 35 g

As nanopartículas foram obtidas por co-precipitação dos sais de ferro FeSO₄.7H₂O e FeCl₃.6H₂O nas concentrações de 0,225 e 0,45 Molar respectivamente, mantendo a proporção Fe²⁺:Fe³⁺ = 1:2, em meio alcalino, onde foi utilizado NH₄OH como base. Primeiramente, os sais de ferro FeSO₄.7H₂O e FeCl₃.6H₂O foram dissolvidos separadamente em água deionizada, nas concentrações de 0,225 e 0,45 Molar respectivamente. A seguir estas duas soluções são misturadas e posteriormente é misturada com a solução de NH₄OH em agitação em mesa vibratória, por 20 min à temperatura ambiente, ocorrendo a reação de co-precipitação. As partículas obtidas foram lavadas por cinco vezes em água e álcool etílico alternadamente para retirar espécies químicas não reativas. Esta etapa de lavagem das partículas é a parte mais demorada do processo para grandes volumes de material (pode durar dias), pois deve se esperar que as partículas decantem após cada lavagem. Nos experimentos realizados com pequenos volumes foi utilizada uma centrífuga (1000 rpm por 3 min). Nos experimentos com grande volume de material foi utilizado um ímã potente de NdFeB para ajudar na decantação. A lavagem deve ser repetida várias vezes até atingir um pH 7 ou próximo de 7, geralmente com 5 ou 6 lavagens é suficiente. Finalmente, as partículas obtidas, ainda molhadas, foram transferidas para uma

placa de petri ou vidro de relógio e colocadas em estufa a 60 °C até secarem, por aproximadamente 12 h.

Os primeiros experimentos foram realizados em pequenos volumes, utilizando vidros de 10 ml de solução. Nos experimentos finais foram produzidos volumes maiores, utilizando vidrarias de 250 ml para cada reagente em solução.

Foi observado que o FeSO_4 é bastante instável e uma vez dissolvido em água, oxida facilmente de Fe^{2+} para Fe^{3+} , esta mudança é acompanhada por uma mudança de cor da solução, de verde para amarelo (Figura 3.1). Por este motivo, a solução Fe^{2+} deve ser preparada por último.



Figura 3.1 - Mudança de coloração da solução de FeSO_4 .

Foram realizados vários experimentos de síntese variando alguns fatores:

1 - **As quantidades de NH_4OH utilizadas foram:** 0,1; 0,15; 0,28; 0,3; 0,4; 0,50; 1,0 e 4,0 M.

2 - **Ordem de adição dos reagentes:** Em alguns experimentos a solução de NH_4OH foi adicionada na solução de sais de ferro, e vice-versa (Figura 3.2).

3 - **A taxa de adição:** As soluções foram adicionadas na mistura de duas formas: de forma rápida (~ 100 ml/s) ou gotejando lentamente (~ 1 ml/s) (Figura 3.3).

4 - **Tipo de atmosfera:** Ambiente ou com fluxo de N_2 .

5 - **Adição de sais:** Em algumas das reações foi adicionada uma pequena quantidade de NaNO_3 no meio do processo para reduzir a aglomeração das partículas.

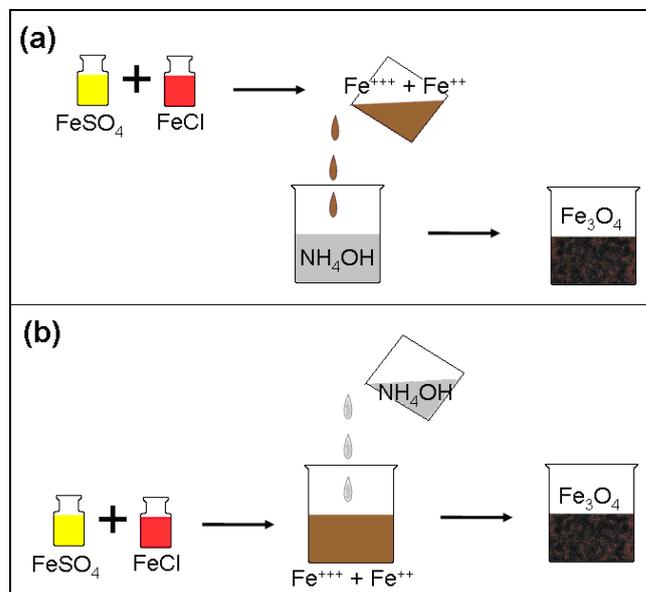


Figura 3.2 - Ordem de adição dos reagentes: (a) solução de ferros adicionada à solução de hidróxido, (b) solução de hidróxidos adicionada à solução de ferros.

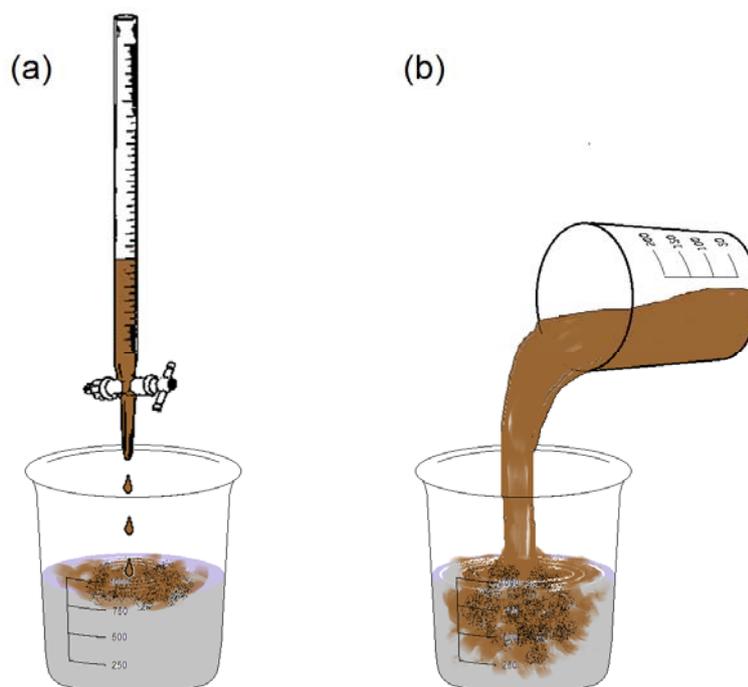


Figura 3.3 - Métodos de dosagem utilizados: (a) Gotejando com bureta e (b) vertendo de forma imediata.

Os experimentos foram organizados ordem crescente de concentração de hidróxido de amônia, em todos os experimentos foi utilizada temperatura ambiente durante a síntese. Na Tabela 2.8 estão indicados os parâmetros utilizados em cada experimento.

Tabela 3.1 - Figura 2.8 - Parâmetros utilizados nos experimentos de síntese: concentração de NH_4OH , ordem de adição, taxa de adição e tipo de atmosfera.

	Exp1	Exp2	Exp3	Exp4	Exp5	Exp6
$[\text{NH}_4\text{OH}]$	0,15	0,28	0,5	1	1	4
Ordem adição	OH/Fe	OH/Fe	OH/Fe	OH/Fe	Fe/OH	Fe/OH
Taxa adição	abrupta	gradual	abrupta	gradual	gradual	gradual
Atmosfera	ar	ar	ar	ar	N_2	N_2
Adição NaNO_3	-	-	-	-	Na^+	-

As partículas produzidas com baixa concentração de NH_4OH (0,15 e 0,28 M) apresentaram coloração marrom avermelhado. Depois da secagem, no vidro de relógio, foram observadas regiões de duas cores diferentes, uma marrom e outra preta (Figura 3.4), esta última com resposta magnética. As regiões de cor preta foram coletadas com pinça de aço inoxidável (ferromagnético), aproveitando a atração magnética entre as partículas e a pinça. No vidro de relógio, onde as partículas foram secadas, é possível ver partículas de cor amarelo-marrom, que é a cor típica da goethita [36].

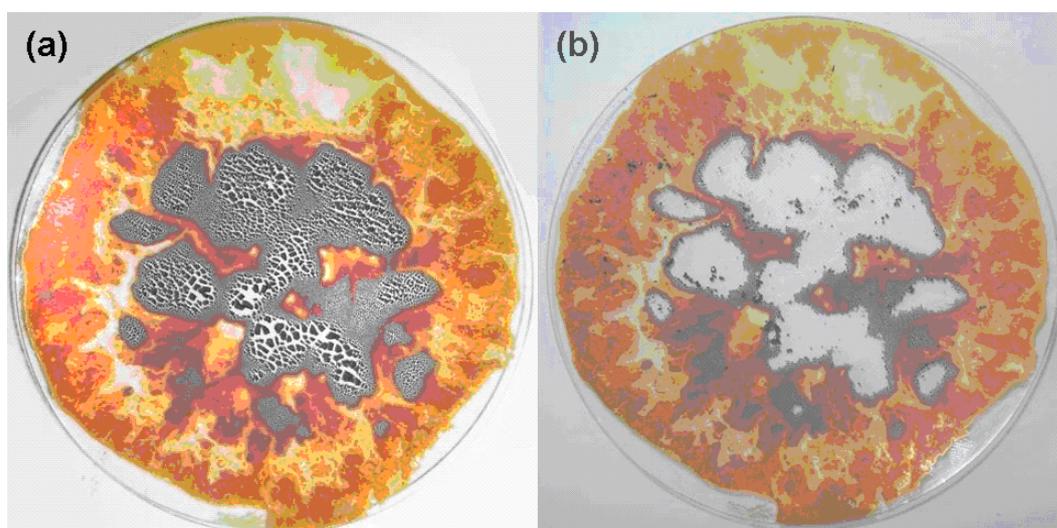


Figura 3.4 - Amostras de magnetita após secagem em vidro de relógio: (a) antes e depois (b) de retirar as partículas escuras para observação ao MET.

Durante a preparação do experimento 5 de síntese foi adicionada uma pequena quantidade (0,01 M) de NaNO_3 em partes iguais na mistura de sais de ferro e na solução de hidróxido. Em trabalhos anteriores [62] foi observado que a adição de cátions na solução previne a aglomeração durante a síntese, onde se mostrou uma melhor distribuição de tamanho. A força repulsiva entre partículas torna-se maior com o aumento de concentração de cátions [61].

3.1.1.1. Estudo da influência da concentração de NH_4OH

Foi observado que a concentração de hidróxido, que está intimamente relacionado com o pH, é um dos parâmetros mais determinantes durante a síntese. Para estudar o efeito da concentração de NH_4OH foram preparadas 6 amostras com diferentes quantidades de hidróxido mantendo constantes todos os outros parâmetros. Nestas experiências a solução de NH_4OH foi adicionada na solução de mistura de sais de ferro de forma abrupta.

Foram utilizadas as seguintes proporções:

20 ml 0,225 Molar de Fe^{2+} + 20 ml 0,45 Molar de Fe^{3+} + 80 ml X Molar OH^-

Onde X = 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5.

Os pH inicial e final da reação foram medidos. A concentração de hidróxido está relacionada ao valor de pH por uma relação \log_{10} , isto implica que grandes variações na concentração podem não produzir grandes variações no valor do pH inicial. Variando a concentração de 0,1 a 0,5 M o pH mudou de 11,12 a 11,65 respectivamente. No final da reação houve queda abrupta de pH nas reações com baixa concentração de hidróxido (Figura 3.5), isto indica que os ânions OH^- foram insuficientes, pois foram todos consumidos na reação.

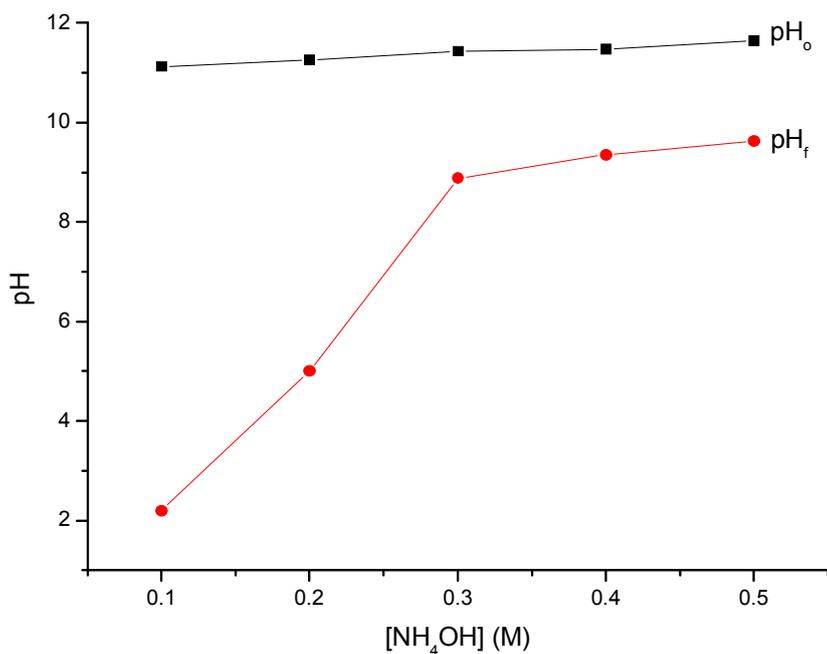


Figura 3.5 - Medidas do pH inicial e final da reação.

As amostras produzidas com 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 e 0,5 Molar de NH₄OH foram transferidas em vidros de relógio e a secagem foi realizada em estufa. Na figura 3.6 observa-se a diferença de cor do material obtido, quanto mais alta a concentração de NH₄OH utilizada mais tende para o preto, e tende para o vermelho para concentrações baixas.

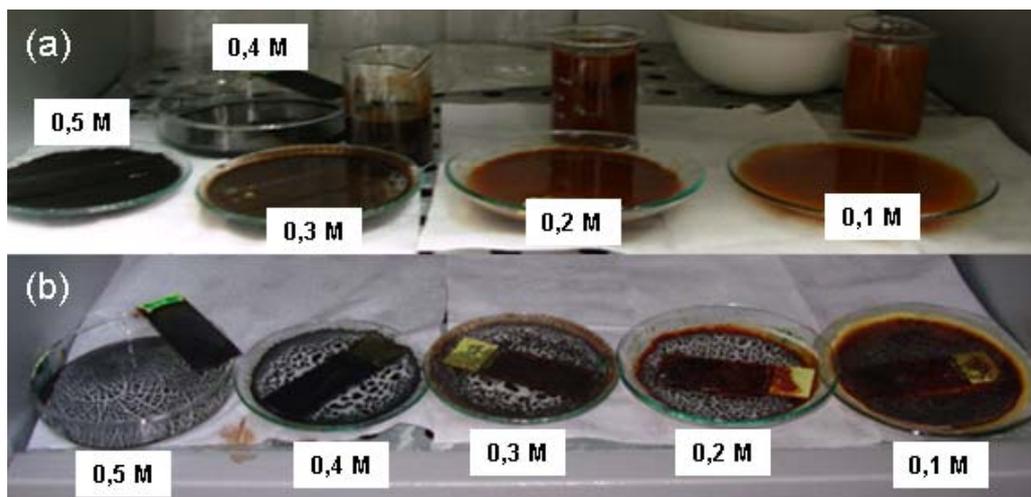


Figura 3.6 - Amostras (a) antes e (b) depois da secagem em estufa a 50 °C

Foi observado que as amostras de cor marrom avermelhado foram pouco atraídas pelo ímã, e para as amostras mais escuras houve forte atração ao ímã.



Figura 3.7 - Magnetita obtida após secagem em placa de Petri.

Durante a secagem as partículas se aglomeraram, aparecendo na forma de pequenos blocos. Na figura 3.7 pode se ver o material de coloração preta, lembrando que a cor preta é a cor típica da magnetita, indicando a presença desta [36]. Para separar as partículas aglomeradas, estas foram moídas com bastão de vidro dentro de pequenos frascos para poder realizar as medidas com diferentes técnicas (VSM, DRX e Mössbauer).

3.1.2. Produção dos filmes finos

Os filmes finos de magnetita foram depositados no sistema de pulverização catódica do Laboratório de Filmes Finos do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). Neste trabalho foi usado o sistema de sputtering da AJA international ATC-2400 cujo esquema é mostrado na figura 3,8. Este possui duas câmaras, onde estão instaladas cinco fontes magnétrons, sendo três para alvos de 2” de diâmetro e duas para alvos de 1,5” de diâmetro e os alvos são instalados sobre os magnétrons. Este equipamento pode utilizar fontes de potencial DC ou RF, segundo o tipo de material do alvo. O porta-substrato é colocado dentro da câmara principal sobre uma base rotatória. Nesta base, também se encontra um dispositivo que permite controlar a temperatura do substrato entre 5 e 1000 °C. A outra câmara (pré-câmara) com sistema de vácuo independente está acoplada à câmara principal por uma válvula manual de ultra alto vácuo e permite colocar e retirar o substrato da câmara principal sem romper o vácuo nesta última. Um computador controla o posicionamento do substrato e o tempo de deposição. Existe também a opção de realizar a deposição manualmente, sem uso do computador. A deposição

é realizada numa atmosfera de argônio de alta pureza com uma pressão que é controlada de acordo com a taxa de deposição desejada; esta taxa também depende do material do alvo. O controle da pressão de trabalho e o acionamento do plasma são manuais [93, 102].

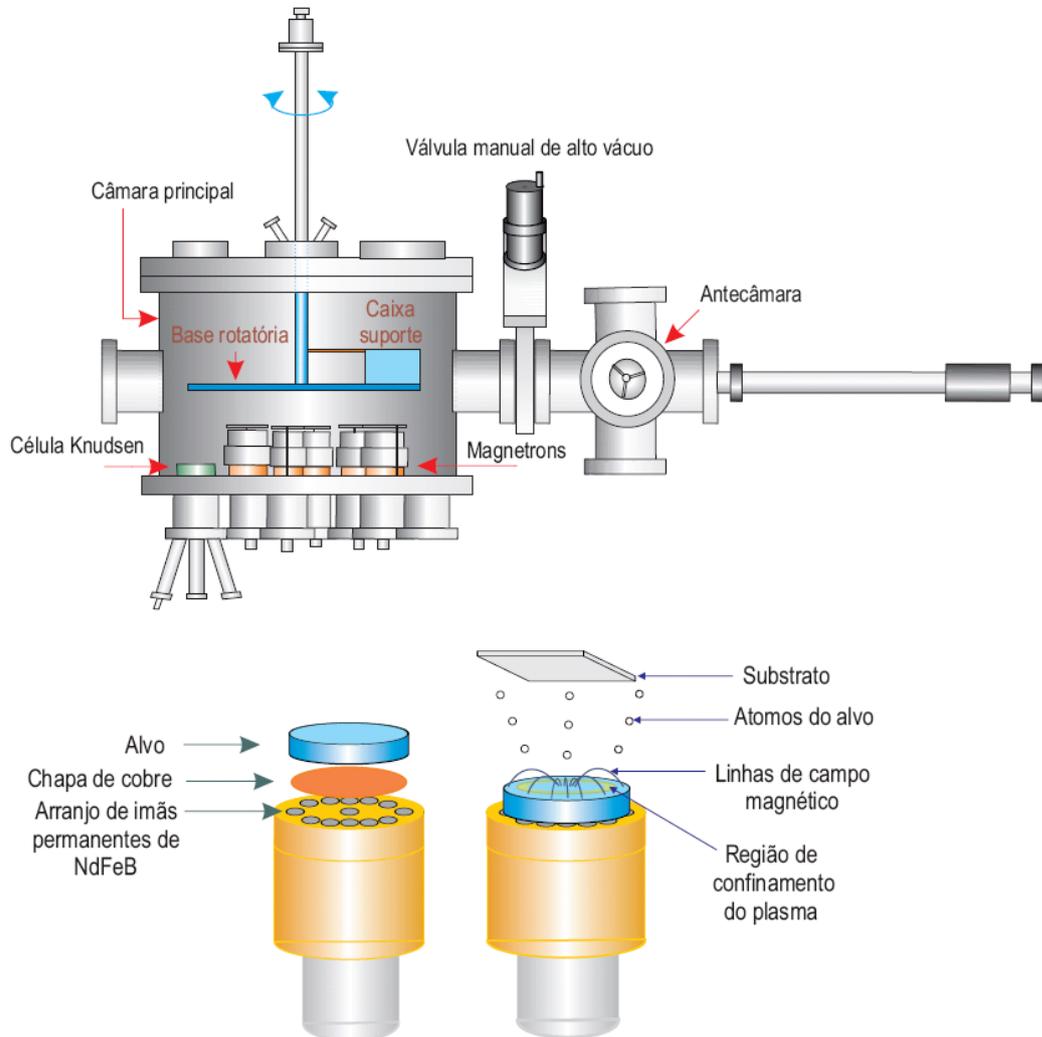


Figura 3.8 - Esquema do sistema *Magnetron Sputtering* do CBPF (parte superior) e esquema de um *magnetron* e do processo de pulverização (parte inferior) [93].

3.1.2.1. Produção dos alvos para deposição

No decorrer dos experimentos de deposição de filmes finos foram utilizados três alvos de magnetita, os quais foram produzidos a partir do material em pó obtido por co-precipitação. Para confecção destes alvos foram utilizadas amostras que de coloração preta, para evitar a presença de óxidos não magnéticos e óxido-hidróxidos de ferro.

Para preparar o primeiro alvo foram utilizadas 4,8 g de magnetita em pó, obtida no experimento anteriormente realizado com concentração de NH_4OH de 4 M, que mostrou boas características próprias da magnetita. O pó foi compactado em um suporte de latão para dar maior estabilidade estrutural (Figura 3.9).



Figura 3.9 - Suporte com material compactado e matriz de latão.

Durante a compactação à pressão de 20 Ton, pelo fato de conter pouco material, houve desprendimento de material em forma de placas, mas compactando a 7 Ton não houve problemas de desprendimento de material. Aparentemente, ao compactar a pressões altas é gerado um movimento cisalhante que produziu o desprendimento de camadas de material. Isto aconteceu pela distribuição não homogênea do material em pó dentro do suporte de latão, gerando gradientes de pressão.

Para produzir a magnetita dos alvos subsequentes foram utilizadas concentrações de NH_4OH bem altas para evitar a formação de espécies de óxidos e oxi hidróxidos de ferro não desejados e garantir a formação da magnetita. Nos alvos 2 e 3 foi adicionado NH_4OH puro para evitar grandes volumes que dificultam a agitação [68].

Para preparar o segundo alvo (alvo 2) foram utilizadas maiores quantidades de magnetita, produzidas à partir das soluções de:

200 ml de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 12,5 g (0,225 M)

200 ml de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 24,3 g (0,45 M)

200 ml de NH_4OH 28%

Onde foram obtidas 11,65 g de produto.

O pó obtido foi compactado com prensa hidráulica em suporte de latão de 2” de diâmetro e 2 mm de profundidade espessura à pressão de 20 Ton. Ao utilizar maior quantidade de material em pó não houve problemas de desprendimento durante a compactação a 20 Ton.

O alvo 3, foi produzido a partir das soluções com as seguintes quantidades:

250 ml de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 12,5 g (0,225 M)

250 ml de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 24,3 g (0,45 M)

250 ml de NH_4OH 28%

Na produção deste último alvo, foi mantida a massa de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e foi aumentada a quantidade de água para melhorar a dissolução dos sais de ferro. Onde foram obtidas aproximadamente 11 g de amostra.

Cada alvo produzido deve ser calibrado individualmente, pois a taxa de deposição pode variar conforme os parâmetros de fabricação deste alvo e conseqüentemente das suas características, tal como a porosidade. Alvos com maior porosidade apresentaram maiores taxas de deposição.

3.1.2.2. Preparação do sistema

Os alvos foram conectados com as fontes RF do sputtering e quando o vácuo chegou à ordem de $4\text{-}5 \times 10^{-7}$ Torr, se procedeu com a limpeza dos alvos, 10 min a 20 W. Para ligar a fonte RF, é sempre necessário ligar pelo menos uma fonte DC.

Antes de depositar o material no filme litografado, foram estudados os parâmetros de deposição fazendo depósitos de óxido de ferro em substratos de silício. Para isto foram utilizados substratos de silício orientado (111). Um waffer de Si(111) foi cortado manualmente com caneta de ponta diamante em formatos próximos a um retângulo. Logo estes substratos foram limpos com banho em ultra-som de extran diluído em água deionizada, na proporção 1/7, por 30 min, seguido de banho em acetona por 15 min em ultra-som e finalmente armazenados em um becher com álcool iso-propílico até sua utilização.

3.1.2.3. Deposição

Todos os filmes foram depositados em substrato de silício (111) utilizando fonte RF e variando alguns parâmetros tais como potencia, tempo, distancia alvo-substrato. Nas Tabelas 1, 2 e 3 do capítulo 4 é possível ver os parâmetros utilizados e seus respectivos resultados para cada deposição. A pressão base utilizada foi aproximadamente 10^{-8} Torr e a pressão de trabalho em torno de 3×10^{-3} Torr. Para cada deposição foram inseridos dois substratos, para agilizar as medidas de DRX e VSM.

Algumas das amostras foram submetidas a tratamento térmico a $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ em alto vácuo (10^{-8} Torr) durante 30 min a taxa lenta de resfriamento (4 h até atingir temperatura ambiente) dentro do próprio sistema de sputtering. Os filmes foram colocados num porta-substrato especial para trabalhos com controle de temperatura.

Para determinar a taxa de deposição foram realizadas as medidas de refletividade por raios-x de baixo ângulo. Para determinar o tipo de estrutura formada foi realizada difração de raios-x complementado por medidas magnéticas do VSM.

3.1.3. Litografia por feixe de elétrons

A litografia foi realizada em substrato de silício (100), de $1 \times 1\text{ cm}$, com máscara de PMMA de 250 nm de espessura. Este foi exposto ao feixe de elétrons com corrente $I = 268\text{ pA}$ a uma tensão $E = 20\text{ kV}$. Foram produzidos 4 padrões (Figura. 3.8):

- Círculos de 250 nm distanciados à $2\text{ }\mu\text{m}$ numa área de $1 \times 1\text{ mm}$ (C250).
- Círculos de 500 nm distanciados à $4\text{ }\mu\text{m}$ numa área de $1 \times 1\text{ mm}$ (C500).
- Círculos de $1\text{ }\mu\text{m}$ distanciados à $8\text{ }\mu\text{m}$ numa área de $1 \times 1\text{ mm}$ (C1000).
- Quadrados de $1\text{ }\mu\text{m}$ distanciados à $2\text{ }\mu\text{m}$ numa área de $0.25 \times 0.25\text{ mm}$ (Q1000).

Antes de expor a amostra ao feixe de elétrons foi realizada a calibração dos eixos da amostra (u,v) com os eixos do porta-amostra (x,y), também foi realizada a calibração do foco em três pontos da amostra para corrigir diferenças de inclinação da mesma em relação ao plano horizontal. Na figura 3.10 observa-se o

mapa dos quatro arranjos litografados no substrato, Indicando as coordenadas (tomando como origem o vértice inferior esquerdo do substrato) em milímetros (em letra vermelha) e detalhes das dimensões dos quatro padrões.

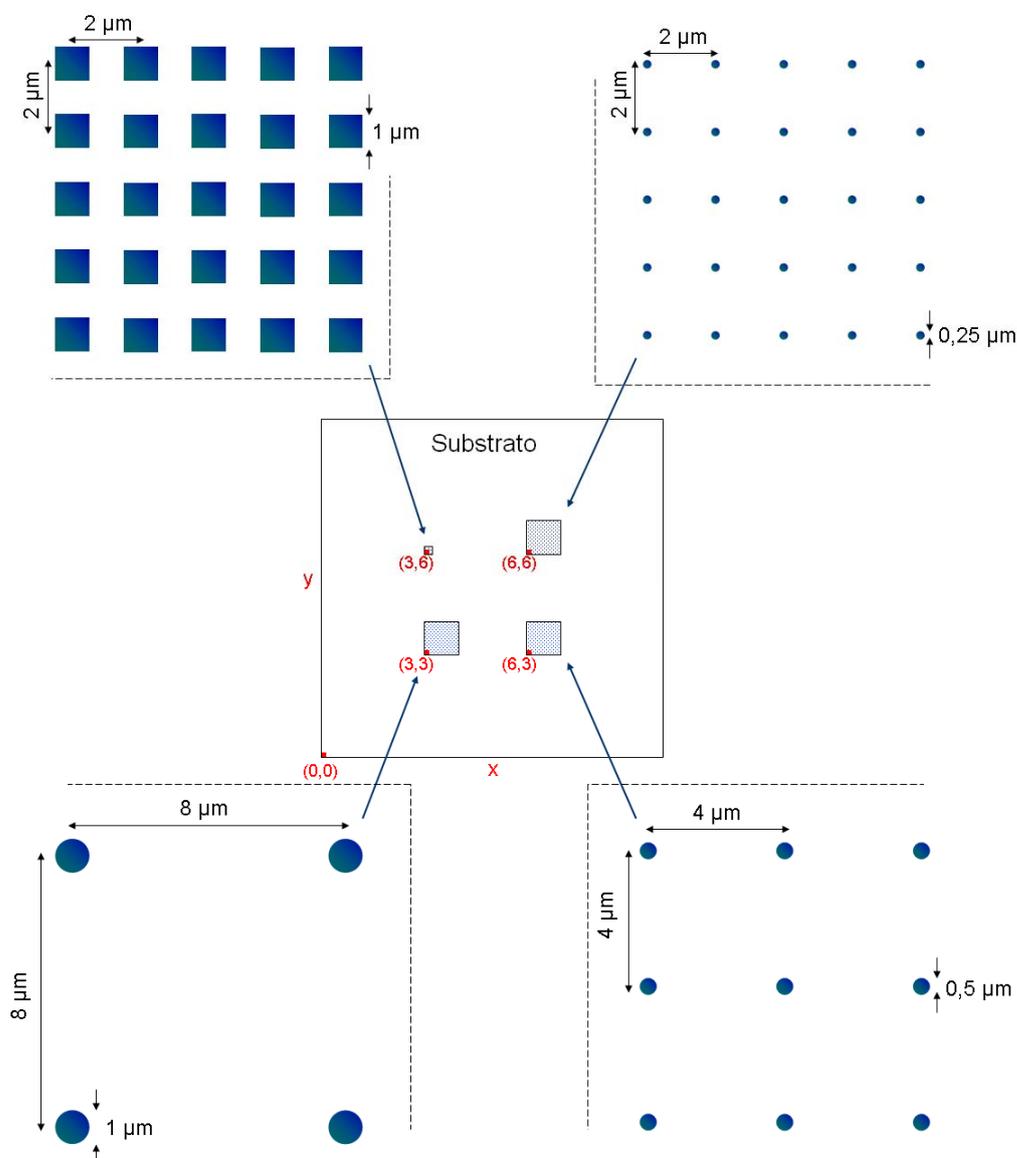


Figura 3.10 - Esquema do substrato e a localização dos padrões.

Uma vez expostos ao feixe de elétrons, o *resist* de PMMA, é revelado em banho de solução de acetona e álcoois por 72 s, onde é retirado o polímero da região exposta ao feixe de elétrons. Logo em seguida foi depositado o filme de Fe_3O_4 . A revelação, para retirar toda a máscara, foi realizada em banho de acetona com ajuda de ultra-som durante o tempo necessário.

3.2. Métodos de caracterização

3.2.1. Microscopia eletrônica de transmissão

3.2.1.1. Preparação das amostras

Ao longo deste trabalho foram utilizados três microscópios de transmissão diferentes: Jeol 2010 TEM, a 200 kV, PUC-Rio, Aberration Corrected TEM, Zeiss Libra a 80 kV, Harvard, USA e Jeol 2100 TEM, a 200 k V, University of Maryland, USA.

As amostras observadas no MET foram preparadas com grade de cobre ou níquel com filme de carbono. A preparação da amostra é bastante simples, pouca quantidade do material em pó é disperso em álcool iso-propílico por meio de ultra-som, posteriormente, com um conta-gotas, se coloca uma ou duas gotas da solução na grade de cobre ou de níquel de 3 mm de diâmetro com filme de carbono, como o da figura 3.11.

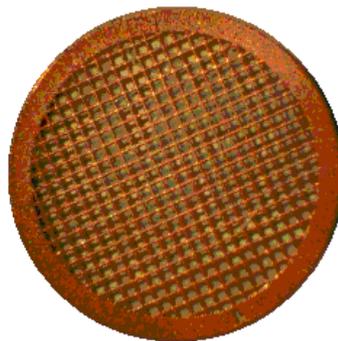


Figura 3.11 - Tipo de grade de cobre de 3 mm de diâmetro, com filme de carbono, utilizada na preparação de amostras em pó.

3.2.1.2. Distribuição de tamanho de partícula a partir das imagens de MET

Foram realizados histogramas de distribuição de tamanho de partículas de algumas das amostras observadas no MET. O diâmetro de cada partícula foi medido manualmente a partir das micrografias digitais utilizando um programa de visualizador de imagem. Foram medidas 200 partículas para construir cada histograma, os tamanhos das 200 partículas foram inseridos num programa matemático dedicado à construção de gráficos.

3.2.2. Difração de raios-x

As medidas tanto das amostras em pó, como dos filmes finos, foram realizadas por um difratômetro de raios-x modelo D5000 da Siemens, usando a radiação $K\alpha$ de um alvo de Cu ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$). O ângulo 2θ entre o feixe de raios-x incidente e o detector foi varrido de 10 a 100° para as amostras em pó, de 10 a 65° para filmes finos com uma resolução de $0,02^\circ$ e tempo de aquisição de 2s por ponto. A identificação das fases foi realizada, usando o programa Power Cell.

3.2.3. Refletividade de raios-x

A espessura dos filmes foi calculada através dos resultados de refletividade de raios-x com 2θ variando de $0,9$ a $6,0$. O cálculo da espessura foi realizado utilizando o método do polinômio, este método é limitado, apenas, para calcular espessuras de filmes finos de monocamadas (de única fase), a espessura é dada pela equação abaixo:

$$t = \frac{\lambda}{2\sqrt{a}} \quad (3-1)$$

Onde t é a espessura, λ o comprimento de onda ($\lambda = 1,5418$, do alvo de Cu $K\alpha$ da fonte de raios-x) e a representa o coeficiente angular da função quadrática:

$$\text{sen}^2(\theta) = \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 n^2 + 2\delta \quad , \text{sendo} \quad a = \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 \quad (3-2)$$

Que é obtida fazendo o ajuste quadrático do gráfico $\text{sen}^2\theta$ x n previamente construído com os valores máximos do ângulo θ . A separação entre picos máximos consecutivos é inversamente proporcional à espessura do filme.

Na figura 3.12 é mostrado um exemplo de como foi realizado o cálculo da espessura a partir dos gráficos da refletividade de raios-x e do ajuste polinomial.

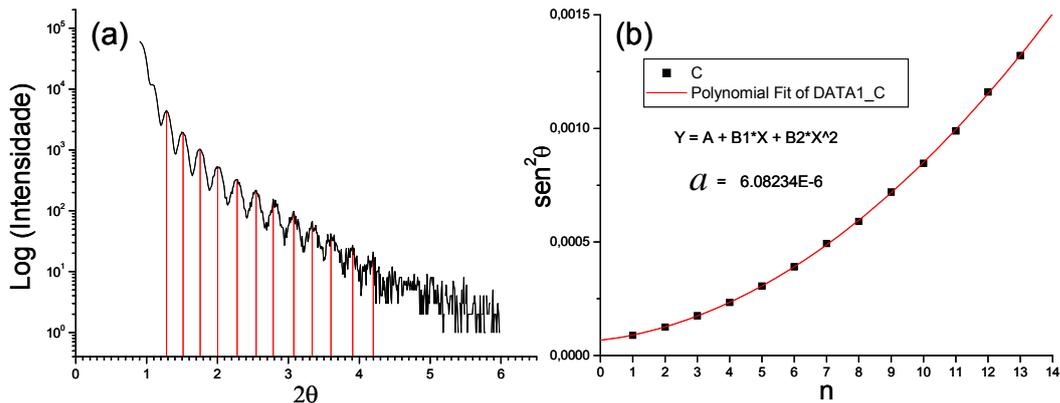


Figura 3.12 - (a) Gráfico de refletividade de raios-x de um filme fino monocamada da ordem de 30 nm de espessura, (b) gráfico do ajuste polinomial realizado a partir dos valores de θ .

3.2.4. Magnetômetro de amostra vibrante (VSM)

Neste equipamento foram realizadas as medidas de magnetização das nanopartículas em pó e dos filmes finos. Para medir nanopartículas em pó foram inseridos 5 mg de material no porta-amostra, na tentativa de inserir quantidade maior de material, o equipamento saturou devido ao alto sinal magnético. O magnetômetro de amostra vibrante utilizado neste trabalho foi o modelo VERSALAB da marca Quantum Design (Figura.3.13.a), com compressor de circuito fechado de hélio, controlado por computador. O VERSALAB está instalado no laboratório de Sputtering do CBPF, sendo equipamento multiusuário obtido em edital da FAPERJ. Neste equipamento o campo é aplicado na direção paralela ao movimento vibratório da haste, que fica por dentro da bobina supercondutora. O VERSALAB permite realizar medidas de magnetização e de resistividade varrendo temperatura (de 50 a 400 K) ou também de resistividade varrendo campo magnético, consegue atingir campos de até 3 Teslas.

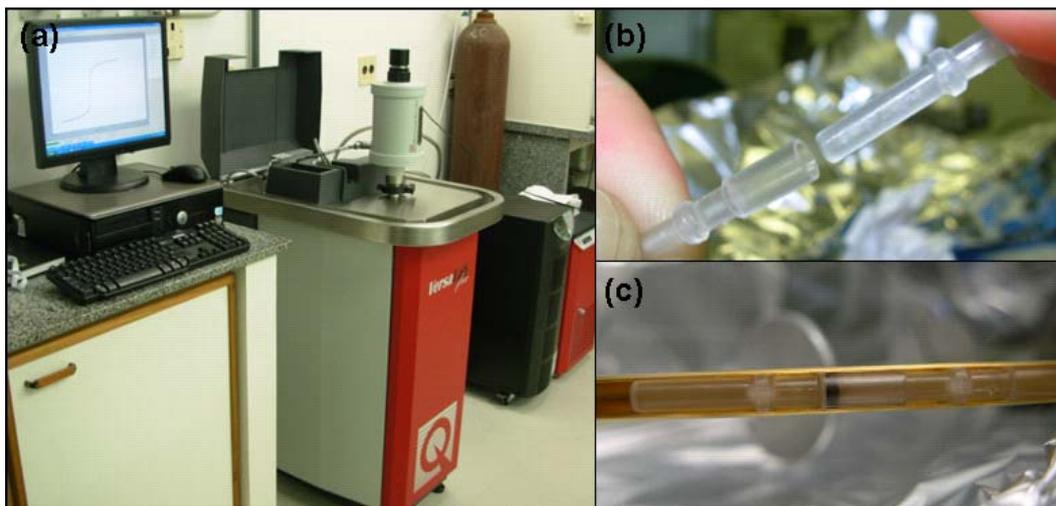


Figura 3.13 - (a) Magnetômetro de amostra vibrante (b) Porta-amostra para material em pó (c) porta-amostra, inserido na haste contendo, 5 mg de óxido de ferro.

O equipamento conta com vários tipos de porta-amostras para medir magnetização: de material em pó (Figura 2.43.b.c), mas foi utilizado um porta-amostra cilíndrico encaixado numa haste metálica. Para medir filmes em direção paralela ao campo foi utilizado um porta-amostra de haste de vidro (Figura 3.14.a) e para medir filmes em direção perpendicular foi usado um porta-amostra de haste metálica com cilindros de plástico de base plana como suporte dos filmes (Figura 3.14.b).

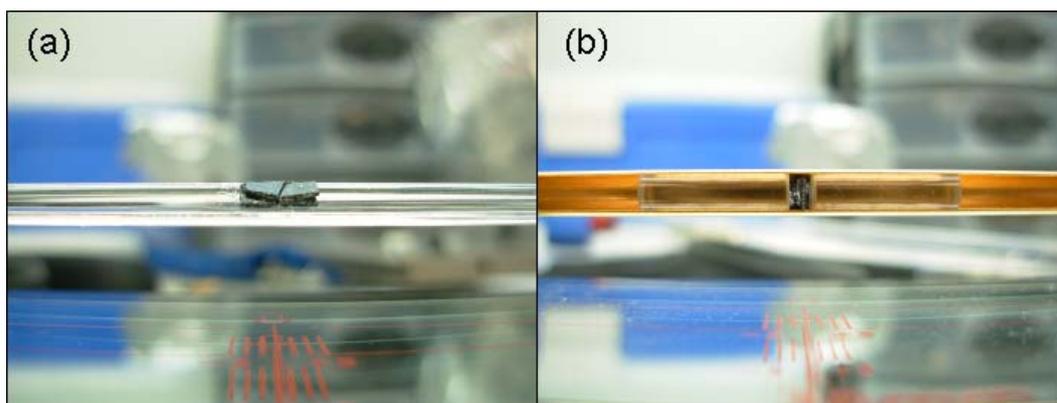


Figura 3.14 - Porta-amostras do VSM para amostras planas: (a) paralelo à haste, (b) perpendicular à haste.

3.2.4.1. Cálculo do volume dos filmes depositados a serem medidos no VSM

Usando um programa de processamento de imagem é possível determinar o percentual de pixels pretos e brancos, desta forma pode ser calculada a área da amostra. Uma vez determinada a espessura do filme, pode-se calcular o volume deste, e assim padronizar e comparar diferentes amostras utilizando unidade de emu/cm^3 VSM.

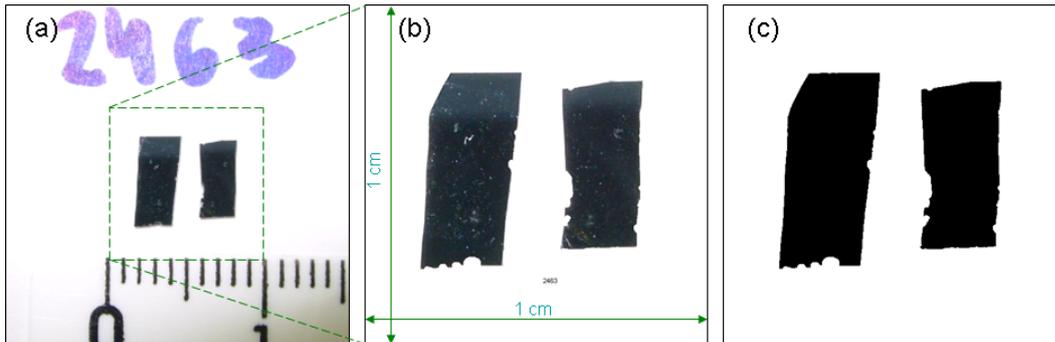


Figura 3.15 - Esquema do método utilizado para medir área. (a) Fotografia da amostra com escala. (b) Limpeza do fundo da imagem. (c) Imagem binarizada.

Registrando uma fotografia da amostra com uma barra de referência no fundo da imagem, é possível realizar a medida da área da amostra (Figura 3.15). Na imagem com faixa de tons completa, de 0 a 255 (256 tons), o seu respectivo histograma apresenta duas regiões com picos e alguns poucos pixels ao longo de toda a faixa tonal (Figura 3.16.a). O histograma da imagem binarizada (Figura 3.16.b) apresenta somente dois picos nas extremidades do histograma, um correspondente ao tom 0 (preto) e outro ao tom 255 (branco). O valor é fornecido em porcentagem pelo software, isto facilita os cálculos.

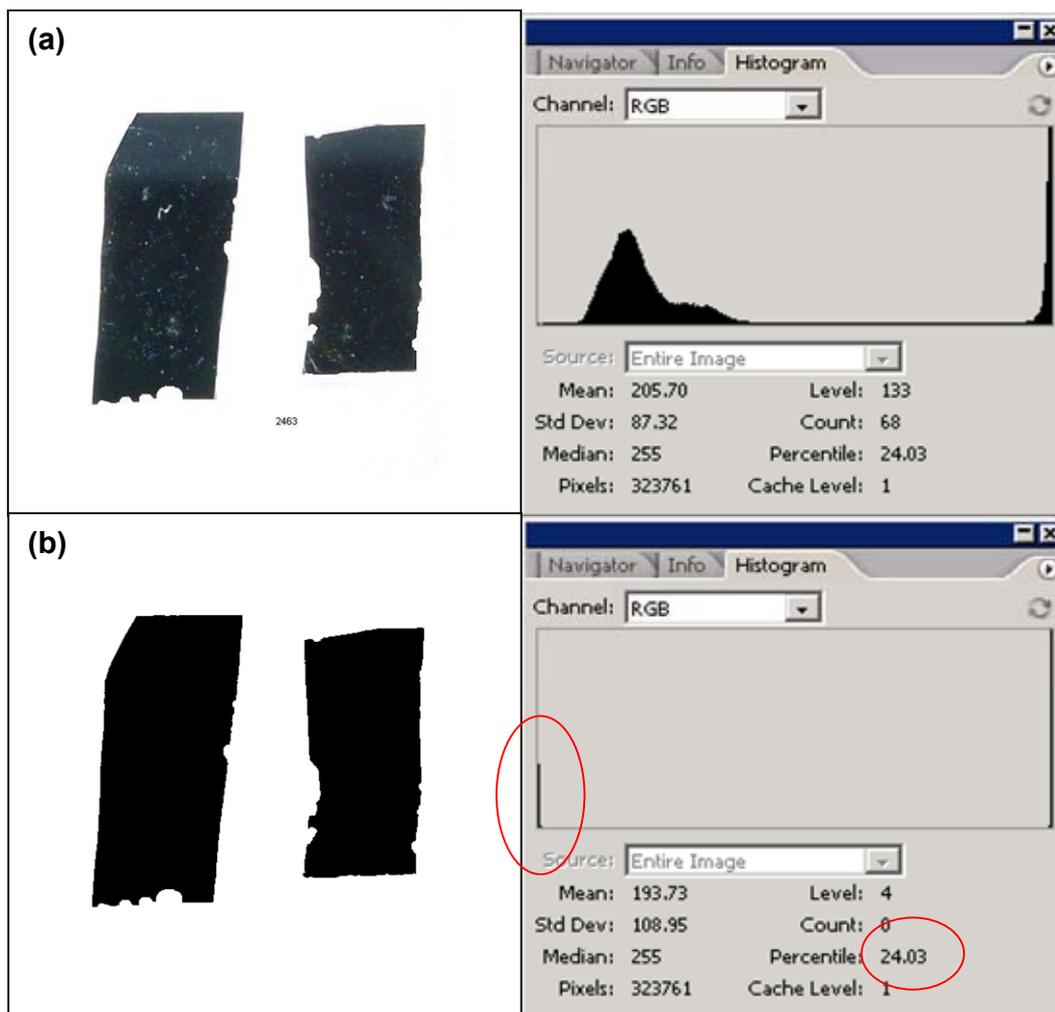


Figura 3.16 - Diferença entre os histogramas das imagens (a) original e (b) binarizada.

As imagens das figuras 3.15.b e c foram recortadas de modo a representar um área de 1 cm^2 . No histograma os pixels pretos (correspondentes à área do filme) ocupam o 24,03 % da imagem, portanto, o filme tem uma área de $0,2403 \text{ cm}^2$. Para calcular o volume se multiplica a área pela espessura do filme. No caso da amostra 2463, do exemplo, a espessura do filme é de 81,5 nm (previamente medida por refletividade de raios-x), logo o volume será de $19,58 \times 10^{-7} \text{ cm}^3$.

3.2.5. Espectroscopia Mössbauer

As nanopartículas de magnetita produzidas com diferentes concentrações de NH_4OH foram analisadas por espectroscopia Mössbauer do ^{57}Fe utilizando fonte de ^{57}Co a temperatura de 300 K. Foram utilizados entre 50 e 100 mg de cada amostra.

3.2.6. Observação dos padrões litografados

Os padrões litografados foram observados por microscópio óptico, microscópio eletrônico de varredura (do próprio litógrafo) e microscópio de força atômica.

3.2.6.1. Microscopia óptica

Foi utilizado o microscópio óptico modelo da Carl Zeiss do Laboratório de Processamento Digital de Imagens do Departamento de Engenharia de Materiais da PUC-Rio. Este microscópio possui um sistema automatizado com interface digital através do software AxioVision, entre outras coisas, e permite produzir imagens em mosaico de forma rápida e automática.

Foi obtida uma imagem mosaico (no modo de luz refletida) do substrato com os padrões litografados utilizando lente objetiva de 5 x. Para observar as figuras dos padrões foi utilizada a lente objetiva de 100 x (a de maior aumento).

3.2.6.2. Microscópio de força atômica (AFM)

As imagens da topografia dos padrões litografados foram obtidas com o microscópio de força atômica modelo MultiMode equipado com um controlador Nanoscope IIIa (Figura.), localizado no prédio Van Der Graaft do Departamento de Física, operando no modo não contato utilizando uma ponta de silício (modelo TESP), com um raio estimado de 10nm e constante elástica $k = 12-110 \text{ nN/nm}$ utilizando uma frequência de vibração $f = 304,5 \text{ kHz}$. As medidas foram realizadas em condições ambientes, ou seja, 25°C e umidade relativa do ar 50%. As imagens foram produzidas com varreduras de resolução 256x256 pixels e processadas com o software gratuito WSxM de processamento de imagem.