

***Facultad
de
Ciencias***

**Estudio de dispositivos ópticos de
almacenamiento de datos a la nanoescala
mediante microscopía de fuerza atómica**

**(Disentangling storage data optical devices at
the nanoscale by atomic force microscopy)**

**Trabajo de Fin de Grado
para acceder al**

GRADO EN FÍSICA

Autor: Darío Martín Cobo

Director: César Moreno Sierra

Julio - 2024

AGRADECIMIENTOS

La elaboración y entrega de este trabajo, como broche final a una etapa maravillosa y tremendamente enriquecedora, nunca hubiera sido posible sin la colaboración y el apoyo de muchas personas a las que me gustaria mencionar.

En primer lugar, quisiera expresar mi profunda gratitud a mi tutor, el Dr. César Moreno Sierra. Tus consejos expertos, conocimiento y absoluta dedicación han sido fundamentales para el desarrollo del trabajo. Gracias por transmitirme los valores, y la responsabilidad que conlleva hacer ciencia, pero también a disfrutar de ella. Has conseguido que aprenda la importancia que tiene pensar y plantearse constantemente el por qué de las cosas, mucho más allá del ámbito académico.

Asimismo, agradezco a todo el equipo de profesores de la Facultad de Ciencias su dedicación e intención en formarnos de la mejor de las maneras. Estoy seguro de que lo habéis conseguido, diré siempre orgulloso allá donde vaya que fui estudiante de esta Facultad.

No puedo dejar de mencionar a mis compañeros de clase y amigos, cuyo ánimo y atención han sido siempre una fuente constante de apoyo durante todo el camino.

Finalmente, mi más sincero agradecimiento a mi familia, y sobre todo a mis padres. Habéis entregado todo en vuestra vida, para que yo pueda tener todas las facilidades del mundo a la hora de alcanzar cualquier objetivo que me proponga, nunca os podré devolver tanto.

Una vez más , gracias.

Resumen

En este trabajo se desarrolla un estudio detallado de los dispositivos ópticos de almacenamiento de datos a la nanoescala, utilizando microscopía de fuerzas atómicas (AFM). El estudio se centra en establecer los fundamentos de esta técnica experimental (en distintos modos de medida) para aplicarlos al análisis estructural y a la caracterización de dispositivos DVD-R, DVD+R y CD-RW. Se investigan parámetros clave como son el relieve topográfico de las superficies y su relación con las diferentes tecnologías de escritura y borrado de datos sobre discos ópticos. En el trabajo se detallan el montaje experimental, los procedimientos de preparación de muestras y las metodologías de análisis de datos. Se han conseguido diferenciar distintos tipos de dispositivos, estableciendo una relación entre las propiedades ópticas y morfológicas de los materiales que forman los discos analizados y su capacidad de almacenamiento.

Palabras clave: Almacenamiento óptico de datos, nanoescala, microscopía de fuerzas atómicas (AFM), micropalanca, microscopía Kelvin (KFM), DVD-R, DVD+R, CD-RW, *pit*, materiales con cambio de fase, tecnologías de grabación.

Summary

In this work, a detailed study of optical data storage devices at the nanoscale is conducted using atomic force microscopy (AFM). The study focuses on establishing the fundamentals of this experimental technique (in various measurement modes) to apply them to the structural analysis and characterization of DVD-R, DVD+R and CD-RW devices. Key parameters such as the topographical relief of surfaces and their relationship with different data writing and erasing technologies on optical discs are investigated. The experimental set up, sample preparation procedures, and data analysis methodologies are detailed in the thesis. Various types of devices have been differentiated by establishing a relationship between the optical and morphological properties of the materials composing the analyzed optical discs and their storage capacity.

Keywords: Optical data storage, nanoscale, atomic force microscopy (AFM), cantilever, Kelvin force microscopy (KFM), DVD-R, DVD+R, CD-RW, pit, phase-change materials, recording technologies.

Índice

1. Dispositivos de almacenamiento ópticos	5
1.1. Evolución y desarrollo	5
1.2. Dispositivos grabables	7
1.2.1. <i>Format Wars</i>	8
1.3. Dispositivos reescribibles (<i>phase - change</i>)	10
1.3.1. CD-RW	11
2. Técnicas experimentales	13
2.1. Microscopía de Fuerzas Atómicas	13
2.1.1. Fuerzas involucradas	13
2.1.1.1. Fuerzas de largo alcance	13
2.1.1.2. Fuerzas de corto alcance	14
2.1.1.3. Potencial de Lennard-Jones	15
2.1.2. Modos de medida AFM	16
2.1.2.1. Contacto	16
2.1.2.2. Contacto intermitente - <i>Amplitude Modulation</i>	18
2.1.2.3. <i>Kelvin Force Microscopy</i> - KFM	18
2.1.3. Microscopio utilizado	20
2.1.3.1. Detección de la dinámica de la micropalanca en AFM	20
2.1.3.2. <i>Voice Coil Scanners</i>	21
2.1.3.3. Preparación de la punta y el <i>cantilever</i>	22
2.2. Procedimiento experimental	23
2.2.1. <i>Set up</i>	23
2.2.2. Preparación de muestras	24
2.2.3. Toma de datos	27
2.3. Tratamiento de imágenes	28
2.3.1. Transformada de Fourier en el tratamiento de imágenes	28
3. Resultados y discusión	31
3.1. DVD-R	31
3.1.1. <i>Overview</i>	31
3.1.2. Estudio de la periodicidad	32
3.1.3. Análisis estructural/dimensional	33
3.2. DVD+R	36
3.2.1. <i>Overview</i>	36
3.2.2. Estudio de la periodicidad	36
3.2.3. Análisis estructural/dimensional	38
3.3. CD-RW	38
3.3.1. <i>Overview</i>	39
3.3.2. Estudio de la periodicidad	39
3.3.3. Análisis estructural/dimensional	41
4. Conclusiones	43
Referencias	45

1. Dispositivos de almacenamiento ópticos

La producción, el procesamiento y el almacenamiento de los datos, se han convertido desde hace décadas en unos de los pilares fundamentales para entender la sociedad moderna, vinculando estrechamente la privacidad, la forma de vida y la información necesaria para comprender nuestra evolución como especie. Históricamente, la grabación y el almacenamiento de la información han experimentado una evolución, que abarca desde las antiguas pinturas rupestres y tallados en cuevas, hasta la escritura y la digitalización.

La digitalización ha sido una de las mayores revoluciones que ha sufrido la humanidad en su historia, permitiendo almacenar sonidos, imágenes, palabras y recuerdos en forma binaria. La invención de los discos compactos (CDs) donde se utiliza un haz láser para almacenar los datos, es uno de los hitos más importantes en la tecnología de la información digital, siendo el detonante de una nueva industria. Según un informe emitido por la *International Data Corporation* (IDC) en 2011, se esperaba que la cantidad total de datos generados globalmente alcanzase los 35ZB (1ZB = 10^{12} GB) en 2020 [1], cifra que fue superada. Actualmente, la cantidad de datos almacenados crece de forma exponencial, con una previsión para el año 2025 de 160ZB [2].

En esta sección, se describirán desde un punto de vista físico las características y fundamentos de cada tipo de dispositivo óptico, necesarias para comprender el análisis que realizaremos en la Sección 3. El objetivo es proporcionar una visión detallada y comprensiva, explorando la evolución desde sus inicios, y su trascendencia y estrecha relación con campos fundamentales de la física, como son la física de materiales, la óptica y la nanotecnología. Esta parte del trabajo se divide en tres apartados principales: en la Sección 1.1 se desarrolla la evolución histórica de los dispositivos de almacenamiento ópticos, desde sus inicios hasta las tecnologías más recientes. Se analizará como han cambiado y mejorado estos dispositivos a lo largo del tiempo, destacando los avances tecnológicos clave y las innovaciones que han permitido una mayor capacidad y velocidad de almacenamiento. En las secciones 1.2 y 1.3 se describen el funcionamiento de los discos grabables y reescribibles, centrándonos en las características físicas y en sus propiedades estructurales, así como sus materiales de fabricación y su nanoestructura.

1.1. Evolución y desarrollo

El desarrollo histórico de los dispositivos de almacenamiento óptico ha tenido una importancia relevante y un ritmo de evolución frenético, desde sus inicios hasta la actualidad, dentro del campo de almacenamiento de datos digital. Aunque la invención del disco óptico consta de 1958, no se comercializó hasta 1978 con el *Laser Disc*. Los primeros dispositivos en popularizarse fueron los CD (*Compact Disc*). Estos discos se diseñaron inicialmente para almacenar música, pero pronto se adaptaron para el almacenamiento general de datos. Su estructura general incluía una capa de policarbonato con marcas y espacios que representaban los datos, una capa reflectante de aluminio y una capa de laca protectora. Los primeros CD, que fueron inicialmente diseñados para albergar 60 minutos de audio, con un diámetro de 11,5 cm, encontraron un obstáculo en la Novena sinfonía de Beethoven, la cual duraba 74 minutos y 33 segundos en su interpretación más extensa. El presidente de *Sony* por aquel entonces, Norio Ohga, aficionado a la música clásica, insistió en aumentar el tamaño del CD a 12,7 cm para poder incluir la obra completa. Este ajuste se convirtió en el estándar mundial, permitiendo a los CDs alojar la pieza musical, y estableciendo una capacidad de almacenamiento de datos de 700 MB [3].

El siguiente gran avance fue la introducción del DVD (*Digital Versatile Disc*) en 1995. Son físicamente similares a los CD pero aumentaron su capacidad significativamente, gracias a una mayor densidad de datos y la posibilidad de usar múltiples capas. Un DVD de una sola capa puede almacenar 4,7 GB de datos, lo que los hizo ideales para la distribución de películas, *software* y volúmenes más grandes de datos [4].

Tras estos formatos, alrededor del año 2000, surgió el *Blue-Ray*. Este proporcionó una mejora más grande en cuanto a capacidad, pudiendo almacenar hasta 25 GB en su versión de una sola capa, y siendo el primer dispositivo capaz de ofrecer una resolución de 1080p. Su desarrollo fue posible gracias al avance de los diodos LED de color azul, que operaban a 405 nm.

En vista general, estos dispositivos conllevaron una revolución en la sociedad y en la industria, debido a que su producción y coste era mucho más barato en comparación con otras formas de almacenamiento (Fig.1.1.1 b)). Aunque han sido en gran parte remplazados, por tecnologías más avanzadas como las unidades de estado sólido (SDD) y el almacenamiento en la nube, fueron los precursores en el campo de los datos y continúan utilizándose en diversas aplicaciones. De entre la infinidad de dispositivos que hay, en este trabajo nos centraremos en el estudio del CD y el DVD en algunos de sus formatos. Hay que tener en cuenta que cada tipo de dispositivo tiene unas características muy específicas, y aunque pertenezcan a una misma familia, sus diferencias estructurales y de funcionamiento pueden ser realmente grandes. Es por ello que el estudio realizado se puede aplicar exclusivamente a las técnicas y dispositivos que se estudian en el propio texto. (Fig.1.1.1 a)

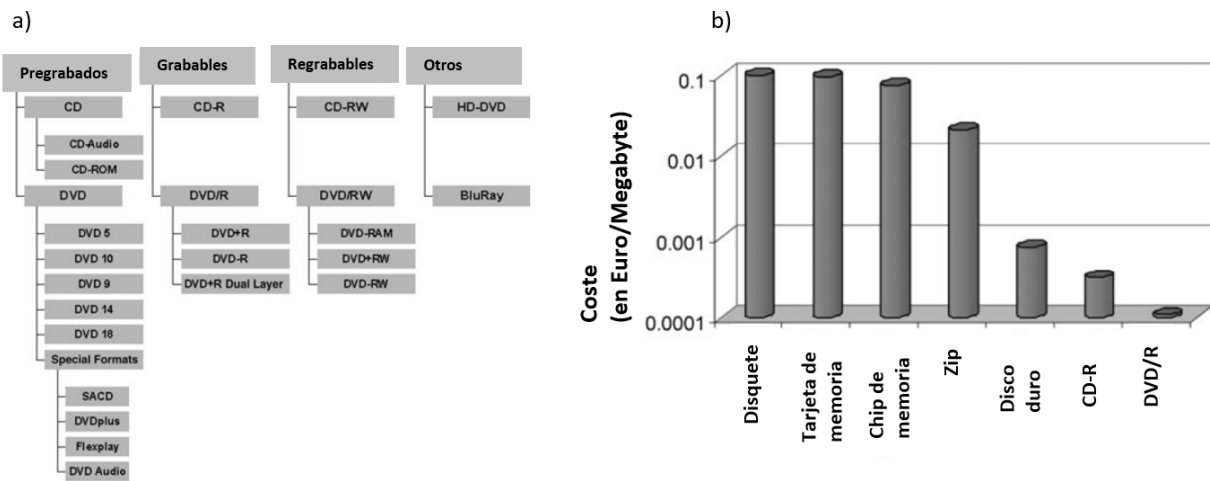


Figura 1.1.1: a) Clasificación general de los formatos relevantes de dispositivos ópticos b) Comparación de costes entre diferentes medios de almacenamiento.

En clave de futuro, el avance y la comprensión mejorada de los dispositivos de almacenamiento de datos desempeñan un rol crucial en el desarrollo de la infraestructura tecnológica global, lo cual está directamente vinculado con varios Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS). Un enfoque significativo en la innovación de estos dispositivos contribuye al ODS 9 (Industria, Innovación e Infraestructura) al promover la creación de tecnologías más eficientes y robustas. Estas innovaciones facilitan el acceso a la información y mejoran la capacidad de procesamiento y almacenamiento de datos, facilitando la investigación, educación y desarrollo industrial de manera sostenible y equitativa [5].

Además, los avances en el campo del almacenamiento de datos también están estrechamente relacionados con el ODS 12 (Producción y Consumo Responsables). El desarrollo de dispositivos más duraderos y con mayor capacidad contribuye a reducir la generación de residuos electrónicos, minimizando así el impacto ambiental. Al mejorar la eficiencia energética de estos dispositivos, se puede reducir el consumo de energía asociado con el almacenamiento y procesamiento de grandes volúmenes de datos, lo cual es crucial para la sostenibilidad a largo plazo [6].

En definitiva, el estudio detallado y comprensión avanzada de los dispositivos de almacenamiento de datos, no solo mejora su eficiencia y capacidad, sino que también impulsa innovaciones significativas en diversas áreas tecnológicas. Investigaciones recientes apuntan la importancia del gasto energético que conllevan estos dispositivos, y cómo su optimización contribuye directamente a la mejora de la eficiencia energética y a la reducción de residuos, aspectos críticos para el desarrollo sostenible a nivel global [7].

1.2. Dispositivos grabables

Los dispositivos ópticos grabables una sola vez, a veces denominados WORM (*Write One, Read Many*) permiten grabar datos una única vez en cada zona (el proceso de grabación en regiones distintas se puede hacer en ocasiones diferentes). Se caracterizan en que los datos escritos no se pueden borrar, puesto que se trata de un proceso irreversible sobre la superficie del disco. Este proceso de grabación implica cambios físicos permanentes en la superficie del disco. Cabe destacar, que una vez los datos están grabados, pueden ser leídos múltiples veces sin degradación del medio.

Todos estos formatos de disco óptico tienen la misma estructura general:

- Capas de policarbonato con surcos en forma de “carriles” que han sido prensados en el disco. Esta configuración servirá de guía para el láser de escritura y de lectura. Su tamaño está directamente relacionado con la capacidad de almacenaje como veremos más adelante.
- Una capa de recubrimiento (generalmente con un tinte orgánico [8]) que interviene en el proceso de grabado del disco y potencia su durabilidad.
- Capas refelectantes compuestas por materiales metálicos, capas extra de protección, pegamento...

Los detalles concretos de cada tipo de disco pueden ser muy distintos: puede haber varias capas con pistas de grabado disponible, variar la naturaleza de los tintes (o no tenerlos) y cambiar los materiales de fabricación, pero la tecnología que utilizan y su estructura es muy similar (Fig.1.2.1).

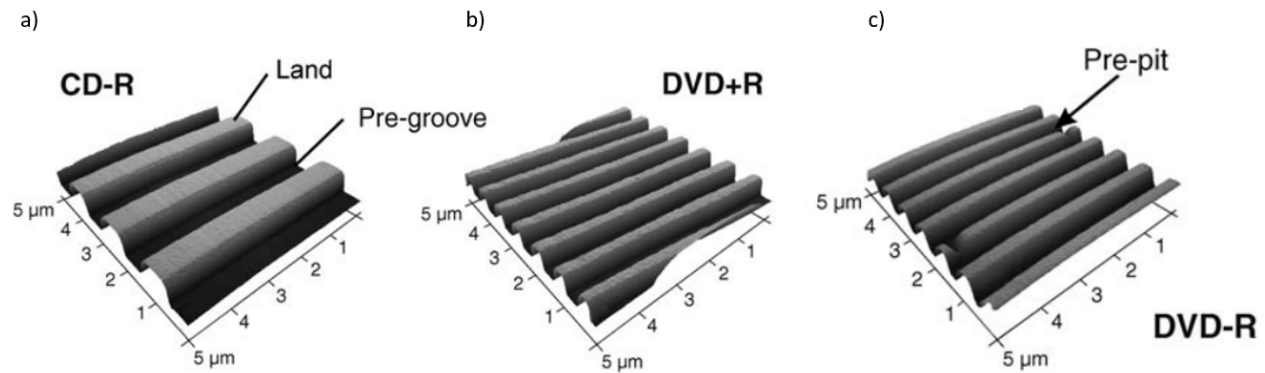


Figura 1.2.1: Imágenes AFM de dispositivos grabables. a) Topografía 3-D $5 \times 5 \mu m^2$ CD-R donde se observan los *land/pre-groove* que funcionan como pistas de grabado. b) y c) Topografías 3-D de un DVD+R y DVD-R, las dimensiones de los *tracks* son iguales, en el último se señala un *land/pre-pit* que ayudará a localizar el láser de escritura.

En la sección 3, se han verificado las concepciones originales establecidas acerca de la forma en la que los dispositivos veían afectadas sus características físicas tras el proceso de grabado [9]. Durante el proceso de grabación, la capa de moléculas orgánicas semiconductoras absorbe el calor del láser destruyendo así sus moléculas. Además, el policarbonato se funde por efecto de incidencia del láser. De este modo, la luz incidente utilizada durante el proceso de lectura interactuará de forma distinta en la regiones grabadas (escritas), y la luz reflejada será distinta debido a la formación de protuberancias en la interfaz ente el policarbonato y el tinte por la fusión del láser (Fig.1.2.2).

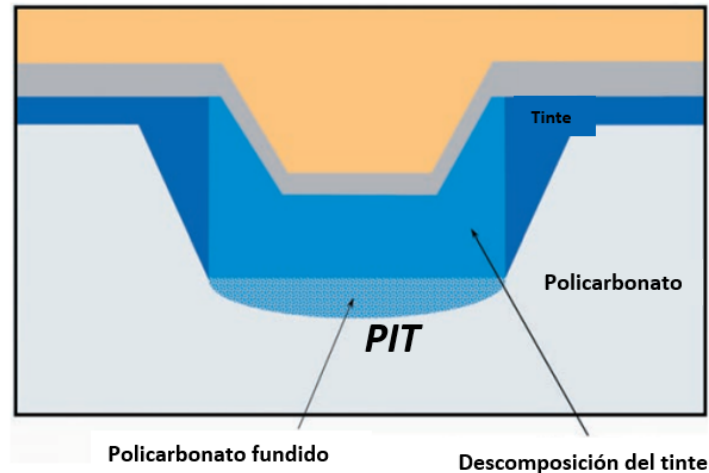


Figura 1.2.2: Efecto de la información grabada sobre un disco óptico grabable

1.2.1. *Format Wars*

A finales del siglo XX, surgió una competencia en el mundo del almacenamiento óptico, en concreto en la industria de fabricación, escritura y lectura de DVDs. Aparecieron dos formatos diferentes, el DVD-R y el DVD+R. Aunque no tenían prácticamente diferencias de cara al usuario final, eran técnicamente distintos (y por tanto incompatibles) ya que fueron creados por dos compañías distintas. Así, de algún modo se dió una *guerra de formatos*, que nos ayudará a comprender los aspectos físicos de cada uno, analizándolos en la Sección 3. Cabe mencionar que existe cierta confusión entre los consumidores, pues asocian también el formato “+” al CD, cuando nunca ha existido un CD+R.

En el desarrollo de los dispositivos, la mayoría de objetos fueron simplemente reediciones o mejoras de la misma tecnología fundamental. Algunas variaciones estaban relacionadas con el cambio de color del láser (su longitud de onda), con añadir tintes a los surcos o incluso con colocar una segunda capa de datos translúcida detrás de la capa reflectante ya existente (dispositivos multicapa). Pero, dejando estas modificaciones a un lado, el fundamento físico que había detrás de dichos formatos ópticos era el mismo: un disco brillante leído por un láser y decodificado digitalmente en función de como el láser se refleja en la superficie.

Debido a que cada nuevo producto se basaba en el anterior, había cierta dificultad para crear uno original y diferenciarse del resto de competidores. La única manera era establecer especificaciones de formato y crear licencias meticulosamente documentadas, de manera que todo el que quisiera utilizarlas debía de pagar por ello.

En 1995, se formó el *DVD Consortium* [10] constituido por las empresas más potentes de la industria, como eran principalmente *Sony*, *Pioneer*, *Toshiba*, *Phillips*, *Hitachi*, *Thomson* y *Panasonic*. Sus integrantes acordaron actuar de la misma manera en materia de estándares y fabricación, registrando las especificaciones técnicas del DVD (de esta agrupación surgió el DVD-RAM). Esta asociación funcionó, hasta que en 1997 *Sony* (junto con *Phillips* y *Thomson*) creó la *DVD+RW Alliance* [11]. Su objetivo fundamental era crear una versión mejorada del DVD, tanto grabable como reescribible, y lo hicieron utilizando un método de grabación más sólido.

Los discos fabricados comercialmente hasta el momento, estaban moldeados o prensados con *tracks*, y eran grabados en ellos pequeños surcos y relieves (*pits and lands*) en su superficie reflectante interior. Al apuntar con el láser de lectura, la luz reflejada regresa con dos intensidades diferentes, gracias a la interferencia destructiva causada por la profundidad del pozo como se muestra en la Fig.1.2.3

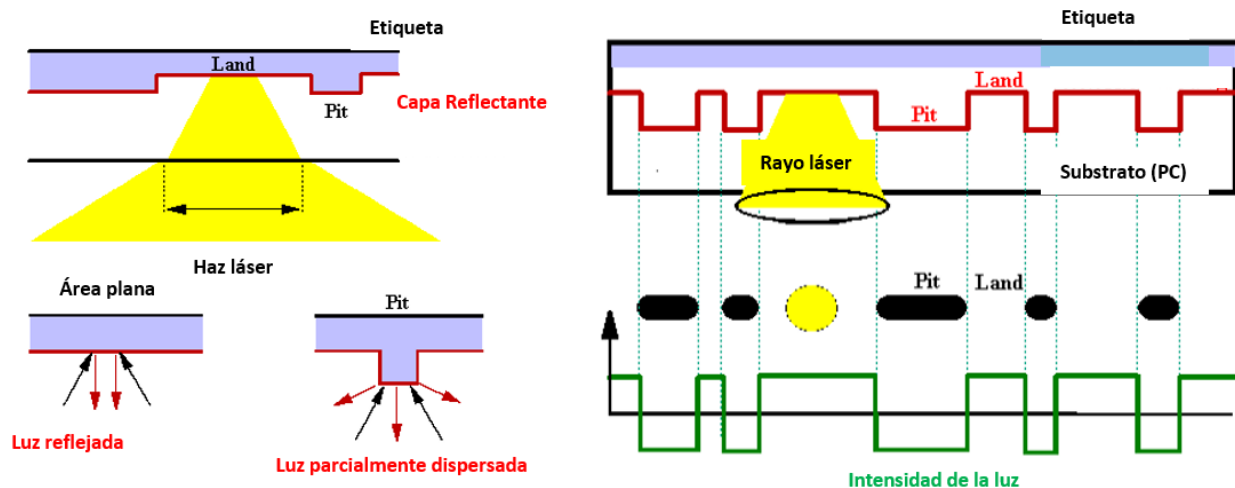


Figura 1.2.3: Esquema de la estructura de un DVD grabable. Una sucesión de *pits* y *lands* recorre el disco. La luz del láser de lectura refleja de manera diferente y se mide con un fotodetector. Estos cambios de intensidad en la luz reflejada se decodifican en señales digitales dando lugar a la información binaria almacenada. (Figura modificada de [12].)

Este cambio de intensidad puede decodificarse como información digital. Con el disco grabable, el efecto de los *pits* es creado quemando pequeños puntos sobre un campo de tinte sensible al calor o sobre el propio policarbonato. Los puntos quemados por el láser se oscurecen [8] (o aclaran dependiendo del tinte) lo que produce que al pasar por ellos el láser de lectura absorben parte de la radiación, produciendo el mismo efecto que un *pit* en un disco fabricado comercialmente. Sin embargo, un DVD grabable (en realidad cualquier disco óptico) nunca está realmente “en blanco”.

Todos los formatos ópticos necesitan de algún tipo de mecanismo que facilite al láser distinguir su localización dentro del disco. Por lo general, la lente del láser se encuentra con libertad de movimiento, y lleva acoplados unos electroimanes ubicados en el sistema que lo soporta. Estos lo moverán para seguir de cerca el camino de *pits* y *lands* que ha de recorrer en el proceso de lectura, o para saber donde se sitúa en el proceso de grabación [13]. Esta cualidad de movimiento, hace que sea capaz de responder a las vibraciones o inestabilidades mecánicas del disco producidas al girar sobre la plataforma, describiendo un movimiento de “bamboleo”. Así, el láser corrige su posición e incide siempre de forma perpendicular al disco [14].

Para que el láser sea capaz de seguir su camino correctamente, tanto en el proceso de escritura como en el de lectura, es necesario establecer una especie de guía prefabricada. Cuando el disco está “en blanco”, se necesita tener un objetivo para que el láser pueda ubicarse y realizar correctamente el quemado y grabación de los datos. Este objetivo es una microrranura moldeada sobre el policarbonato del disco, que abarca toda su superficie por completo. El surco (lo llamaremos *tracks*, pistas de grabado o *groove*) no es recto, sino que es ondulado. Para asegurarse de que el disco está girando a la velocidad correcta, estos surcos tienen una forma oscilante que también guarda relación con la velocidad de rotación del disco [15]. Resulta que esta forma de localización del láser a la hora de escribir, y la forma en la que está ondulado el *groove*, es la principal característica que diferencia los DVD-R (*dash*) de los DVD+R (*plus*).

La diferencia esencial entre los dos formatos radica por tanto en la forma en que se direccionan los datos. El formato “+”, desarrollado y patentado por *Sony* y *Phillips*, tiene una estructura ondulada en las paredes de los inscritos, con una modulación de frecuencia media de 817,4 kHz (varía para indicar localización exacta), de modo que la grabadora puede reconocer dónde se encuentra el láser y puede controlar la velocidad de rotación al grabar en los surcos vacíos. Este tipo de direccionamiento se llama *Address in Pre-groove* (ADIP). Por otro lado, el formato “-” desarrollado principalmente por *Pioneer*, se basa en una señal de direccionamiento de 140,6 kHz constante. Las posiciones del sector del disco se determinan mediante unos pequeños pozos (marcados en relieve) que luego son indetectables para el láser de lectura, llamados *land/pre-pits*. Este

método se denomina *Adrees Time in Pre-groove* (ATIP) y es similar a como funcionaba su antecesor el CD-R.[8]

En lugar de obtener una referencia posicional constante del ADIP, un DVD-R solo proporciona referencias absolutas periódicamente, por lo que la unidad de escritura se basa en contar los *wobbles* (oscilaciones) entre los *land/pre-pits* para determinar la posición en el disco, método más inexacto que su competidor. (Fig.1.2.4).

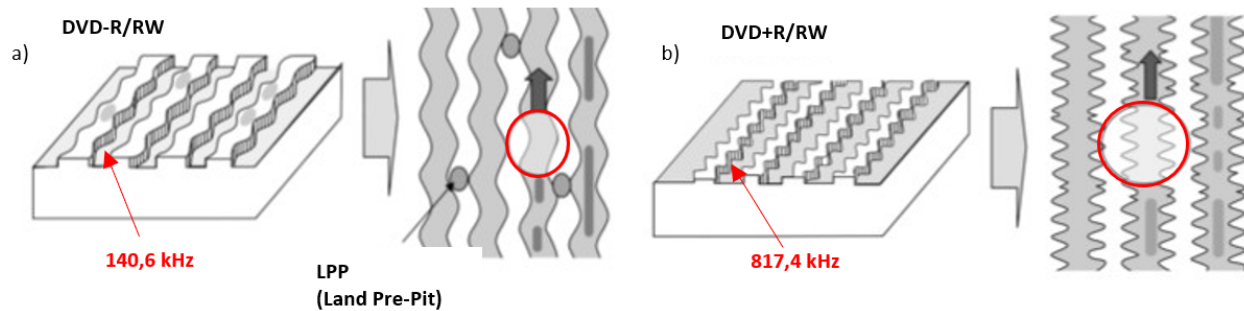


Figura 1.2.4: a) Formatos “-R”, con una frecuencia de oscilación del *groove* constante, y los *land/pre-pits*. b) Formatos “+R”, con mecanismo ADIP, vemos que la forma ondulada de las paredes varía en el *track* como método de localización

The Alliance tardó bastante en lanzar el estándar “+” (no fue hasta 2002), pero estos discos no tenían compatibilidad con las grabadoras existentes anteriormente. Debido a que los DVD+R no tienen *land/pre-pits*, una unidad diseñada para DVD-R no sabría que hacer para grabar en uno de ellos, dado que un DVD-R tenía una oscilación constante. Esta incompatibilidad era un asunto sencillo de resolver, pues se trataba de un mero problema de *software*. No había ninguna razón por la que un dispositivo no pudiera escribir en los dos formatos. Era solo cuestión de manejar ambos métodos de localización: el ADIP del DVD+R y los *land/pre-pits* del DVD-R, pues el proceso de quemado de datos en la superficie es exactamente el mismo. Esta diferencia entre “+” y “-” también se aplicaba a los formatos reescribibles. Finalmente, multidispositivos DVD aparecieron en el mercado, llegando a un acuerdo con las dos agrupaciones *Alliance* y *Forum* para poder escribir en sus formatos. Por tanto, a comienzos de 2004, el usuario final no tuvo que preocuparse más por diferenciar un DVD “+” o “-”, dando por finalizada la guerra de formatos.

1.3. Dispositivos reescribibles (*phase - change*)

Los discos reescribibles $\pm$ RW (*Re-Writable*), surgieron como una evolución de los discos grabables de una sola vez ($\pm$ R) para permitir a los usuarios la posibilidad de grabar, borrar y volver a escribir datos numerosas veces en un mismo disco. Esto supuso un gran avance en términos de flexibilidad y economía para el almacenamiento de datos. Hasta el momento, el proceso de grabado consistía en la modificación estructural del propio dispositivo, alterando su superficie en forma de marcas y surcos en su relieve topográfico, que eran irreversibles. Para poder deshacer este proceso de escritura, la industria se apoyó en la ciencia y en el estudio de la física de materiales, en concreto en los materiales capaces de cambiar su fase estructural. De esta forma, se desarrollaron un nuevo formato de dispositivos. Los primeros fueron los CD-RW, introducidos al mercado en los años 90s, el estándar de estos discos fue establecido en 1997 en el *Orange Book* [16].

La tecnología detrás de los dispositivos RW, se basa en el uso de un material de grabación especial, que puede cambiar su estado físico entre cristalino y amorfo al incidir sobre él láseres con distintas potencias (y temperaturas). Esta capacidad de reescritura debida a propiedades óptico-térmicas, cambió el funcionamiento de los dispositivos, así como su caracterización [17].

Los materiales *Phase-Change* (PCMs), existen en dos estados estables diferentes: cristalino y amorfo; en los que exhiben propiedades físicas desiguales. La característica más significativa de esta clase de materiales (normalmente calcogenuros compuestos por Ag-In-Sn-Te y Ge-Sn-Te [18]) es la capacidad de cambiar rapi-

damente entre estos dos estados, mediante calentamiento o enfriamiento, identificando los estados amorfos como “1” y los cristalinos como “0” en la decodificación binaria de la señal. Cuando el material cambia de estado, su tensor dieléctrico $\overleftrightarrow{\epsilon}$ se ve modificado. Esto da lugar a una variación entre los índices de refracción de ambos estados, $\Delta n + i\Delta k$, cambiando sus propiedades ópticas [19].

Como se representa en la Fig.1.3.1, la fase cristalina se caracteriza por una alta reflectividad óptica y una baja resistencia eléctrica, luego mayor conductividad. Para pasar al estado amorfo del material se aplica un pulso láser intenso y corto (8 – 14 mW) que se corresponde con la grabación de los datos. Este pulso proporciona la energía necesaria para aumentar rápidamente la temperatura del material por encima del punto de fusión T_F , típicamente entre 500 – 700 °C [20]. Tras esto, el material se enfría hasta alcanzar el estado amorfo desordenado. Un pulso láser moderadamente intenso y largo se utiliza para volver a cristalizar el material (operación de borrado). Esto ocurre a una temperatura de cristalización alrededor de 200 °C, que resulta en una situación energética favorable para el reordenamiento de los átomos en forma cristalina.

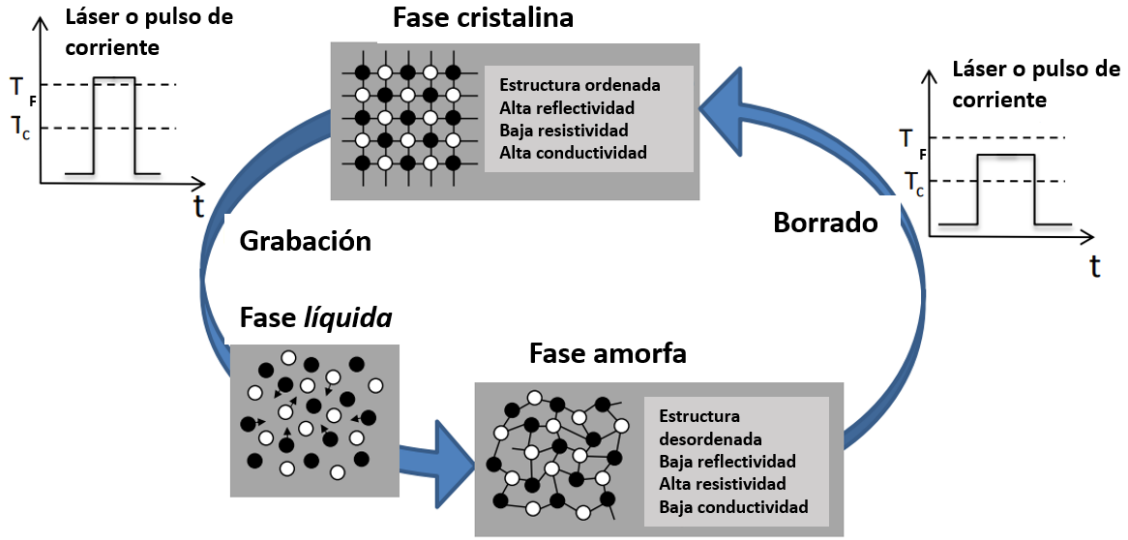


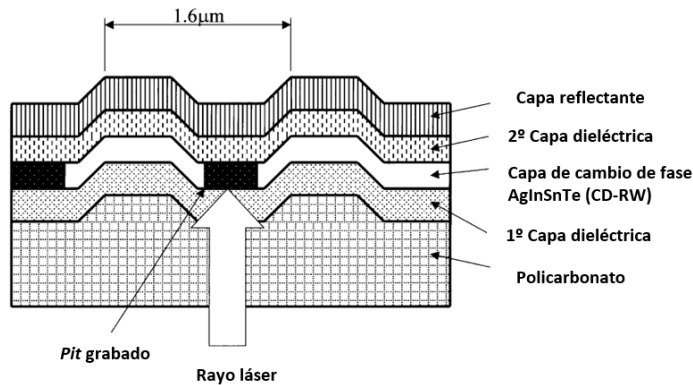
Figura 1.3.1: Esquema de borrado y escritura para materiales de cambio de fase. T_F : temperatura de fusión. T_C : temperatura de cristalización. (Figura modificada de [21].)

En este tipo de dispositivos, la información grabada solo se podrá detectar midiendo en un modo de AFM capaz de detectar propiedades eléctricas del material, como pueden ser el KFM (*Kelvin Probe Microscopy*) o EFM (*Electric Force Microscopy*). De esta forma, se está en disposición de medir aspectos como el potencial de contacto en cada zona del dispositivo, distinguiendo su naturaleza cristalina o amorfa [18], [22].

1.3.1. CD-RW

Dentro de los dispositivos reescribibles, en la Sección 3 se examinará el CD-RW. La estructura del CD-RW (Fig.1.3.2) consiste en un sustrato de policarbonato, dos capas dieléctricas aislantes, una película intermedia de material *phase change* y por último una lámina reflectante.

a)



b)

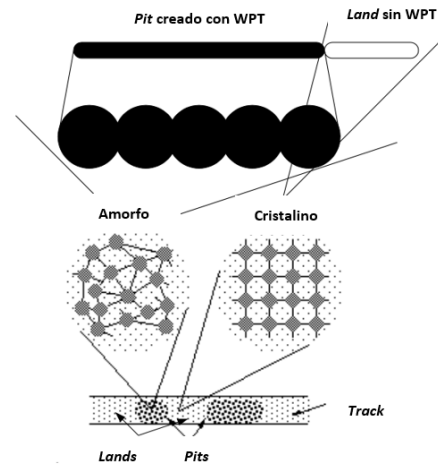


Figura 1.3.2: a) Esquema de la sección transversal de un CD-RW genérico. b) Formación de *pits* y *lands* en la lámina de grabación del disco aplicando WPT (*Write Pulse Train*) (Figura modificada de [22].)

En lo que a la geometría y diseño de las pistas de grabado, el CD-RW tiene los mismos parámetros de medida que su antecesor el CD-R (grabable una sola vez), con una periodicidad de los *tracks* de $1,6\mu\text{m}$ y una profundidad del *groove* de alrededor de 40 nm [18].

La grabación en un disco CD-RW se basa principalmente en la aplicación de un conjunto de micropulsos de escritura (WPT), desde un diodo infrarrojo a la capa de aleación metálica de cambio de fase en el disco. Como se muestra en la Fig.1.3.2 b), el material de la capa de grabación del disco CD-RW es cristalina y tiene mayor reflectividad para el láser en el proceso de lectura. A medida que el láser WPT generado por el diodo infrarrojo incide sobre el disco, el material objetivo pasa a su estado amorfo, reduciendo su reflexividad. La marca (*pit*) en el CD-RW es formada por conjuntos de puntos amorfos en la superficie.

2. Técnicas experimentales

En esta sección, se describe la técnica experimental utilizada en el estudio de dispositivos de almacenamiento óptico, así como el procedimiento que se ha seguido en el laboratorio, describiendo los aparatos de medida utilizados, y todo el proceso de preparación paso por paso de las muestras analizadas.

2.1. Microscopía de Fuerzas Atómicas

El objetivo fundamental de la microscopía de fuerzas atómicas, también llamada AFM (*Atomic Force Microscopy*) es la medida de fuerzas entre una punta que actúa como detector y la superficie de una muestra. Comúnmente, la punta (a la que nos referiremos a veces como *tip*) se ubica en el extremo de una micropalanca (a la que nos referiremos como *cantilever*) que sirve como sensor de fuerza. El límite de detección de fuerzas es mucho más pequeño (hasta 10^{-12} N) que las fuerzas existentes entre átomos, a las distancias típicas de red en las que se encuentran (fuerzas interatómicas del orden de 10^{-9} N). Esto explica el término ampliamente utilizado de microscopio de fuerzas atómicas, pues permite resolver detalles a esa escala.

2.1.1. Fuerzas involucradas

Para medir la fuerza total que sufre la punta situada en la parte inferior del *cantilever*, hay que tener en cuenta que existen interacciones de distinta naturaleza. Por lo general, la intensidad y magnitud, así como el grado de relevancia que aporta a la fuerza total cada una de estas fuerzas, es dependiente con la distancia de interacción entre la punta y la muestra, y con los materiales de fabricación de cada uno de ellos. La fuerza total entre la punta y la muestra se compone de varias contribuciones de largo y corto alcance, las cuáles discutiremos a continuación.

2.1.1.1 Fuerzas de largo alcance

Una contribución de largo alcance es la fuerza de van der Waals, realmente así es como se denomina a una clase de fuerzas que pueden ser tanto atractivas como repulsivas, y que son principalmente causadas por los distintos tipos de enlace intermolecular: iónico, metálico y covalente, o por la propia interacción electrostática de iones con moléculas neutras.

Una de estas fuerzas es la fuerza de dispersión de London, que surge entre átomos y moléculas neutras sin un momento dipolar permanente. Se puede describir como una formación espontánea de dipolos eléctricos fluctuantes que se atraen entre sí. El origen de la fuerza de van der Waals es de naturaleza cuántica. Hay varios niveles de aproximación para esta fuerza; el nivel más exacto, es un fenómeno de la electrodinámica cuántica conocido como la fuerza de Casimir-Polder [23].

El caso más simple en el que se ven involucradas estas fuerzas sería el de dos átomos de gases nobles. La interacción dipolar del primer átomo actuando sobre el segundo puede ser tratada analíticamente usando algunas aproximaciones [24], dando lugar a un potencial de interacción de la forma

$$U_{vdW}(r) = -\frac{C}{r^6} \quad (1)$$

La dependencia con la inversa de la sexta potencia de la distancia, se corresponde con la interacción de largo alcance. La fuerza de van der Waals es en primera aproximación no isótropa (no tiene una dirección preferente) pero sí aditiva. Es decir, la fuerza total entre dos grupos de átomos es la suma de cada par de fuerzas entre los mismos.

Tomando una muestra y la punta del AFM como ejemplo, no sólo los átomos vecinos al vértice de la punta contribuyen a la fuerza de van der Waals, sino que las fuerzas de átomos que se encuentran alejados del punto de interacción también han de tenerse en cuenta. De esta forma, la interacción total se podrá obtener integrando a todo el espacio. El potencial de interacción existente entre un elemento diferencial de volumen

de la punta dV_A y un elemento diferencial de volumen de la muestra dV_B puede ser escrito como

$$dU_{vdW} = -\frac{C\rho_A\rho_B}{|r_A - r_B|^6}dV_AdV_B \quad (2)$$

siendo ρ_A y ρ_B las densidades atómicas de la punta y la muestra respectivamente. Si aproximamos la punta a una esfera con radio R y la muestra como un conjunto sólido semi-infinito [24] e integramos la Ec.2, el potencial de interacción de van der Waals resulta en

$$U_{vdW} = -\frac{HR}{6D} \quad (3)$$

donde R es el radio de la punta, D la distancia punta-muestra medida desde el extremo de la punta y H es la constante de Hamaker, que se define como $H = \pi^2 C \rho_A \rho_B$, siendo C el coeficiente en el potencial átomo-átomo en la Ec.1. Los valores típicos para la constante de Hamaker están en el rango de unos pocos eV [25]. Teniendo en cuenta que $F = -\vec{\nabla}U$, la fuerza de van der Waals entre la punta y la muestra es

$$F_{vdW} = -\frac{HR}{6D^2} \quad (4)$$

Por ejemplo, para una punta de radio $R = 30$ nm, la fuerza de van der Waals en el vacío a una distancia $D = 0,5$ nm es del orden de $F_{vdW} = 2$ nN [26]. Para distancias punta-muestra mayores a 1 nm la fuerza de van der Waals es la más intensa [23].

2.1.1.2 Fuerzas de corto alcance

Las fuerzas de corto alcance son de naturaleza química, y provienen de la superposición de la función de onda electrónica y de la repulsión de los núcleos iónicos. Por ello, su rango de influencia es menor que 1 nm. Estas fuerzas pueden ser tanto repulsivas como atractivas. Las fuerzas son atractivas cuando el solapamiento de las ondas electrónicas reduce la energía total, situación similar a la explicación del enlace molecular.

Cuando los átomos de la punta y la muestra se acercan a distancias menores que las del enlace químico, la repulsión entre las capas internas de electrones se vuelve importante. Existe también una componente cuántica llamada repulsión de Pauli. De una forma simple, el principio de exclusión de Pauli establece que dos electrones de un mismo átomo no pueden ocupar el mismo estado. En la región de solapamiento entre los átomos, los estados electrónicos son parcialmente compartidos. Dado que los estados de baja energía están todos llenos (capa cerrada), estos electrones adicionales del otro átomo tienen que desviarse a estados de mayor energía, lo que produce una interacción repulsiva, si las funciones de onda de los electrones de dos átomos neutros con capas cerradas interfieren entre si. El tratamiento de la repulsión de Pauli es mucho más complejo y aquí se introduce solo de forma cualitativa, debiendo aplicarse el principio de exclusión. La función de onda multielectrónica debe ser antisimétrica con el intercambio de dos electrones.

Todos estos efectos de corto alcance han de ser incluidos en un tratamiento con la ecuación de Schrödinger. Sin embargo, una solución exacta es muy compleja de alcanzar excepto para casos muy simplificados. Debido a esto, potenciales como el de Lennard-Jones o el de Morse han sido introducidos para involucrar y tener en cuenta estas fuerzas a corto alcance de manera aproximada y cualitativa, y son los que utilizaremos para comprender el funcionamiento del AFM.

2.1.1.3 Potencial de Lennard-Jones

Como se ha comentado, un modelo frecuentemente utilizado es el potencial de Lennard-Jones, que será el que utilicemos para describir las interacciones entre la punta y la muestra. Este potencial describe la interacción entre dos átomos neutros y consiste en un término que describe la parte atractiva de la interacción (van der Waals) y una parte que describe las interacciones repulsivas

$$U_{LJ}(r) = 4U_0 \left[\left(\frac{R_a}{r} \right)^{12} - \left(\frac{R_a}{r} \right)^6 \right] \quad (5)$$

donde U_0 es la profundidad del pozo de potencial, r la distancia entre átomos y R_a la distancia a la cual $U_{LJ}(r)$ es cero.

En la Fig.2.1.1 a) se muestra el potencial de Lennard-Jones con una línea roja, así como sus dos contribuciones, la parte atractiva $-1/r^6$ (en verde) y la parte repulsiva $1/r^{12}$ (en azul). Mientras que el potencial de Lennard-Jones pretende modelizar la interacción entre dos átomos neutros, también es válido para describir las principales características de la interacción punta-muestra en AFM: Interacción atractiva a distancias largas hasta alcanzar un mínimo de potencial y luego fuerzas repulsivas muy intensas a distancias cortas.

El potencial de Lennard-Jones y su correspondiente fuerza $F = -\frac{\partial U}{\partial r}$ así como el gradiente de la fuerza (que es importante en modos de medición dinámicos de AFM) se representan en la Fig.2.1.1. La forma de las curvas es muy similar, pero desplazada hacia la derecha, ya que el cero del gradiente del potencial (fuerza) está en el mínimo del potencial, y el cero del gradiente de la fuerza está en el mínimo de la fuerza. El límite entre el régimen atractivo (fuerza negativa) y el régimen repulsivo (fuerza positiva) se indica con una línea discontinua, y ocurre donde la fuerza cambia de signo. En concreto en el punto de máxima profundidad del potencial U_0 .

En definitiva, cuando la punta afilada colocada sobre el extremo de la micropalanca escanea la muestra bidimensional, las interacciones punta-muestra producen una respuesta mecánica en el movimiento del *cantilever* (Fig.2.1.2 b). La medida de esta respuesta permite el análisis de las diversas fuerzas de interacción, como las fuerzas electrostáticas y magnetoestáticas de largo alcance, así como las fuerzas químicas de corto alcance. Los rangos de influencia de cada fuerza dependen de la distancia y se presentan en la Fig.2.1.2 c).

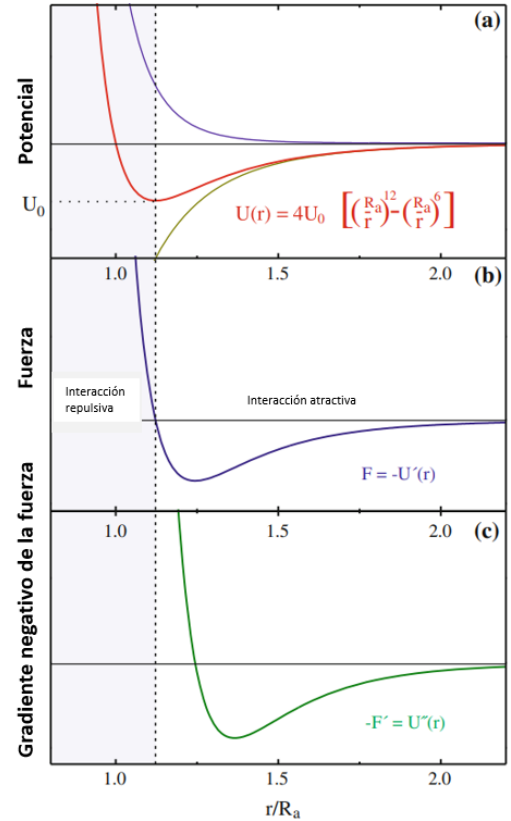


Figura 2.1.1: a) Potencial de Lennard Jones como modelo para la interacción punta-muestra. b) Fuerza correspondiente al U_{LJ} . c) Gradiente negativo de la fuerza F_{LJ}

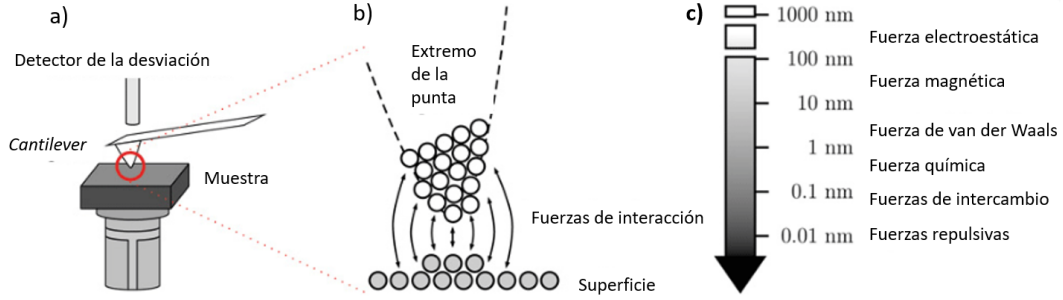


Figura 2.1.2: a) Esquema de una superficie plana escaneada con una punta afilada. b) A distancias pequeñas, la estructura atómica de la punta y la muestra se vuelven muy importantes. c) Al acercarse a la superficie desde una altura en la dirección z , se detectan varias fuerzas de largo y corto alcance (interatómicas) dependientes de la distancia, cada una será dominante dependiendo del rango en el que nos encontremos.

2.1.2. Modos de medida AFM

Se puede hacer una clasificación de los métodos principales de AFM para adquirir las imágenes en dos grupos: modo contacto y modos dinámicos [27]. En el modo contacto del AFM, la punta del microscopio está en contacto continuo con la muestra durante la exploración de la superficie. Se mide la fuerza de interacción entre la punta y la muestra, lo que proporciona una alta resolución topográfica y detección de propiedades mecánicas, como la dureza y adhesión de la muestra. Los modos dinámicos del AFM incluyen el AM-AFM (*Amplitude Modulation AFM*) y el FM-AFM (*Frequency Modulation AFM*). En el AM-AFM la punta vibra cerca de su frecuencia resonante mientras interactúa con la muestra, y se mide la amplitud de esta vibración. Esto permite una sensibilidad mejorada para la detección de fuerzas débiles y propiedades de la muestra como la elasticidad y la viscoelasticidad. Por otro lado, en el FM-AFM, se controla la frecuencia de resonancia de la punta mientras se escanea la muestra, [26], [23].

2.1.2.1 Contacto

La microscopía de fuerzas en modo contacto, se basa en la medición de la desviación del *cantilever* estático, durante un barrido de la muestra en la dirección xy . Las imágenes topográficas se registran escaneando de forma que la punta realiza un barrido sobre la muestra, manteniendo una fuerza constante mediante un sistema de retroalimentación. La interacción y desviación que sufrirá la micropalanca se corresponde a una fuerza normal de repulsión con la muestra, que puede ser calculada conociendo la constante de fuerza de la micropalanca (Fig.2.1.3)

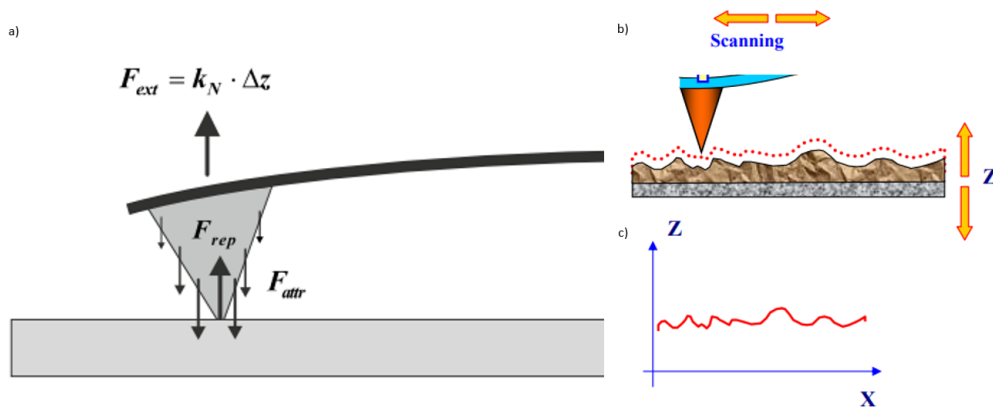


Figura 2.1.3: Equilibrio de fuerzas en modo contacto. Las fuerzas de largo alcance entre la punta y la muestra se combinan con las fuerzas repulsivas de corto alcance a esta distancia de contacto. Esto provoca una fuerza neta normal repulsiva, que será corregida con el sistema *lock-in*.

Las fuerzas repulsivas se intensifican cuando la distancia punta-muestra disminuye para el contacto. Consecuentemente el sistema de retroalimentación deberá proporcionar un voltaje externo para que el *cantilever* siga midiendo en un régimen de contacto con una fuerza constante. De esta forma, esas diferencias de potencial se traducirán en una imagen con relieve topográfico $\Delta V = f(z)$ [28].

El inconveniente de las técnicas de contacto en AFM es la interacción mecánica directa de la punta con la superficie. Este hecho provoca con frecuencia la rotura de puntas y daños en la superficie de las muestras a medir. Por tanto, estas técnicas no son apropiadas para el análisis de muestras blandas como pueden ser materiales orgánicos, biológicos u otros objetos. Este tipo de objetos se estudian con mayor éxito utilizando un *cantilever* oscilante separado de la muestra. Estas técnicas reducen fuertemente la influencia mecánica de la punta en la superficie durante el escaneo. En nuestro estudio de dispositivos ópticos, se ha utilizado este método que explicamos a continuación.

2.1.2.2 Contacto intermitente - *Amplitude Modulation*

Como modo alternativo de medición, la amplitud del *cantilever* oscilante puede servir como parámetro de control en la microscopía de fuerzas (Fig.2.1.4 b). Para detectar cambios en la amplitud y en la fase de las oscilaciones de la micropalanca, se requiere una alta sensibilidad y estabilidad en la retroalimentación. En la práctica, el modo de semi-contacto (también llamado modo de contacto intermitente o *tapping mode*) se utiliza más frecuentemente. En esta técnica, se excita a la micropalanca induciéndola a oscilar cerca de una frecuencia de resonancia, manteniendo una amplitud constante, que suele variar entre 10 – 100 nm [29]. La amplitud es reducida debido a contactos intermitentes en cada ciclo del escaneo (Fig.2.1.4 a))

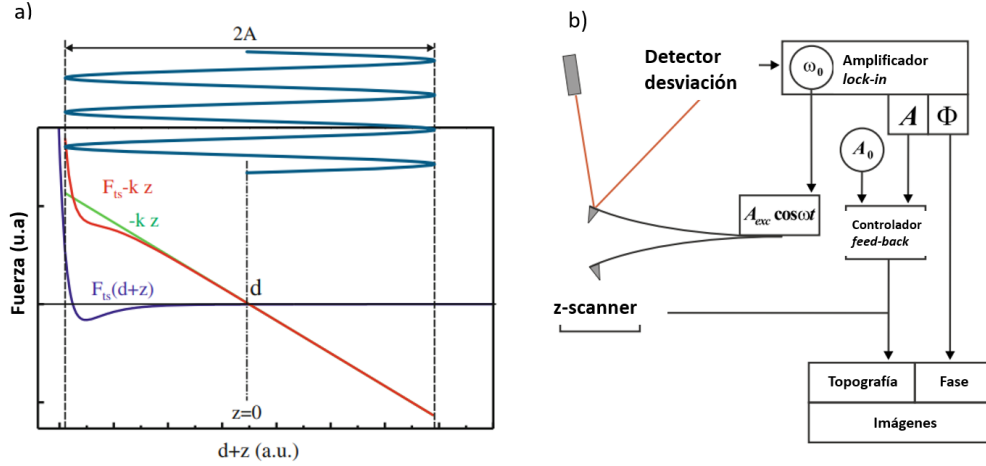


Figura 2.1.4: a) Dependencia de la fuerza del *cantilever* con la distancia (línea recta verde), fuerza punta-muestra (línea azul) y fuerza total (línea roja) en función de la distancia momentánea punta-muestra $d+z$. En el modo *tapping*, el rango $2A$ es tan amplio que se extiende desde una fuerza punta-muestra prácticamente nula en el medio de la oscilación hasta llegar al punto de retorno siendo influido por las fuerzas en régimen repulsivo. La fuerza total muestra un comportamiento no lineal correspondiente a un oscilador anarmónico. A pesar de esto, la trayectoria de oscilación sigue siendo sinusoidal (Fig.[23]. b) Sistema de *Amplitude Modulation*, el controlador da *feedback* en función de la desviación detectada en el *cantilever* para mantener la amplitud de oscilación constante moviendo el *z-scanner*.)

El *Tapping Mode* controla que la amplitud de oscilación del *cantilever* en resonancia se mantenga constante, con un sistema de retroalimentación que da *feedback* a las variaciones que se producen debidas a la interacción punta-muestra. Durante el proceso de escaneo, se registran los cambios de amplitud y fase en las oscilaciones de la micropalanca. La interacción del *cantilever* con la superficie consiste principalmente en las fuerzas en régimen atractivo de van der Waals más la fuerza elástica que se añade durante el contacto.

La ventaja de este modo es que las fuerzas laterales se reducen considerablemente en comparación con el modo de contacto, mientras que la resolución alcanzada es similar. Para conseguir ignorar estas fuerzas, es necesario que el *cantilever* oscile con amplitudes grandes, en nuestro caso serán del orden de 1 – 10 nm, de acuerdo con [30].

2.1.2.3 Kelvin Force Microscopy - KFM

Dentro de las técnicas de medición en AFM, una de las más importantes y extendidas es la microscopía Kelvin (KFM). Permite la obtención de mapas de potencial eléctrico a escala nanométrica en la superficie de la muestra. Este modo es muy interesante ya que proporciona información detallada sobre las propiedades eléctricas locales, como pueden ser la distribución de cargas y la función trabajo de los materiales.

El objetivo es medir la diferencia de potencial de contacto entre la punta del microscopio y la muestra. Para entenderlo describiremos los fundamentos del método Kelvin a nivel macroscópico entre dos metales.

Supongamos que se tienen dos metales diferentes con función de trabajo distinta. En este caso, ambos metales comparten un mismo nivel de energía en el vacío, pero sus niveles de Fermi no están alineados, debido a que tienen distintas funciones trabajo (Fig.2.1.5 a). Imaginemos que estos dos metales se conectan (e.g. con un cable) o entran en contacto de tal forma que los electrones pueden moverse libremente de un metal a otro (Fig.2.1.5 b). En ese caso, ambos metales compartirán el mismo nivel de Fermi.

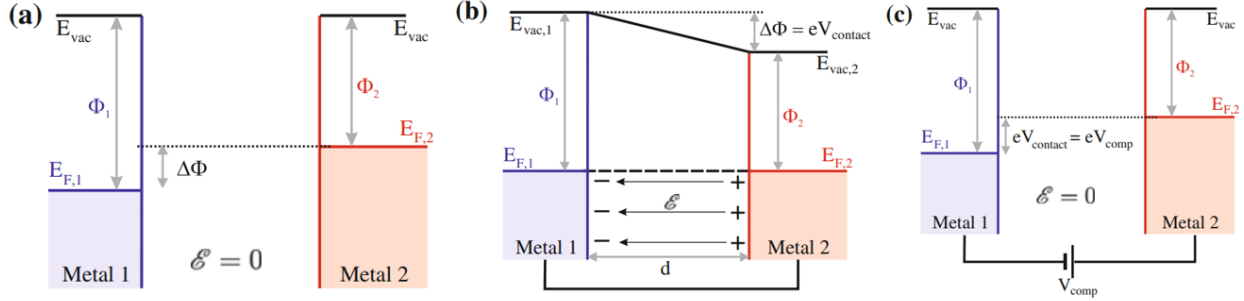


Figura 2.1.5: a) Diagrama de energía potencial de dos metales separados con funciones de trabajo ϕ_1 y ϕ_2 que comparten el mismo nivel del vacío. b) Si los dos metales se conectan, pasarán a tener el mismo nivel de Fermi. El movimiento de cargas produce un gradiente de potencial que compensa la diferencia de funciones trabajo. c) Las cargas superficiales y su correspondiente campo eléctrico ε se desvanecen si se aplica un voltaje de compensación igual al potencial de contacto $V_{contacto} = \frac{1}{e}\Delta\phi$ entre ambos metales

Dado que inicialmente los niveles de Fermi no estaban alineados, los electrones fluyen a través del cable desde el metal con mayor E_F hasta alcanzar el equilibrio. Esta transferencia de electrones produce un campo eléctrico ε entre ambos metales. Además, esa densidad de carga de la superficie induce un potencial $V_{contacto}$. En la condición de equilibrio se tiene

$$eV_{contacto} = \Delta\phi \quad (6)$$

La Ec.6 sugiere una manera simple de medir la función de trabajo de un metal: medir el potencial de contacto (relativo respecto a un metal con función trabajo conocida). Sin embargo, Lord Kelvin introdujo otra manera sencilla de medir el potencial de contacto mediante un método capacitivo. Dos muestras (en nuestro caso serán la punta del *cantilever* y la muestra a medir) se colocan de tal manera que ambas superficies forman un condensador de dos placas y un voltaje externo V_{comp} se aplica entre las superficies. La diferencia de potencial V se puede escribir como

$$V = V_{contacto} - V_{comp} \quad (7)$$

Si bien la microscopía de fuerza con sonda Kelvin es la variante microscópica del método Kelvin, existen algunas diferencias. En el caso macroscópico la distancia entre los dos metales se modula y la corriente capacitiva resultante se mide

$$I = \frac{dQ}{dt} = \frac{dC}{dt}(V_{contacto} - V_{comp}) \quad (8)$$

mientras que en KFM es el voltaje entre la punta y la muestra lo que se modula y la fuerza eléctrica capacitiva lo que se mide. Esto nos permitirá detectar áreas de la muestra con distinta función de trabajo.

La configuración del KFM es idéntica al caso interior, pero colocando una punta metálica. Existe un potencial V entre la punta y la superficie y una capacidad dependiente de la altura $C(z)$. Si se considera el sistema punta-muestra como un condensador, la fuerza eléctrica entre la punta y la muestra es el gradiente de la energía potencial del condensador

$$F_{el}(z, V) = -\frac{\partial E}{\partial z} = -\frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} V^2(t) \quad (9)$$

Al voltaje $V = V_{contact} - V_{comp}$ se le añadirá una componente del sistema de modulación, resultando el potencial total entre la punta y la muestra en $V(t) = V_{contact} - V_{comp} + V_{mod}\cos(\omega_{mod}t)$. De esta forma,

el *cantilever* es controlado por el sistema de retroalimentación respecto a dos aspectos: las fuerzas debidas principalmente a la distancia (topografía) y las debidas a la naturaleza eléctrica del material.

2.1.3. Microscopio utilizado

Se describen los componentes, técnicas de detección y control de movimiento que se utilizan en nuestro microscopio de fuerzas atómicas (AFM).

2.1.3.1 Detección de la dinámica de la micropalanca en AFM

Existen muchas técnicas diferentes para detectar las pequeñas desviaciones y variaciones del *cantilever* debido a las fuerzas de interacción punta-muestra. El método de detección de la desviación del láser que se hace incidir sobre la micropalanca es el más más utilizado en los sistemas AFM [31],[32],[33].

En este método, la fuente de luz láser se enfoca en la parte posterior del *cantilever* con un cierto ángulo. La parte trasera del *cantilever* se recubre de una capa metálica que actúa como un espejo y refleja la luz del láser. La luz reflejada se enfoca de tal manera que llega a un fotodetector sensible a la posición (PSPF). Debido a la desviación del *cantilever*, la posición de la luz reflejada sobre el fotodiodo cambia en función de las interacciones punta-muestra existentes. La diferencia de intensidad entre los cuadrantes del fotodiodo es proporcional a las variaciones de posición de la micropalanca. Con este método se pueden llegar a medir desviaciones subnanométricas [34].

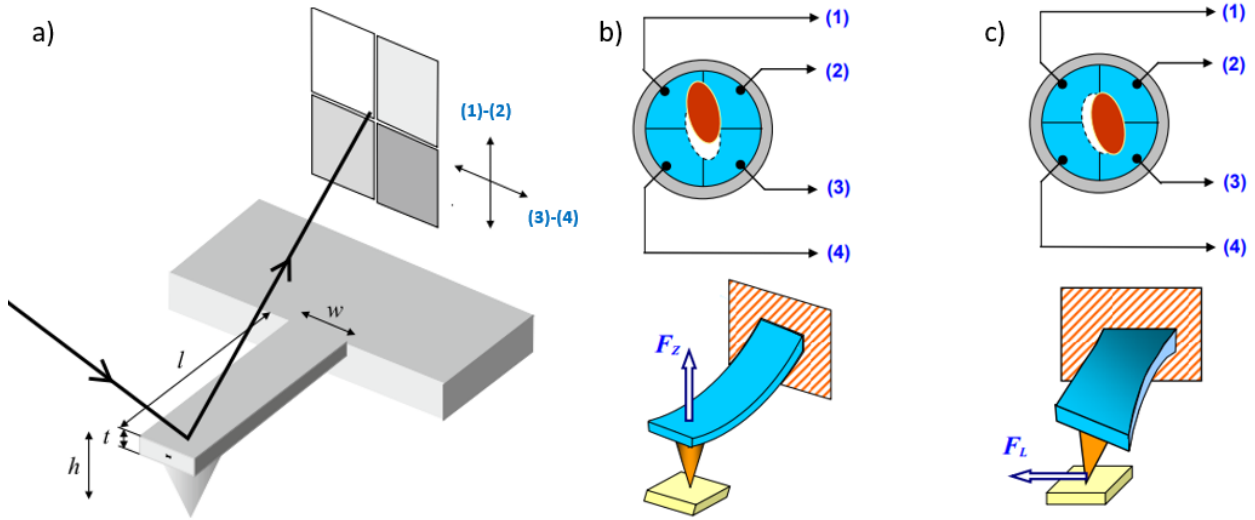


Figura 2.1.6: a) Diagrama esquemático de la detección del láser por el fotodiodo con las dimensiones relevantes del *cantilever*. b) y c): Relación entre los tipos de fuerzas y el cambio de posición del punto en el fotodiodo.

Este sistema óptico de detección de 4 cuadrantes permite medir dos cantidades: la desviación del *cantilever* debido a fuerzas atractivas o repulsivas F_z y la torsión debido a las componentes laterales de las interacciones punta-muestra (Fig.2.1.6 b) y c).

Si los valores de la corriente de referencia sobre el fotodiodo son $I_{01}, I_{02}, I_{03}, I_{04}$ y I_1, I_2, I_3, I_4 son los valores de corriente medidos tras el cambio en la posición del *cantilever*, entonces la diferencia de corriente en cada uno de los cuadrantes $\Delta I_i = I_i - I_{0i}$, caracterizará la magnitud y dirección de la desviación y torsión del *cantilever*. Estos cambios en el fotodiodo, son utilizados como el parámetro de *input* en el sistema de retroalimentación y dependiendo del modo de medición que se utilice dará un *feedback* determinado para compensar esas variaciones, en nuestro caso en concreto, será modificando la posición del *cantilever* mediante electroimanes (Sección 2.1.3.2), siendo el método más empleado el basado en piezoeléctricos.

2.1.3.2 Voice Coil Scanners

El sistema de retroalimentación y movimiento es fundamental en el AFM. Los mecanismos más establecidos involucran piezoeléctricos, materiales que varían sus dimensiones cuando se les aplica un voltaje, y se utilizan para controlar el movimiento preciso de la punta y para hacer un barrido de la muestra. Sin embargo, vamos a explicar el sistema que funciona en nuestro *set up*.

Los AFM con *Voice Coil Scanners* son completamente diferentes a los piezoeléctricos. Se puede crear una fuerza de Lorentz variable entre un imán permanente y una bobina aplicando corriente eléctrica a la bobina para así mover la micropalanca con precisión. Este sistema de *feedback* no requiere de fuentes de voltaje altas para funcionar (abaratando sustancialmente el coste del microscopio) y no sufre problemas de histéresis como los escáneres piezoeléctricos.

El sistema de electroimanes *Voice Coil* es utilizado como método de precisión para mover el *scanner* en el microscopio utilizado en este TFG, un AFM comercial de *Nanomagnetics*, concretamente el modelo ezAFM+. Está compuesto por una serie de bobinas que permiten mover la plataforma y el *cantilever* en las 3 direcciones espaciales con precisión nanométrica. Un *Voice Coil* consiste en un imán permanente y una bobina, que actúa como un electroimán (Fig.2.1.7)

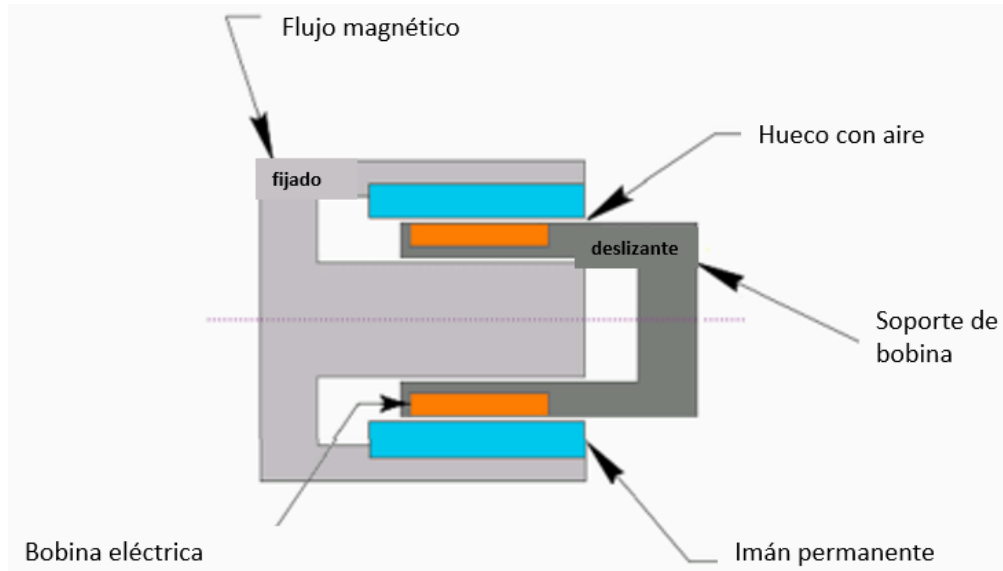


Figura 2.1.7: Esquema de la disposición del AFM. Se colocan una bobinas que funcionarán como electroimanes, sobre una plataforma deslizante con libertad de movimiento, y entre dos imanes permanentes. Estos *Voice Coil* irán acoplados a la micropalanca y permitirán reajustar su posición espacial en función de la corriente eléctrica que reciban, y del *feedback* que devuelva el sistema, en nuestro caso para mantener una amplitud de oscilación de la micropalanca constante. (Figura modificada de [35])

Cuando la corriente comienza a pasar a través de la bobina móvil, se genera una fuerza entre la bobina móvil y el electroimán. Según el principio de Lorentz [33] esta fuerza puede ser escrita como

$$F = k \cdot B \cdot L \cdot N \cdot I \quad (10)$$

siendo k una constante, L la longitud de la bobina, N el número de espiras e I la intensidad de corriente que pasa a través de la bobina, que se modula en función del *feedback* de movimiento que el sistema quiera dar según las interacciones punta-muestra que ocurran.

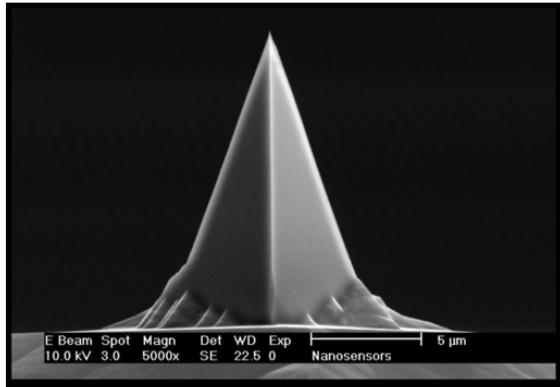
En resumen, el AFM utilizado en este TFG funciona de la siguiente manera: la micropalanca que se encuentra oscilando con una amplitud constante (en el rango 1 – 10 nm) en modo de contacto intermitente,

sentirá fuerzas de interacción con la muestra, las que harán que cambie su amplitud, puesto que se encuentra cerca de su frecuencia de resonancia y es muy sensible a variaciones. Esas variaciones se traducirán en un desvío de la luz reflejada del láser que incide sobre el *cantilever* y que recoge el fotodiodo. El sistema proporcionará un *feedback* en forma de corriente eléctrica a los *Voice Coil Scanner* que se traducirá en un campo inducido en los electroimanes, que harán que se mueva la micropalanca, de forma que recupere un punto con oscilación constante. La medida de estos cambios en la amplitud de oscilación y lo necesario para recuperar su estado constante, será lo que nos proporcione las imágenes topográficas y otras propiedades de la superficie. En el caso de nuestro AFM, el movimiento del *z-scanner* se traducirá en función de las señales medidas del fotodiodo. Nuestro dispositivo trabaja con un factor de conversión en el movimiento del eje *z* de $k_z = 29217,0 \text{ Å/V}$ lo que equivale a $2,92 \text{ nm/mV}$. También existen otros dos sistemas *Voice Coil* para mover en direcciones *x* e *y*, siendo sus factores de calibración de $k_x = 18,15 \text{ Å/V}$ y $k_y = 19,45 \text{ Å/V}$ respectivamente.

2.1.3.3 Preparación de la punta y el *cantilever*

Actualmente, la mayoría de micropalancas con puntas integradas se fabrican con métodos establecidos de la industria de semiconductores. Las puntas (*tips*) más utilizadas son de nitruro de silicio y están disponibles comercialmente. El ápice de la punta suele terminar en forma triangular. A menudo es posible encontrar las puntas ya acopladas a micropalancas con distintas constantes de fuerza. Típicamente los radios de la punta (el pico se aproxima a una semiesfera) se encuentran en el rango entre 10 y 50 nm. El revestimiento de oro o aluminio de las micropalancas proporciona alta reflectividad, que se utiliza para implementar métodos de desviación de haz láser (sección 2.1.3.1). En nuestro caso, se han utilizado puntas comerciales de la marca *Nanosensors* y *AppNano* [36].

a)



b)

Cantilever data:

Property	Nominal Value	Specified Range
Resonance Frequency [kHz]	330	204 - 497
Force Constant [N/m]	42	10 - 130
Length [μm]	125	115 - 135
Mean Width [μm]	30	22.5 - 37.5
Thickness [μm]	4	3 - 5

Figura 2.1.8: a) Imagen SEM (*Scanning Electron Microscopy*) de una punta de Si, valores del radio menores a 10 nm. b) Parámetros de uno de los modelos de micropalanca más usados (PPP-NCHR), con una frecuencia de resonancia de 330 kHz y una constante de fuerza de 42 N/m

La selección del *cantilever* se realiza en base al modo de medida que se quiere utilizar. En modos dinámicos se utilizan micropalancas más cortas y con una constante de fuerza mayor, mientras que en modos de contacto se usan *cantilevers* más flexibles. En nuestro caso, se ha utilizado para el modo dinámico una punta de la marca *AppNano* con frecuencia de resonancia de 190 kHz, una constante de fuerza de 58 N/m, una longitud de 225 μm y un grosor medio de $7,8 \text{ μm}$.

2.2. Procedimiento experimental

En esta sección se detalla el equipo en concreto que se ha utilizado así como la forma en que se han preparado las muestras de dispositivos ópticos que se van a analizar.

2.2.1. Set up

Todo el sistema utilizado para llevar a cabo el procedimiento de medida y la toma de datos es de Nano-Magnetics Instruments. Concretamente se ha usado el ezAFM+, un microscopio de fuerza atómica que puede medir la topografía y las características mecánicas, eléctricas y magnéticas de materiales a escala nanométrica. El sistema consta de un cabezal de escaneo que opera utilizando el controlador y el *software* propio que proporciona ezAFM+.

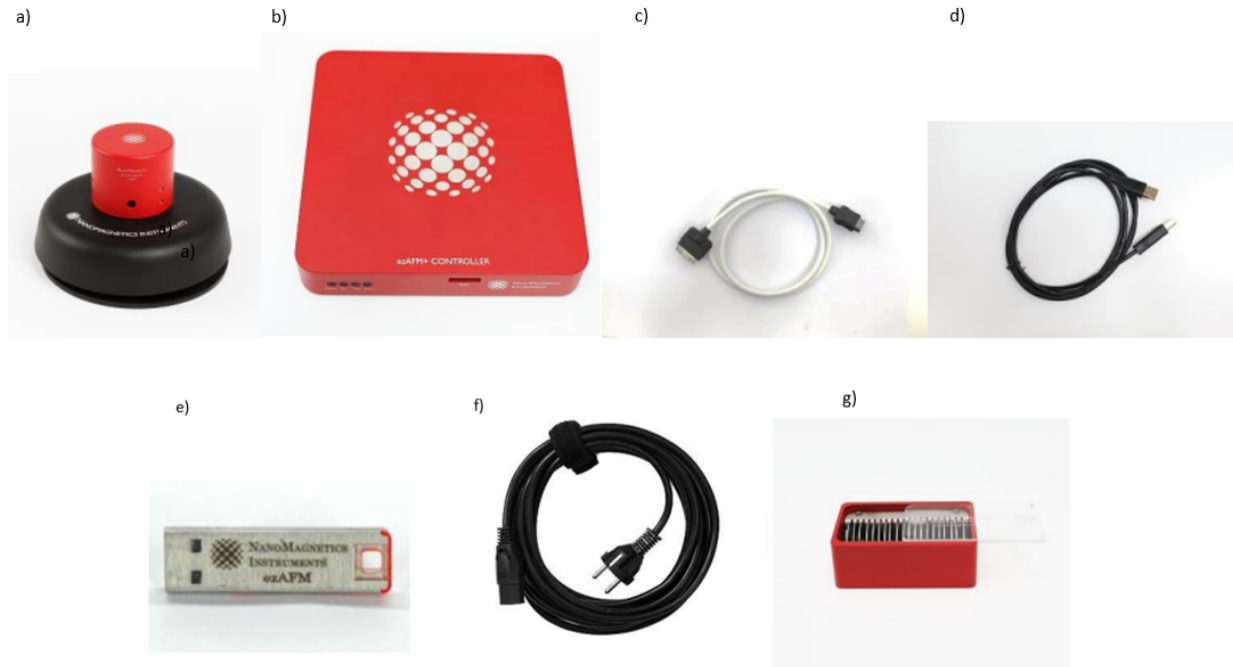


Figura 2.2.1: Componentes del ezAFM. a) ezAFM junto con la unidad de aislamiento de vibraciones b) Controlador c) Cable principal AFM d) Cable USB $\times 2$ e) Memoria *flash* f) Cable de alimentación g) Caja con portamuestras con imanes que acoplan al AFM. [37]

Por propio diseño, el dispositivo AFM es resistente a las vibraciones de ambiente. Sin embargo, para un rendimiento óptimo en el proceso de medición y para evitar interferencias o posibles fuentes de error, hay que colocar el *set up* de forma adecuada. En nuestro caso, se ha colocado sobre una plataforma suspendida en aire, con 4 cuerdas elásticas de altura regulable para evitar inestabilidades mecánicas que se puedan producir al apoyarse en la mesa (Fig.2.2.2 a) y para amortiguar frecuencias exteriores que pudieran alterar la medida. Para llevar a cabo la medida, hay que seleccionar la micropalanca adecuada en función de la naturaleza de la muestra y el modo de medida que se va a llevar a cabo (Fig.2.2.2 e).

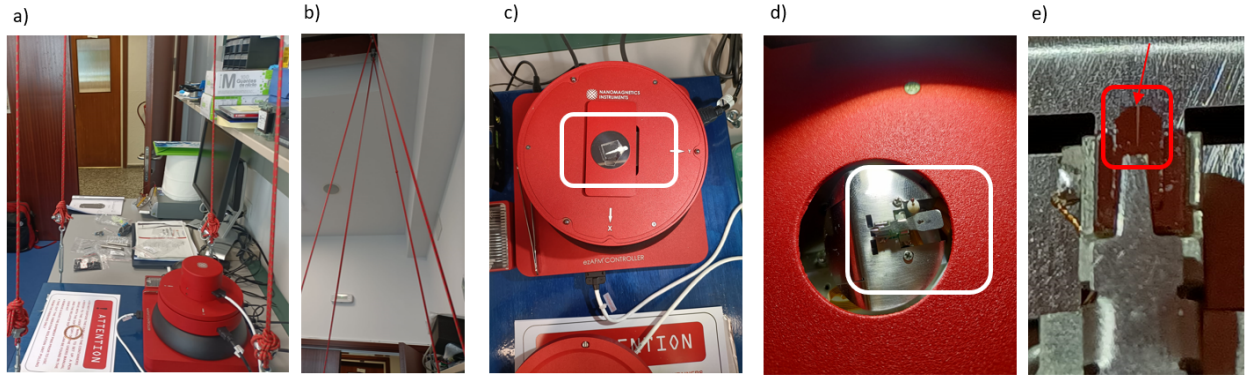


Figura 2.2.2: a) Imagen del AFM colocado sobre una plataforma suspendida a altura regulable b) Cuerdas ancladas a una viga transversal de las cuales cuelga la plataforma, su altura es regulable y su longitud la adecuada para amortiguar vibraciones de la mesa. c) Fotografía de la parte interior de la plataforma del microscopio, se recuadra en blanco el portamuestras con un fragmento de DVD-R para analizar. d) Imagen del AFM donde se señala la estructura donde se tiene que acoplar la micropalanca. Esta es inducida a oscilar cerca de su frecuencia de resonancia por un pequeño elemento piezoeléctrico montado en el soporte de la punta del AFM [37]. e) Estructura sobre la que se encuentra el *cantilever*, se puede distinguir y se señala una pequeña línea, se corresponde con la micropalanca oscilante.

2.2.2. Preparación de muestras

Para realizar las medidas, se han tomado tres dispositivos ópticos distintos que integran las características, formatos y estructuras que se han introducción en la Sección 1. Para poder medirlos correctamente, hay que realizar una preparación adecuada de cada una de las muestras, teniendo en cuenta las capas que forman el disco y en que zona se va a querer medir aproximadamente.

Los dispositivos ópticos elegidos han sido dos DVD (*Digital Versatile Disc*) y un CD (*Compact Disc*):

- DVD-R: grabable de una sola vez, localización del láser de escritura mediante ATIP.
- DVD+R: grabable de una sola vez, localización del láser de escritura mediante ADIP.
- CD-RW: reescribible.

En primer lugar se prepararon ambos DVD, ya que a nivel macroscópico y de preparación eran exactamente iguales, luego seguimos el mismo procedimiento. Como se ve en la Tabla 1, los DVD constan de dos capas de plástico que protegen zonas intermedias.

	CD	DVD
Espesor [mm]	1,2	$2 \times 0,6$
Diámetro [mm]	120	120
Láser de lectura [nm] λ	780	650
Separación <i>tracks</i> [μm]	1,6	0,74
Longitud mínima del <i>pit</i> [μm]	0,84	0,40
Velocidad de grabado [ms^{-1}]	1,21	3,49
Capacidad de almacenamiento efectiva [MBytes]	682	4700

Tabla 1: Parámetros característicos del CD y el DVD.

El DVD esta compuesto por dos capas de plástico (A y B) de materiales transparentes, por una capa reflectante (S) y un tinte (C) en medio. Los *tracks* están en el lado interior de la capa B. Por otra parte, el CD consta de una única capa de policarbonato sobre la cual se encuentra la plantilla con los *tracks* (el material sobre el que se escribe depende de su formato), sobre esta se deposita una capa de laca protectora y la pegatina.

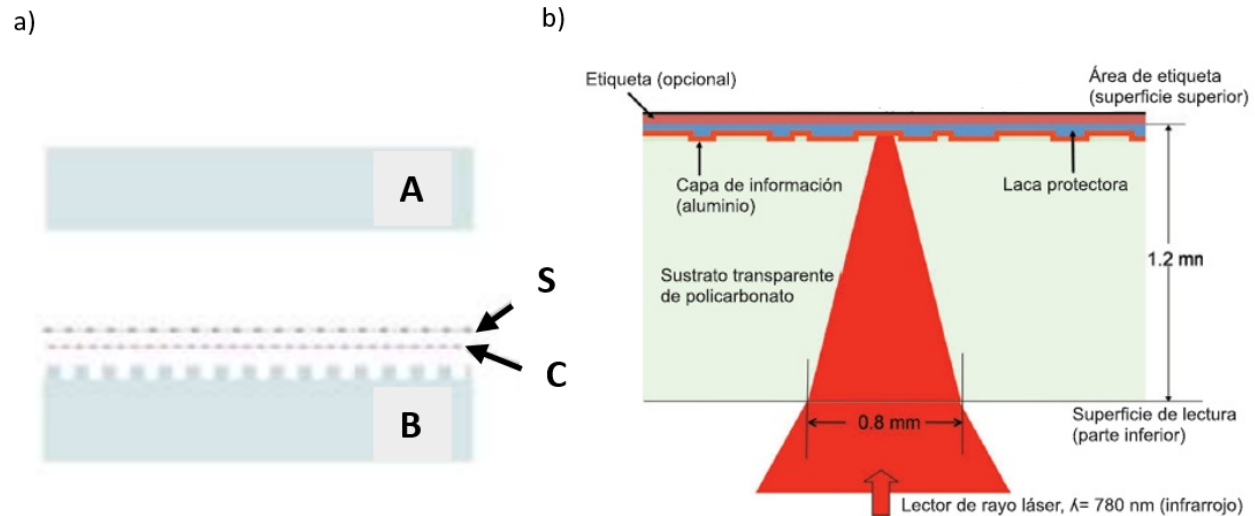


Figura 2.2.3: a) Estructura DVDs analizados. Se componen de dos placas de plástico de materiales transparentes, una capa reflectante S y un tinte C. b) Estructura CD analizado. Se observa como el láser de lectura incide sobre el dispositivo atravesando el sustrato transparente de policarbonato hasta llegar a las pistas de grabado donde se encuentra la información del disco.

El procedimiento que se ha seguido para preparar las muestras de los DVD esta compuesto de los siguientes pasos:

1. En primer lugar, para el DVD-R se ha raspado el borde del disco con un pequeño cúter afilado, para quitar el pegamento que une ambas capas. En el caso del DVD+R se realizó un corte en dirección radial directamente, lo que facilitó más la separación de las capas a posteriori.
2. Usando el cúter de nuevo, se introduce la punta entre la 2 capas transparentes haciendo que penetre en la zona intermedia para despues hacer palanca e ir separándolas poco a poco, pues existe cierto riesgo de rotura. Nos quedaremos con la capa B cubierta de tinte morado que es donde está grabada la información.
3. Se retira el adhesivo, que funciona además como capa reflectante despegándolo con cinta americana.
4. Se lava la superficie del disco con unas gotas de isopropanol para quitar el tinte y el pegamento sobrante de pasos anteriores. También se probó en otra zona del dispositivo con acetona, pero esta dañaba la superficie. Se baña la superficie en alcohol dos o tres veces y se espera a que se evapore. En primera instancia se secó el disco con papel, y pequeños fragmentos quedaron pegados como se ve en la Fig.2.2.4 d). Es de suma importancia limpiar bien con alcohol el exceso de pegamento, y esperar a que se evapore en vez de secar manualmente, porque sino quedarán restos de papel que contaminarán nuestra muestra y alterarán el proceso de medición.
5. Aclaramos con agua o disolvente neutro la superficie para retirar el exceso y acumulación de tinte que se haya podido formar y se espera a que seque.
6. Se selecciona el área que se va a analizar y se recorta con tijeras una pequeña zona, intentando no astillar el policarbonato realizando un corte limpio. Se ha probado con varias dimensiones, normalmente alrededor de $1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}^2$, puesto que tiene que entrar en la plataforma.
7. Por último, se coloca la muestra sobre el portamuestras metálico del AFM y se pega con un pequeño trozo de cinta de doble cara para que no se desplace o mueva a la hora de realizar el barrido o *scanning*.

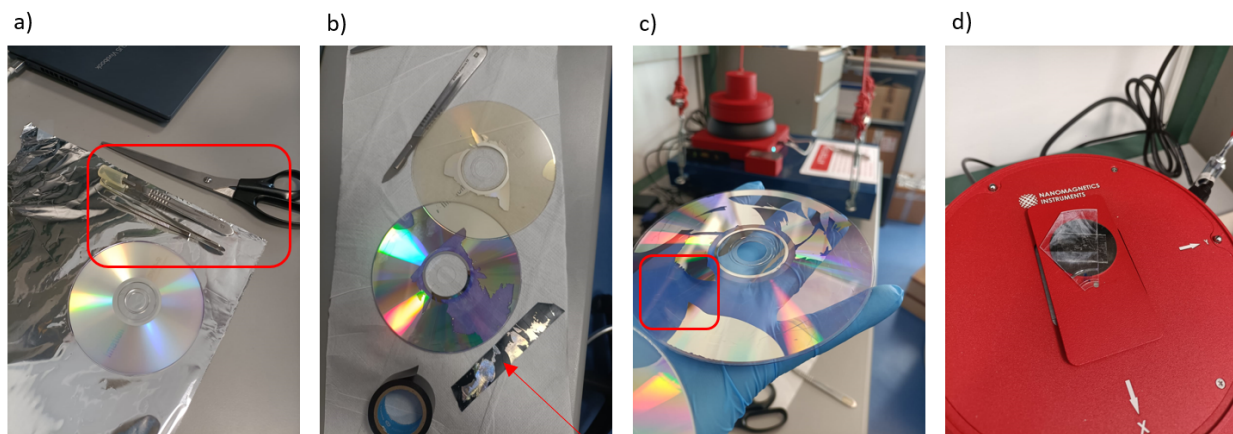


Figura 2.2.4: a) Cúter, pinzas y tijeras para la preparación del DVD. b) Cinta utilizada para quitar el adhesivo que actúa como capa reflectante una vez se han separado las capas del dispositivo. c) Zona limpia tras aclarar con isopropanol, región candidata para analizar. d) Muestra colocada en AFM, contaminada con trozos de papel.

Es importante durante todo el proceso trabajar con guantes y tener el mínimo contacto posible con la muestra que se va a analizar para no contaminarla, pues al medir a escalas tan pequeñas, cualquier irregularidad puede afectar la medida.

Para preparar la muestra del CD, se ha procedido de una manera parecida pero con pequeñas variaciones, ya que solo consta de una capa más gruesa. Se han seguido los siguientes pasos:

1. Se despega directamente la capa adhesiva con cinta asilante por el lado superior del CD.
2. Se limpia con alcohol el sobrante de la capa de laca, así como el tinte que pudiera llevar, en este caso para potenciar su conservación y durabilidad ya que se trata de formato “-RW”.
3. Se recorta la zona seleccionada y se coloca sobre el portamuestras como en el caso del DVD, lista para analizar.

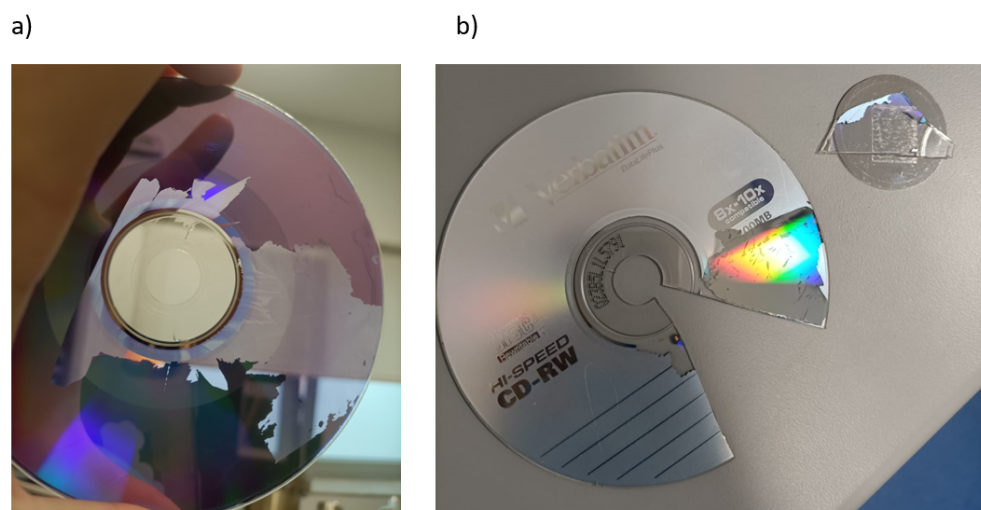


Figura 2.2.5: a) CD escrito parcialmente. b) Fotografía del CD-RW analizado donde se muestra la porción de disco recortada, y a su derecha dicha porción sobre el portamuestras del AFM adherida con cinta de doble cara.

Como se puede observar en la Fig.2.2.5 a), existe una zona más oscura con forma de anillo en el CD que corresponde a información almacenada. La zona escrita ha sufrido un proceso de grabación donde el láser ha cambiado la fase del material y sus propiedades ópticas (*phase change*) y en su paso también ha oscurecido el tinte que lo recubría. Esta característica puede ser de utilidad para identificar a simple vista si el dispositivo está grabado o no, aunque no es del todo determinante, puesto que depende del proceso de fabricación del disco y de los tintes que se hayan utilizado para su recubrimiento. Puede dar lugar a confusión, sobre todo en dispositivos grabables de una sola vez como pueden ser los CD-R, que hayan sido producidos industrialmente en cadena. En este caso, al tener que realizar un gran número de copias, las propias plantillas (*stamper*) que producen los *tracks* también llevan incluidos los *pits* topográficos con la información grabada. De esta forma, el disco estaría completo en su totalidad y no se distinguiría por una diferencia de color a simple vista. Es por ello que la mejor manera de comprobar si un dispositivo óptico contiene información grabada será introducirlo en un lector u ordenador.

2.2.3. Toma de datos

Para llevar a cabo el proceso de medida, hay que seguir una serie de pasos previos al barrido de la punta sobre la superficie. La Fig.2.2.6 representa los menús de configuración del programa de medida. Los parámetros de AFM específicos para cada punta y modo se pueden encontrar en el manual [37].

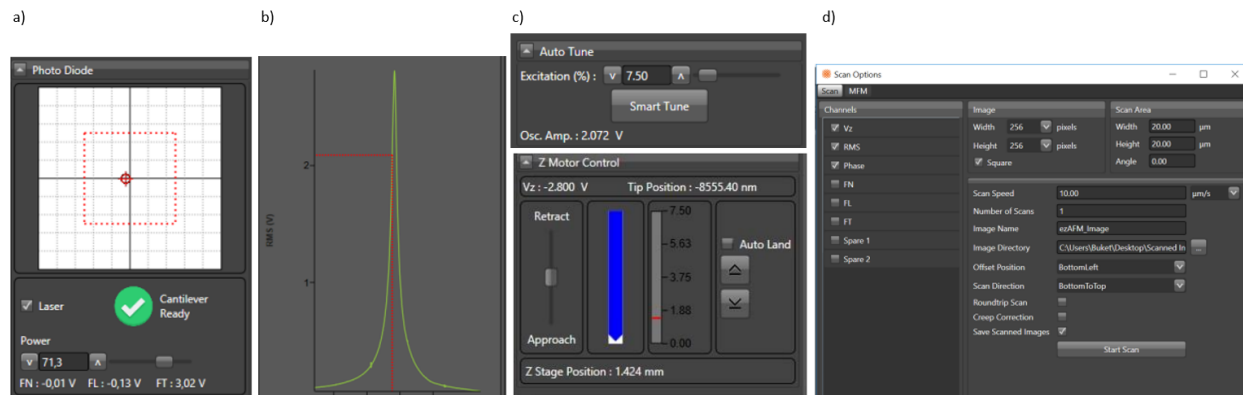


Figura 2.2.6: a) Los cuadrantes del fotodiodo detectan las desviaciones de la micropalanca. Las señales del fotodiodo se utilizan para medir la fuerza y generar las imágenes de la superficie. b) El *cantilever* se excita cerca de su frecuencia de resonancia para mejorar la sensibilidad. c) El láser incide sobre la parte trasera reflectante del *cantilever*. Para escanear hay que aproximar la punta a la muestra. En primera instancia de forma manual con pasos más gruesos, por último con la opción *Auto-Land* con una precisión más fina, para evitar impactar contra la muestra y romper la punta. d) Menú de opciones de escaneo: se configuran parámetros como la velocidad de escaneo y el tamaño de la muestra

En primer lugar se calibra y se alinea el *cantilever* con el láser, esto permite detectar desviaciones de la micropalanca cuando interactúa con la superficie de la muestra. Luego, gracias a una cámara integrada en el AFM, se selecciona la zona a medir, y se aproxima la punta mediante unos motores que permiten el movimiento en 3 direcciones del *cantilever*. Por último, se realiza el escaneo, seleccionando el área y la velocidad de medida. Por lo general, se han tomado las medidas con una velocidad de $1 \mu/s$.

2.3. Tratamiento de imágenes

Las imágenes obtenidas mediante AFM se han analizado con el *software* de código abierto *Gwyddion* [38]. Este tratamiento básico ha consistido principalmente en la corrección del ángulo existente entre la punta y la muestra, que siempre va a existir a escalas de pocos nanómetros pues la punta acaba en forma piramidal. También se han normalizado las alturas topográficas y se han establecido escalas de color para mejorar los contrastes en el relieve y facilitar su posterior análisis. En las imágenes AFM de dispositivos ópticos que se han analizado, tratar de corregir el ángulo de inclinación entre la punta y la muestra es conveniente para distinguir las características superficiales reales de las introducidas por el sistema de medición. Para ello, se ha utilizado una herramienta del *Gwyddion*. Esta opción actúa sobre la imagen aplicando un ajuste con un polinomio de grado dos, de forma que se promedia cada uno de los píxeles y se calcula un plano con un ángulo correspondiente a la inclinación punta-muestra que posteriormente se sustrae.

El polinomio de grado dos (en dos variables) tiene la forma $P(x, y) = ax^2 + by^2 + cxy + dx + ey + f$ donde x, y son las coordenadas de la imagen y a, b, c, d, e, f son los coeficientes que se ajustan durante el proceso. Para ello se selecciona la región, que en nuestro caso será la totalidad de las imágenes y el *software* realiza un ajuste utilizando métodos de mínimos cuadrados. Esto implica encontrar los coeficientes que minimizan la diferencia entre el modelo polinómico y los datos medidos. Una vez ajustado el polinomio, se calcula el valor de este en cada píxel de la imagen y se resta en los datos originales. De esta forma se nivelan los datos topográficos medidos.

También cabe destacar que la imagen topográfica dependerá de la cara del dispositivo sobre la cuál estemos midiendo. Es decir, las zonas más altas (*pits*) serán en realidad agujeros sobre el policarbonato causados por el láser. Se realiza la medida y se presenta de esta manera para diferenciar con mayor facilidad las zonas escritas de las que no, y para destacar la influencia del relieve topográfico, pues el láser de lectura incide desde el lado contrario desde el que incide el de escritura. Luego se ha medido con la micropalanca sobre la superficie en la que incide el láser de lectura. Es por eso, que en el proceso de grabado los *pits* son considerados como “agujeros”, y en el proceso de lectura, donde se estudia la luz reflejada son vistos como “montañas”, como veremos en las representaciones tridimensionales de la superficie en la sección 3.

2.3.1. Transformada de Fourier en el tratamiento de imágenes

La transformada discreta de Fourier o DFT (*Discrete Fourier Transform*) es utilizada en análisis de Fourier. Transforma una función matemática en otra, obteniendo una representación en el dominio de frecuencias, donde somos capaces de estudiar características de la función relacionadas con su periodicidad, fase y oscilación.

La DFT requiere que la función de entrada sea una función discreta y de duración finita, en particular, se puede utilizar en el procesamiento de imágenes digitales y señales como es nuestro caso. Hay que destacar, que para este tipo de aplicaciones, la DFT puede ser calculada de forma eficiente en la práctica utilizando el algoritmo de transformada rápida de Fourier o FFT (*Fast Fourier Transform*) tal y como realizaremos con el *software* de análisis *Gwyddion*. Debemos resaltar por tanto, que hay una diferencia entre la DFT, que hace alusión a una transformación o función matemática (independientemente de como se calcule) mientras que la FFT se refiere a una familia específica de algoritmos para calcular DFTs [39].

La imagen digital que obtendremos midiendo las muestras de los dispositivos de almacenamiento ópticos mediante AFM, no es más que una función bidimensional, finita y discreta. La imagen digital se puede describir como una función $F(x, y)$ donde las coordenadas (x, y) son las variables espaciales y su imagen $Im(F) = \{z : \exists(x, y) \in M \times N / F(x, y) = z\}$ no es más que el valor de la amplitud. También podemos pensarlo como una función que a cada *pixel* le asocia un valor, formando así la imagen que nosotros vemos [40].

La transformada de Fourier de una función continua bidimensional $f(x, y)$ es:

$$F(u, v) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \cdot e^{-j2\pi(ux+vy)} dx dy \quad (11)$$

Esta transformación existe siempre que $f(x, y)$ sea continua e integrable. La transformada de Fourier de una función real $f(x, y)$ consta, en general de una parte real $R(u, v)$ y otra imaginaria $I(u, v)$ de forma que la podemos expresar como:

$$F(u, v) = R(u, v) + jI(u, v)$$

donde j es la unidad imaginaria, o también expresándola en términos de amplitud $|F(u, v)|$ y fase $\phi(u, v)$:

$$F(u, v) = |F(u, v)| = \sqrt{R^2(u, v) + I^2(u, v)} \cdot e^{-j\phi(u, v)}$$

Donde la amplitud y la fase se relacionan con la transformada de Fourier como:

$$|F(u, v)| = \sqrt{R^2(u, v) + I^2(u, v)} \quad \text{y} \quad \phi(u, v) = \arctg \left[\frac{I(u, v)}{R(u, v)} \right] \quad (12)$$

A $|F(u, v)|$ se le conoce normalmente como *espectro de Fourier* o *módulo del espectro* y a $\phi(u, v)$ como su ángulo de fase. Al cuadrado del módulo, se le denomina espectro de energía de $f(x, y)$.

Aplicando esto al caso que nos ocupa, es decir a una imagen digital, se tiene que al tratarse de una función discreta, su transformada de Fourier se obtiene empleando sumatorios en lugar de integrales (realizando el límite del caso discreto reobtenemos la Eq.11), obteniendo la siguiente expresión:

$$F(u, v) = \frac{1}{M \cdot N} \sum_{x=0}^{M-1} \sum_{y=0}^{N-1} f(x, y) \cdot e^{-j2\pi \left(\frac{ux}{M} + \frac{vy}{N} \right)} \quad (13)$$

con $u = 0, 1, 2, \dots, M - 1$ y $v = 0, 1, 2, \dots, N - 1$, donde M representa el número de columnas (píxeles en la dirección x) y N el número de filas (píxeles en la dirección Y). El componente de fase es relevante en cuanto a la estructura espacial de la imagen y contiene información sobre la posición relativa de los componentes y objetos de la imagen. Si la imagen es periódica, es decir, si toma los mismos valores en los bordes superiores e inferiores y en bordes izquierdo y derecho, entonces la DFT también es periódica, y el espectro de potencia es simétrico respecto del origen (es lo que obtenemos con la herramienta del *Gwyddion*).

Una vez se ha presentado la base teórica que fundamenta el uso de la transformada de Fourier en nuestro análisis de imágenes, tenemos que concretar como lo hemos aplicado con el *software* utilizado. En *Gwyddion* tenemos la opción de aplicar estos métodos, y de hecho, lo haremos para obtener los parámetros que caracterizan el tamaño de los *tracks* de los DVD y CD (en la Sección 3), pues son fundamentales en relación a la capacidad de almacenamiento de estos dispositivos.

La manera de proceder en *Gwyddion* para aplicar esta transformada de Fourier es muy sencilla, pues al tener integrado todo el desarrollo mencionado basta con aplicar la herramienta. En primer lugar, seleccionamos la imagen que queremos analizar, después en el menú principal seguimos la siguiente ruta: *Data Process* → *Integral Transforms* → *2D FFT* (Fig.2.3.1 a). Esto implementa el algoritmo de transformada rápida de Fourier, descomponiendo la señal en sus componentes armónicas, lo que nos permite analizar el espectro de frecuencias de la imagen que queremos.

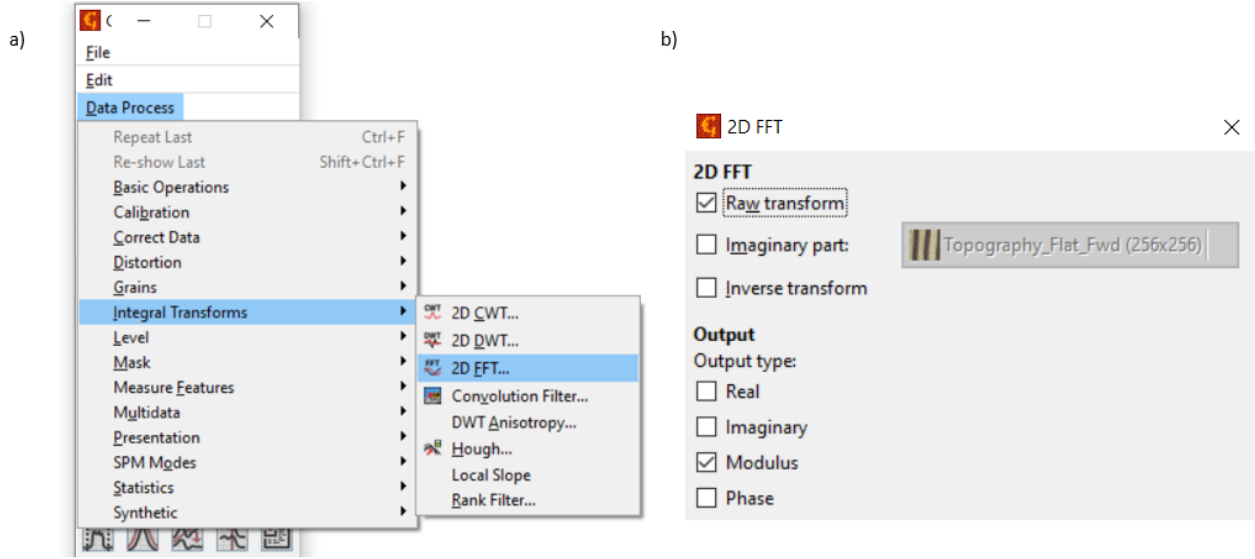


Figura 2.3.1: a) Ruta en *Gwyddion* para implementar la transformada de Fourier en dos dimensiones. b) Opciones posibles de *output*, seleccionamos el módulo

La opción de *2D FFT* proporciona varios tipos de salida:

- *Modulus*: valor absoluto del coeficiente de Fourier complejo, proporcional a la raíz cuadrada de la función de densidad espectral de potencia (PSDF).
- *Phase*: fase del coeficiente complejo (raramente utilizada).
- *Real*: parte real del coeficiente complejo.
- *Imaginary*: parte imaginaria del coeficiente complejo.

En nuestro caso, seleccionaremos el módulo (Fig.2.3.1 b). Una vez obtenida la imagen transformada, podemos medir distancias en el espacio recíproco seleccionando dos puntos con la opción *Measure*. De esta forma, el parámetro R nos da el módulo de la frecuencia. Aplicaremos este estudio para calcular la periodicidad de la estructura de los *tracks* donde se escribe la información. Es decir el periodo T será nuestro parámetro de distancia entre unas pistas y otras. Tenemos que el periodo espacial se relaciona con la frecuencia de forma inversa. Es decir podremos obtener ese parámetro estructural de la siguiente forma:

$$p = T = \frac{1}{R} \quad (14)$$

donde hemos llamado $R[\mu m^{-1}]$ a la medida tomada en el espacio recíproco, que obtenemos como se ha explicado.

3. Resultados y discusión

En esta sección se presentan y analizan los resultados experimentales obtenidos mediante el uso de microscopía de fuerzas atómicas (AFM) de los tres dispositivos distintos de almacenamiento óptico, dos grabables y uno reescribible: DVD-R, DVD+R y CD-RW. A través de este estudio, se examinan detalladamente las características y fundamentos estructurales de cada uno, proporcionando una visión profunda de sus propiedades físicas y de los principios tecnológicos que los sustentan. Se describen las medidas y dimensiones obtenidas para cada tipo de disco, destacando las diferencias y similitudes observadas en sus superficies y estructuras internas.

El análisis técnico abarca la evaluación de la topografía de las superficies, la identificación de las capas y materiales constitutivos y la determinación de los patrones de grabación y lectura que caracterizan a cada tipo de dispositivo. Estos aspectos son fundamentales para entender cómo cada tipo de disco óptico maneja la información y cuál es su eficiencia y durabilidad en el uso práctico.

Finalmente, se lleva a cabo una comparación entre los tres tipos de formatos estudiados. Esta comparación no solo resalta las diferencias en las características físicas y estructurales, sino que también aborda cómo estas diferencias influyen en el rendimiento y la funcionalidad de cada dispositivo. El propósito por tanto es proporcionar una comprensión integral y unificar el desarrollo teórico de las secciones anteriores con los datos experimentales obtenidos con AFM, discutiendo así las implicaciones que surgen en el contexto del almacenamiento de datos óptico.

3.1. DVD-R

3.1.1. Overview

Se ha tomado una muestra recortada de un DVD-R que ha sido preparada tal y como se explica en la Sección 2.2.2. En primer lugar, se verificó que el DVD-R estaba escrito introduciéndolo en el ordenador y viendo que efectivamente se encontraba con más de la mitad de su capacidad de almacenaje llena de información. Se sabe que los dispositivos de almacenamiento se graban desde la parte más interior hasta la parte más exterior, luego se ha localizado la punta del *cantilever* en la parte interior del disco, para asegurarnos de estar midiendo sobre una parte que con seguridad esté escrita. Además, esto se puede confirmar de forma visual, pues se pueden distinguir las franjas de la parte escrita. El propio dispositivo de AFM que se ha utilizado tiene un pequeño orificio a través del cuál se puede estimar donde cae la punta en el proceso de medición.

Las zonas medidas representan con claridad la estructura topográfica de pistas de grabado (*grooves*) que presenta el DVD-R, realizadas en su proceso de fabricación. Estas franjas se realizan sobre el policarbonato, siendo presionado con unas plantillas (*stampers*) que tienen la estructura del *pre-groove* [8], formando así el lienzo el blanco sobre el cuál el láser va a grabar la información.

Se ha seleccionado una zona del disco sobre la cuál se han realizado medidas con diferente resolución. Como se puede observar en la Fig.3.1.1, la estructura topográfica del DVD-R es claramente periódica. Haciendo uso del AFM en su modo *tapping*, se miden las correcciones del sistema para que al sufrir las interacciones punta-muestra se mantenga una amplitud constante en la oscilación del *cantilever* y se traducen a una señal digital formando la imagen bidimensional. En la Fig.3.1.1 a), se ha realizado un *scanning* de un área de $35 \times 35 \mu m^2$. Se observa la estructura periódica de la pista, y en primera instancia se deduce que existen zonas con distinta altura topográfica, pues no es una imagen del mismo color. Si nos fijamos en la Fig.3.1.1 b), se pueden observar una serie de marcas en las zonas más altas (representadas en color amarillo más brillante), estas marcas serían las candidatas correspondientes a los *pits* escritos en el DVD-R, cuyo tamaño y estructura analizaremos más adelante. Por último, en los apartados c) y d) se realiza un *zoom* que permite ver con mayor resolución las características mencionadas. Cabe mencionar que en el apartado c) existe una franja de ruido que no se ha podido sustraer, es probable que este ruido se deba a una inestabilidad mecánica del *cantilever* a la hora hacer el *scan* de esa línea causada por vibraciones de la plataforma que sostiene el AFM, al apoyarnos en la mesa durante la medida.

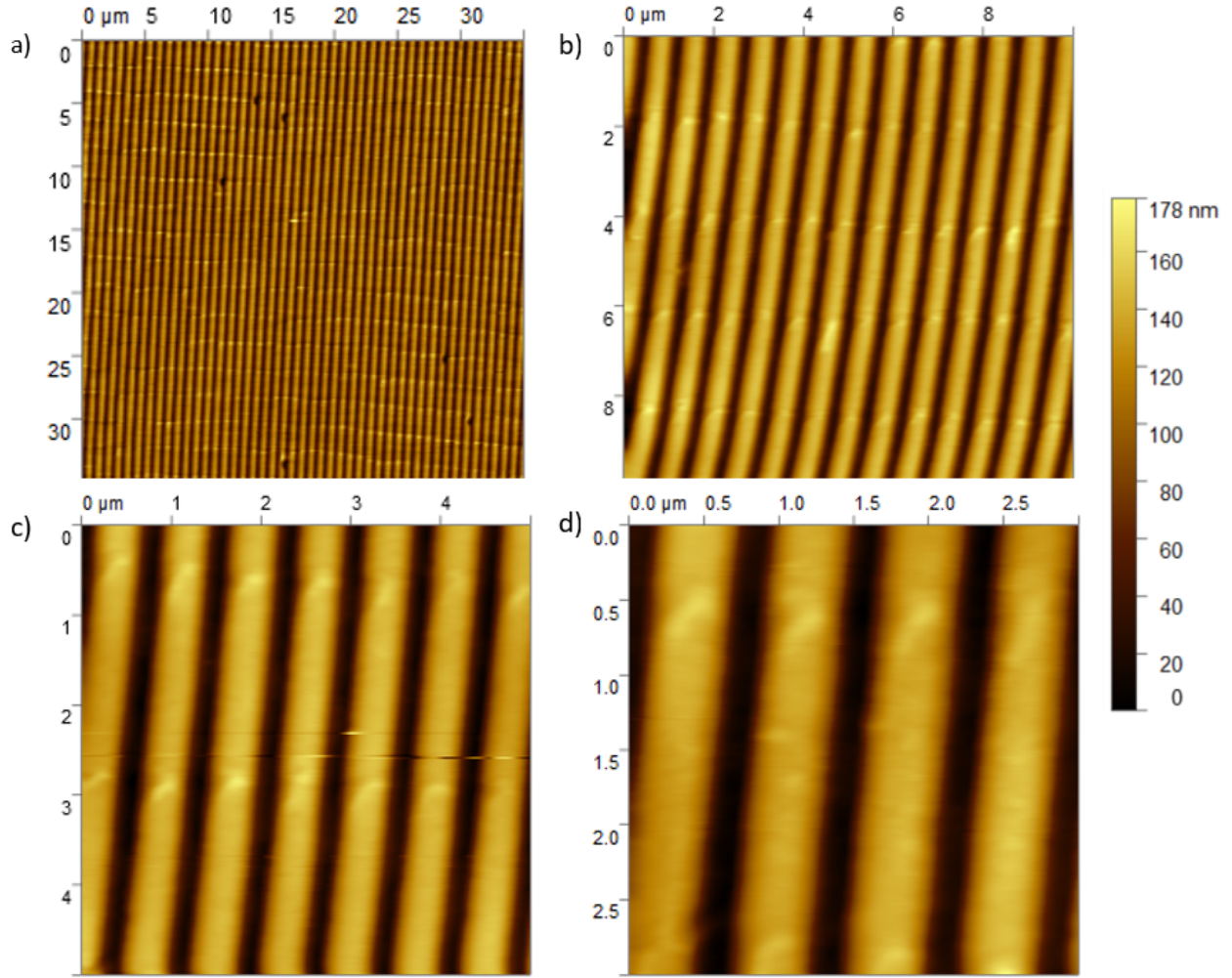


Figura 3.1.1: Imágenes obtenidas mediante AFM en la misma zona de un DVD-R, medida con distinta resolución. a) Área de $35 \times 35 \mu m^2$, proporcionando una vista general de la topografía de la superficie. b) Área de $10 \times 10 \mu m^2$ ofreciendo mayor detalle de la estructura superficial. c) Área de $5 \times 5 \mu m^2$, permitiendo la observación de características más finas de la superficie. d) Región $3 \times 3 \mu m^2$. En el lateral se encuentra una escala de colores común a las 4 medidas.

3.1.2. Estudio de la periodicidad

Para estudiar la periodicidad estructural del DVD-R y obtener parámetros de tamaño de forma precisa, tenemos que hacer un análisis matemático en el tratamiento de las imágenes. Para ello, se ha elegido la zona con tamaño $35 \times 35 \mu m^2$, ya que es la que cumple mejor el compromiso entre resolución y suficientes valores estadísticos. Al tener una región más representativa será más correcto extrapolar el análisis a todo el dispositivo, pudiendo caracterizarlo en su conjunto y viendo si sus medidas coinciden con los estándares de fabricación comentados en la Sección 1.2.

En el contexto del DVD-R, la transformada de Fourier en dos dimensiones la utilizamos para analizar la periodicidad de la estructura de las pistas de grabación en la superficie del disco. La presencia de picos de intensidad en la transformada de Fourier indica la presencia de componentes periódicos en la superficie del DVD-R, que nos permiten comprender cómo están organizados los *pits* y *lands* (regiones grabadas y no grabadas) y en nuestro caso, cuál es el espacio entre pistas o *tracks*, lo que denominaremos como el parámetro p . Esto determinará de forma inequívoca el tipo de dispositivo que estamos analizando, así como la relación

entre la capacidad de almacenamiento y las dimensiones de estos *tracks*.

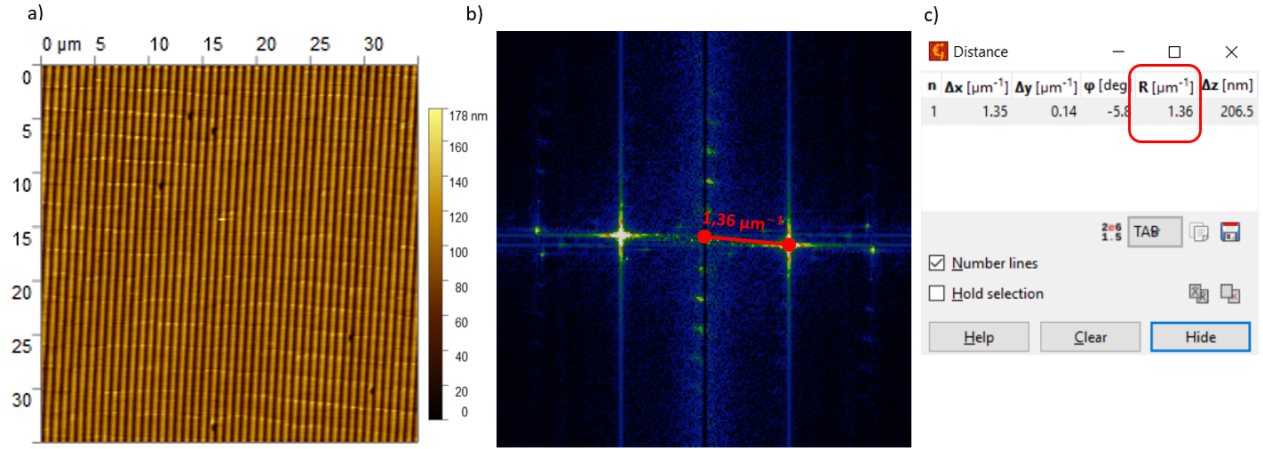


Figura 3.1.2: a) Zona de $35 \times 35 \mu m^2$ seleccionada para estudiar la periodicidad estructural. b) Transformada de Fourier discreta, se ha colocado una escala de color donde los puntos brillantes representan distintos tipos de patrones periódicos que se detectan al hacer la transformada de la imagen previa, aquellos relevantes son los más intensos correspondientes a la estructura de los *tracks*. c) Distancia medida con *Gwyddion* correspondiente al módulo de la frecuencia en el espacio recíproco.

Para obtener el parámetro de los *tracks*, es decir la distancia que hay entre cada uno de ellos, hacemos uso de la relación que existe entre la frecuencia y el periodo de la Ec.14, obteniendo:

$$p = T = \frac{1}{1,36} = 0,74 \mu m$$

valor que concuerda con la bibliografía y con los estándares de tamaño de los *tracks* [41],[42],[43]. De esta forma, podemos garantizar con seguridad que estamos observando un DVD, pues con esta medida queda caracterizado.

3.1.3. Análisis estructural/dimensional

Como se mencionó al comienzo de todo, el objetivo principal de este trabajo de investigación es tratar de establecer una relación entre la superficie topográfica de los dispositivos de almacenamiento y el estado en el que se encuentran. Es decir, si están escritos, parcialmente escritos, vacíos, etc. Para ello, es necesario saber en primer lugar si se trata de dispositivos grabables una sola vez o regrabables (pueden escribirse y borrar). En el caso del DVD-R, se trata de un disco óptico donde se pueden grabar datos una sola vez en cada zona.

La mayor capacidad del DVD-R (4.7GB) frente a su antecesor el CD-R (700 MB), se debe a la mayor densidad de pistas, y a la mayor densidad de información en cada pista. Para grabar la información se utiliza un láser que modifica topográficamente la superficie, tanto el tinte depositado (a veces orgánico) como la propia capa de policarbonato [8]. Esta es la razón por la que el DVD-R es solo grabable una sola vez, pues al quemar la superficie con el láser de grabación, esta queda litografiada y su relieve se ve modificado, tratándose de un proceso irreversible en cuanto a volver a una forma original se trata, en la que el DVD-R se encuentra en blanco y sin escribir.

Para verificar esta relación existente entre la topografía de la superficie y el estado de escritura del DVD-R, se puede analizar el área escaneada midiendo en distintas direcciones y orientaciones obteniendo más información.

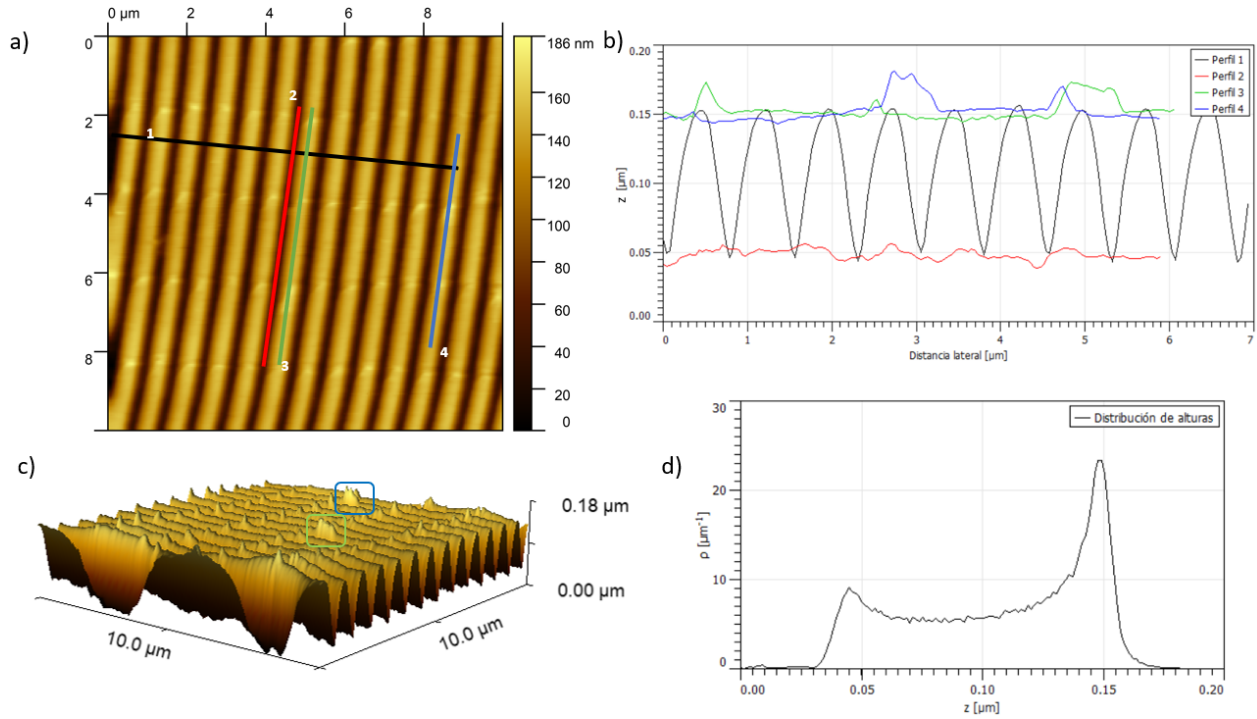


Figura 3.1.3: a) Imagen con AFM del área seleccionada $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ con distintos perfiles de análisis. b) Gráfica donde se representan el relieve topográfico de 4 perfiles diferentes. Se corresponden en color y numeración a los que aparecen en el apartado a). c) Representación 3-D de la superficie analizada con los dos *pits* de mayor longitud señalados. d) Gráfica con la distribución de alturas del área del DVD-R analizada.

Para llevar a cabo este análisis topográfico, se ha elegido un área de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$, puesto que en una región de estas dimensiones, se puede realizar un estudio donde se involucren y queden reflejados aún la periodicidad de la estructura de pistas del DVD-R, pero también resolver la existencia de desniveles en los *grooves* correspondientes a las zonas escritas. Es decir, existe una influencia importante tanto de la estadística como de la resolución y el detalle.

La Fig.3.1.3 a) se presenta junto a su correspondiente escala de color. Para establecerla, se ha corregido la imagen y filtrado el ruido como se ha indicado en el apartado 2.3 y se ha normalizado la altura, trasladando la escala y estableciendo como “0” a la más baja. Recordemos que se han medido interacciones punta-muestra, de este modo, se puede observar que la diferencia de altura entre el mínimo y el máximo está alrededor de 180 nm lo que nos indica la profundidad del *pregroove*. A parte de las pistas y su periodicidad (ya analizada) se puede observar que en estos *tracks* hay una especie de marcas que también aparecen de forma sistemática. Para analizarlas, se han realizado 4 perfiles con *Gwyddion* para ver así sus relieves a lo largo de las rectas marcadas en la imagen.

Número	Color	Distancia lateral / μm	z_{max} / μm	z_{min} / μm	Descripción
1	Negro	7	0.035	0.16	<i>Tracks</i> - Pistas de grabado
2	Rojo	5.9	0.035	0.055	<i>Pregroove</i>
3	Verde	6.1	0.145	0.185	Zona escrita 1
4	Azul	5.9	0.14	0.19	Zona escrita 2

Tabla 2: Resumen de los perfiles analizados en el DVD-R

Si analizamos la información obtenida en la Fig.3.1.3 b) se distinguen muchas características propias del dispositivo. El perfil 1 nos indica de nuevo la periodicidad de las pistas, si nos fijamos por ejemplo en la distancia entre dos mínimos consecutivos, se observa que se encuentra en el rango de $0,7 - 0,8 \mu\text{m}$ lo que concuerda con el tamaño obtenido al realizar el estudio de la transformada de Fourier previo.

La forma ondulada del relieve en la sección se debe al retardo de la punta del *cantilever* en la medición a la hora de “sentir” la fuerza y del sistema al decodificar la señal digitalmente. Es decir, se trataría de una función tipo escalón pero con cierto ángulo, cada uno de los *tracks* serían una especie de terrazas con forma trapezoidal, debido a la forma de los *stampers* que se utilizan como plantilla para producir estos surcos.

El perfil 2 se corresponde con el fondo del DVD-R sobre el policarbonato, lo correspondiente a una altura $z = 0$ nm. A la hora de dibujar el perfil, existe una limitación para ubicarlo con precisión, que hace que no sea fácil marcar justamente la base del *pre-groove*. No son escalones perfectos, sino que tienen cierto ángulo en forma de tálud.

Si nos fijamos en los perfiles 3 y 4, estos han sido marcados sobre dos zonas aparentemente escritas. Podemos observar que estos picos de relieve se corresponden con los puntos más brillantes, y que no todos tienen el mismo tamaño. Estos picos se conocen como *pits*. Se puede observar que no todos los *pits* tienen la misma longitud (40 – 80 nm), esto se debe a que está relacionada con la información que se ha grabado con el sistema láser. Cuando se introduce el DVD-R en el lector, el láser de lectura (típicamente $\lambda = 650$ nm) se desplaza por la superficie siguiendo las pistas y un sensor recoge la luz reflejada que a su vez transformará en una señal digital. Por tanto la señal será traducida en “0” o “1” en el sistema binario, dependiendo de cómo haya interactuado la radiación incidente sobre la superficie, lo que determina la luz de vuelta. Esto nos establece la relación entre los discos grabables, su topografía y el almacenamiento de la información. La señal digital se decodifica como un “1”, cuando hay un cambio de *pit* a *land*, como se ve en la Fig.3.1.4

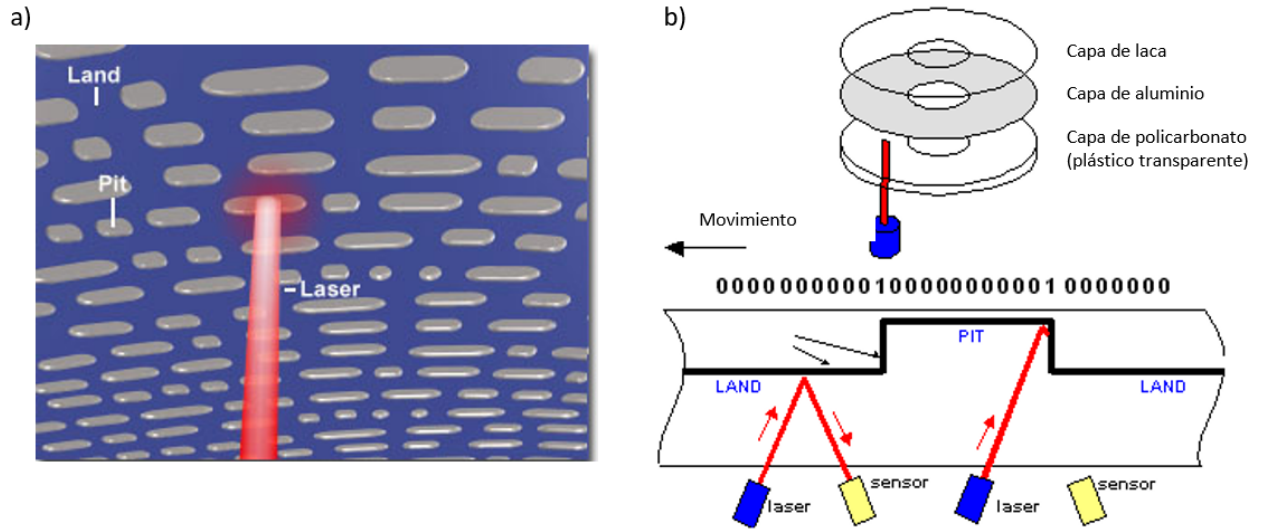


Figura 3.1.4: a) Estructura de los *tracks* grabados en forma de espiral a lo largo del DVD-R, los *pits* tienen diferentes longitudes. b) Relación entre la luz reflejada detectada que se transforma en señal digital y la topografía de la superficie del DVD-R. En las zonas donde existe un cambio topográfico existe un cambio en la señal.

En la Fig.3.1.3 se ha representado de forma tridimensional la imagen de la superficie escaneada, se puede verificar la forma periódica de pistas, así como la presencia de *pits* en las zonas escritas (se han rodeado los más largos). Por último, en la Fig.3.1.3 d), se tiene una gráfica con la función de distribución de alturas de la superficie. Esta función se ha calculado como un histograma normalizado con los valores de las alturas, luego se tiene

$$\int_{-\infty}^{\infty} \rho(z) dz = 1 \quad (15)$$

La distribución de alturas se trata de una cantidad estadística de primer orden, describiendo únicamente las propiedades de los puntos de la imagen de forma individual.

3.2. DVD+R

A continuación, se realiza el análisis de los resultados obtenidos siguiendo el mismo proceso que en la medición del caso anterior, pero esta vez para un DVD+R sin escribir. Como se ha explicado en la Sección 1.2.1 la diferencia principal radica en cómo el láser se ubica dentro del dispositivo a la hora de grabar la información. En este caso, se utiliza el método *Adress in Pre-groove* (ADIP). Al tratarse de un disco en blanco, no observaremos los *pits* escritos, es decir las marcas de relieve características que hacen que cambie la luz reflejada cuando se está escaneando con el láser de lectura. Trataremos de hallar entonces la diferencia estructural respecto al DVD-R, que se encuentra en la frecuencia de oscilación de los surcos correspondientes a las pistas de escritura, o *grooves*.

3.2.1. Overview

Tal y como se puede observar en la Fig.3.2.1 a) y b), la estructura de *tracks* es idéntica a la presentada en el DVD-R en la Fig.3.1.1. Sin embargo, cuando se aumenta la resolución se puede observar que los perfiles del *groove* son más anchos, o incluso que existe una especie de talud al pasar de la zona amarilla brillante (donde se escribirían los datos) a la zona más baja. Existe un descenso de altura aparentemente gradual, cuando en el DVD-R era una función suave como se veía en la fig.3.1.3 b), en el perfil negro que media la periodicidad de sus pistas de grabado. Se han normalizado las alturas de las imágenes, la profundidad del *groove* está entre 170 – 180 nm al igual que en el DVD-R.

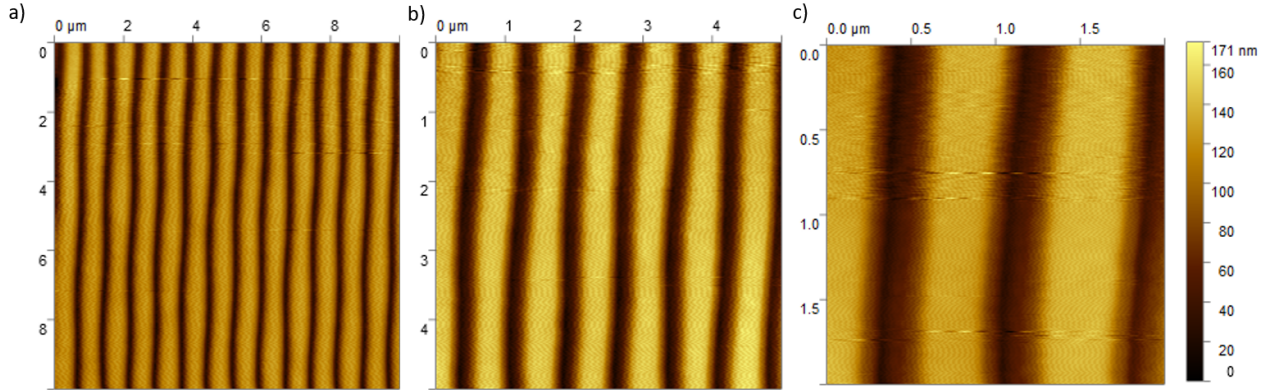


Figura 3.2.1: Imágenes analizadas, obtenidas al escanear la misma zona en modo *tapping* mediante AFM con distintas resoluciones. a) $10 \times 10 \mu m^2$. b) $5 \times 5 \mu m^2$. c) $2 \times 2 \mu m^2$

3.2.2. Estudio de la periodicidad

Para verificar que se trata de un DVD, podemos recurrir a caracterizarlo mediante el parámetro p , definido previamente, que mide la periodicidad de los *tracks* donde se va a escribir la información. Se trata de algo independiente del formato “+” o “-”. Para ello, se procede de la misma forma, realizando la transformada de Fourier discreta a la imagen en dos dimensiones, obteniendo las frecuencias correspondientes a las periodicidades predominantes.

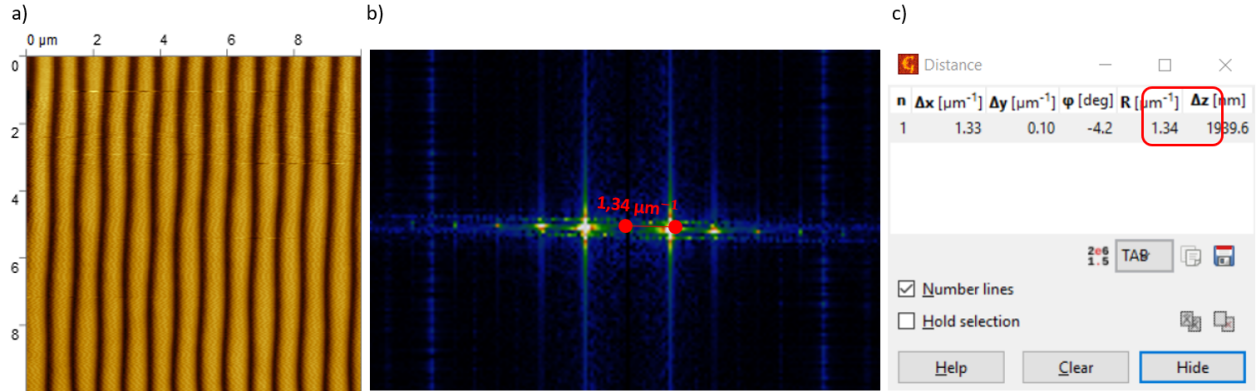


Figura 3.2.2: a) Zona de $10 \times 10 \mu m^2$ seleccionada para estudiar la periodicidad estructural. b) Transformada de Fourier discreta. c) Distancia medida con *Gwyddion* correspondiente al módulo de la frecuencia en el espacio recíproco.

Fijándonos en la Fig.3.2.2 b) y la comparamos con la Fig.3.1.2 b), se puede observar que aparecen menos puntos en color amarillo brillante que son los que nos indican las frecuencias destacadas en el espacio recíproco. Esto se debe a que el DVD+R que analizamos no se encuentra escrito, y los otros puntos brillantes detectados en el DVD-R eran los correspondientes a la distribución de los *pits*. Al igual que en el caso anterior, podemos obtener el periodo espacial de distancia entre pistas como

$$p = T = \frac{1}{1,34} = 0,75 \mu m$$

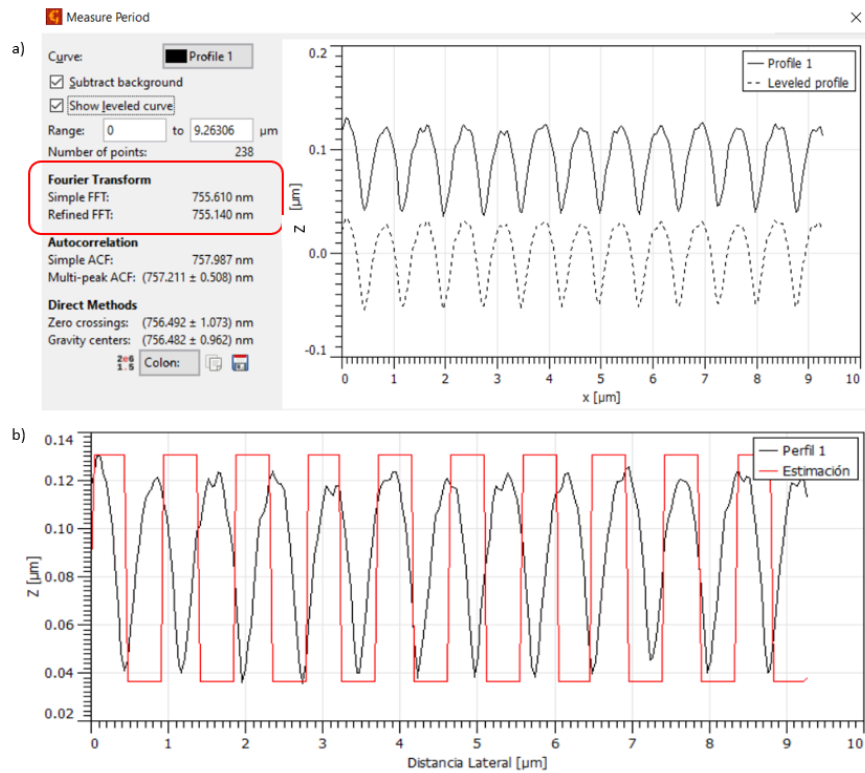


Figura 3.2.3: a) Periodicidad sobre un perfil en los *tracks* en el que se ha sustraído un plano para corregir el ángulo entre la punta y superficie de la muestra. b) Función de ajuste escalón.

Muchos otros métodos se pueden utilizar con el *software* de análisis para medir el periodo [44]. La transformada refinada de Fourier es el más robusto para formas con una unidad repetitiva. Sin embargo, no proporciona ninguna estimación de error [45]. De esta forma, se obtiene $p = 0,75 \mu m$. Para un perfil transversal a los *tracks* se ha seleccionado la casilla de *subtract background* para habilitar la eliminación de fondo basándose en un procedimiento sólido (ver de nuevo [45]). En la Fig.3.2.3 b) se ha realizado un ajuste a la función correspondiente a un perfil dibujado a lo largo de los *tracks*. Se obtiene una función de tipo escalón que modeliza la superficie real del dispositivo.

3.2.3. Análisis estructural/dimensional

La diferencia entre los formatos “+R” y “-R” radica en la forma en la que localizamos el láser durante el proceso de escritura, vamos a tratar de ver cualitativamente, que el perfil del *groove* en el DVD+R tiene una ondulación con una frecuencia mucho mayor [8].

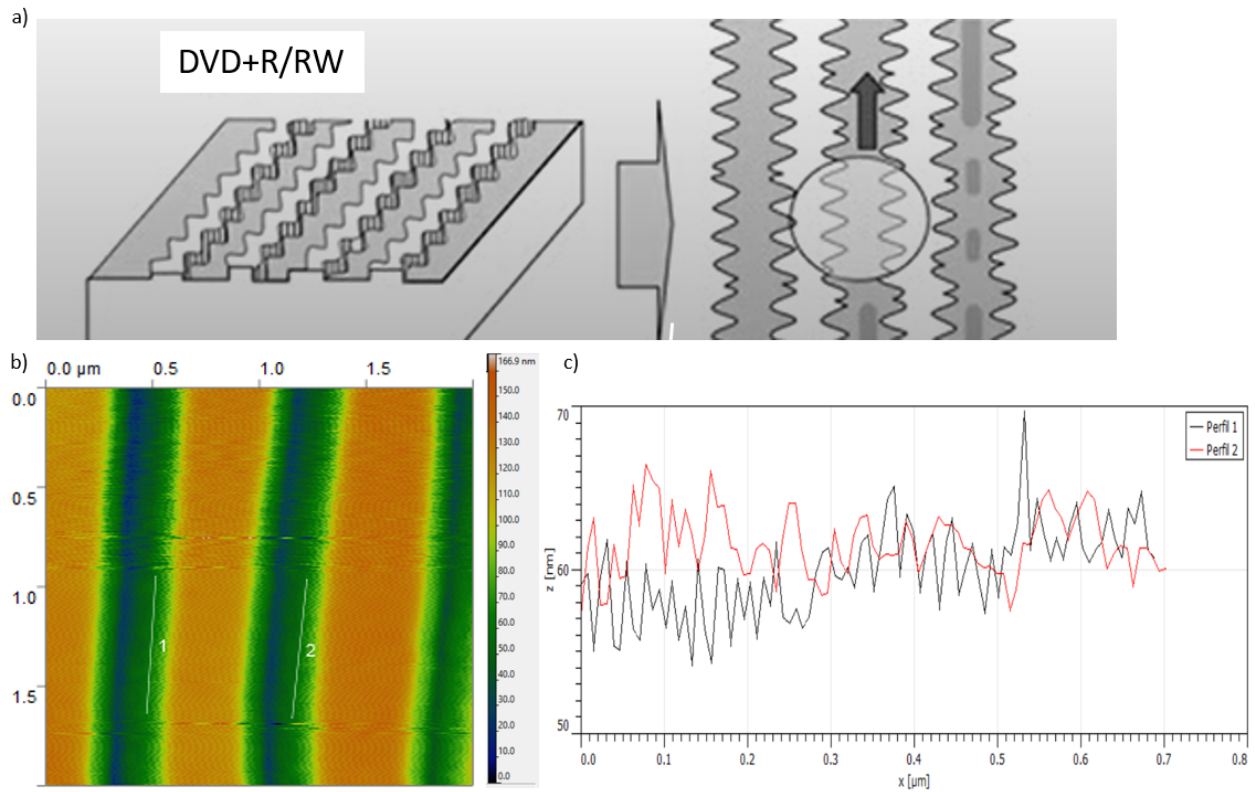


Figura 3.2.4: a) Representación esquemática de la ondulación variable del *groove* en el DVD+R. b) Perfiles sobre el borde de la pista de escritura, se ha cambiado la escala de color para apreciar el perfil mas ancho. c) Relieve topográfico a lo largo de los perfiles.

En la Fig.3.2.4 se identifica la presencia de un *groove* mucho más ondulado. Además, esta oscilación del surco es diferente en cada uno de los 2 perfiles, pues no es constante como ocurría con el “DVD-R” sino que varía su frecuencia (la cantidad de picos) siendo característica en función del punto donde se encuentre en el dispositivo, para localizar el láser de grabado. Además, podemos observar que no está escrito, pues no existen marcas topográficas de *pits* como en el DVD-R grabado anterior.

3.3. CD-RW

Los dispositivos regrabables basan su tecnología en explotar la relación entre el estado físico de un material y sus propiedades ópticas y eléctricas. Por tanto, a nivel topográfico y midiendo en *tapping mode* no somos capaces de detectar si el CD-RW está escrito o no. El dispositivo analizado se encuentra escrito (de hecho

lleno en su totalidad, 700/700 MB), lo que se verificó introduciéndolo en un lector de CDs. De esta forma, se puede asegurar que la zona sobre la cuál aproximamos el *cantilever* está escrita con seguridad.

3.3.1. Overview

Como se observa en la Fig.3.3.1, el *Compact Disc* de tipo regrabable también tiene una estructura de *tracks* que ha sido previamente prensada en el proceso de fabricación. A primera vista, se puede apreciar que la densidad de pistas es menor que en los casos del DVD, lo que estará estrechamente relacionado con la capacidad de almacenamiento. Al igual que en los casos previos, las imágenes se han tratado sustrayendo el ruido digital y corrigiendo el fondo de los píxeles con un polinomio de grado 2, ya que el plano del *raw data* no estaba nivelado. También se observa que no hay puntos brillantes sobre los *tracks* con lo que podríamos pensar que es un CD en blanco, cuando no es así, ya que utiliza el cambio de fase del material como tecnología de escritura y borrado.

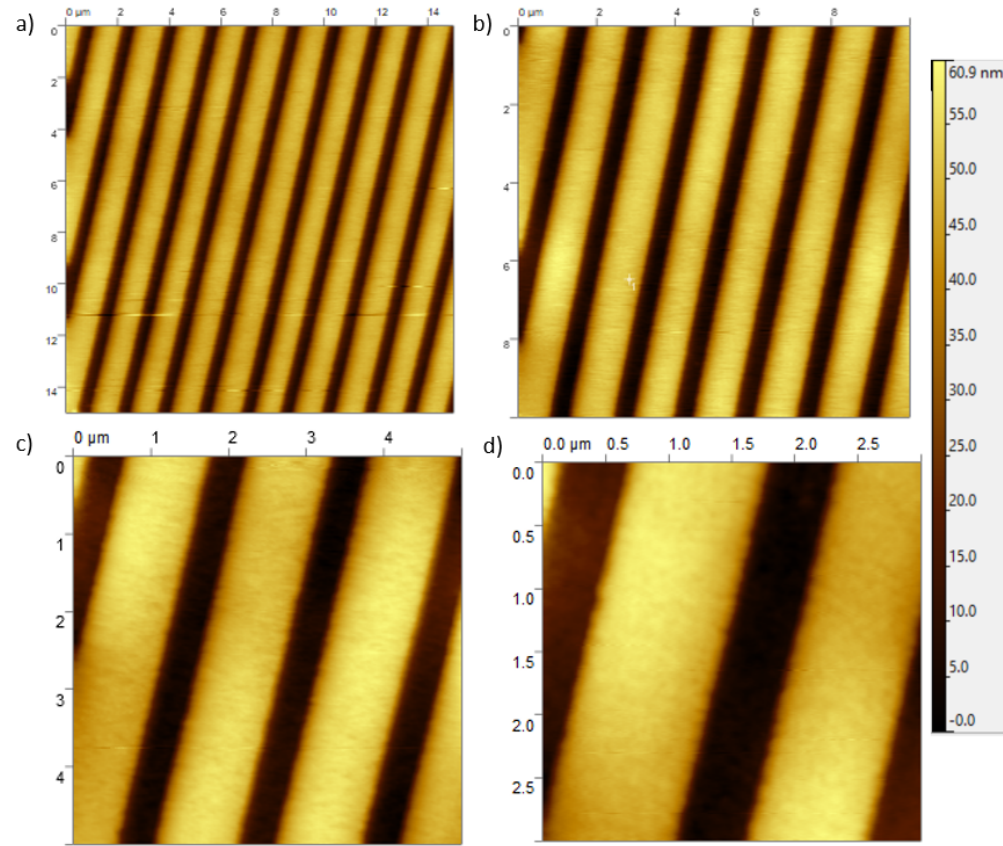


Figura 3.3.1: *Scanning* de la superficie de un CD-RW con distinta resolución. a) $15 \times 15 \mu m^2$. b) $10 \times 10 \mu m^2$. c) $5 \times 5 \mu m^2$. d) $3 \times 3 \mu m^2$. A la derecha se encuentra la escala de alturas normalizada.

3.3.2. Estudio de la periodicidad

Para caracterizar el parámetro estructural de los *tracks* del CD-RW procedemos de la misma forma que en análisis previos, realizando la transformada de Fourier sobre la imagen de mayor área para obtener una mejor estadística.

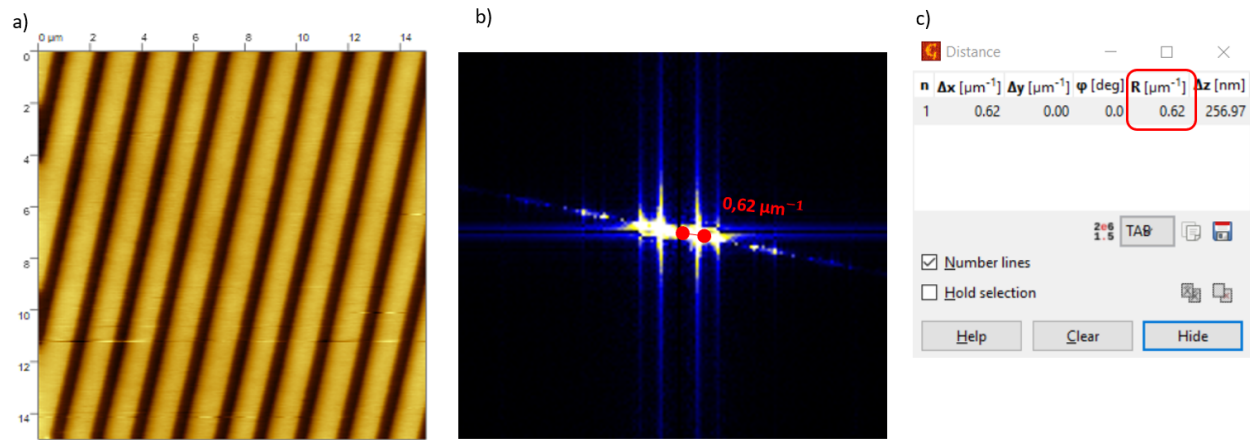


Figura 3.3.2: a) Zona de $15 \times 15 \mu m^2$ seleccionada para estudiar la periodicidad estructural. b) Transformada de Fourier discreta bidimensional. c) Distancia en el espacio de frecuencias.

Para obtener la anchura de las pistas de escritura hacemos uso de nuevo de la Ec.14 obteniendo:

$$p = T = \frac{1}{0,62} = 1,6 \mu m$$

Que la anchura del *track* sea mayor, está directamente relacionado con la densidad de datos que el CD (ya sea en su formato “-R” o “-RW”) puede soportar y por tanto su almacenamiento. Por ello, tiene menos capacidad (700 MB) frente al DVD (4.7 GB).

3.3.3. Análisis estructural/dimensional

Para verificar la naturaleza y la diferencia en la forma de grabado entre los formatos *Recordable* y *ReWritable* vamos a estudiar la topografía en distintas direcciones significativas. En los CD-RW, los datos se graban gracias a los materiales *phase change* (Sección 1.3) que los constituyen. De esta forma, el láser de escritura (y el de borrado) cambian el estado físico del material, alterando la organización interna de sus átomos, pero no altera el relieve topográfico de la superficie.

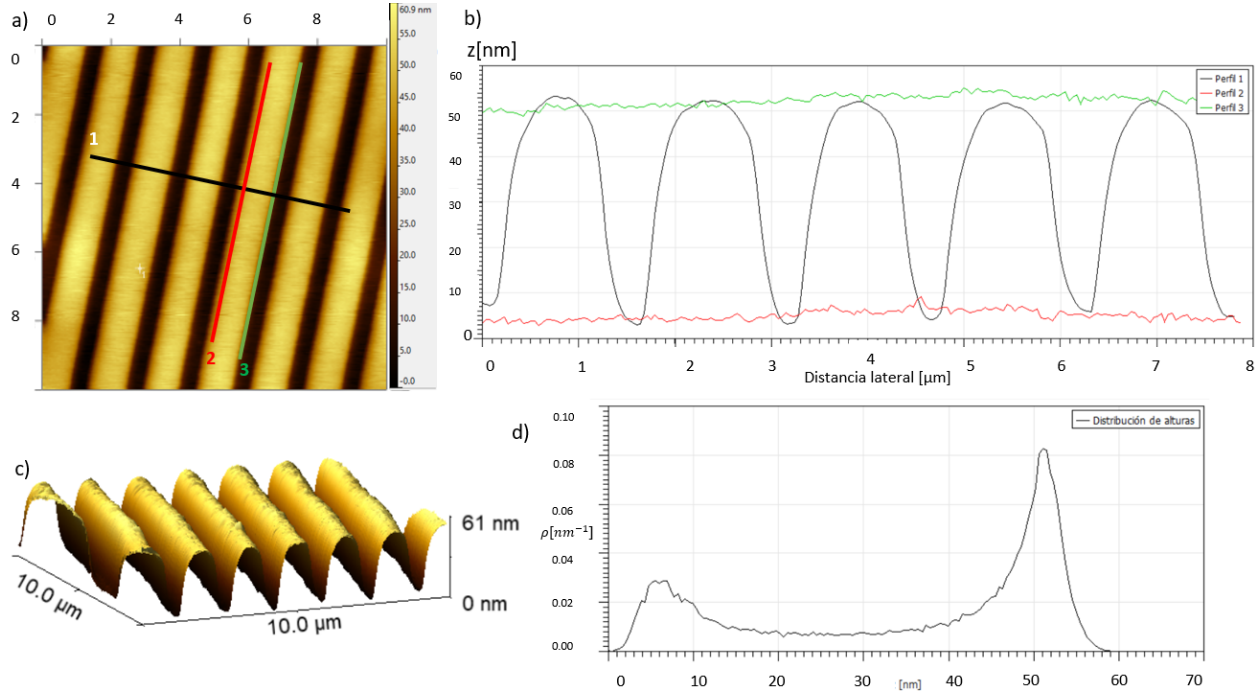


Figura 3.3.3: a) Área $10 \times 10 \mu m^2$ escaneada del CD-RW. b) Perfiles topográficos, se corresponden a los marcados en la imagen (a), el rojo con el fondo del *groove*, el verde en lo alto del *track* y el negro que recorre perpendicularmente la dirección de escritura. c) Representación tridimensional de la imagen (a). d) Función de distribución de alturas de la imagen a).

Para verificar que el comportamiento de un dispositivo reescribible no es el mismo que el de uno grabable una sola vez, realizamos el mismo análisis que para el DVD-R en la Fig.3.1.3. En los apartados a),b),c) se comprueba que no existen esos *pits* en sentido topográfico que se podían observar en el DVD-R. También vemos que la profundidad del *groove* es de entorno a 50 nm según se deriva de los perfiles y de la distribución de alturas (considerando el centro de los picos) y que la distancia entre cada máximo o cada valle es de $1,6 \mu m$. Es decir, la densidad de pistas es menor, y también la profundidad del surco respecto al DVD. Esta forma suave sin marcas adicionales se puede ver en la representación tridimensional.

Si analizamos la función de densidad de probabilidad, tenemos que asigna a la variable aleatoria que en nuestro caso es la altura de la superficie, la probabilidad de que tome un valor en una región específica. Es decir nos caracteriza el comportamiento de la superficie en cuanto a su distribución de alturas.

$$P[a \leq X \leq b] = \int_a^b \rho_z(z) dz \quad (16)$$

Los picos presentes en la función de densidad nos indica las alturas más frecuentes dentro de nuestra propia superficie. Si nos fijamos en la región entre los dos picos, vemos que está muy cerca de ser nula. Esto nos da una pista sobre la homogeneidad del disco y destaca la no presencia de marcas con relieve diferente. Pues si

cálculasemos la probabilidad de encontrar una altura en ese intervalo según la Ec.16 sería prácticamente cero.

Para medir los *pits* que se encuentran en el CD-RW, se cambió el modo de medida de AFM, cambiando la punta anterior de silicio no conductora, por una de silicio recubierta de $Pt - Ir$ (platino-iridio) conductora para medir en KFM. De esta forma, se puede medir la diferencia de potencial de contacto que existe en diferentes zonas del *track* (sección 2.1.2.3). Esto se debe a que en las zonas escritas, el material se encuentra en su fase amorfa, luego tiene propiedades eléctricas diferentes. Sin embargo, no se ha conseguido medir en este modo lo esperado, por no ser capaces de encontrar correctamente la frecuencia de resonancia del *cantilever* y ajustar los parámetros del KFM. Una hipótesis que pudiera dar explicación a estas complicaciones es que al encontrarse el material *phase-change* entre dos capas dieléctricas (Fig.1.3.2 a), la punta realizaba contacto con el material asilante, luego la señal del potencial medido era constantemente nula. También habría que tener en cuenta la intensidad de las fuerzas electroestáticas repulsivas y en que medida permiten o no la adecuada aproximación de la micropalanca a la muestra. Es decir, identificar a que distancias actúan cada una. Este desarrollo y reflexión quedan abiertos a trabajo futuro.

Dicho esto, ha habido autores que han conseguido determinar esta diferencia de potencial en dispositivos reescribibles. De haber conseguido realizar las medidas, hubieramos podido hacer una comparativa entre la imagen AFM topográfica y la imagen de KFM como en la Fig.3.3.4, que se ha extraído del estudio realizado por *Nishimura et al.* [18].

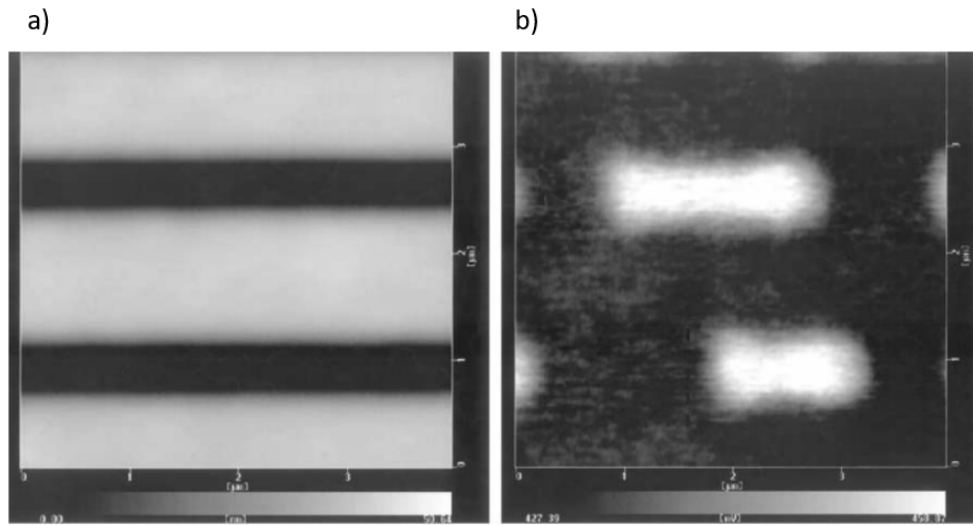


Figura 3.3.4: a) Imagen topográfica de una capa de $Ag - In - Sn - Te$ de un disco CD-RW *phase change*. b) Imagen medida con KFM, marcas con distinto potencial de contacto.

La Fig.3.3.4 a) muestra la imagen topográfica y la Fig.3.3.4 b) muestra la imagen potencial (KFM) de la capa $Ag-In-Sn-Te$ de un CD-RW. La estructura del *groove* y las pistas de grabado aparece en la imagen topográfica (al igual que hemos medido nosotros) y los *pits* aparecen como marcas brillantes en la imagen del potencial. El potencial de contacto de los *pits* de datos (amorfos) son 30-40 mV más altos que el potencial del fondo (cristalizada).[18].

4. Conclusiones

En este trabajo se ha explorado la evolución y el desarrollo de los dispositivos de almacenamiento óptico, tratando de comprender y describir sus características principales así como la diferencia funcional y estructural entre distintos formatos. Para poder realizar esto, se ha hecho uso de la microscopía de fuerza atómica (AFM), desarrollando el fundamento teórico que la sustenta, así como algunos de los modos de medida que se pueden utilizar. Por otra parte, se han descrito las particularidades del microscopio ezAFM+ de la marca NanoMagnetics utilizado: su método de detección, manera de controlar el *z-scanner*, componentes y funciones.

Como el objetivo ha sido determinar los parámetros de forma y tamaño, y las diferencias existentes entre varios medios ópticos, concretamente del DVD-R, DVD+R y CD-RW, utilizar AFM ha sido una técnica muy adecuada pudiendo trabajar con una resolución nanométrica, pues puede llegar a ofrecer precisiones de medidas de fuerza de unos pocos pN ($1 \text{ pN} = 10^{-12} \text{ N}$ [46]).

La tecnología de los dispositivos grabables, como los DVD+R y DVD-R, ha mostrado una evolución significativa en términos de capacidad de almacenamiento frente a los CD. En nuestro análisis, hemos observado que la periodicidad y las dimensiones de los surcos grabados (*tracks*) son consistentes con las especificaciones técnicas fijadas en los estándares de fabricación y calidad y con numerosos estudios previos mediante AFM ([41],[42],[8],[45]), obteniendo tamaños de los *tracks* de $0,74 \mu\text{m}$ y de $1,6 \mu\text{m}$ para los DVD y CD respectivamente. De esta forma, se ha verificado la relación existente entre el tamaño de los *tracks* y la capacidad de almacenamiento del dispositivo. Cuanta mayor sea la densidad de pistas, más información seremos capaces de grabar en el disco óptico. De ahí el salto en capacidad entre el CD (700 MB) y el DVD (4.7 GB)

Además, no solo se han verificado las dimensiones de las pistas de grabado, sino que se ha confirmado la existencia de dos tipos de dispositivos, en cuanto a su manera de grabar la información sobre el disco (secciones 1.2 y 1.3), clasificándolos en dispositivos grabables y reescribibles. En los dispositivos grabables se han distinguido la formación de *pits* topográficos, con unas longitudes en el rango de $40 - 80 \text{ nm}$, variaciones en el relieve producidas por el efecto de un láser de grabado, que modifican la luz incidente del láser de lectura, y juegan un papel en la decodificación de la información. Además, se ha visto el aspecto de un DVD+R sin escribir, y se han presentado las diferencias que encuentra con su competidor el DVD-R a la hora de determinar la ubicación del láser de escritura (ATIP vs. ADIP) Por otro lado, se ha observado que los dispositivos reescribibles, en concreto el CD-RW, basan su tecnología de escritura en el cambio de fase estructural de un material y sus propiedades óptico-electrónicas, y no en la alteración topográfica de su superficie.

Sin embargo, durante el estudio encontramos ciertas limitaciones. En particular, la microscopía de fuerzas en su modo Kelvin (KFM) no pudo proporcionar medidas precisas en el CD-RW, esto pudo deberse a que el CD consta de una sola capa de policarbonato aislante, y por tanto no pudimos medir el potencial de contacto con una punta metálica. Este problema se intentó solventar recubriendo la muestra con pintura de plata para poder realizar ese contacto eléctrico pero los resultados no fueron los esperados, como los que se pueden encontrar en [18], donde se observa la presencia de zonas amorfas y cristalinas de una capa de *Ag - In - Sn - Te* que tiene propiedades ópticas diferentes [22].

Este aspecto subraya la necesidad de mejoras en la preparación de las muestras y en la metodología experimental para futuros estudios. Dicho esto, se ha llevado a cabo un trabajo de manipulación de muestras en el laboratorio de DVD-R, DVD+R y CD-R, lo que ha ayudado a reafirmar sus diferencias en cuanto a número de capas, tecnología y fabricación como se desarrolla en la sección 2.2.2.

De cara al futuro, la tecnología de almacenamiento óptico enfrenta desafíos y oportunidades. Aunque la capacidad de los dispositivos ópticos ha mejorado considerablemente y se han encontrado métodos de reescritura de dispositivos, problemas como la degradación de los materiales y la pérdida de información surgen en este aspecto [47].

La competencia de otras tecnologías de almacenamiento como los discos duros y las unidades de estado sólido ha aumentado cada vez más. De hecho, el proceso de migración de datos a la *nube* es uno de los principales objetivos de muchas corporaciones, industrias y particulares. No obstante, los dispositivos ópticos siguen siendo relevantes en aplicaciones específicas, como el almacenamiento de archivos a largo plazo (sobre todo por su baja vulnerabilidad en temas de ciberseguridad frente a las tecnologías *cloud*) y la distribución de contenido multimedia. Es probable que sigamos viendo avances en la capacidad de almacenamiento, la velocidad de grabación y la durabilidad de los medios ópticos, impulsado en mayor parte por el estudio de nuevos materiales (*phase-change*) y técnicas de fabricación más precisas. La microscopía de fuerzas atómicas ha demostrado ser una herramienta poderosa para el análisis de estos dispositivos, y con mejoras en la metodología, puede seguir siendo crucial en el desarrollo futuro de esta tecnología.

Por último, en cuanto a mi desarrollo personal durante la realización del trabajo, he tenido la oportunidad de consolidar y aplicar conocimientos adquiridos durante mi formación en el Grado en Física. Este proyecto ha sido un excelente puente entre la teoría y la práctica. La preparación de las muestras y la manera metódica de proceder con el equipo instrumental, han estado directamente relacionados con aptitudes adquiridas en asignaturas de laboratorio, donde aprendí a manejar equipo sofisticado (no en concreto AFM) y a seguir procedimientos rigurosos para obtener resultados precisos y reproducibles.

El contar con los conocimientos fundamentales en el campo de la óptica y el electromagnetismo ha sido fundamental para interpretar cómo se leen los datos en los diferentes formatos de discos, y los procesos de interacción luz-materia. Además, las asignaturas de física del estado sólido han sido de gran ayuda para entender los cambios de fase de los materiales, esenciales para la tecnología de reescritura de los dispositivos regrabables. Esta conexión entre las diferentes ramas de la física no solo ha enriquecido mi conocimiento técnico, sino que también me ha enseñado la importancia de abordar los problemas desde múltiples perspectivas, viendo que la física no es una disciplina que consta de campos disjuntos, sino conexos.

En resumen, este trabajo me ha permitido integrar conocimientos de diversas áreas de la física, acercando el estudio a dispositivos conocidos, y poniendo en práctica habilidades adquiridas a lo largo de mi formación. La experiencia ha sido muy gratificante, destacando la relevancia de una formación interdisciplinaria y la necesidad de un enfoque detallado y crítico en este inicio a la investigación científica.

Referencias

- [1] Min Gu, Xiangping Li, and Yaoyu Cao. Optical storage arrays: a perspective for future big data storage. *Light: Science & Applications*, 3(5):e177–e177, 2014.
- [2] Seagate Technology. Data age 2025: The evolution of data to life-critical. <https://www.seagate.com/files/www-content/our-story/trends/files/Seagate-WP-DataAge2025-March-2017.pdf>, March 2017. Accessed: 2024-07-02.
- [3] Siena Linton. Why do cds have a length of 74 minutes? Available online at: <https://www.classicfm.com/composers/beethoven/cd-duration-length-74-minutes/>, 2024. Accessed: 08/07/2024.
- [4] Thomas M Coughlin, Coughlin, and Glaser. *Digital storage in consumer electronics*. Springer, 2011.
- [5] United Nations. Goal 9: Build resilient infrastructure, promote sustainable industrialization and foster innovation, n.d. Accessed: 2024-07-08.
- [6] United Nations. Goal 12: Ensure sustainable consumption and production patterns, n.d. Accessed: 2024-07-08.
- [7] Raj Kumar, Daeho Lee, Ümit Ağbulut, Sushil Kumar, Sashank Thapa, Abhishek Thakur, RD Jilte, C Ahamed Saleel, and Saboor Shaik. Different energy storage techniques: recent advancements, applications, limitations, and efficient utilization of sustainable energy. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 149(5):1895–1933, 2024.
- [8] Heinz Mustroph, Manfred Stollenwerk, and Volker Bressau. Current developments in optical data storage with organic dyes. *Angewandte Chemie International Edition*, 45(13):2016–2035, 2006.
- [9] E. Hamada, Y. Shin, and T. Ishiguro. CD-Compatible Write-Once Disc With High Refractivity. In Gordon R. Knight and Clark N. Kurtz, editors, *Optical Data Storage Topical Meeting*, volume 1078, pages 80 – 89. International Society for Optics and Photonics, SPIE, 1989.
- [10] optical lever commanders council white sands missile An atomic resolution nm optical systems group. Multimedia archiving: Videotape, compact disc (cd), digital versatile disc (dvd), and blu-ray disc (bd) media. 2010.
- [11] Y. R. Li and T. Y. Li. A new classification method on the basis of a patent-science relationship. In *2009 IEEE International Conference on Industrial Engineering and Engineering Management*, pages 2409–2413, 2009.
- [12] Department of Computer Science and University of Washington Engineering. Storage media: Cd-rom, 2001. Accessed: 2024-07-02.
- [13] W. Coene, H. Pozidis, M. Van Dijk, J. Kahlman, R. Van Woudenberg, and B. Stek. Channel coding and signal processing for optical recording systems beyond dvd. *IEEE Transactions on Magnetics*, 37(2):682–688, 2001.
- [14] Tatsuya Narahara, Shoei Kobayashi, Masayuki Hattori, Yoshihide Shimpuku, Gijs J van den Enden Kahlman, Marten van Dijk Marten van Dijk, and Roel van Woudenberg Roel van Woudenberg. Optical disc system for digital video recording. *Japanese Journal of Applied Physics*, 39(2S):912, 2000.
- [15] Jung-Po Chen, Yi-Ping Chen, and Ding-Zheng Lin. Highly sensitive refractive index sensor based on structure modulation of digital versatile discs. In *SENSORS, 2012 IEEE*, pages 1–3, 2012.
- [16] Sorin G. Stan. *Compact Disc Standards And Formats*, pages 137–176. Springer Netherlands, Dordrecht, 2009.
- [17] Takeo Ohta, Kenichi Nishiuchi, Kenji Narumi, Yasuo Kitaoka, Hiromichi Ishibashi, Noboru Yamada, and Takashi Kozaki. Overview and the future of phase-change optical disk technology. *Japanese Journal of Applied Physics*, 39(2S):770, feb 2000.

- [18] Toshiya Nishimura, Masato Iyoki, and Shoji Sadayama. Observation of recording pits on phase-change film using a scanning probe microscope. *Ultramicroscopy*, 91(1-4):119–126, 2002.
- [19] Noboru Yamada, Rie Kojima, Mayumi Uno, Tetsuya Akiyama, Hideki Kitaura, Kenji Narumi, and Kenichi Nishiuchi. Phase-change material for use in rewritable dual-layer optical disk. In *Optical Data Storage 2001*, volume 4342, pages 55–63. SPIE, 2002.
- [20] Takeo Tomiyama, Itsuo Watanabe, Atsushi Kuwano, Masanobu Habiro, Nobuaki Takane, and Mitsuo Yamada. Rewritable optical-disk fabrication with an optical recording material made of naphthalocyanine and polythiophene. *Applied optics*, 34(35):8201–8208, 1995.
- [21] Xinxing Sun. *Phase Transformations and Switching of Chalcogenide Phase-change Material Films Prepared by Pulsed Laser Deposition*. PhD thesis, Dissertation, Leipzig, Universität Leipzig, 2017, 2017.
- [22] Lechter Yao and June-Kai Huang. On-line learning of write strategy for ultra-speed cd-rw optical recorder. *Sensors*, 18(7):2070, 2018.
- [23] Bert Voigtländer. *Scanning probe microscopy: Atomic force microscopy and scanning tunneling microscopy*. Springer, 2015.
- [24] Jacob N Israelachvili. *Intermolecular and surface forces*. Academic press, 2011.
- [25] Hang Li, Xuhong Peng, Laosheng Wu, Mingyun Jia, and Hualin Zhu. Surface potential dependence of the hamaker constant. *The Journal of Physical Chemistry C*, 113(11):4419–4425, 2009.
- [26] Ernst Meyer, Hans Josef Hug, and Roland Bennewitz. *Scanning probe microscopy: the lab on a tip*. Springer, 2004.
- [27] Victor L Mironov. *Fundamentals of Scanning Probe Microscopy*. Russian academy of sciences institute for physics of microstructures, 2004.
- [28] F Dinelli, HE Assender, N Takeda, GAD Briggs, and OV Kolosov. Elastic mapping of heterogeneous nanostructures with ultrasonic force microscopy (ufm). *Surface and interface analysis*, 27(5-6):562–567, 1999.
- [29] Ricardo Garcia and Ruben Perez. Dynamic atomic force microscopy methods. *Surface science reports*, 47(6-8):197–301, 2002.
- [30] Qi Zhong, D Inniss, K Kjoller, and VB Elings. Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy. *Surface Science Letters*, 290(1-2):L688–L692, 1993.
- [31] Alexander, Louis Hellemans, Othmar Marti, Jason Schneir, Virgil Elings, Paul K Hansma, Matt Longmire, and John Gurley. An atomic-resolution atomic-force microscope implemented using an optical lever. *Journal of applied physics*, 65(1):164–167, 1989.
- [32] O Marti, V Elings, M Haugan, CE Bracker, J Schneir, B Drake, SAC Gould, J Gurley, L Hellemans, K Shaw, et al. Scanning probe microscopy of biological samples and other surfaces. *Journal of microscopy*, 152(3):803–809, 1988.
- [33] Gerhard Meyer and Nabil M Amer. Novel optical approach to atomic force microscopy. *Applied physics letters*, 53(12):1045–1047, 1988.
- [34] Johann Mertens, Mar Álvarez, and J Tamayo. Real-time profile of microcantilevers for sensing applications. *Applied Physics Letters*, 87(23), 2005.
- [35] İhsan Kehribar. *Design of an advanced atomic force microscope control electronics using FPGA*. PhD thesis, 2013.
- [36] NanoWorld AG. Afm tips catalog, 2024. Accessed: 2024-07-09.
- [37] NanoMagnetics Instruments. *ezAFM / ezAFM+ Operating Manual*, 2019. Versión del manual 4.0.

- [38] Petr Klapetek, David Necas, and Christopher Anderson. Gwyddion user guide. *Czech Metrology Institute*, 2007:2009, 2004.
- [39] Daniel Jaramillo Chamba and Luis Chuquimarca Jiménez. Estudio comprensivo de la transformada de fourier discreta para el análisis de señales digitales. *Revista Científica y Tecnológica UPSE (RCTU)*, 9(1):75–84, 2022.
- [40] John H Karl. *An introduction to digital signal processing*. Elsevier, 2012.
- [41] Donald A Chernoff and David L Burkhead. Automated, high precision measurement of critical dimensions using the atomic force microscope. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 17(4):1457–1462, 1999.
- [42] Donald A Chernoff, David L Burkhead, Dick Verhaart, and Ton van de Vorst. Afm analysis of hd-dvd stampers. In *International Symposium on Optical Memory and Optical Data Storage*, page TuP25. Optica Publishing Group, 2005.
- [43] Guido Tosello, Hans Nørgaard Hansen, Francesco Marinello, and Stefania Gasparin. Replication and dimensional quality control of industrial nanoscale surfaces using calibrated afm measurements and sem image processing. *CIRP annals*, 59(1):563–568, 2010.
- [44] Elena K. Kozlova, Alexander M. Chernysh, Victor V. Moroz, and Artem N. Kuzovlev. Analysis of nanostructure of red blood cells membranes by space fourier transform of afm images. *Micron*, 44:218–227, 2013.
- [45] David Nečas, Andrew Yacoot, M Valtr, and Petr Klapetek. Demystifying data evaluation in the measurement of periodic structures. *Measurement Science and Technology*, 34(5):055015, 2023.
- [46] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930–933, Mar 1986.
- [47] Florence Rollet, Sandrine Morlat-Thérias, and Jean-Luc Gardette. Afm analysis of cd-r photoageing. *Polymer degradation and stability*, 94(6):877–885, 2009.