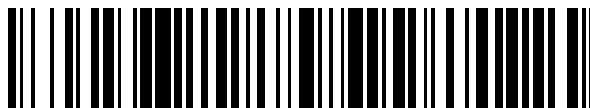


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 711 860**

21 Número de solicitud: 201731292

51 Int. Cl.:

G01B 7/34

(2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

03.11.2017

43 Fecha de publicación de la solicitud:

07.05.2019

71 Solicitantes:

**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES
CIENTÍFICAS (70.0%)**

C/ Serrano, 117

28006 Madrid ES;

UNIVERSIDAD DE ZARAGOZA (15.0%);

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID (10.0%) y

FUNDACIÓN AGENCIA ARAGONESA PARA LA

INVESTIGACION Y EL DESARROLLO (ARAIID)

(5.0%)

72 Inventor/es:

JAAFAR RUÍZ-CASTELLANOS, Miriam;

DE TERESA NOGUERAS, Jose María;

ASENJO BARAHONA, Agustina;

PABLO NAVARRO, Javier;

ARES GARCÍA, Pablo;

MAGEN DOMINGUEZ, Cesar y

GOMEZ HERRERO, Julio

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

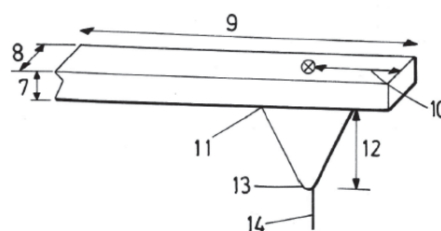
54 Título: **SISTEMA PARA UN MICROSCOPIO DE FUERZAS ATÓMICAS**

57 Resumen:

Sistema para un microscopio de fuerzas atómicas.

La presente invención se refiere a un sistema que comprende un conjunto palanca-punta y un nanopilar magnético situado sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-punta que ha sido depositado mediante la técnica de deposición inducida mediante haz de electrones focalizado. Además, la presente invención se refiere a un microscopio de fuerzas magnéticas que comprende dicho sistema y al uso de dicho sistema o microscopio para la realización de estudios simultáneos topográficos y magnéticos y/o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico en medio líquido, preferiblemente de muestras biológicas. Por tanto, la presente invención se engloba en el área de la nanotecnología, concretamente en el área de la fabricación de dispositivos para la caracterización de muestras de tamaño micro y nanométrico.

Figura 1 cont.
b)



SISTEMA PARA UN MICROSCOPIO DE FUERZAS ATÓMICAS

DESCRIPCIÓN

La presente invención se refiere a un sistema que comprende un conjunto palanca-
5 punta y un nanopilar magnético situado sobre el extremo de la punta del conjunto
palanca-punta que ha sido depositado mediante la técnica de deposición inducida
mediante haz de electrones focalizado. Además, la presente invención se refiere a un
microscopio de fuerzas magnéticas que comprende dicho sistema y al uso de dicho
10 sistema o microscopio para la realización de estudios simultáneos topográficos y
magnéticos y/o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico en
medio líquido, preferiblemente de muestras biológicas.

Por tanto, la presente invención se engloba en el área de la nanotecnología,
concretamente en el área de la fabricación de dispositivos para la caracterización de
15 muestras de tamaño micro y nanométrico.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El microscopio de fuerza atómica (en inglés atomic force microscope AFM) es una de
20 las herramientas más versátiles para el estudio topográfico y manipulación de
muestras de tamaño micro y nanométrico. Una de las grandes ventajas de esta técnica
es su capacidad de estudiar diferentes propiedades de forma simultánea, así como el
hecho de trabajar en diferentes ambientes de trabajo: desde condiciones de ultra alto
vacío (en inglés ultra high vacuum UHV), a estudiar sistemas que se encuentran
25 inmersos en medio líquido y condiciones atmosféricas habituales.

El funcionamiento del AFM se basa en la interacción de una punta afilada con la
superficie de la muestra o sistema a estudiar. Dicha punta comprende una base unida
a la palanca por una de sus caras cuyo extremo, que es el elemento de la punta más
30 alejado de la base, actúa como sonda del microscopio. La punta puede presentar
diferentes geometrías (piramidal, cónica, etc.) siendo necesario que, para asegurar
una buena resolución espacial, su extremo esté muy afilado, es decir, que tenga un
radio de curvatura pequeño. La punta está situada sobre una micropalanca que tiene
un extremo fijo y otro libre, concretamente la punta se sitúa sobre el extremo libre de la

micropalanca.

Aparte de la electrónica de control, el elemento esencial que limita la resolución y sensibilidad del sistema es el conjunto punta-palanca: por un lado el tamaño del
 5 vértice de la punta que hace las funciones de sonda del microscopio y por otro las propiedades mecánicas de la palanca. Diferentes grupos de investigación y compañías comerciales han ofrecido distintas soluciones para mejorar la resolución y la sensibilidad.

- 10 El Microscopio de Fuerzas Magnéticas (en inglés magnetic force microscope MFM) es una variante del AFM en la cual se mide tanto la topografía como la interacción magnética entre una punta y una muestra. Es preciso disponer de puntas específicas para esta variante de microscopía. En el mercado dichas puntas son similares a las empleadas en AFM pero comprende un recubrimiento magnético, típicamente Co.
 15 Esto hace que, en general, la resolución lateral del MFM sea peor que la del AFM puesto que está muy condicionado por la geometría de dichas puntas, en particular, por el radio de curvatura del extremo, que aumenta con los recubrimientos. Además, la sensibilidad viene determinada por los parámetros de la palanca sobre la que se sitúa la punta. En el caso concreto del MFM hay además otro parámetro importante, el
 20 campo magnético de fuga creado por las puntas de MFM. (Ver Figura 1)

El MFM opera en modos dinámicos, en los cuales la sensibilidad es proporcional al valor del factor de calidad Q de la resonancia de la palanca. Con respecto al uso de dicha microscopía en medio líquido, existe una desventaja adicional asociada: la
 25 disminución del mencionado factor de calidad Q de la resonancia de la palanca debido a la mayor densidad del medio. Eso hace que la relación señal/ruido sea mucho peor que en las medidas al aire para una misma palanca.

En la literatura podemos encontrar diversos trabajos donde se modifican las puntas de
 30 MFM para, por ejemplo, disminuir el material magnético de la sonda; podemos encontrar el empleo de nanoelementos situados en el extremo de una punta comercial como nanotubos de carbono recubiertos por material magnético, de nanohilos magnéticos o imanes de tamaño nanométrico. También es frecuente encontrar trabajos dirigidos al uso de diferentes mecanismos de recubrimiento para optimizar la
 35 respuesta del MFM o la manipulación del dominio final en la punta. Estas

modificaciones no han resultado en una mejora para el empleo de la técnica de MFM en medio líquido.

- 5 Por tanto, es necesario desarrollar nuevos sistemas punta-palanca para ser utilizados en MFM que sirvan para llevar a cabo medidas de muestras de tamaño micro y nanométrico en medio líquido, incluyendo medidas de muestras biológicas.

DESCRIPCIÓN DE LA INVENCION

- 10 La presente invención se refiere a un sistema que comprende un conjunto palanca-punta (o conjunto voladizo-punta) y un nanopilar magnético situado sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-punta que ha sido depositado mediante la técnica de deposición inducida mediante haz de electrones focalizado.

- 15 Dicho sistema es adecuado para llevar a cabo estudios simultáneos topográficos, magnéticos y/o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico por microscopía de fuerzas magnéticas en medio líquido; puesto que se obtienen señales (imágenes) estables con poco ruido.

- 20 El término "muestras de tamaño micro y nanométrico" engloba tanto a muestras biológicas aisladas como a nanomateriales tales como son las nanopartículas o los nanohilos que pueden ser empleados en aplicaciones tales como mejora del contraste en resonancia magnética nuclear, hipertermia en tratamientos del cáncer y administración de fármacos.

- 25 El término "muestra biológica" incluye, pero sin limitaciones, células, tejidos y/o fluidos biológicos de un organismo, obtenidos mediante cualquier método conocido por un experto en la materia y que comprende proteínas, virus, bacterias, células, ácidos nucleicos o cápsides víricas que comprenden material magnético en su interior. La muestra biológica puede ser un tejido, por ejemplo, una biopsia o un aspirado por
30 aguja fina, o puede ser una muestra de fluido, como sangre, plasma, suero, orina, lágrimas, sudor, líquido cefalorraquídeo, humor acuoso, humor vítreo, etc.

- El término "muestra biológica aislada" se refiere en la presente invención a aquellas
35 proteínas, virus, bacterias, células, ácidos nucleicos o cápsides víricas que

comprenden material magnético en su interior.

En la presente invención se entiende por "medio líquido" como aquel medio cuyo estado de agregación es líquido. La definición engloba a fluidos como las disoluciones
5 tampón, los medios de cultivo y las muestras biológicas aisladas y disoluciones híbridas orgánico-inorgánicas que ayuden a estabilizar la muestra y hacerla viable para su estudio mediante técnicas de microscopía de fuerzas en medio líquido.

Se entiende por "medio de cultivo" cualquier solución que comprenda nutrientes
10 necesarios para la división y/o diferenciación, o para la recuperación o aislamiento de células en cultivo. Dicho cultivo se lleva a cabo en condiciones favorables de temperatura y pH. El medio de cultivo se selecciona, pero sin limitarse, de la lista que comprende DMEM (Dulbecco's Modified Eagle's Medium), RPMI 1640, F12, F10, MCDB 131, MEM (Minimum Essential Media) o DMEM/F12. Además, el medio de
15 cultivo puede estar suplementado con otros componentes, como, por ejemplo, pero sin limitarse, CO₂, O₂, suero o sustituto de suero, aminoácidos, antibióticos, etc. No obstante, puede ser empleado cualquier medio de cultivo conocido en el estado de la técnica para el cultivo de células. Para el crecimiento, división y/o diferenciación, etc. de las células en cultivo puede ser necesaria la renovación periódica de dicho medio, o
20 la adición de nuevo medio de cultivo, o la recuperación de parte del medio en el que se encuentren las células.

El conjunto palanca-punta de la presente invención tiene unas características esenciales como son una rigidez determinada por la constante de fuerza y la
25 frecuencia de resonancia, y una geometría para el conjunto bien definida, para que, junto con el nanopilar magnético, permitan la obtención de imágenes de alta resolución de las muestras de tamaño micro y nanométrico en medio líquido, particularmente de muestras biológicas.

Además, la presente invención se refiere a un microscopio de fuerzas magnéticas que
30 comprende el sistema descrito anteriormente y al uso del sistema o microscopio para la realización de estudios simultáneos topográficos y magnéticos o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico en medio líquido, preferiblemente de muestras biológicas.

35

En un primer aspecto, la presente invención se refiere a un sistema para estudios simultáneos topográficos, magnéticos y/o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico por microscopía de fuerzas en medio líquido, caracterizado por que comprende:

- 5 - un conjunto palanca-punta que comprende
 - una palanca o voladizo con una primera cara y una segunda cara, donde al menos la segunda cara refleja la longitud de onda del láser del microscopio de fuerzas magnéticas y donde dicha palanca tiene una frecuencia de resonancia en aire de entre 75 kHz y 145 kHz, una constante de fuerza con un valor de entre 0,02 Nm⁻¹ y 0,14 Nm⁻¹, un espesor menor de 0,3 μm, una longitud de entre 30 μm y 40 μm y una anchura de entre 10 μm y 20 μm; y
 - una punta que comprende una base unida a la palanca por una primera cara y un extremo que es el elemento de la punta más alejado de la base con un radio de curvatura menor de 25 nm, preferiblemente entre 6 nm y 10 nm, y una distancia entre la base de la punta y el extremo libre de la palanca de entre 6 μm y 8 μm;
- 10 donde la distancia mínima del extremo libre de la palanca a la base de la punta es de entre 1 μm y 2 μm;
- 15 - y un nanopilar magnético con un diámetro de entre 40 nm y 90 nm y una longitud de entre 0,3 μm y 1,7 μm;
- 20 donde el nanopilar se sitúa sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-punta.

El conjunto palanca-punta o voladizo-punta comprende una palanca o voladizo blanda, caracterizada por tener una frecuencia de resonancia en aire de entre 75 kHz y 145 kHz, una constante de fuerza un valor de entre 0,02 Nm⁻¹ y 0,14 Nm⁻¹, y una geometría definida por un espesor menor de 0,3 μm, una longitud de entre 30 μm y 40 μm y una anchura de entre 10 μm y 20 μm.

Tal y como se menciona en el estado de la técnica, la geometría de la palanca o voladizo no es limitante, aunque preferentemente es rectangular o triangular.

En una realización preferida del sistema de la presente invención, la palanca del conjunto palanca-punta tiene un espesor menor de 0,3 μm.

La palanca debe reflejar la longitud de onda del láser del microscopio de fuerzas

magnéticas por al menos una de sus caras, concretamente por la cara contraria a la punta, es decir, la segunda cara. Por ello dicha segunda cara está típicamente recubierta por un metal como Au, Pt, Cr o Al. En la presente invención dicha cara se denomina primera cara. En una realización preferida del sistema de la presente invención, la palanca está recubierta por un recubrimiento conductor por ambas caras, por la primera y la segunda cara, lo que permite evitar los problemas de carga al fabricar los pilares.

El extremo de la punta debe tener un radio de curvatura adecuado para poder soportar los nanopilares sobre él sin que dicho pilar pierda su estabilidad y quede completamente adherido al extremo de la punta.

La punta del conjunto palanca-punta o voladizo-punta de la presente invención comprende una base unida a la palanca por la primera cara y un extremo que es el elemento de la punta más alejado de la base. La base de la punta puede tener diversas geometrías, puede ser un círculo, un triángulo, un cuadrado, etc.

El nanopilar magnético se sitúa sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-punta o voladizo-punta y tiene un diámetro de entre 40 nm y 90 nm y una longitud de entre 0,3 μm y 1,7 μm . Es decir, la relación de aspecto (longitud/diámetro) óptima varía entre 7 y 28.

Un material común utilizado en la fabricación de palancas o voladizos y puntas para AFM y MFM es un monocristal de silicio o un monocristal de silicio altamente dopado. También se suele utilizar nitruro de silicio para fabricar las palancas o voladizos.

Se trata de un nanopilar magnético puesto que actúa como sonda en un microscopio de fuerzas magnéticas. En una realización preferida del sistema de la presente invención, el nanopilar magnético contiene cobalto (Co) o hierro (Fe); el Fe tiene un momento magnético mayor que el Co por lo que los nanopilares de Fe tienen un valor de imanación mayor que los de Co. Además, preferiblemente el sistema de la presente invención tiene un contenido de Co o Fe en el nanopilar mayor del 80 % en porcentaje atómico lo que garantiza una señal magnética adecuada. La parte metálica del depósito es la que dota al nanopilar de sus propiedades magnéticas, por lo que un alto porcentaje de Co o Fe asegura un buen funcionamiento del sistema.

En otra realización preferida de la presente invención y para evitar posibles oxidaciones de los nanopilares, dichos nanopilares se recubren preferentemente de Pt-C porque su ritmo de crecimiento mediante la técnica de deposición inducida mediante haz de electrones focalizado es muy alto, lo que lo hace idóneo para este proceso de recubrimiento.

Un segundo aspecto de la presente invención se refiere al procedimiento de fabricación del sistema descrito anteriormente, caracterizado por que comprende una etapa (a) de depositar el nanopilar sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-punta mediante la técnica de deposición inducida mediante haz de electrones focalizado (del inglés Focused Electron Beam Induced Deposition, FEBID).

Mediante un inyector de gas (del inglés Gas Injection System, GIS) se introduce un gas precursor alrededor del extremo de la punta como por ejemplo $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ o $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$ para los nanopilares de Co o Fe respectivamente, que se descompone para formar un nanopilar cuando interacciona con un haz de electrones. La utilización del gas precursor $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ permite la fabricación de nanopilares de Co, mientras que el uso del gas precursor $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$ permite la fabricación de nanopilares de Fe. En ambos casos, cuando el haz de electrones interacciona con el gas precursor, éste se descompone produciendo un depósito que forma el nanopilar.

La ventaja del FEBID es la capacidad de seleccionar la posición sobre el sustrato, la longitud y el diámetro del depósito/nanopilar y su composición.

Dicho procedimiento es una alternativa rápida, reproducible y fiable de fabricación de sistemas adecuados para microscopía de fuerzas magnéticas que implica el crecimiento de una geometría bien definida en forma de pilares de tamaño nanométrico (diámetro y altura) fabricados mediante FEBID.

Para obtener nanopilares de cobalto de buena calidad (de diámetro externo nominal de entre 60 y 90 nm) se recomienda utilizar las siguientes condiciones:

- un volumen de interacción generado para un voltaje de aceleración entre 3 kV y 5 kV,
- una capacidad de disociación del gas para una corriente entre 50 pA y 100 pA

y

- un flujo de gas aportado con una presión de trabajo 9×10^{-6} mbar con un error del 10%, siendo la presión base de $1,4 \times 10^{-6}$ mbar.

5 En el caso de los nanopilares de hierro (de diámetro externo nominal de entre 40 nm y 60 nm), los valores idóneos son:

- un volumen de interacción generado para un voltaje de aceleración entre 3 kV y 5 kV,
- una capacidad de disociación del gas para una corriente entre 43 pA y 86 pA y

10 • un flujo de gas aportado con una presión de trabajo de 6×10^{-6} mbar con un error del 10%, siendo la presión base de $1,4 \times 10^{-6}$ mbar.

Por otro lado, el ajuste del tiempo de depósito permite modular la longitud de los nanopilares. Asimismo, debe resaltarse la importancia de un óptimo ajuste del astigmatismo y el foco del microscopio electrónico donde se crecen los nanopilares, aspectos clave para generar nanohilos de dimensiones precisas y convenientes.

Otro aspecto de la invención se refiere a un microscopio de fuerza magnética caracterizado por que comprende el sistema descrito anteriormente adecuado para la realización de estudios simultáneos topográficos, magnéticos y/o de manipulación, de muestras de tamaño micro y nanométrico, por microscopía de fuerzas en medio líquido.

El último aspecto de la presente invención se refiere al uso del sistema o del microscopio descritos anteriormente para la realización de estudios simultáneos topográficos, magnéticos y/o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico en medio líquido; particularmente para muestras biológicas. Más particularmente, donde las muestras biológicas son proteínas, virus, bacterias, células, ácidos nucleicos o cápsides víricas que comprenden material magnético en su interior.

Otra realización preferida de la presente invención se refiere al uso del sistema o del microscopio descritos anteriormente para la realización de estudios simultáneos topográficos, magnéticos y/o de manipulación de nanomateriales tales como son las nanopartículas o nanohilos que pueden ser empleados en aplicaciones tales como mejora del contraste en resonancia magnética nuclear, hipertermia en tratamientos del

cáncer y administración de fármacos. Concretamente para la obtención de las propiedades magnéticas de los nanomateriales (como nanopartículas o nanohilos) que determinan la eficacia de su aplicación en biomedicina. Las propiedades de los nanomateriales que pueden obtenerse con este sistema son: la determinación de la configuración de dominios en diferentes estados de remanencia, información sobre el proceso de inversión de la imanación, información sobre el campo de fuga creado por las nanoestructuras y estado de agregación de las nanoestructuras en función de su tamaño, condiciones de preparación de sustratos, funcionalización del material, medio líquido o campo magnético. Estas propiedades sirven para determinar su viabilidad como elementos para resonancia magnética nuclear, para hipertermia combinada con daño mecánico en tratamientos del cáncer y administración de fármacos.

A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y figuras se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

20 BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Figura 1. Esquema del sistema de un microscopio de fuerza magnética.

Figura 2. Características técnicas de los sistemas palanca-punta Nanoworld Arrow (fuente: <http://www.nanoworld.com/electrostatic-force-microscopy-afm-tip-arrow-efm>).

(a) Vista Lateral (b) Vista posterior (c) Vista frontal

Figura 3. Características técnicas de los sistemas palanca-punta Budget Sensors (Datos cogidos de la fuente: https://www.budgetsensors.com/force_modulation_afm_probes_electri_alignment_grooves.html).

Figura 4. Características técnicas de los sistemas palanca-punta Olympus biolever mini (fuente: http://probe.olympus-global.com/en/product/bl_ac40ts_c2).

Figura 5. Curvas de resonancia de dos palancas tipo Biolever mini sin pilar (a) y con

pilar (b).

Figura 6. (a) Imagen de la palanca obtenida por SEM (b) Corte realizado con el haz de iones previo al depósito del nanopilar.

5

Figura 7. Comparación de topografía (d), (e) (f) y de señal magnética (g), (h), (i) obtenidas en un disco duro de alta densidad con distintas puntas: (a) (d) y (g) punta comercial de Budget sensors, (b), (e) y (h) punta-nanopilar de Co y (c), (f), (i) punta-nanopilar de Fe.

10

Figura 8. Imágenes de MFM de una muestra de multicapas de CoPt crecidas por sputtering que presenta anisotropía perpendicular. Las imágenes han sido obtenidas con punta comercial Budget Sensors (a) y punta con nanopilar de Co (b).

15

Figura 9. Gráfica de sensibilidad a la componente OOP (fuera de plano, del inglés out-of-plane) e IP (en el plano, del inglés in-plane) en función de la sección del nanopilar. Llamamos sensibilidad al contraste magnético medido con el MFM en las distintas muestras bajo las mismas condiciones. Los datos corresponden a los conjuntos palanca-punta nombrados del 1 al 7 en la tabla 5. La sección de los nanopilares de ha evaluado en función del diámetro de los mismos y se representa dividida por 1000.

20

Figura 10. Curvas de resonancia de una misma palanca de Nanosensors PPP- MFMR en tres ambientes distintos: agua, aire y alto vacío. Adaptada de, P. Ares, M. Jaafar, A. Gil, J. Gómez-Herrero and A. Asenjo, Small 11 (36) 4731-6 (2015)

25

Figura 11. Comparativa de las imágenes de topografía (a), (d) y magnéticas (b), (e) de una muestra patrón (disco duro de alta densidad) adquiridas con la misma punta del tipo Nanosensors PPP- MFMR en condiciones ambiente (panel superior) y en agua (panel inferior).

30

Figura 12. Comparativa de las imágenes de topografía (a), (d) y magnéticas (b), (e) de una muestra patrón (disco duro de alta densidad) adquiridas con la misma punta del tipo Team Nanotec de constante de fuerzas $0,7 \text{ Nm}^{-1}$ en condiciones ambiente (panel superior) y en agua (panel inferior).

35

Figura 13. Comparativa de las imágenes de topografía (a), (c), (e) y magnéticas (b), (d), (f) de una muestra patrón (disco duro de alta densidad) adquiridas con la misma punta del tipo *Mikro-masch* HQ:NSC36/Co-Cr/Al BS con constante de fuerzas en torno a $0,6 \text{ Nm}^{-1}$ en condiciones ambiente y en agua.

5

Figura 14. Comparativa de las imágenes de topografía (a), (d) y magnéticas (b), (e) de una muestra patrón (disco duro de alta densidad) adquiridas con la misma punta del tipo Olympus biolever mini (constante de fuerzas de $0,01 \text{ Nm}^{-1}$) con un nanopilar de Fe crecido en su extremo en condiciones ambiente (panel superior) y en agua (panel inferior). Se observa que las imágenes en ambos medios son de calidad comparable teniendo muy poco ruido la señal de MFM en líquido.

10

Figura 15. Comparativa de las imágenes de topografía (a), y magnética (b) de una muestra patrón (disco duro de alta densidad) adquiridas con la misma punta del tipo Olympus biolever mini (constante de fuerzas de $0,01 \text{ Nm}^{-1}$) con un nanopilar de Fe crecido en su extremo en condiciones ambiente tras haber medido en agua y después de un año de su fabricación. Se observa que las imágenes son de calidad comparable a las originales no habiéndose perdido en ningún caso la señal magnética.

15

20 EJEMPLOS

A continuación, se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que pone de manifiesto la efectividad del producto de la invención.

25 La Figura 1 se refiere a un esquema del sistema de un microscopio de fuerza magnética.

La Figura 1(a) que comprende un fotodiodo (1), un láser (2), un conjunto palanca-punta (3), un piezoeléctrico (4) muestra una imagen topográfica de no-contacto (5) y una imagen de no-contacto de MFM (6).

30

Figura 1(b) se refiere al conjunto palanca-punta (3) y al nanopilar (14). En dicha figura 1 (b) se aprecia el espesor (7), la anchura (8) y la longitud (9) de la palanca, así como la longitud de la base de la punta (11), la distancia base-extremo de la punta (12) y el radio de curvatura del extremo la punta (13). En esta misma figura 1(b) se puede

35

apreciar la distancia extremo libre de la palanca a la base de la punta (10) del conjunto palanca-punta (3) del microscopio de fuerza magnética.

1. Crecimiento de nanopilares sobre puntas comerciales

5

Se realizaron crecimientos de depósitos de cobalto y hierro en forma de nanopilares magnéticos (14) en tres dimensiones (3D) mediante FEBID. Para llevar a cabo este proceso de fabricación, mediante un inyector de gas (del inglés Gas Injection System, GIS) se introduce un gas precursor en el área de interés que se descompone mediante su interacción con un haz de electrones, produciéndose de esta forma un nanodepósito. En este ejemplo se utiliza como gas precursor $\text{Co}_2(\text{CO})_8$ para los depósitos de cobalto y el $\text{Fe}_2(\text{CO})_9$ para los de hierro.

10

El contenido de Co o Fe está entorno al 80 % en porcentaje atómico con respecto a la composición total del nanopilar. Esta caracterización composicional se realiza mediante espectroscopía de rayos X por energía dispersiva (del inglés Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS). Las mejores relaciones señal/ruido se pueden conseguir con pilares de Fe, ya que se pueden alcanzar diámetros de hasta 40 nm conservando un alto contenido de hierro como se mostrará a continuación. El hierro tiene además un mayor momento magnético que el cobalto, así que da lugar a depósitos con alto valor de imanación. Estos pilares se pueden recubrir fácilmente con un depósito de Pt-C evitando así procesos de oxidación.

15

20

25

- El proceso de crecimiento ha sido llevado a cabo en tres tipos diferentes de sistemas palanca-punta.

a. Sistema Palanca-Punta tipo Nanoworld Arrow EFM

Los datos técnicos de este tipo de palancas se muestran en la tabla 1.

30

Parámetros de la palanca	Valores	Rango
Frecuencia de resonancia	75 kHz	58 - 97
Constante de Fuerzas	2,8 Nm^{-1}	1,4 - 5,8

Longitud (L)	240 μm	235 - 245
Anchura (A)	35 μm	30 - 40
Espesor (E)	3,0 μm	2,5 - 3,5

Tabla 1- Datos suministrados por el fabricante

El material de la palanca (y de la punta original) es un monocristal de Si altamente dopado con una resistividad en torno a 0,01-0,025 Ohm-cm para evitar cargas estáticas. Dicho material es químicamente inerte y perfectamente válido para su empleo en medidas en medio líquido o celdas electroquímicas; además ofrece un alto valor del factor de calidad Q que se traduce en una alta sensibilidad en las medidas.

En la Figura 2 se puede observar el sistema palanca-punta tipo Nanoworld Arrow.

La forma de la palanca es rectangular con una terminación triangular. En esta realización preferida del conjunto palanca-punta (3) del microscopio de fuerza magnética se aprecia la anchura (8) y la longitud (9) de la palanca. Es una palanca sin tensión mecánica intrínseca. La posición de la punta en la palanca en el extremo de dicha palanca está escogida de tal forma que facilita el posicionamiento en el área de interés; es decir, facilita el procedimiento de deposición de nanopilares (14).

La geometría de la punta original es un tetraedro con una altura típica de 10 - 15 μm . El radio de curvatura es menor a 25 nm.

Tanto la palanca por ambos lados como la punta tienen un recubrimiento de PtIr de 23 nm de espesor. Este recubrimiento permite un buen contacto eléctrico y aumenta la reflectancia del láser en un factor 2.

25

b. Sistema Palanca-Punta tipo Budget Sensors ElectriMulti75-G

La geometría de este tipo de palancas es de las más habituales y empleadas en los distintos modos del AFM. Los datos técnicos de estas palancas se muestran en la tabla 2 y Figura 3. En esta realización preferida del conjunto palanca-punta (3) del microscopio de fuerza magnética, figura 3(a) se aprecia la distancia base-extremo de la punta (12), la distancia extremo libre de la palanca a la base de la punta (10) y el

radio de la punta: ángulo del semicono (15). Además, en la figura 3(b) se muestra, la anchura (8) y la longitud (9) de la palanca.

Parámetros de la palanca	Valores	Rango
Frecuencia de resonancia	75 kHz	60 - 90
Constante de Fuerzas	3 Nm ⁻¹	1 - 7
Longitud (L)	225 μm	215 - 235
Anchura (A)	28 μm	25 - 33
Espesor (E)	3,0 μm	2 - 4

5

Tabla 2- Datos suministrados por el fabricante

El material de la palanca (y de la punta original) es un monocristal de Si. Todo el conjunto palanca-punta tiene un recubrimiento conductor eléctrico de una capa compuesta por 5 nm de Cr y 25 nm de Pt. Este recubrimiento mejora la reflectividad del láser.

10

c. Sistema Palanca-Punta tipo Olympus biolever mini

Los datos técnicos de estas palancas no magnéticas se muestran en la tabla 3 y Figura 4. En la vista lateral de esta realización preferida del conjunto palanca-punta del microscopio de fuerza magnética se aprecia la longitud efectiva de la punta (16), la distancia base-extremo de la punta (12), la longitud de la palanca (9), el extremo de la palanca (17) y la distancia extremo libre de la palanca a la base de la punta (10).

15

Parámetros de la palanca	Valores	Rango
Frecuencia de resonancia	110 kHz (aire)	75 – 145 (aire)
	25 kHz (agua)	17 – 45 (agua)
Constante de Fuerzas	0,09 Nm ⁻¹	0,02 – 0,14
Longitud (L)	38 μm	
Anchura (A)	16 μm	
Espesor (E)	0,2 μm	

20

Tabla 3- Datos suministrados por el fabricante

El material de la palanca es nitruro de silicio mientras que la punta original es silicio. Por el lado de la punta no hay ningún recubrimiento mientras que por el lado opuesto está recubierto por una capa de Au para mejorar la reflectividad del láser. Para evitar problemas de carga durante la fabricación de los nanopilares la palanca se cubre con cintas de carbono (por ambos lados).

Las características de este sistema palanca-punta que las hacen óptimas para trabajar en medio líquido son sus altos valores de frecuencia de resonancia tanto en aire como en agua unido al bajísimo valor de la constante de fuerzas (en torno a $0,1 \text{ Nm}^{-1}$). Por este motivo, la relación sensibilidad/ruido en estas palancas (como ya se comentó en documentos anteriores) es la necesaria para poder obtener imágenes con calidades similares en aire y en agua. Como ya resaltamos no existe ninguna sonda comercial magnética que cumpla estas condiciones.

Otra ventaja adicional es que dicho sistema palanca-punta nos permite trabajar con velocidades de barrido altas (es decir, cortos tiempos de adquisición de datos). Así mismo, el material del que están fabricadas las palancas (nitruro de silicio) lo hace compatible con medidas de fluorescencia simultáneas. Como se puede apreciar en la Figura 5, el hecho de crecer el pilar magnético en este tipo de palancas no afecta de ninguna forma a sus propiedades mecánicas tal y como se muestra en las dos curvas de resonancia que se presentan (a) y (b). Con el resto de las palancas presentadas sucede lo mismo.

Parámetros óptimos para el proceso de deposición de los nanopilares

Para garantizar el éxito en la forma y la composición de los nanopilares, se realizaron numerosas pruebas en función de los diversos parámetros de crecimiento existentes. Así, por ejemplo, se determinó el valor apropiado del voltaje de aceleración, de la corriente de electrones o del flujo de gas para obtener nanopilares de un diámetro y pureza adecuados.

Para los depósitos de cobalto, se estimó que el volumen de interacción generado por un voltaje de 5 kV, la capacidad de disociación del gas para una corriente de 86 pA y

el flujo de gas aportado con una presión de trabajo de en torno a 10^{-5} mbar (presión base de $1,4 \times 10^{-6}$ mbar) producían nanopilares de buena calidad.

En el caso de los depósitos de hierro, los valores idóneos eran de 3 kV para el voltaje de aceleración, 43 pA para la corriente de electrones y 6×10^{-6} mbar para la presión de trabajo (presión base de $1,4 \times 10^{-6}$ mbar).

Por otro lado, el ajuste del tiempo de depósito permite modular la longitud de los nanopilares. Asimismo, debe resaltarse la importancia de un óptimo ajuste del astigmatismo y el foco del microscopio electrónico donde se crecen los nanopilares, aspectos clave para generar nanopilares de dimensiones precisas y convenientes.

De modo general, los depósitos FEBID se realizan comúnmente sobre sustratos planos donde la difusión de las moléculas del gas precursor es óptima. Sin embargo, las puntas carecen de dicha superficie plana, por lo que dependiendo del material es necesario un corte en el extremo de la punta mediante un haz de iones (Focused Ion Beam, FIB). Este proceso se puede llevar a cabo rápidamente en el interior del Dual Beam haciendo uso de un haz de iones focalizado que elimina el material sobre el que incide mediante un proceso de desbastado (en inglés milling).

La Figura 6 muestra (a) una imagen del sistema palanca-punta obtenida por microscopía electrónica de barrido (en inglés Scanning Electron Microscopy SEM) y (b) Corte realizado con el haz de iones previo al depósito del nanopilar.

A continuación, la tabla 4 detalla los parámetros óptimos que han sido encontrados para los depósitos de cobalto y hierro.

Parámetros	Co	Fe
Voltaje de aceleración (kV)	5	3
Corriente del haz (pA)	86	43
Presión base (mbar)	$1,4 \times 10^{-6}$	$1,4 \times 10^{-6}$
Presión de trabajo (mbar)	10^{-5}	6×10^{-6}
Diámetro externo nominal del haz (nm)	1	1
Tiempo de espera (ms)	1	1
Vol/dose ($\mu\text{m}^3/\text{nC}$)	5×10^{-4}	$3,2 \times 10^{-4}$

Tabla 4. Parámetros asociados a los depósitos de cobalto y hierro.

A continuación, la tabla 5 expone las dimensiones de varios nanopilares crecidos sobre los diferentes tipos de puntas utilizados.

Sistema Palanca-Punta	Número de punta	Material FEBID	Diámetro (nm)	Longitud (μm)
Nanoworld Arrow EFM	1	Co	59	1,70
	2		82	0,71
	3		80	1,20
	4	Fe	51	0,85
	5		57	0,42
	6		48	0,64
	7		38	1,16
Budget Sensors ElectriMulti75-G	8	Co	88	1,61
	9		65	1,31
	10	Fe	40	1,05
Olympus BioLever mini	11	Fe	41	0,33

Tabla 5. Dimensiones de los nanopilares resultantes.

10 **Caracterización de un disco duro de alta densidad y muestra de multicapas de CoPt por MFM al aire**

Las puntas funcionalizadas con nanopilares 1 a 11 han sido utilizadas para caracterizar muestras patrón como son los discos duros de alta densidad. En la Figura 7 se muestra la comparación de señal magnética entre el contraste obtenido en un disco duro de alta densidad con una punta comercial (BUDGET SENSORS MULTI-M CoCr coating ~50 nm), una punta-nanopilar de Co y una punta nanopilar de Fe.

Según estas imágenes el contraste y por lo tanto la sensibilidad es comparable. Además las puntas-nanopilar presentan la posibilidad de modelizar la configuración magnética de las mismas para llevar a cabo un estudio cuantitativo.

De las medidas de MFM se pueden extraer datos cualitativos de qué punta crea más o menos vector de campo magnético (en inglés stray field) evaluando las modificaciones que crea la punta en una muestra patrón consistente en multicapas de CoPt con anisotropía perpendicular. En la Figura 8 se comparan dos imágenes magnéticas
 5 obtenidas con punta Budget Sensors Multi-M comercial (Figura 8a) y con una punta-nanopilar de Co similar a la punta nº 8 de la tabla 5 (Figura 8b). La estructura de dominios obtenida con la punta-nanopilar de Co permite ver la configuración de partida de la muestra mientras que la imagen obtenida con la punta comercial está influenciada por el alto vector de campo magnético (stray field) de la punta. La imagen
 10 obtenida con punta nanopilar tiene una distribución similar de dominios con imanación hacia arriba e imanación hacia abajo como cabe esperar de un estado desimanado. En la imagen obtenida con punta comercial no corresponde ya a un estado desimanado porque predominan los dominios con imanación paralela al campo de la punta. La distribución de estos dos tipos de dominios está descompensada como
 15 consecuencia de la inversión de imanación en la muestra debido al campo de fuga de la punta.

Otra de las ventajas de estas puntas-nanopilares es su mayor dureza magnética, lo que permite trabajar bajo campos magnéticos más altos y además evita la
 20 modificación de las propiedades magnéticas de la punta debido al campo creado por la muestra. En el caso de la punta comercial, en promedio el campo coercitivo es de 35 mT mientras que, en el caso de los nanopilares, el campo coercitivo varía entre 50 mT y 60 mT.

A partir de resultados de MFM mostrados en las Figuras 7 y 8 se puede evaluar el contraste de la señal MFM. En la Figura 9 se muestra una tabla comparativa con las señales de MFM obtenidas en las dos muestras mencionadas: multicapas de CoPt (con anisotropía fuera de plano, del inglés out of plane OOP) y discos duros de alta densidad con anisotropía en el plano (de inglés in plane IP). Se ha calculado también
 30 la sección de los nanopilares en el extremo. Como podemos observar en el caso del Fe hay una correlación entre la señal IP (en el plano) y la sección, a mayor sección, mayor sensibilidad a la imanación en el plano. Por el contrario, observamos que la sensibilidad de los nanopilares de Fe a la imanación OOP (fuera de plano) disminuye con la sección de los mismos. El comportamiento de los nanopilares de Co no es tan
 35 fácilmente correlacionable con la sección de los mismos debido a la aparición de

dominios transversales o vórtices en los extremos de estas estructuras. No obstante, sí se mantiene la coherencia en cuanto a que la sensibilidad IP y OOP de los nanopilares de Co es opuesta. Esto nos permite seleccionar para cada muestra a estudiar, la composición y geometría de los nanopilares dependiendo de qué componente de la imanación queremos medir.

Caracterización de un disco duro de alta densidad por MFM en agua

a. Uso de sistemas palanca-punta sin nanopilares en agua

Se han empleado puntas magnéticas comerciales de diferentes compañías y con distintos recubrimientos y constantes de fuerzas.

- Sistema Palanca-Punta tipo *Nanosensors PPP-MFMR*

Estas palancas comerciales tienen una constante de fuerzas en torno a 2 Nm^{-1} y una frecuencia de resonancia en torno a 75 kHz (valores en aire). Con este modelo de sonda se consigue por primera vez la detección de señal magnética de una muestra de referencia, así como de nanopartículas magnéticas en medio líquido. Su recubrimiento magnético es una aleación de Co-Cr.

-Sistema Palanca-Punta tipo *Team Nanotec HR-MFM*

Se trata de una sonda magnética comercial con una constante de fuerza nominal de en torno a $0,7 \text{ Nm}^{-1}$ y frecuencia de resonancia de 45 kHz. El recubrimiento magnético es una aleación de Co.

- Sistema Palanca-Punta Mikro-masch HQ:NSC36/Co-Cr/Al BS.

Se trata de un chip comercial con tres palancas rectangulares con unas constantes de fuerza nominales de $0,6 \text{ Nm}^{-1}$, 1 Nm^{-1} y 2 Nm^{-1} cuyas frecuencias de resonancia son: 65 kHz, 60 kHz y 130 kHz respectivamente. Tienen un recubrimiento magnético de Co con una pequeña capa de Cr.

Se utilizó el modelo de sonda comercial más estándar, de la compañía *Nanosensors*. El problema de las imágenes resultantes es la baja relación señal-ruido. En medio

líquido, el factor de calidad de la oscilación de las palancas disminuye de forma drástica. En la Figura 10 mostramos las curvas de resonancia de las palancas *Nanosensors* arriba mencionadas en tres entornos diferentes: aire, líquido y alto vacío. Como podemos apreciar, el factor de calidad pasa de un valor cercano a 200 en aire a estar en torno a 5 en medio líquido.

La sensibilidad de la señal MFM (cambio en frecuencia o fase de la oscilación) depende de la frecuencia de resonancia y el factor de calidad como

$$\delta(\Delta f) = \sqrt{\frac{f_0 k_B T B}{4 \pi k Q \langle z_{osc}^2 \rangle}}$$

Donde Δf es el mínimo cambio en frecuencia detectable por el ruido térmico, f_0 es la frecuencia de resonancia, $k_B T$ la energía térmica a una temperatura dada, B es el ancho de banda, k la constante de fuerzas, Q el factor de calidad y $\langle z_{osc}^2 \rangle$ el valor cuadrático medio de la amplitud de oscilación de la palanca. Para el tipo de puntas mostradas en la Figura 10 (frecuencia de resonancia 75 kHz, constante de fuerza 3 Nm⁻¹), considerando la misma constante de fuerzas y la amplitud, la sensibilidad de la palanca empeora al pasar de aire a agua en un factor ~4,5.

$$\sqrt{\frac{f_{0,liq}/Q_{liq}}{f_{0,aire}/Q_{aire}}} \sim 4.5$$

Según la siguiente ecuación, para mejorar la sensibilidad de la medida necesitamos una frecuencia de resonancia, ω_0 , alta y una constante de fuerzas, k , lo más baja posible.

$$\delta\omega = -\frac{1}{2} \frac{\omega_0}{k} \frac{\partial F}{\partial z}$$

Sin embargo, al disminuir la constante de fuerzas se espera un incremento en el ruido, siguiendo la relación

$$\sqrt{1/kQ}$$

En la Figura 11 mostramos el resultado de medir en condiciones ambiente (aire) y

medio líquido (agua) con la sonda estándar comercial donde se observa claramente el incremento en el ruido de la señal al cambiar de medio. Se observa que en medio líquido (agua) las señales son estables, con intensidad similar pero más ruidosas que en aire.

5

Cuando se utiliza la sonda comercial para MFM *Team Nanotec* de constante $0,7 \text{ Nm}^{-1}$, conseguimos tener señal estable en medio líquido sin problemas. Pero como se observa en la Figura 12 no mejoramos de forma significativa los resultados obtenidos con las palancas comerciales de MFM de 3 Nm^{-1} mostradas en la Figura 12. Esto es debido a que, aunque tenemos una mejora en cuanto a la sensibilidad (en torno a un factor 2) también empeoramos las imágenes por el ruido (aproximadamente el mismo factor, dado el valor de su frecuencia de resonancia en agua). Por tanto, nuestra relación señal-ruido se queda aproximadamente igual que en los resultados ya publicados por los fabricantes de dichas sondas magnéticas. Se observa que en medio líquido (agua) las señales son estables, con intensidad similar pero más ruidosas que en aire.

Cuando se utiliza la sonda de la compañía Mikro-masch los fabricantes comentan que es probable que se produzca una oxidación fuerte del recubrimiento y que las sondas no sean válidas para medidas en medio líquido (agua) como se comprueba de forma experimental a continuación. En la Figura 13 se puede apreciar que no se consigue estabilizar la señal de topografía en agua. Tras secar y volver a medir al aire se observa una clara disminución en la señal magnética y un aumento en el radio de la punta como se ve en la señal de topografía. Estos resultados son compatibles con la predicción realizada por los propios fabricantes en relación con una oxidación del recubrimiento. Al secar y volver a medir en aire, la punta topográfica empeora su resolución lateral mientras que la parte magnética sigue siendo similar en cuanto a este parámetro, pero su intensidad se ha reducido drásticamente.

30 b. Uso de sistemas palanca-punta con nanopilares de Co o Fe en medio líquido

En la presente invención se opta por el crecimiento controlado de nanopilares magnéticos en el extremo de la punta/sonda de AFM (no magnética) utilizando FEBID. Se escoge una sonda específica para operar en medio líquido como es Olympus biolever mini (cuya palanca de nitrato de silicio tiene una frecuencia de resonancia en

35

aire de 110 kHz; constante de fuerzas $0,09 \text{ Nm}^{-1}$, longitud $38 \text{ }\mu\text{m}$, anchura $16 \text{ }\mu\text{m}$ y espesor $0,2 \text{ }\mu\text{m}$). Sobre la punta tetragonal de silicio, de $7 \text{ }\mu\text{m}$ de alto y radio final de 8 nm se crece un nanopilar magnético. Estas sondas aseguran una alta frecuencia de resonancia en líquido (25 kHz), así como un valor en la constante de fuerzas muy bajo
 5 (entre $0,02 - 0,14 \text{ Nm}^{-1}$).

Una ventaja importante del depósito de nanopilares sería que podemos controlar el campo de fuga de la punta (en inglés stray field) cambiando el tamaño del pilar (longitud y/o diámetro). En particular se pueden crecer puntas de alto momento incluso
 10 en las palancas óptimas para medidas en líquido como es el sistema Palanca-Punta Olympus biolever mini. Este hecho no sería posible haciendo depósitos completos (por sputtering, evaporación, etc.) debido a la curvatura de estas palancas blandas, hecho confirmado en comunicación interna por alguna de las compañías comerciales.

15 Otra ventaja de este tipo de sistemas palanca-punta tipo Olympus biolever mini sería que dichos sistemas se pueden proteger de la oxidación creciendo una pequeña capa de material protector.

Por último, a la hora de medir en MFM el hecho de que la sonda sea un pilar en vez de una pirámide, permite un mayor acercamiento a la superficie de las muestras a estudio
 20 al minimizar la interacción van der Waals. Este hecho también contribuye de forma significativa a la mejora sustancial en la señal de MFM. En la Figura 14 se muestra la calibración medida con este tipo de sondas apreciándose una clara mejora respecto a las sondas comerciales (ver figuras anteriores). De hecho, se consigue igualar la
 25 calidad de la imagen (la relación señal/ruido) con las medidas al aire.

Para evaluar la estabilidad de los sistemas de la presente invención se ha comprobado también que la señal no disminuye al secar y volver a medir. Tampoco empeora respecto al almacenamiento típico de las sondas. En la Figura 15 se muestran las
 30 medidas de MFM en aire al cabo de un año de almacenaje y tras ser usadas en agua.

REIVINDICACIONES

1. Sistema para estudios simultáneos topográficos (5), magnéticos (6) y/o de
5 manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico por microscopía de fuerzas
en medio líquido, caracterizado por que comprende:
- un conjunto palanca-punta (3) que comprende
 - una palanca con una primera cara y una segunda cara, donde al menos la
segunda cara refleja la longitud de onda del láser (2) del microscopio de
10 fuerzas magnéticas y donde dicha palanca tiene una frecuencia de resonancia
en aire de entre 75 kHz y 145 kHz, una constante de fuerza con un valor de
entre $0,02 \text{ Nm}^{-1}$ y $0,14 \text{ Nm}^{-1}$, un espesor (7) menor de $0,3 \text{ }\mu\text{m}$, una longitud (9)
de entre $30 \text{ }\mu\text{m}$ y $40 \text{ }\mu\text{m}$ y una anchura (8) de entre $10 \text{ }\mu\text{m}$ y $20 \text{ }\mu\text{m}$; y
 - una punta que comprende una base unida a la palanca por una primera cara
15 y un extremo que es el elemento de la punta más alejado de la base con un
radio de curvatura (13) menor de 25 nm y una distancia entre la base de la
punta y el extremo libre de la palanca (10) de entre $6 \text{ }\mu\text{m}$ y $8 \text{ }\mu\text{m}$;
donde la distancia mínima del extremo libre de la palanca a la base de la punta
(10) es de entre $1 \text{ }\mu\text{m}$ y $2 \text{ }\mu\text{m}$;
 - 20 - y un nanopilar (14) magnético con un diámetro de entre 40 nm y 90 nm y una longitud
de entre $0,3 \text{ }\mu\text{m}$ y $1,7 \text{ }\mu\text{m}$;
donde el nanopilar (14) se sitúa sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-
punta.
- 25 2. El sistema según la reivindicación 1, caracterizado por que la primera y la segunda
cara de la palanca del conjunto palanca-punta (3) reflejan la longitud de onda del láser
(2) del microscopio de fuerzas magnéticas.
3. El sistema según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que el nanopilar (14)
30 magnético contiene cobalto o hierro.
4. El sistema según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el
contenido de cobalto o hierro en el nanopilar es mayor del 80 % en porcentaje
atómico.

35

5. El sistema según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que el radio de curvatura de la punta (13) es de entre 6 nm y 10 nm.

5 6. Procedimiento de obtención del sistema según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que comprende una etapa (a) de depositar el nanopilar (14) sobre el extremo de la punta del conjunto palanca-punta (3) mediante la técnica de deposición inducida mediante haz de electrones focalizado.

10 7. Microscopio de fuerzas magnéticas caracterizado por que comprende un fotodiodo (1), un láser (2), un piezoeléctrico (4) muestra una imagen topográfica de no-contacto (5), una imagen de no-contacto de MFM (6), y el sistema según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.

15 8. Uso del sistema según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 o del microscopio según la reivindicación 7 para la realización de estudios topográficos (5) y magnéticos (6) y/o de manipulación de muestras de tamaño micro y nanométrico en medio líquido.

20 9. Uso del sistema según la reivindicación 8, donde las muestras son muestras biológicas.

10. Uso según cualquiera de las reivindicaciones 8 ó 9, donde las muestras biológicas son proteínas, virus, bacterias, células, ácidos nucleicos o cápsides víricas que comprenden material magnético en su interior.

25 11. Uso según la reivindicación 8, donde las muestras son nanomateriales tales como son las nanopartículas, nanohilos que pueden ser empleados en aplicaciones tales como mejora del contraste en resonancia magnética nuclear, hipertermia en tratamientos del cáncer o administración de fármacos.

30

Figura 1

a)

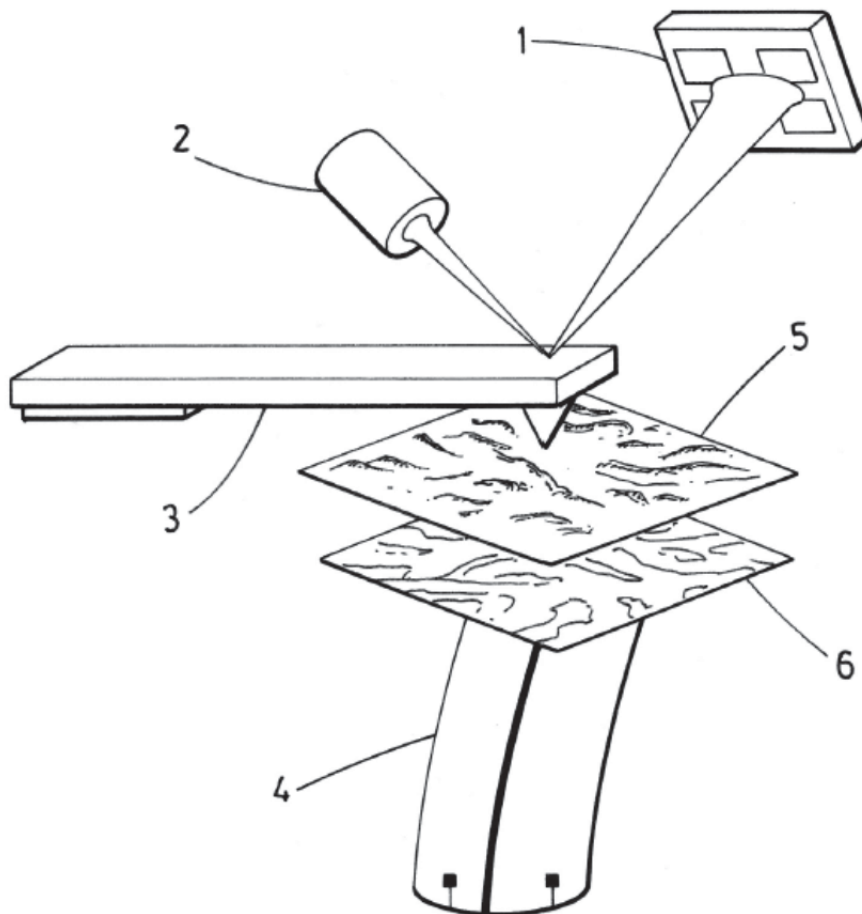


Figura 1 cont.

b)

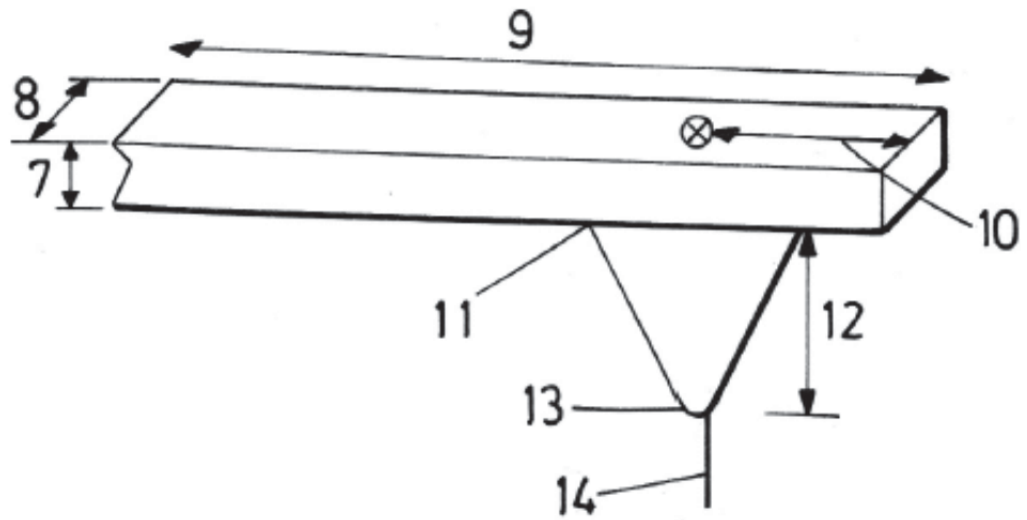


Figura 2

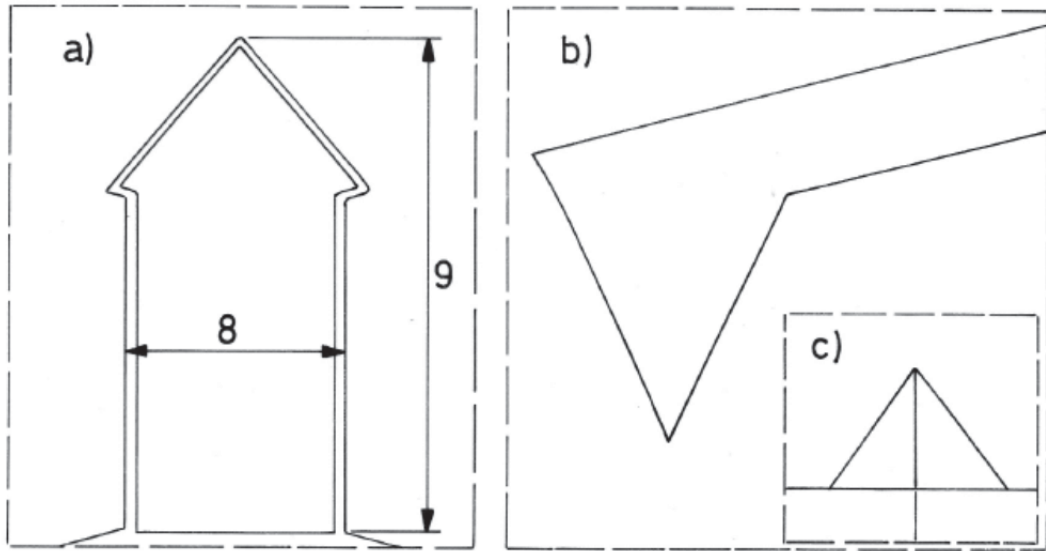


Figura 3

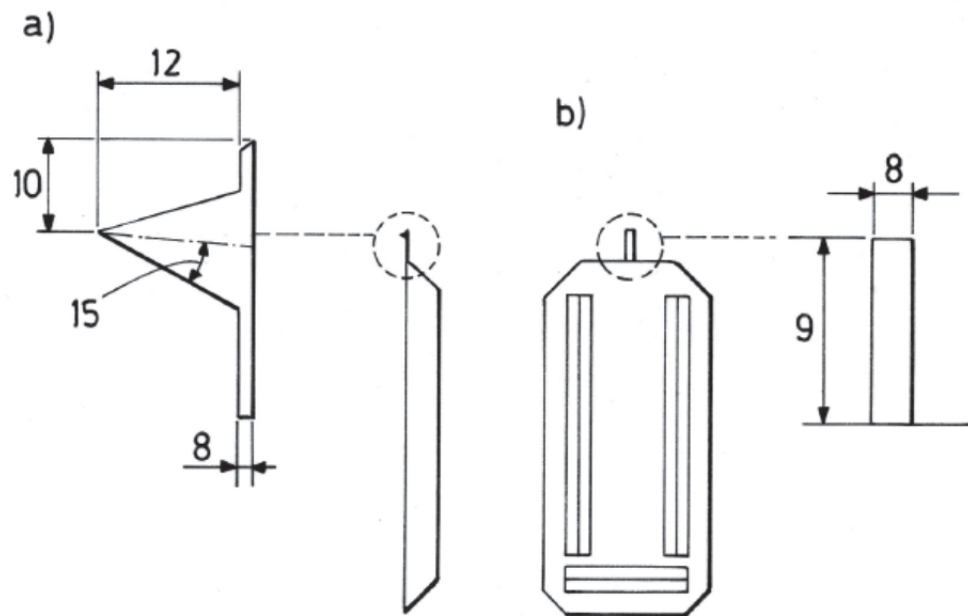
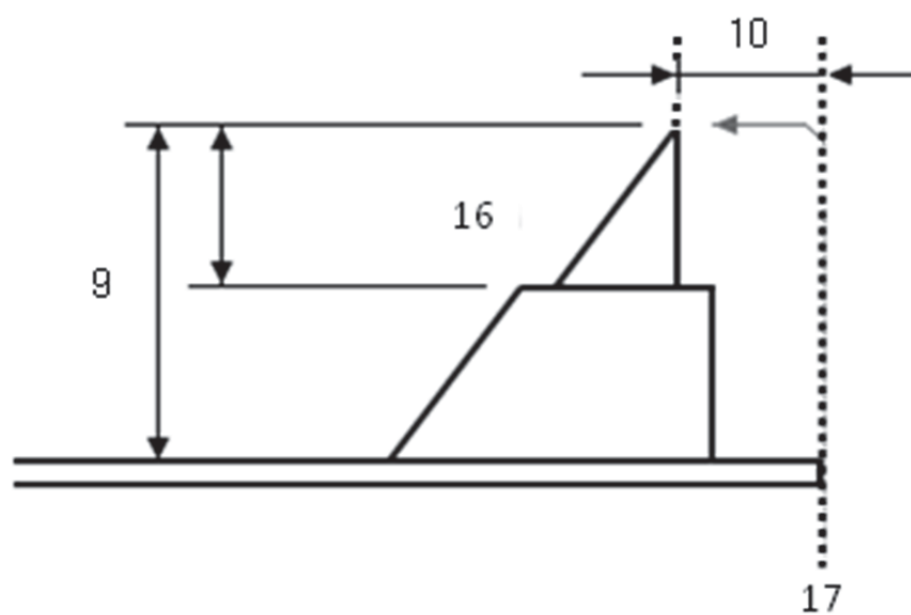


Figura 4

a)



b)

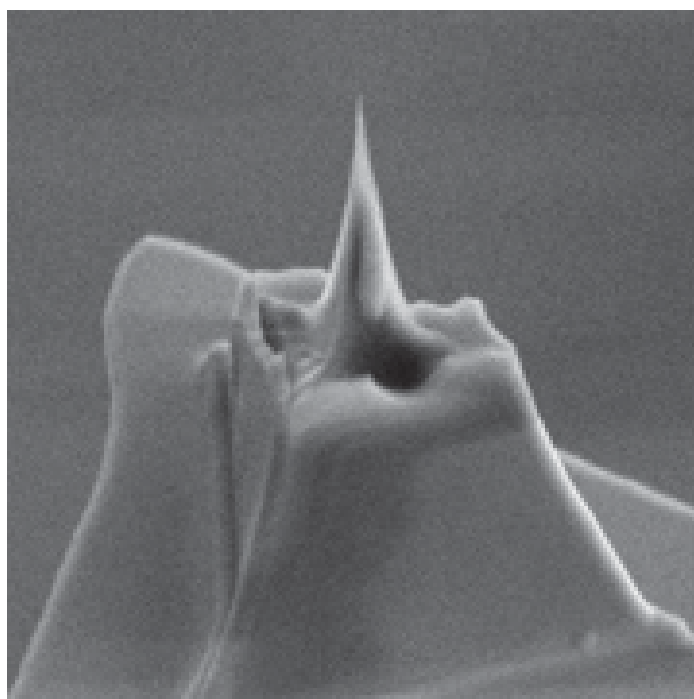
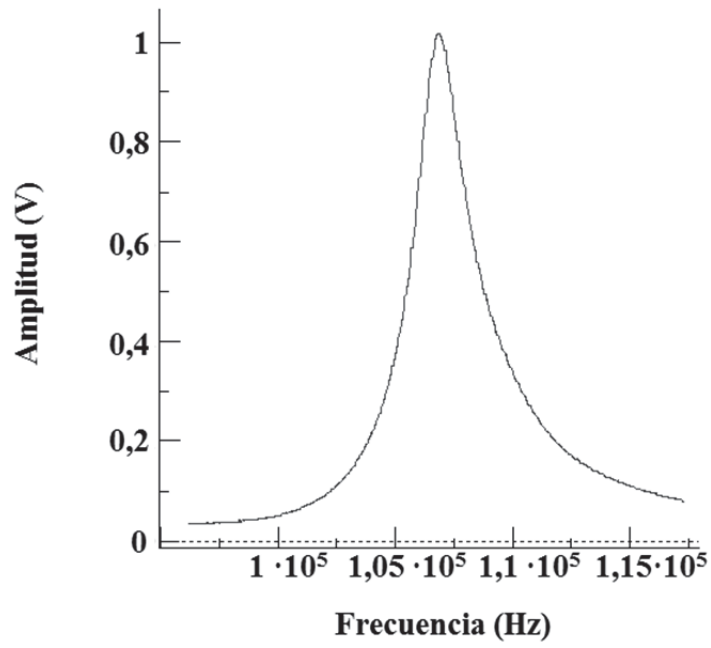


Figura 5

a)



b)

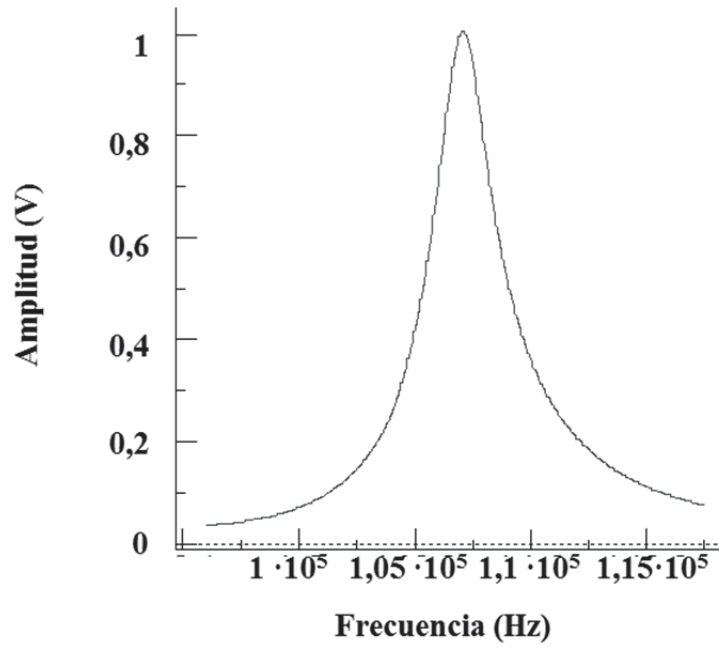


Figura 6

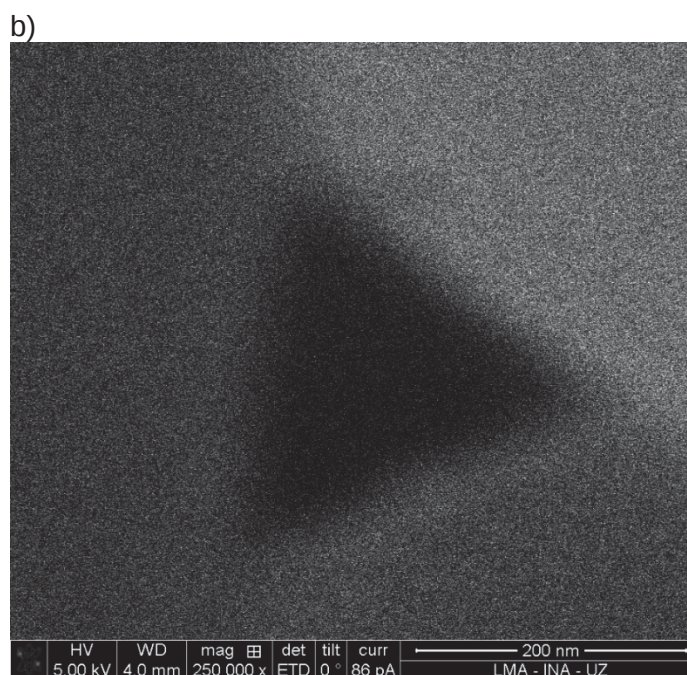
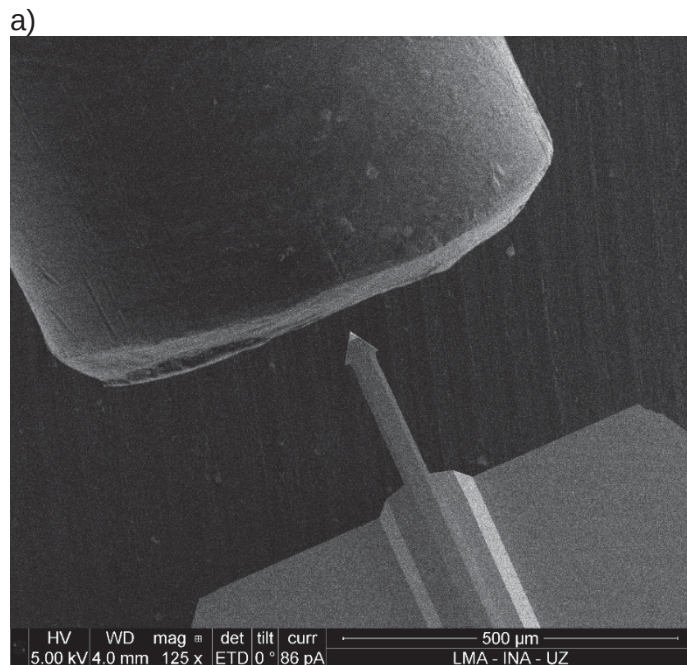


Figura 7

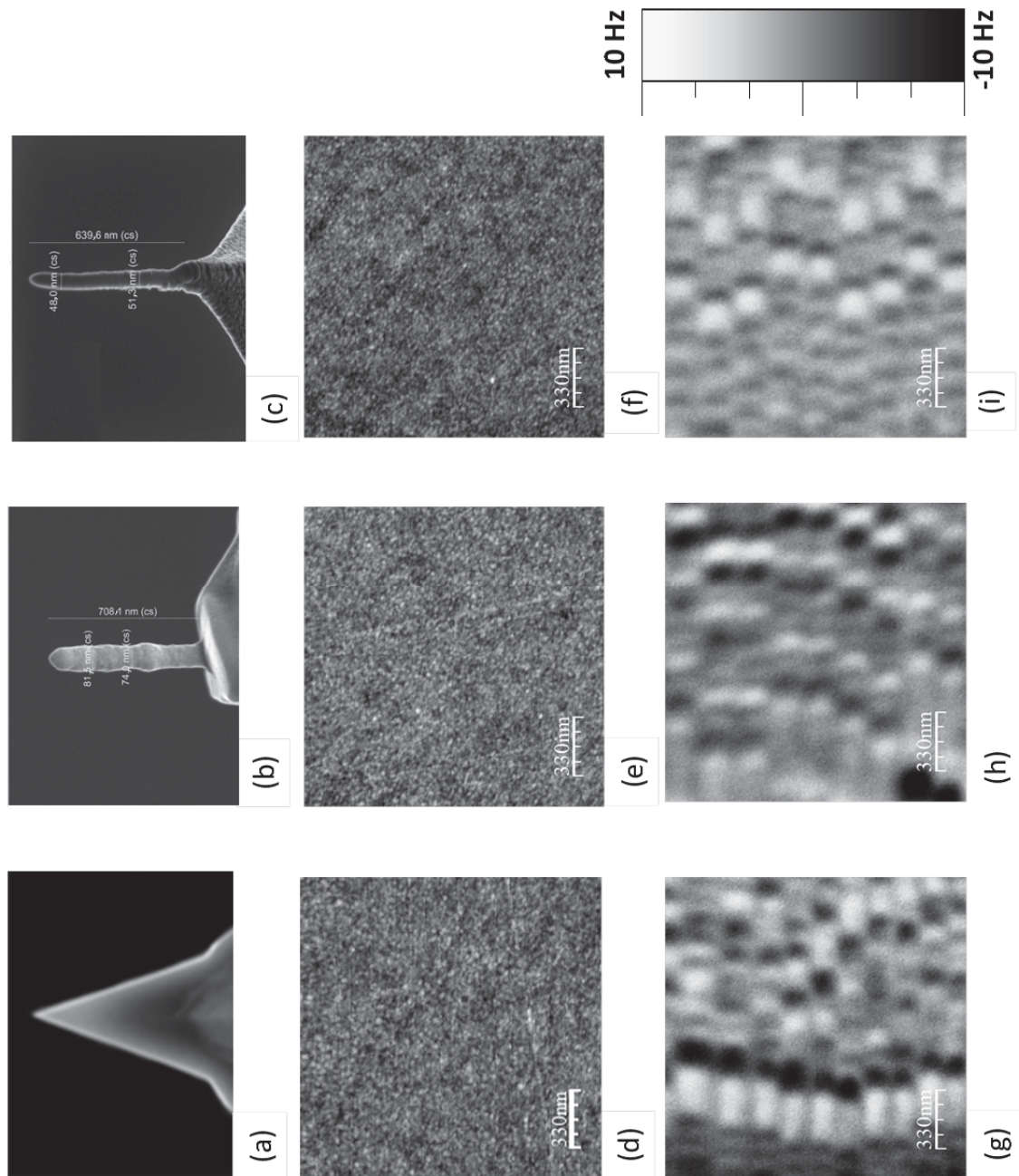


Figura 8

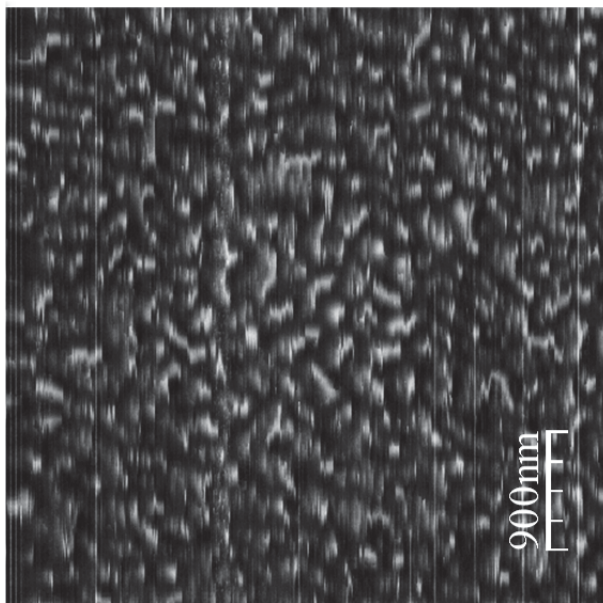
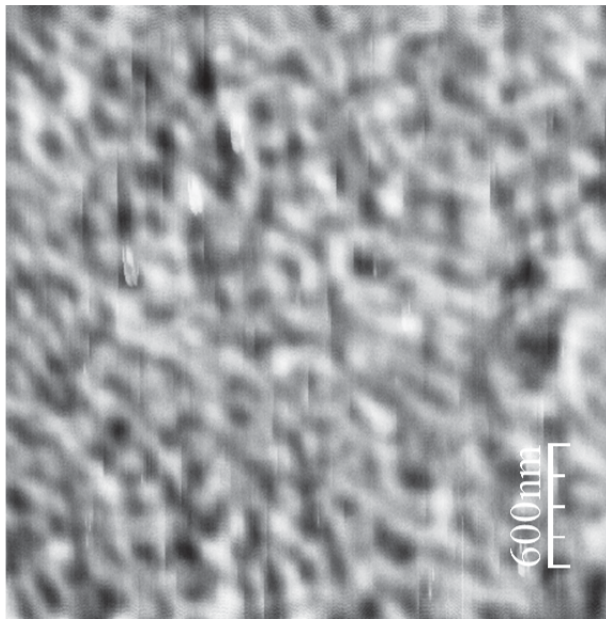


Figura 9

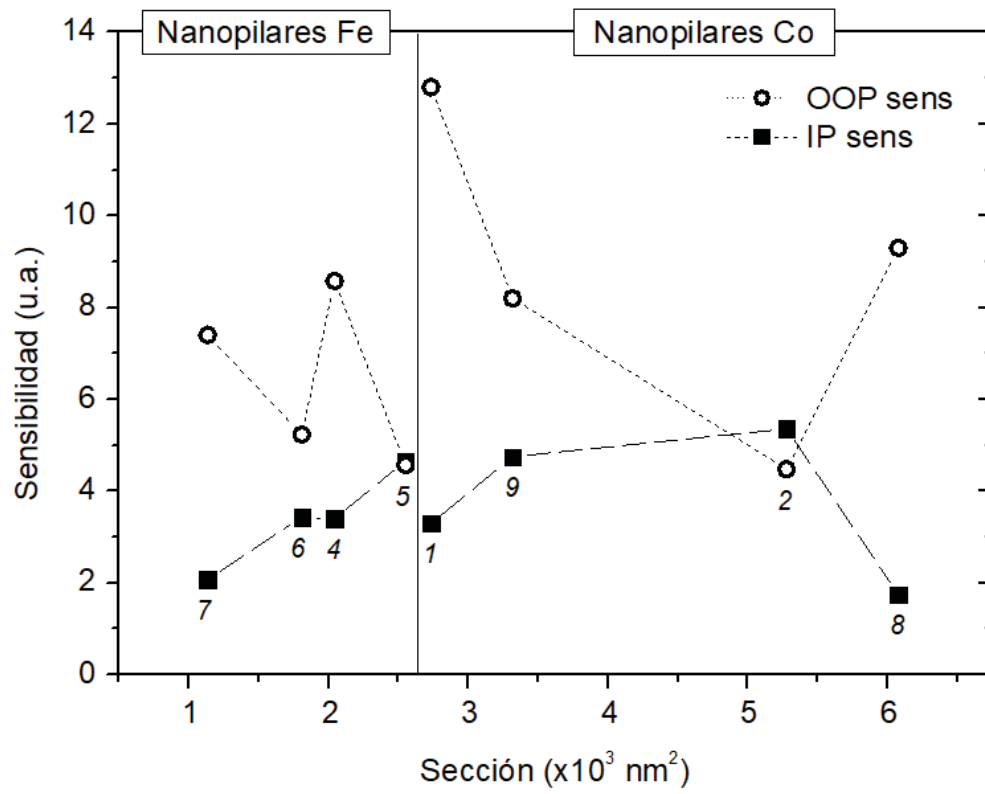


Figura 10

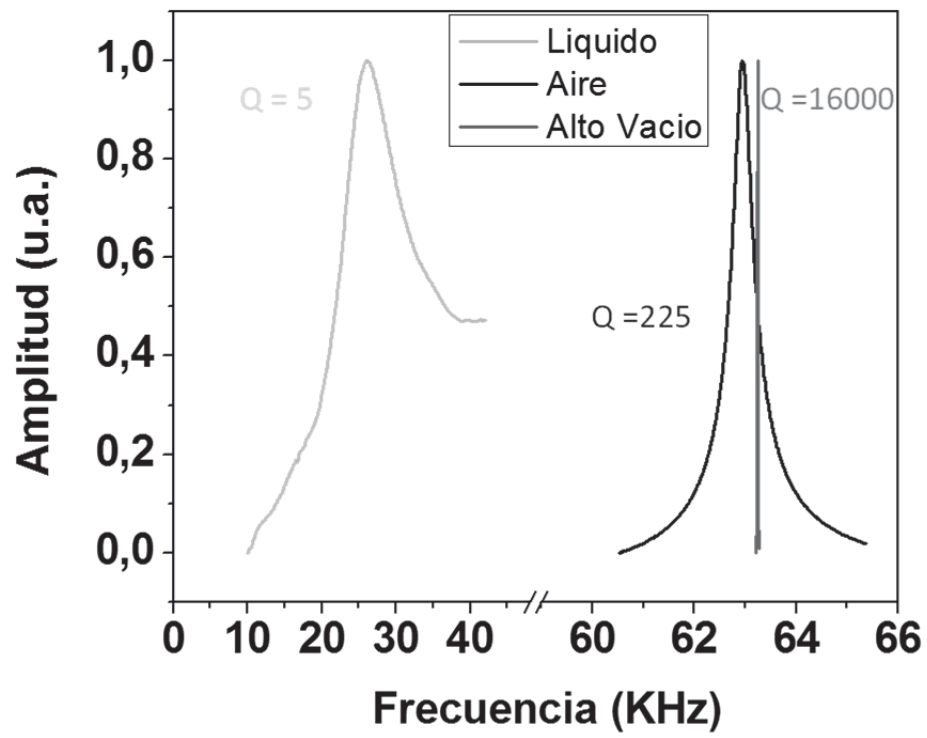


Figura 11

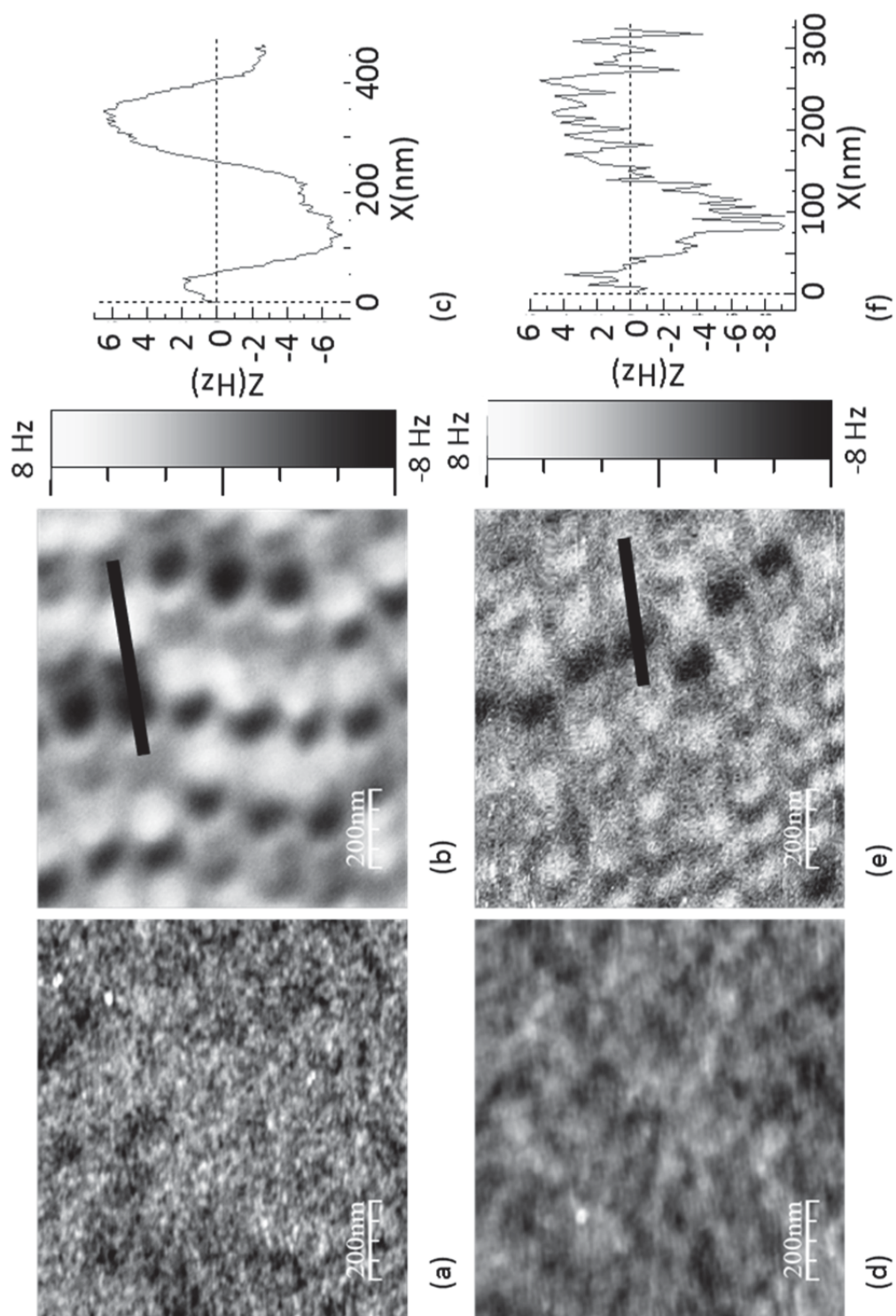


Figura 12

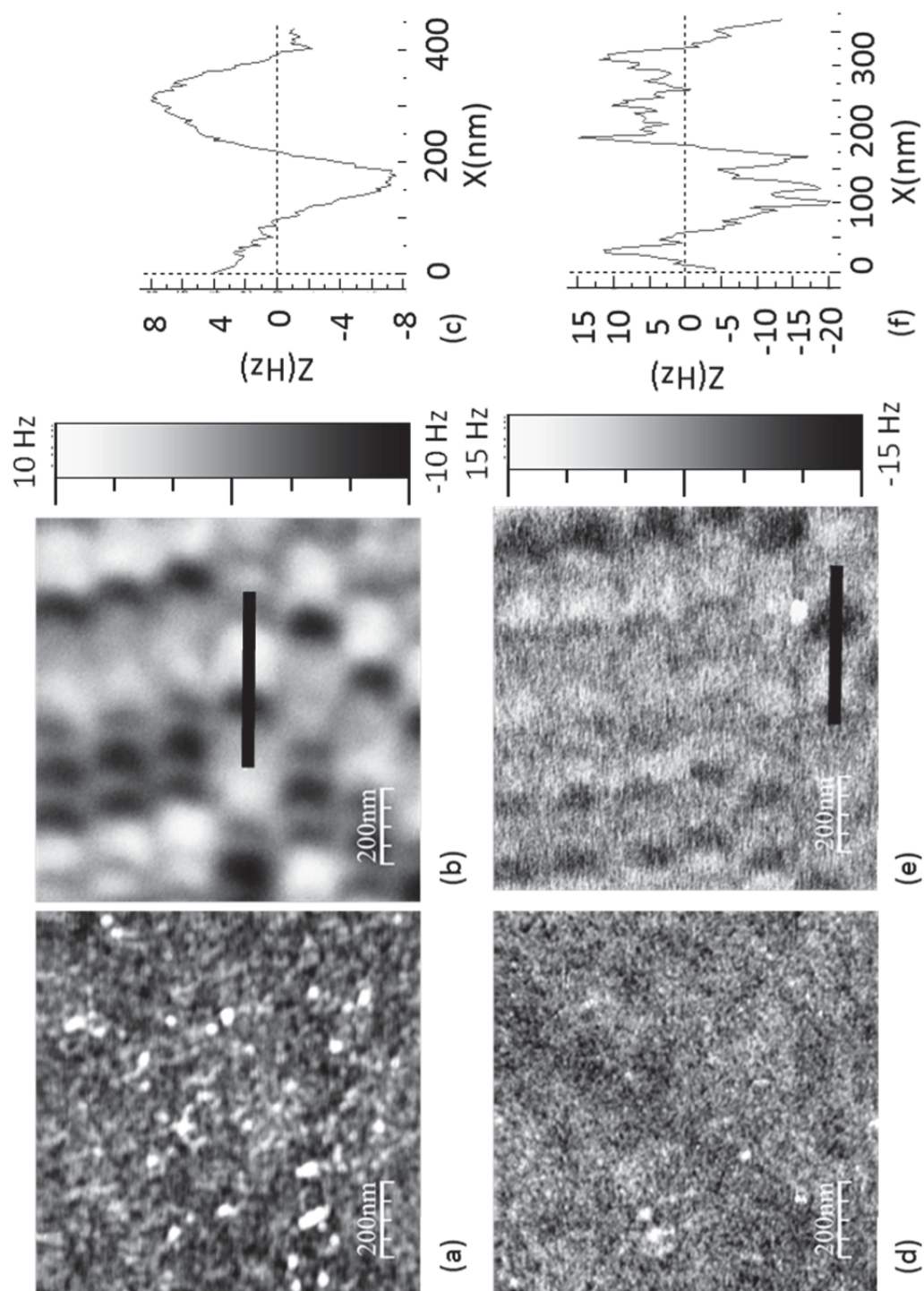


Figura 13

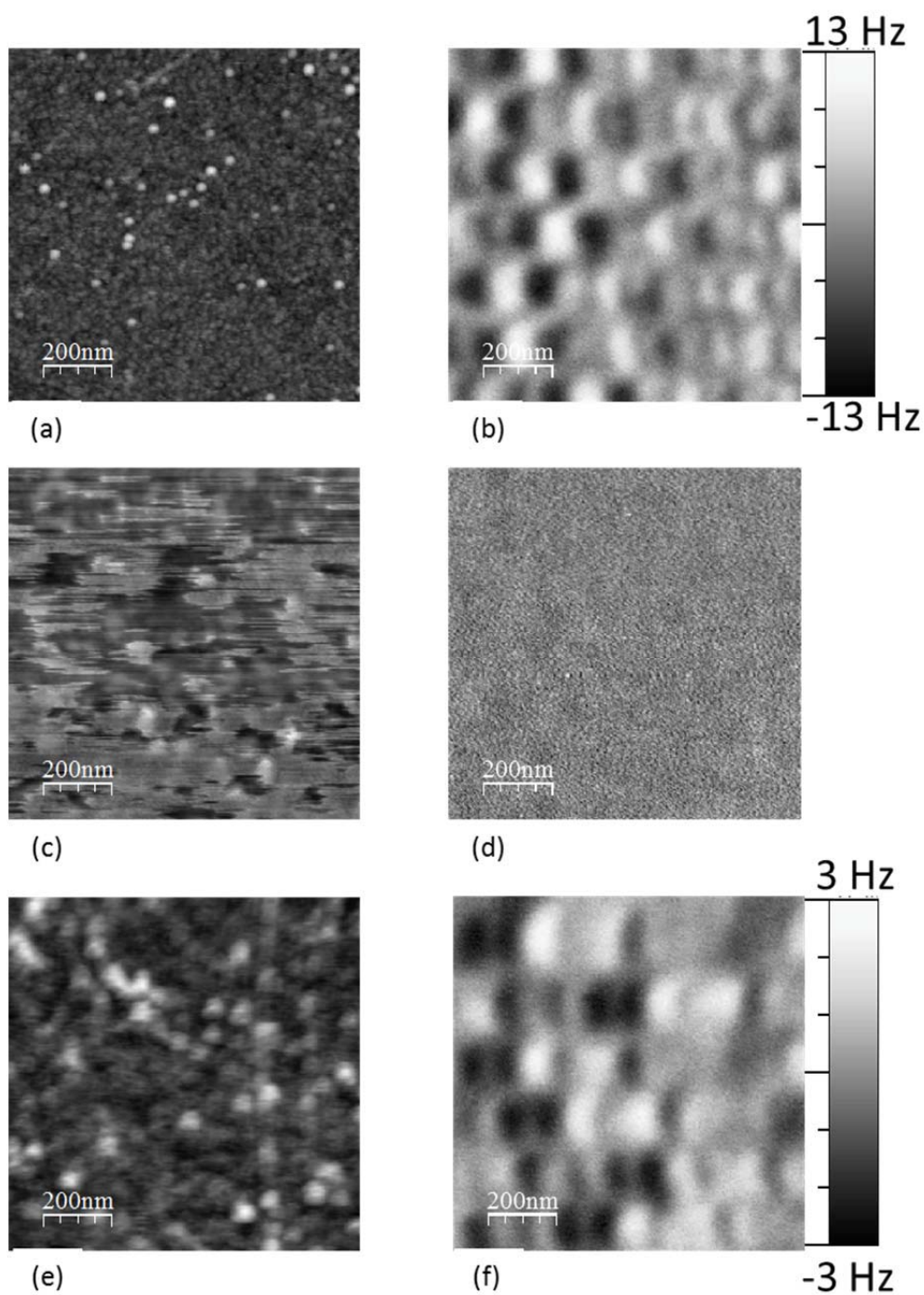


Figura 14

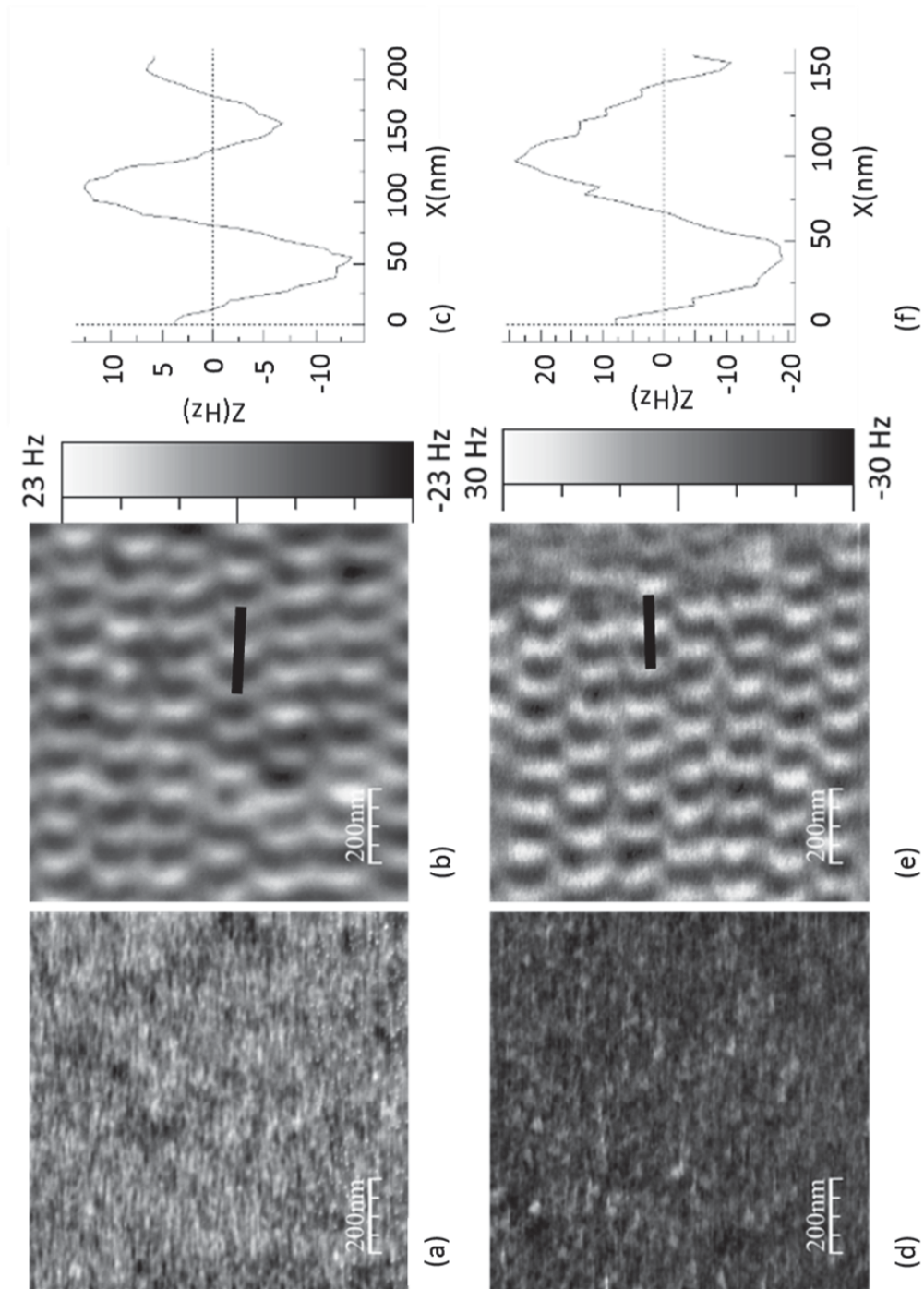
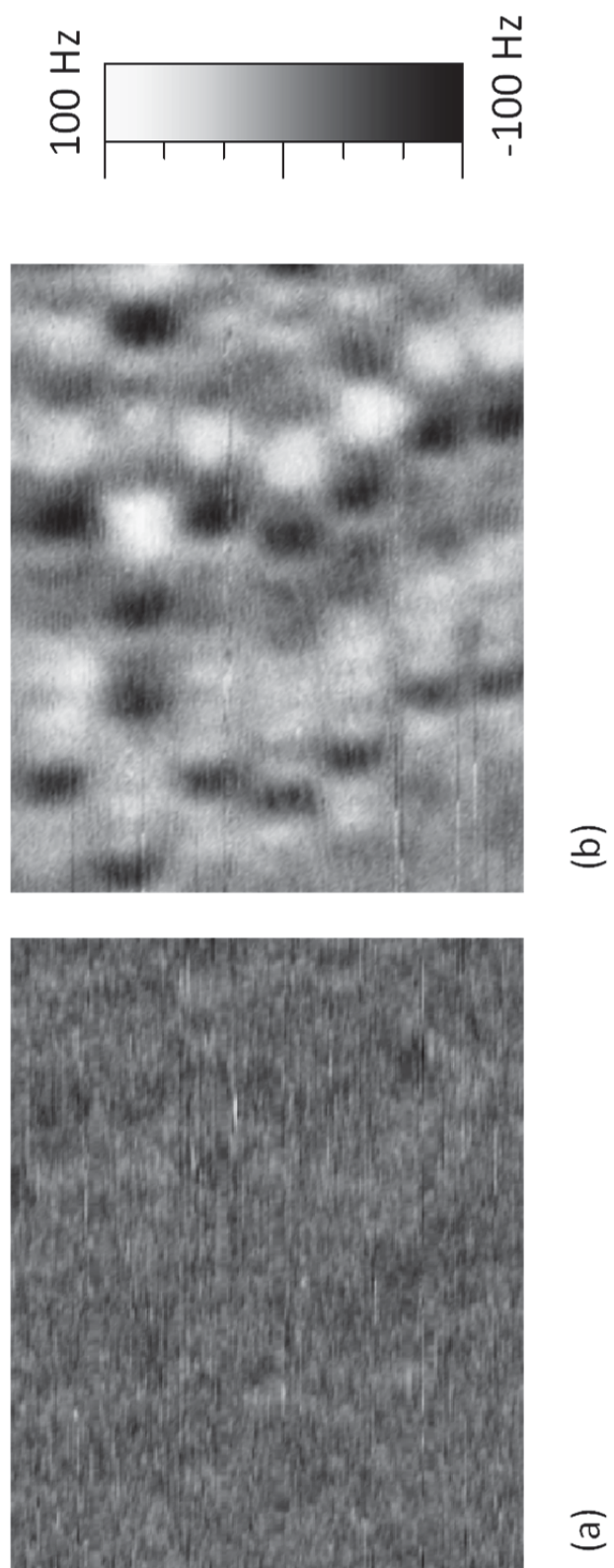


Figura 15





- ②① N.º solicitud: 201731292
②② Fecha de presentación de la solicitud: 03.11.2017
③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: **G01B7/34** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	WO 2007/077842 A1 (JAPAN SCIENCE AND TECHNOLOGY AGENCY et al.) 12/07/2007, resumen; párrafos [0003]-[0008], [0011]-[0013], [0027]-[0046], [0058]-[0089]; figuras 1A-5B.	1-11
A	JP 2006292739 A (THE UNIVERSITY OF NORTH CAROLINA AND CHAPEL HILL) 26/10/2006, resumen; párrafos [0003]-[0006], [0010]-[0017], [0021]; figuras 1, 2 y 4.	1-11
A	US 5874669 A (RAY, D.) 23/02/1999, Resumen; columna 1, línea 7 - columna 2, línea 12; columna 3, línea 64 - columna 4, línea 10; columna 4, líneas 33-67; columna 6, líneas 5-34; columna 7, líneas 33-37; figuras 1, 1A y 6.	1, 2, 7-11
A	US 2007/0114400 A1 (OTOMO, A. et al.) 24/05/2007, Resumen; párrafos [0191]-[0203]; figuras 1B, 5-7.	1-4, 6-11
A	EP 0759537 A2 (GAMBLE, R.) 26/02/1997, todo el documento.	1, 2, 7-11

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

☒ para todas las reivindicaciones

☐ para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
23.10.2018

Examinador
Ó. González Peñalba

Página
1/2

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

G01B, G01N, G01L

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, INSPEC