

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
INSTITUTO DE INGENIERÍA**

MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS E INGENIERÍA



**Simulación numérica de un sistema de Microscopía de Fuerza
Atómica utilizando discretización por diferencias finitas.**

Presenta:

Héctor Iván Molina Saldivar

Tesis para obtener el grado de:

Maestro en Ciencias

Director de tesis:

Dra. Guadalupe Lydia Álvarez Camacho

Mexicali, B. C.

Agosto del 2011

CONTENIDO

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN	11
1.1 OBJETIVO GENERAL	11
1.2 OBJETIVOS PARTICULARES	12
1.3 HIPÓTESIS GENERAL	12
1.4 HIPÓTESIS DE INVESTIGACIÓN	12
1.5 DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA	12
1.6 JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN	13
1.7 VIABILIDAD DE LA INVESTIGACIÓN	13
1.8 CONSECUENCIAS DE LA INVESTIGACIÓN	14
CAPÍTULO II. ANTECEDENTES	15
2.1 BREVE HISTORIA DE LA MICROSCOPIA	15
2.2 TIPOS DE MICROSCOPIOS	16
2.2.1 <i>Microscopios ópticos</i>	16
2.2.1.1 Microscopios ópticos simples	17
2.2.1.2 Microscopios ópticos compuestos	17
2.2.1.2.1 Estereomicroscopio	17
2.2.1.2.2 De fluorescencia	17
2.2.1.2.3 De contraste de fases	18
2.2.1.2.4 De campo oscuro	18
2.2.1.2.5 De polarización	18
2.2.2 <i>Microscopios electrónicos</i>	18
2.2.2.1 Microscopio electrónico de transmisión	19
2.2.2.2 Microscopio electrónico de barrido	19
2.2.3 <i>Microscopio de sonda de barrido</i>	20
2.2.3.1 Microscopio de barrido por efecto túnel	20
2.2.3.2 Microscopio de fuerza atómica	20
CAPÍTULO III. MARCO TEÓRICO	22
3.1 ENLACES ATÓMICOS	22
3.2 ELEMENTOS QUE COMPONEN EL MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA	26
3.2.1 <i>Cantiléver</i>	27
3.2.1.1 Tratamiento clásico de la viga voladiza	28
3.2.1.2 Frecuencia de resonancia	30
3.2.2 <i>Láser</i>	33
3.2.3 <i>Fotodetector</i>	36
3.2.4 <i>Parte electrónica</i>	36
3.2.4.1 Amplificador seguidor de voltaje	38
3.2.4.2 Amplificador comparador	39
3.2.4.3 Amplificador inversor	40
3.2.4.4 Amplificador no inversor	40
3.2.4.5 Amplificador sumador	41
3.2.4.6 Amplificador restador	41
3.2.4.7 Amplificador Integrador	42
3.2.4.8 Amplificador diferenciador	42
3.2.5 <i>Controlador PID</i>	43

3.2.5.1	Introducción a los controladores	43
3.2.6	<i>Amplificador Lock-in</i>	45
3.2.7	<i>Escáner piezoeléctrico</i>	46
3.3	MODOS DE OPERACIÓN DEL AFM	47
3.3.1	<i>Modo estático o modo de contacto</i>	48
3.3.2	<i>Modo dinámico</i>	49
3.3.2.1	Modo de no contacto	49
3.3.2.2	Modulación de amplitud/AFM en modo <i>tapping</i>	49
CAPÍTULO IV.	MATERIALES Y MÉTODOS	51
4.1	MÉTODO DE DISCRETIZACIÓN	51
4.2	ARTEFACTOS	56
4.2.1	<i>Artefactos de la sonda</i>	57
4.2.1.1	Detalles en una superficie aparecen muy grandes	57
4.2.1.2	Detalles de la imagen aparecen muy pequeñas	57
4.2.1.3	Objetos de forma extraña	58
4.2.1.4	Patrones extraños repetitivos en la imagen	58
4.2.2	<i>Artefactos del barrido</i>	59
4.2.2.1	Ángulo sonda/ muestra	59
4.2.2.2	Calibración de los ejes X-Y / linealidad	60
4.2.2.3	Calibración / Linealidad en Z	60
4.2.2.4	Imagen comba /inclinación de fondo	61
4.2.2.5	Sobre-impulso de escalón Z	61
4.2.2.6	Deriva del escáner	62
4.2.2.7	No ortogonalidad de los movimientos en X-Y y en Z	63
4.2.3	<i>Procesamiento de la imagen</i>	63
4.2.3.1	Nivelación	64
4.2.3.2	Filtros	64
4.2.3.3	La imagen se ve demasiado bien	64
4.2.4	<i>Vibraciones</i>	65
4.2.5	<i>Otras Fuentes</i>	65
CAPÍTULO V.	RESULTADOS	66
5.1	ANÁLISIS DEL LAZO DE RETROALIMENTACIÓN DE UN MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA.	66
5.2	MODELO DE INTERACCIÓN ENTRE LA PUNTA Y LA MUESTRA	75
5.3	RESULTADOS DEL MODELO	77
5.3.1	<i>Oscilaciones de la ménsula</i>	77
5.3.2	<i>Efecto de la muestra (sin amortiguamiento)</i>	78
5.3.3	<i>Efecto de la topografía de la muestra</i>	79
5.3.4	<i>Resultados para una topografía tridimensional</i>	82
5.3.5	<i>Límite de resolución</i>	84
CAPÍTULO VI.	CONCLUSIONES.	86
CAPÍTULO VII.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.	88

ÍNDICE DE FIGURAS.

Figura 1. Enlace iónico, el átomo de sodio (Na) cede uno de sus electrones al cloro (Cl) y ambos se unen por la fuerza electrostática.....	23
Figura 2. Molécula de agua. Enlace covalente entre un átomo de oxígeno y dos átomos de hidrogeno.....	24
Figura 3. Puente de hidrogeno en la formación de hielo.....	26
Figura 4. Fuerzas de Van der Waals.....	26
Figura 5. Lazo de retroalimentación del AFM adaptada de [3].	27
Figura 6. (a) Segmento pequeño de la viga flexionada. (b) sección transversal de la viga.....	28
Figura 7. Una viga voladiza con su sección transversal.....	29
Figura 8. Resorte con oscilación forzada.....	31
Figura 9. Componentes del láser: (1) Medio activo, (2) Energía de bombeo, (3) Espejo reflectante al 100%, (4) Espejo reflectante al 99 % y (5) Emisión del rayo láser.	35
Figura 10. . Fotodetector de cuatro cuadrantes. El cambio en la deflexión horizontal está dado por $(A+C)-(B+D)$, mientras que el cambio vertical está dado por $(A+B)-(C+D)$	36
Figura 11. Representación del amplificador operacional.....	38
Figura 12. Amplificador seguidor de voltaje.....	38
Figura 13. Amplificador comparador.....	39
Figura 14. Amplificador inversor	40
Figura 15. Amplificador no inversor.	40
Figura 16. Amplificador sumador.....	41
Figura 17. Amplificador restador.....	41
Figura 18. Amplificador integrador.....	42
Figura 19. Amplificador diferenciador.....	42
Figura 20. Diagrama a bloques de cómo actúa un PID.	44
Figura 21. Principales componentes del Amplificador Lock-in.....	45
Figura 22. Esquema de cómo se encuentra constituido el escáner modificado de [27].....	47
Figura 23. Malla de puntos para los diferentes métodos de discretización.....	52
Figura 24. Sistema continuo dividido en elementos finitos.....	53
Figura 25. Graficas de las soluciones analítica y de la discreta con un incrementos de 0.1, 0.5 y 1. Como se puede apreciar, a medida de que el incremento es más pequeño la gráfica es cada vez es más parecida a la analítica.....	56
Figura 26. Movimiento de la sonda donde avanza sobre una superficie que tiene una esfera adherida. Al realizar la medición la sonda hará una ampliación en los detalles de la muestra al formar la imagen.....	57
Figura 27. Movimiento de la sonda sobre depresión en una superficie. Debido al ancho de la sonda, ésta no alcanza el fondo de la depresión.....	58
Figura 28. La sonda astillada crea un error sustancial al seguir la topografía de la muestra.	58
Figura 29. Como se puede observar en esta figura el ángulo que existe entre la sonda y la muestra provoca que haya un artefacto en el borde izquierdo del detalle a pesar de que la sonda es más aguda que el perfil que se está observando.....	59
Figura 30 a-b. Cuando se escanea un patrón de prueba (Figura 30 a), este puede aparecer distorsionado si el escáner piezoeléctrico en el AFM no es lineal (Figura 30 b).	60
Figura 31. Debido a que el escáner es sostenido a menudo por un ensamble mecánico, por lo tanto el movimiento de la sonda es no-lineal en el eje Z. Este movimiento puede ser parabólico o esférico dependiendo del escáner piezoeléctrico.....	61

Figura 32 a-b. (a) La sonda examina de izquierda a derecha el detalle en la superficie de la muestra. (b) Perfil de línea de la superficie de la muestra donde se pueden observar sobre-impulsos en las partes anterior y posterior del detalle.	62
Figura 33. Se puede observar al hacer un zoom en la imagen que existe una deriva lo cual hace que aparezca un poco distorsionada al principio.	62
Figura 34 a-b: (a) Sección transversal de una superficie con detalles triangulares repetitivos. (b) En un perfil de línea de la muestra se observa que no hay simetría en los triángulos.	63
Figura 35 a-b. (a) Escalón en la muestra (b). Distorsión causada por el filtrado de la imagen.	64
Figura 36. Reflexión de un haz de láser sobre el cantiléver.	66
Figura 37. Rugosidad en el cantiléver. El cantiléver no es completamente plano.	66
Figura 38. Reflexión haz láser sobre la rugosidad del cantiléver. Se puede notar que la reflexión es diferente dependiendo del lugar en el cual el láser incide sobre la superficie.	67
Figura 39. Absorción del láser por el cantiléver. La señal reflejada, es diferente dependiendo del punto en el que choca en el cantiléver.	67
Figura 40. Haz incidente y reflejado sobre un cantiléver horizontal.	68
Figura 41. Haz incidente y reflejado sobre un cantiléver inclinado debido a una fuerza el cual forma un ángulo θ con la horizontal.	68
Figura 42. Vista lateral del cantiléver sometido a una fuerza.	69
Figura 43. Láser captado por el detector.	70
Figura 44 a-b. (a) Comportamiento real del láser y (b) comportamiento ideal del láser.	70
Figura 45. Láser alineado chocando en el detector de dos segmentos.	71
Figura 46 a-b. (A) Circuito sumador y (B) Circuito restador.	71
Figura 47. Cambio en el lugar en el que pega el láser en el detector debido a la flexión del cantiléver ocasionada por la fuerza.	72
Figura 48. Señal del fotodetector cuando el cantiléver se flexiona.	73
Figura 49. Diagrama del circuito de retroalimentación.	73
Figura 50. Posición de la punta y de la muestra.	75
Figura 51. Interacción punta y muestra dada por un sistema de resortes.	76
Figura 52. Oscilaciones debidas a vibraciones externas. Cuando el sistema está en reposo (negro), a 0.5 de la posición de equilibrio (rojo), 1.5 de la posición de equilibrio (verde) y 2 de la posición de equilibrio (azul). Como puede observarse cuando la oscilación es grande (azul) la amplitud de oscilación es más grande.	78
Figura 53. Mediciones erróneas debidas a una fuerza de interacción es mucho mayor a la fuerza de restauración en un sistema sin amortiguamiento. Cuando la fuerza de restauración es mucho mayor (negra) el resultado es una línea horizontal lo cual significa que la fuerza de interacción no tiene un impacto en el cantiléver, si la fuerza de interacción es mayor el sistema oscila (azul) y si es aún mayor el sistema oscila con una frecuencia mayor (rojo).	79
Figura 54. Errores en la medición del escalón debido a que $\omega_0 = \omega_1$	80
Figura 55. Graficas normalizadas con diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 3$	80
Figura 56. Gráficas normalizadas con diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 5$	81
Figura 57. Diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 7$	82
Figura 58. Muestra a analizar.	83
Figura 59. Análisis de la muestra con la ecuación planteada.	84
Figura 60. Gráficas con las que se intentó determinar el límite de resolución.	85

Figura 1. Enlace iónico, el átomo de sodio (Na) cede uno de sus electrones al cloro (Cl) y ambos se unen por la fuerza electrostática.....	23
Figura 2. Molécula de agua. Enlace covalente entre un átomo de oxígeno y dos átomos de hidrogeno.....	24
Figura 3. Puente de hidrogeno en la formación de hielo.....	26
Figura 4. Fuerzas de Van der Waals.....	26
Figura 5. Lazo de retroalimentación del AFM adaptada de [3]......	27
Figura 6. (a) Segmento pequeño de la viga flexionada. (b) sección transversal de la viga.....	28
Figura 7. Una viga voladiza con su sección transversal.....	29
Figura 8. Resorte con oscilación forzada.....	31
Figura 9. Componentes del láser: (1) Medio activo, (2) Energía de bombeo, (3) Espejo reflectante al 100%, (4) Espejo reflectante al 99 % y (5) Emisión del rayo láser.....	35
Figura 10. . Fotodetector de cuatro cuadrantes. El cambio en la deflexión horizontal está dado por $(A+C)-(B+D)$, mientras que el cambio vertical está dado por $(A+B)-(C+D)$	36
Figura 11. Representación del amplificador operacional.....	38
Figura 12. Amplificador seguidor de voltaje.....	38
Figura 13. Amplificador comparador.....	39
Figura 14. Amplificador inversor.....	40
Figura 15. Amplificador no inversor.....	40
Figura 16. Amplificador sumador.....	41
Figura 17. Amplificador restador.....	41
Figura 18. Amplificador integrador.....	42
Figura 19. Amplificador diferenciador.....	42
Figura 20. Diagrama a bloques de cómo actúa un PID.....	44
Figura 21. Principales componentes del Amplificador Lock-in.....	45
Figura 22. Esquema de cómo se encuentra constituido el escáner modificado de [27]......	47
Figura 23. Malla de puntos para los diferentes métodos de discretización.....	52
Figura 24. Sistema continuo dividido en elementos finitos.....	53
Figura 25. Graficas de las soluciones analítica y de la discreta con un incrementos de 0.1, 0.5 y 1. Como se puede apreciar, a medida de que el incremento es más pequeño la gráfica es cada vez es más parecida a la analítica.....	56
Figura 26. Movimiento de la sonda donde avanza sobre una superficie que tiene una esfera adherida. Al realizar la medición la sonda hará una ampliación en los detalles de la muestra al formar la imagen.....	57
Figura 27. Movimiento de la sonda sobre depresión en una superficie. Debido al ancho de la sonda, ésta no alcanza el fondo de la depresión.....	58
Figura 28. La sonda astillada crea un error sustancial al seguir la topografía de la muestra.....	58
Figura 29. Como se puede observar en esta figura el ángulo que existe entre la sonda y la muestra provoca que haya un artefacto en el borde izquierdo del detalle a pesar de que la sonda es más aguda que el perfil que se está observando.....	59
Figura 30 a-b. Cuando se escanea un patrón de prueba (Figura 30 a), este puede aparecer distorsionado si el escáner piezoeléctrico en el AFM no es lineal (Figura 30 b).....	60
Figura 31. Debido a que el escáner es sostenido a menudo por un ensamble mecánico, por lo tanto el movimiento de la sonda es no-lineal en el eje Z. Este movimiento puede ser parabólico o esférico dependiendo del escáner piezoeléctrico.....	61
Figura 32 a-b. (a) La sonda examina de izquierda a derecha el detalle en la superficie de la muestra. (b) Perfil de línea de la superficie de la muestra donde se pueden observar sobre-impulsos en las partes anterior y posterior del detalle.....	62
Figura 33. Se puede observar al hacer un zoom en la imagen que existe una deriva lo cual hace que aparezca un poco distorsionada al principio.....	62
Figura 34 a-b: (a) Sección transversal de una superficie con detalles triangulares repetitivos. (b) En un perfil de línea de la muestra se observa que no hay simetría en los triángulos.....	63
Figura 35 a-b. (a) Escalón en la muestra (b). Distorsión causada por el filtrado de la imagen.....	64
Figura 36. Reflexión de un haz de láser sobre el cantiléver.....	66
Figura 37. Rugosidad en el cantiléver. El cantiléver no es completamente plano.....	66

Figura 38. Reflexión haz láser sobre la rugosidad del cantiléver. Se puede notar que la reflexión es diferente dependiendo del lugar en el cual el láser incide sobre la superficie.	67
Figura 39. Absorción del láser por el cantiléver. La señal reflejada, es diferente dependiendo del punto en el que choca en el cantiléver.	67
Figura 40. Haz incidente y reflejado sobre un cantiléver horizontal.	68
Figura 41. Haz incidente y reflejado sobre un cantiléver inclinado debido a una fuerza el cual forma un ángulo θ con la horizontal.	68
Figura 42. Vista lateral del cantiléver sometido a una fuerza.	69
Figura 43. Láser captado por el detector.	70
Figura 44 a-b. (a) Comportamiento real del láser y (b) comportamiento ideal del láser.	70
Figura 45. Láser alineado chocando en el detector de dos segmentos.	71
Figura 46 a-b. (A) Circuito sumador y (B) Circuito restador.	71
Figura 47. Cambio en el lugar en el que pega el láser en el detector debido a la flexión del cantiléver ocasionada por la fuerza.	72
Figura 48. Señal del fotodetector cuando el cantiléver se flexiona.	73
Figura 49. Diagrama del circuito de retroalimentación.	73
Figura 50. Posición de la punta y de la muestra.	75
Figura 51. Interacción punta y muestra dada por un sistema de resortes.	76
Figura 52. Oscilaciones debidas a vibraciones externas. Cuando el sistema está en reposo (negro), a 0.5 de la posición de equilibrio (rojo), 1.5 de la posición de equilibrio (verde) y 2 de la posición de equilibrio (azul). Como puede observarse cuando la oscilación es grande (azul) la amplitud de oscilación es más grande.	78
Figura 53. Mediciones erróneas debidas a una fuerza de interacción es mucho mayor a la fuerza de restauración en un sistema sin amortiguamiento. Cuando la fuerza de restauración es mucho mayor (negra) el resultado es una línea horizontal lo cual significa que la fuerza de interacción no tiene un impacto en el cantiléver, si la fuerza de interacción es mayor el sistema oscila (azul) y si es aún mayor el sistema oscila con una frecuencia mayor (rojo).	79
Figura 54. Errores en la medición del escalón debido a que $\omega_0 = \omega_1$	80
Figura 55. Graficas normalizadas con diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 3$	80
Figura 56. Gráficas normalizadas con diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 5$	81
Figura 57. Diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 7$	82
Figura 58. Muestra a analizar.	83
Figura 59. Análisis de la muestra con la ecuación planteada.	84
Figura 60. Gráficas con las que se intentó determinar el límite de resolución.	85

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Materiales semiconductores para la elaboración de láseres basada de [15].	35
---	----

Resumen

El presente trabajo tiene como finalidad conocer el funcionamiento del microscopio de fuerza atómica y en especial, la interacción entre la punta que se encuentra adherida a un cantiléver y la muestra que se desea analizar. Esta interacción, que es de gran importancia para la interpretación de las imágenes, puede considerarse un enlace químico momentáneo, por lo que este trabajo contempla los diferentes tipos de enlaces que se pueden dar en dicha interacción.

Otro aspecto que se toma en cuenta en este trabajo es la historia de la microscopia como el origen del conocimiento que históricamente culminó con la construcción del microscopio de fuerza atómica, motivo de estudio de esta tesis.

Además, se presenta un análisis de los diferentes dispositivos que comprenden el microscopio de fuerza atómica con la finalidad de tener una idea más clara de cómo funcionan y así poder generar una ecuación del lazo de retroalimentación.

Se contempla también el origen de las imágenes falsas que el usuario de un microscopio de fuerza atómica puede encontrar y que pudieran confundirse con detalles reales de la topografía de la muestra, esto es, los efectos conocidos como artefactos.

Por último los resultados de este trabajo permitirán ser un punto de partida para investigaciones futuras, además contribuir al conocimiento de la importancia que tiene la interacción entre la punta y la muestra en la generación de imágenes.

DEDICATORIA

A Dios por darme vida y permitirme continuar con mis metas.

A mis padres, por su apoyo, paciencia, comprensión, amor y guía.

A Eliana por su apoyo e incondicional amor.

A mis hermanas por su apoyo y su amor.

A mi familia que me ha acompañado en este recorrido con amor, apoyo y paciencia.

AGRADECIMIENTOS

A CONACYT por la beca brindada para la realización y culminación de esta investigación. Número de becario: 236554

A mi director de tesis Dra. Guadalupe Lydia Álvarez Camacho por su apoyo.

Al Dr. Benjamín Salas Valdez y a la Dra. Mónica Carrillo Beltrán por el apoyo brindado durante mi estancia en esta institución.

A mis compañeros y amigos que me apoyaron en la realización de esta meta.

Al personal académico y administrativo del Instituto de Ingeniería que me brindó su apoyo.

Capítulo I. Introducción

El microscopio de fuerza atómica (AFM, por sus siglas en inglés) permite que una punta realice un barrido sobre la superficie de una muestra para obtener su topografía. La punta se encuentra adherida a uno de los extremos de un cantiléver y pasa por encima de los relieves de la muestra generando una deflexión del cantiléver debido a la interacción entre la punta y la muestra que se encuentran a una distancia nanométrica. Esta deflexión es captada gracias a que sobre el cantiléver se hace incidir un láser que es reflejado por la superficie y luego captado por un fotodetector que convierte la luz en corriente. Mediante circuitos electrónicos esta corriente es derivada hacia circuitos sumadores y restadores formados por amplificadores operacionales y después de compararse con un valor de referencia, se usa para controlar la altura del cantiléver. La señal de error puede usarse para construir una imagen de la muestra en la pantalla de una computadora para su uso en diferentes aplicaciones. Ejemplo de estas son los análisis de corrosión, análisis de muestras eléctricas, análisis de tipos de cáncer [1], entre otras.

1.1 Objetivo General

Simular imágenes que pueden ser creadas en el microscopio de fuerza atómica a partir de un modelo numérico el cual permita entender el funcionamiento del microscopio de fuerza atómica.

1.2 Objetivos particulares

1. Crear un modelo sencillo para el lazo de retroalimentación del Microscopio de Fuerza Atómica
2. Simular numéricamente el comportamiento dinámico de la cantiléver y la muestra
3. Estudiar el límite de resolución de un Microscopio de Fuerza Atómica
4. Simular numéricamente la formación de imágenes en un Microscopio de Fuerza Atómica.

1.3 Hipótesis general

Es posible modelar numéricamente el comportamiento dinámico de un sistema de Microscopía de Fuerza Atómica y usarlo como base para simular la formación de imágenes.

1.4 Hipótesis de investigación

Es posible usar el método de diferencia finita para simular la interacción entre la punta y la muestra en un Microscopio de Fuerza Atómica.

1.5 Descripción del problema

Cuando trabajamos con el microscopio de fuerza atómica diferentes situaciones pueden presentarse. Si no se puede establecer un lazo de retroalimentación entre la punta y la muestra, no se puede obtener una imagen. Si se establece el lazo de retroalimentación y se obtiene la imagen, puede ocurrir que la imagen no sea apropiada. El caso extremo se da cuando la imagen parece perfecta pero se formó

debido a fallas en el microscopio y no es una imagen real. Se puede dar el caso también en el que la imagen de la muestra generada por el microscopio no sea lo suficientemente buena para que pueda ser analizada según la necesidad que se tenga.

El poder establecer una ecuación que nos permita entender la interacción entre la punta y la muestra puede darnos la posibilidad de saber si la imagen que estamos obteniendo en el microscopio es legítima o si se tiene algún error.

1.6 Justificación de la investigación.

El propósito del microscopio de fuerza atómica es conocer la topografía de las muestras, lo que tiene aplicaciones en diferentes áreas de investigación. Un instrumento ideal obtendría imágenes lo más rápido posible sin que estas imágenes dejaran de representar la topografía de la muestra. Para lograr esto debemos entender el lazo de retroalimentación en que se basa el funcionamiento del microscopio. Esto nos permitirá modificar este lazo a conveniencia para poder obtener los resultados deseados. La parte más importante del lazo de retroalimentación es la interacción entre la punta y la muestra, la cual debe analizarse a mayor detalle.

1.7 Viabilidad de la investigación.

La investigación es viable porque se cuenta con los conocimientos de física básicos para entender la mecánica del cantiléver y los conocimientos matemáticos para resolver ecuaciones diferenciales en forma analítica y numérica. Además, se han conseguido artículos que describen el funcionamiento del microscopio, así como el microscopio mismo, QScope-350 de Quesant Inc.

1.8 Consecuencias de la investigación.

El poder conocer la interacción entre la punta y la muestra permitirá entender mejor el funcionamiento del microscopio de fuerza atómica así como los errores que se pueden dar al momento de visualizar una muestra. Este conocimiento permitirá obtener mejores imágenes.

Capítulo II. Antecedentes

2.1 Breve historia de la microscopia.

La microscopia surge por la necesidad del ser humano de estudiar objetos pequeños los cuales no pueden ser vistos por el ojo humano. Fue en el siglo XVII cuando se empezaron a utilizar los primeros artefactos de vidrio en forma de lenteja los cuales fueron llamados lentes. Con estos lentes se podía observar un aumento en la imagen de los objetos, lo cual fue de gran ayuda para los comerciantes, en particular los joyeros, quienes tuvieron la posibilidad de poder observar la calidad de sus productos con mayor detalle. Fue Galileo Galilei el primero al que se le acreditó el uso de lentes para hacer observaciones astronómicas [5].

Entre 1591 y 1608, el físico holandés Zacharias Jensen construyó el primer microscopio el cual estaba constituido por varias lentes que permitieron corregir las aberraciones esférica y cromática, mediante un lente objetivo convexo y un ocular cóncavo. Posteriormente Johannes Kepler diseñó un microscopio compuesto en que el objetivo y el ocular eran convexos. Este es el prototipo de los microscopios actuales.

Anthony van Leeuwenhoek (1632-1723), trabajando en el negocio de tejidos se interesó por el aspecto que tenían las cosas cuando se veían bajo aumento y comenzó a trabajar en el tallado de vidrios para mejorar las imágenes que observaba, logrando amplificar imágenes hasta 270 veces. Con estos lentes logró observar diversos tipos de materiales, por lo cual en 1675 fue el primero en observar los infusorios (microorganismos observados en las aguas estancadas). Uno de los descubrimientos más importantes para la observación biológica y médica se produjo en 1665 cuando

Robert Hooke, un médico inglés, reportó que todos los seres vivos están formados por unidades estructurales a las que llamo “celdas” o “células” gracias a un microscopio óptico rudimentario.

Paralelamente a los descubrimientos hechos con el microscopio, Christiaan Huygens fue desarrollando parte de la teoría óptica. Entre sus principales descubrimientos científicos destaca el principio que lleva su apellido, el cual establece que todo punto de un frente de ondas que avanza, actúa como una fuente de nuevas ondas. A partir de este principio se desarrolló la teoría ondulatoria de la luz. Gracias al descubrimiento del microscopio se lograron grandes avances en el campo de la biología y la medicina. Recientemente, el desarrollo de la microelectrónica no hubiera sido posible sin la existencia de los microscopios ópticos y electrónicos.

2.2 Tipos de microscopios

Desde la creación del microscopio, han aparecido diferentes versiones cuyas diferencias proporcionan diferentes ventajas al ser utilizados en diferentes tareas. Dentro de la clasificación principal de los microscopios tenemos los microscopios ópticos, los microscopios electrónicos y los microscopios de sonda de barrido [4].

2.2.1 Microscopios ópticos

El término microscopía óptica se utiliza para referirse a la utilización de cualquier microscopio que utilice luz para observar la muestra. Dentro de la microscopía óptica tenemos dos grupos los microscopios simples y los microscopios compuestos.

2.2.1.1 Microscopios ópticos simples

El microscopio óptico simple es aquel que solo utiliza una lente de aumento. El ejemplo de este microscopio es la lupa. La amplificación de este microscopio es muy pequeña, y puede ser utilizado para observar la estructura de insectos y otros animales pequeños.

2.2.1.2 Microscopios ópticos compuestos

Un microscopio óptico compuesto consta de al menos una lente objetivo que forma una imagen de la muestra, y una lente ocular que amplifica esta imagen y la coloca en el plano de observación. Normalmente, existe también una lente condensadora para dirigir la luz visible hacia la muestra. Entre los principales microscopios ópticos compuestos tenemos los siguientes:

2.2.1.2.1 Estereomicroscopio

Son microscopios con dos objetivos y dos oculares que forman dos imágenes que al combinarse crean una imagen tridimensional. En este tipo de microscopios la luz no se transmite a través de la muestra sino que se refleja en ella.

2.2.1.2.2 De fluorescencia

El microscopio de fluorescencia aprovecha las ventajas de la fluorescencia, es decir la capacidad de ciertas sustancias de absorber luz de longitudes de onda corta (ultravioleta) y emitir una luz de una longitud de onda mayor (visible). Algunos microorganismos fluorescen naturalmente bajo la luz ultravioleta, sin embargo si esto no sucede la muestra se tiñe con colorantes fluorescentes denominados fluorocromos.

2.2.1.2.3 De contraste de fases

Su principio de funcionamiento se basa en la naturaleza ondulatoria de la luz y en el hecho de que esos rayos pueden estar en fase o fuera de ella. Este tipo de microscopios se utilizan para la observación detallada de microorganismos vivos. Gracias a estos microscopios se pueden observar diferencias en las células y en sus estructuras que serían imperceptibles con otras técnicas.

2.2.1.2.4 De campo oscuro

Estos microscopios están basados en un efecto producido por un fondo oscuro en el cual los objetos se ven intensamente iluminados. El poder observar estos objetos depende del contraste que existe entre ellos y su entorno. Estos microscopios son utilizados para examinar microorganismos vivos que no son visibles con un microscopio óptico común y que no pueden teñirse.

2.2.1.2.5 De polarización

Son microscopios de luz polarizada fabricados a partir de microscopios ordinarios, colocando un polarizador entre la fuente de luz y el condensador, y un analizador entre el objetivo y el ocular. Estos microscopios son utilizados comúnmente en petrografía y mineralogía.

2.2.2 Microscopios electrónicos

Los microscopios electrónicos surgen de la necesidad de observar objetos cada vez más pequeños. Estos microscopios utilizan un haz de electrones en lugar del haz de luz; donde se aprovechan las propiedades ondulatorias de los electrones. Su poder de

resolución es más grande que el de los microscopios ópticos debido a que la longitud de onda de los electrones es 100 000 veces menor que la de la luz visible. En lugar de lentes de vidrio, el microscopio electrónico posee lentes electromagnéticas para enfocar un haz de electrones sobre la muestra. Hay dos tipos principales de microscopios electrónicos: El microscopio electrónico de transmisión y el microscopio electrónico de barrido.

2.2.2.1 Microscopio electrónico de transmisión

En el microscopio electrónico de transmisión (MET) un haz de electrones enfocado proveniente de un cañón de electrones atraviesa un corte ultradelgado especialmente preparado de la muestra. El haz es enfocado en un área pequeña de la muestra mediante un condensador electromagnético, el cual tiene más o menos la misma función que el condensador del microscopio óptico, es decir, dirige el haz de electrones en línea recta para iluminar la muestra. Este microscopio contiene lentes electromagnéticas para controlar la intensidad del haz de electrones, el enfoque y los aumentos. Debido al tratamiento que se le tiene que dar a la muestra para ser observada por medio de este microscopio, pueden surgir aberraciones y efectos instrumentales los cuales serán abordados posteriormente.

2.2.2.2 Microscopio electrónico de barrido

El microscopio electrónico de barrido (MEB) soluciona los problemas de cortes de la microscopía de transmisión y proporciona imágenes tridimensionales. En este microscopio el haz enfocado denominado haz primario no atraviesa la muestra por lo

que no importa su grosor o composición. Los electrones incidentes sobre la muestra obligan a ésta a emitir electrones secundarios, que sirven para formar la imagen.

2.2.3 Microscopio de sonda de barrido

Estos microscopios usan diferentes clases de sondas para examinar la superficie de una muestra en estrecha proximidad, sin modificar la muestra ni exponerla a daños como resultado de la alta energía de radiación. Estos microscopios son utilizados para trazar la topografía de la muestra y para caracterizar sus propiedades. Entre los principales se encuentran el microscopio de barrido por efecto túnel y el microscopio de fuerza atómica.

2.2.3.1 Microscopio de barrido por efecto túnel.

Utiliza una sonda en forma de punta muy aguda de un material como tungsteno que explora una muestra y por medio de la corriente de tunelaje que aparece cuando la sonda y la muestra están muy cerca, y produce una imagen que revela la topografía de la muestra. Su resolución es mucho mayor a la de los microscopios electrónicos.

2.2.3.2 Microscopio de fuerza atómica.

El microscopio de fuerza atómica es el objeto de nuestro estudio. Como anteriormente se mencionó el microscopio de fuerza atómica hace un barrido a través de la superficie de la muestra por medio de una punta que se encuentra adherida al extremo libre de un cantiléver. Sobre este cantiléver se hace incidir un láser y este láser es captado por un fotodetector. La interacción entre la punta y la muestra produce una deflexión en el cantiléver lo cual cambia la dirección en que la luz se refleja, provocando variaciones

en la señal captada por el fotodetector. Esta señal se convierte en corriente para posteriormente ser utilizada por una unidad electrónica que se encarga de generar la imagen.

Capítulo III. Marco teórico

Como ya se mencionó antes, el microscopio de fuerza atómica cuenta con un cantiléver en cuyo extremo libre tiene una punta que entra en contacto con la muestra. La interacción entre punta y muestra se mide haciendo incidir un láser sobre el cantiléver y midiendo la dirección en que se refleja por medio de un fotodetector. La dirección del láser depende de la deflexión de la ménsula y esta a su vez de la fuerza que la muestra ejerce sobre la punta. La señal en el fotodetector se procesa entonces electrónicamente para generar una imagen topográfica.

Cuando la sonda del microscopio de fuerza atómica es atraída por la muestra, podemos decir que se forma un enlace atómico momentáneo entre ellas debido a la punta situada en el extremo libre del cantiléver. Idealmente, el ápice de la punta debería tener sólo un átomo, aunque es muy difícil de conseguir. Cuando este átomo en la punta se aproxima a otro átomo sobre la muestra es cuando se forma el enlace. Debido a esto, es necesario tener en cuenta los diferentes tipos de enlaces que se pueden dar entre los átomos, para ver cómo pueden afectar nuestra medición.

3.1 Enlaces atómicos

Un enlace atómico (mejor conocido como enlace químico) se define como la fuerza de unión que existe entre dos átomos. Esta fuerza puede deberse a la transferencia total o parcial de electrones entre los átomos enlazados para adquirir ambos la configuración electrónica más estable, como la correspondiente a los gases nobles. Esto se conoce como regla del octeto. Ejemplos de este tipo de enlace son el iónico, el covalente y el metálico.

El enlace iónico es aquel en el que uno de los átomos cede uno de sus electrones lo cual hace que se convierta en un ion fuertemente electropositivo y que el otro al aceptarlo se vuelva fuertemente electronegativo, los cuales se unen debido a la presencia de la fuerza de atracción electrostática tal como se muestra en la Figura 1.

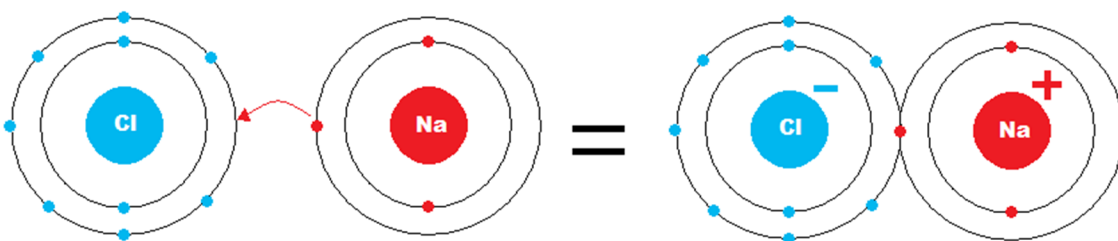


Figura 1. Enlace iónico, el átomo de sodio (Na) cede uno de sus electrones al cloro (Cl) y ambos se unen por la fuerza electrostática.

Las características del enlace iónico son, entre otras, que se rompe fácilmente al disolver la sustancia debido a la polaridad en el disolvente lo cual hace que se vuelvan a obtener los iones que la forman, presentan puntos de fusión y ebullición menores con respecto a los compuestos covalentes, presentan dureza (la dureza se mide por medio de un indentador, el cual se hace pasar a través de la sustancia y se hace una comparación) y son sólidos de estructura cristalina en el sistema cúbico.

El enlace covalente por su parte, es aquel en el los átomos comparten sus electrones, debido a que cuando existe una electronegatividad polar pero la diferencia de electronegatividades entre los átomos no es suficientemente grande como para que se efectúe transferencia de electrones. De esta forma, los dos átomos comparten uno o más pares electrónicos tal como se muestra en la Figura 2, en un nuevo tipo de orbital,

denominado orbital molecular. Los enlaces covalentes se suelen producir entre elementos gaseosos y no metales.

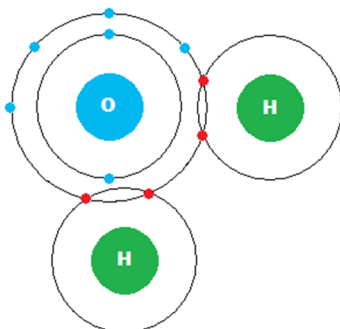


Figura 2. Molécula de agua. Enlace covalente entre un átomo de oxígeno y dos átomos de hidrógeno.

Los sólidos covalentes presentan temperaturas de fusión y ebullición muy altas, son aislantes eléctricos, pero pueden tener conductividades térmicas muy altas, como por ejemplo en el caso del diamante. Los compuestos formados por moléculas con enlace covalente, que pueden ser sólidos, líquidos o gaseosos, pueden tener propiedades diferentes, dependiendo del enlace entre molécula y molécula.

Existe un tipo de enlace covalente, conocido como enlace covalente coordinado, que no obedece a la regla del octeto, el cual se forma a partir de que un átomo dona un par de electrones (denominado dador) mientras que el otro los recibe (receptor). El enlace coordinado se representa por medio de una flecha (\rightarrow) que parte del átomo que aporta los dos electrones y se dirige hacia el que no aporta ninguno. Este enlace da origen a los compuestos conocidos como complejos de coordinación (como la hemoglobina y el ion de amonio, por mencionar algunos).

Los enlaces metálicos son aquellos que se dan entre elementos de electronegatividades bajas y muy parecidas, en estos casos ninguno de los átomos tiene más posibilidades que el otro de perder o ganar los electrones. La forma de cumplir la regla de octeto es mediante la compartición de electrones entre muchos átomos. Se crea una nube de electrones que es compartida por todos los núcleos de los átomos que ceden electrones al conjunto. Este tipo de enlace se produce entre elementos poco electronegativos (metales). Los electrones que se comparten se encuentran deslocalizados entre los átomos que los comparten.

La estructura cristalina de los metales consisten en redes tridimensionales que pueden modelarse por medio de un empaquetamiento compacto de esferas, en la estructura conocida como cubica centrada en la cara (fcc). En esta estructura cada átomo metálico está rodeado por otros doce átomos (seis en el mismo plano, tres por encima y tres por debajo). Además, debido a la baja electronegatividad que poseen los metales, los electrones de valencia son extraídos de sus orbitales y tienen la capacidad de moverse libremente a través del compuesto metálico, lo que otorga a éste las propiedades eléctricas y térmicas.

La fuerza de enlace también puede darse sin transferencia de electrones. Cuando el átomo de hidrógeno entra en enlace covalente con un átomo mucho más electronegativo, aunque la molécula formada es globalmente neutra, se forma un dipolo entre el átomo de hidrógeno excesivamente positivo y el otro átomo excesivamente negativo (Figura 3). El hidrógeno puede conectarse con la parte negativa de la otra molécula formando un puente, conocido como enlace por puente de hidrógeno.

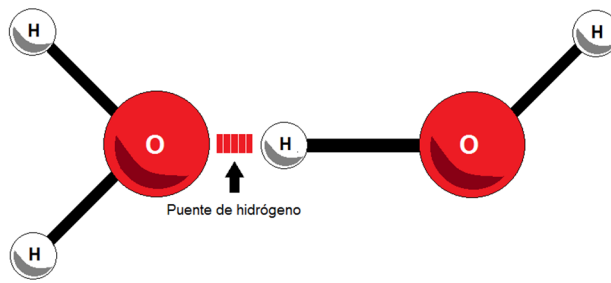


Figura 3. Puente de hidrógeno en la formación de hielo

En realidad, la formación de dipolos ocurre incluso en átomos individuales, que no pueden ser neutros todo el tiempo, ya que los dipolos cambian de lugar. Existe una fuerza de atracción entre estos dipolos fluctuantes, que es origen del enlace por fuerza de van der Waals.

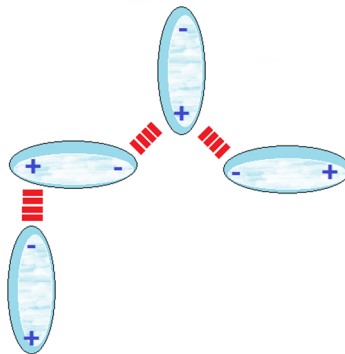


Figura 4. Fuerzas de Van der Waals.

3.2 Elementos que componen el microscopio de fuerza atómica

Con la finalidad de entender con mayor detalle el lazo de retroalimentación del microscopio de fuerza atómica es necesario conocer cada uno de los elementos que lo integran. En la Figura 5 se pueden observar cada uno de los elementos que conforman el lazo, los que serán analizados en detalle para entender su funcionamiento de modo

que esto nos permita establecer la función de transferencia del lazo de retroalimentación.

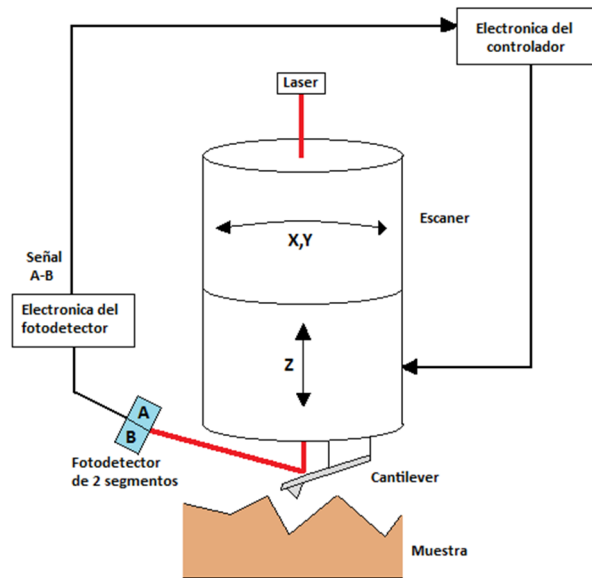


Figura 5. Lazo de retroalimentación del AFM adaptada de [3].

3.2.1 Cantiléver

El cantiléver es una parte esencial para la formación de la imagen: en uno de sus extremos se encuentra adherida la punta que entra en contacto con la muestra mientras que el otro se encuentra pegado al escáner. La fabricación del cantiléver es similar a la de otros dispositivos micro electromecánicos (MEMS, Micro-Electro-Mechanical-System) lo cual, a su vez, es muy similar a la fabricación de circuitos integrados.

Debido a la importancia del cantiléver en la elaboración de imágenes es necesario analizarlo como una viga en voladizo y además ver los factores que intervienen tal como lo es la frecuencia de resonancia.

3.2.1.1 Tratamiento clásico de la viga voladiza

Para conocer el comportamiento del cantiléver es necesario realizar un análisis a nivel macroscópico considerándolo como una viga en voladizo y en base a esto conocer las fuerzas que actúan sobre él. El análisis realizado por Feynman [10] sobre la viga voladiza es muy importante ya que relaciona los diferentes parámetros de interés.

Tomando los dos extremos de la viga podemos observar que esta se curva, lo cual significa que el material de la parte de arriba se estira, mientras que en la parte de abajo el material se encuentra comprimido. Existe entonces una parte que no se encuentra ni comprimida ni estirada la cual es más o menos paralela al eje de la barra que se conoce como superficie neutra.

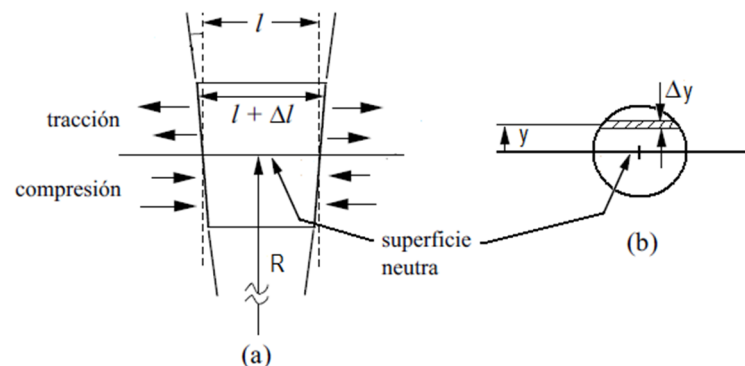


Figura 6. (a) Segmento pequeño de la viga flexionada. (b) sección transversal de la viga

Para una flexión pura, entonces, una rebanada delgada de la barra se deforma como se muestra en la Figura 6(a). El material que se encuentra por debajo de la superficie neutra tiene una deformación por compresión que es proporcional a la distancia a la superficie neutra; mientras que por la parte superior, el material se deforma por tensión,

también en proporción a su distancia a la superficie neutra. Así pues, el estiramiento longitudinal Δl es proporcional a la altura y . Una vez tomado en cuenta lo anterior, es necesario conocer la fuerza por unidad de área (el esfuerzo) y examinar las fuerzas que podrían producir tales deformaciones.

Las fuerzas que actúan sobre el pequeño segmento dibujado en la Figura 6 están indicadas en la misma. Si consideramos cualquier corte transversal, las fuerzas actúan a través de él, en un sentido por encima de la superficie neutra y en el otro por debajo. Vienen en pares para formar una “torca de flexión” M . Podemos calcular el momento total integrando la fuerza multiplicada por la distancia a la superficie neutra en una de las caras del segmento de la Figura 6, donde se involucren tanto el momento de inercia como el centro de masa. Ahora bien, cuando se quiere calcular la flexión de una viga voladiza con una fuerza concentrada F que actúa en el extremo libre, como muestra la Figura 7.

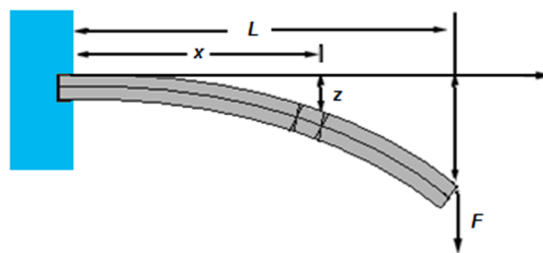


Figura 7. Una viga voladiza con su sección transversal.

La finalidad de esto es encontrar la fuerza necesaria para que la viga se flexione, es por ello que se tienen que tener en cuenta algunos conceptos como lo son el radio de curvatura, considerar que trabajamos con pequeñas pendientes y tener en cuenta el momento de flexión M . Después de todo lo anterior y usando la suposición de que

$z(0)=0$ y que dz/dx también es cero en $x=0$. Se tiene entonces que el desplazamiento del extremo teniendo en cuenta la consideración de que la viga está hecha de un material elástico lineal [11] obtenemos:

$$z(L) = \frac{F L^3}{YI 3} \dots\dots\dots (1)$$

El desplazamiento del extremo de una viga aumenta con el cubo de la longitud. Este valor indica que tanto se puede flexionar la viga en función de su longitud y de la fuerza, con la finalidad de saber que tanto soportara antes de quebrarse.

El cantiléver del microscopio de fuerza atómica tiene un comportamiento similar al de una viga en voladizo, ya que su punta se encuentra sometida a la fuerza de interacción que tiene con la muestra. Esta interacción es la base del funcionamiento y operación del microscopio.

3.2.1.2 Frecuencia de resonancia

Para entender la dinámica del cantiléver analizaremos un sistema sencillo de una masa m ligada a un resorte con una constante elástica fija k , como se muestra en la Figura 8. Este caso simple, contiene la dinámica básica del cantiléver y puede usarse también para determinar su frecuencia de resonancia [12].

Para describir la dinámica de una masa acoplada a un resorte se parte de la 2ª Ley de Newton:

$$m \frac{d^2y}{dt^2} = -Ky \dots\dots\dots (2)$$

Se propone como solución para su posición en función del tiempo un movimiento armónico simple:

$$y(t) = A \cos \omega_0 t, \dots\dots\dots (3)$$

Al sustituir esta función en la ecuación en la primera se tiene que la frecuencia angular con que en estado estacionario se moverá la masa es:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{K}{m}} \dots\dots\dots (4)$$

Es de hacer notar que la frecuencia angular no depende de la amplitud sino solo de la constante K del resorte y de la masa, por tanto, este sistema tiene una sola frecuencia que “adopta” en forma espontánea en cuanto se le deja oscilar libremente, por ello se le denomina “frecuencia natural del sistema”.

Es de suma importancia evitar que el sistema oscile a su frecuencia natural debido a fuerzas externas ya que traería como resultado que la viga tenga oscilaciones que no tengan que ver con la medición o en un caso extremo que la viga se quiebre.

Analicemos ahora el caso de un oscilador forzado, para ello se aplica sobre la masa otra fuerza más la cual tendrá un carácter periódico con una amplitud F , frecuencia angular ω y actuando en la dirección del eje del resorte, tal como se observa en la Figura 8.

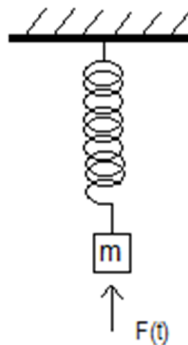


Figura 8. Resorte con oscilación forzada

El sistema de cantiléver tiene un comportamiento similar, con una constante $K= 3YI/L^3$ y su frecuencia natural de oscilación es $\omega= (3YI/L^3m)^{1/2}$. Esta frecuencia es de suma importancia para la operación del microscopio ya que nos permite identificar cuando el cantiléver se moverá por inercia y cuando por efectos de la fuerza ejercida por la muestra. El movimiento del cantiléver por inercia no contribuye a dar información sobre la muestra y perjudica la calidad de la imagen. En el caso extremo, la muestra entrará en resonancia y el lazo de retroalimentación no se podrá establecer.

En el caso ideal, el cantiléver sólo responde a las fuerzas sobre la muestra. Sin embargo en la vida real existen otras fuerzas en operación. Para el orden de magnitud de las fuerzas con las que opera el microscopio, cualquier minúscula vibración externa debida a cualquier fenómeno ya sea natural o causado por las actividades cotidianas, interferirá con el funcionamiento del microscopio. Para minimizar esto, el microscopio debe montarse en un sistema aislado de las vibraciones del piso y del laboratorio en general. De la calidad de este sistema anti vibración depende la resolución que puede obtenerse con el microscopio.

Además, el cantiléver debe ser sometido a otras fuerzas para posicionarlo a una distancia z de la muestra, o para crear un barrido en x y y . Estas fuerzas no pueden eliminarse porque son parte de la operación del instrumento. Lo único que puede hacerse con ellas es evitar que se amplifiquen. Por ejemplo, si el barrido se realiza a una frecuencia lejana a la de resonancia, la inercia entrará en acción, pero su efecto no pasará de una breve oscilación que se manifestará como ruido en la imagen. Por otra parte, si el barrido se realiza a una frecuencia demasiado cercana a la de resonancia,

las oscilaciones del cantiléver persistirán lo suficiente como para alterar completamente la imagen o salir del lazo de retroalimentación.

Sin embargo no solo se presenta la deflexión vertical en el cantiléver, sino que este puede estar sometido a fuerzas laterales que podrían ocasionar un momento de torsión las cuales también deben de ser consideradas.

3.2.2 Láser

El láser es una parte esencial en la formación de imágenes de microscopia de fuerza atómica, por lo tanto es necesario saber en qué consiste y cómo funciona. El láser es un instrumento que genera o amplifica radiación coherente del espectro electromagnético en frecuencias del infrarrojo, visible o ultravioleta. Su historia comienza cuando en 1916 Albert Einstein estudiaba el comportamiento de los electrones dentro del átomo. Debido a esto se encontró con el fenómeno de la emisión estimulada en el cual se tiene la interacción entre un fotón y un átomo que inicialmente se encuentra en un estado excitado. Como resultado de esta interacción el átomo pasa a su estado base, emitiendo en el proceso un fotón que tiene las mismas características de dirección y de fase que el fotón inicial. Es ahí donde se establecen las bases del láser, las cuales fueron comprobadas por Rudolf Landenburg [14].

El primer láser es uno construido por Theodore Maiman en 1960, el cual se encontraba hecho de rubí y que funcionó por primera vez el 16 de mayo de dicho año. El hecho de que sus resultados se publicaran con algún retraso en *Nature*, dio tiempo a la puesta en marcha de otros desarrollos paralelos. Por este motivo, Charles Townes y Arthur Leonard Schawlow también son considerados inventores del láser, el cual patentaron

en 1960. Dos años después, Robert Hall inventa el láser semiconductor. En 1969 se encuentra la primera aplicación industrial del láser al ser utilizado en las soldaduras de los elementos de chapa en la fabricación de vehículos y, al año siguiente Gordon Gould patenta otras muchas aplicaciones prácticas para el láser.

Todos estos descubrimientos originaron el láser que utilizamos en la actualidad. En la Figura 9 podemos observar los elementos principales en que basa su funcionamiento un láser y que serán enunciadas a continuación:

- Medio activo para la formación de láser: Es un apropiado conjunto de átomos, moléculas, iones, materiales semiconductores, etc. Este medio es el que caracteriza el láser pudiendo ser gaseosos, sólidos o líquidos.
- Energía de bombeo para el láser: Esta energía es la necesaria para excitar los átomos del medio a un nivel mecánico- cuántico más alto.
- Espejo reflectante al 100%: Hace que toda la energía se refleje para que pase al siguiente espejo.
- Espejo reflectante al 99 %: Este espejo solo deja pasar la energía por una pequeña apertura.
- Emisión del rayo láser: Es el haz láser resultante de la excitación del medio.

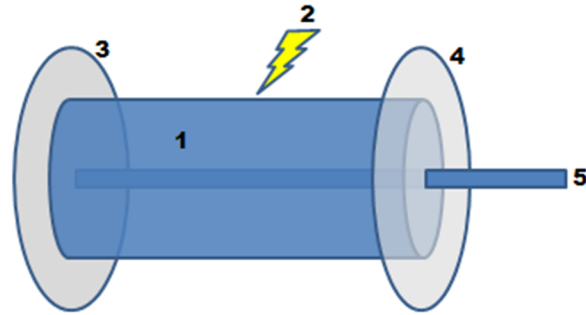


Figura 9. Componentes del láser: (1) Medio activo, (2) Energía de bombeo, (3) Espejo reflectante al 100%, (4) Espejo reflectante al 99 % y (5) Emisión del rayo láser.

La principal fuente de medios activos para la formación del haz láser son los materiales semiconductores y la combinación de éstos, los cuales proporcionan diferentes longitudes de onda. En la Tabla 1 podemos observar algunas de las diferentes longitudes de onda que se pueden lograr.

Tabla 1. Materiales semiconductores para la elaboración de láseres basada de [15].

Compuesto	Longitud de onda (λ) [nm]	Compuesto	Longitud de onda (λ) [nm]
InGaN	390-420	GaAs/GaAs (puro)	904
GaN	417	GaAs	905,940
AlGaAs	428	In _{0.2} Ga _{0.8} As	980
ZnSSe	447-480	In _{0.2} Ga _{0.5} As/GaAs	980-1050
ZnSe	463,510,520	In _{1-x} Ga _x As _y P _{1-y}	1100-1650
ZnCdSe	490-525	InGaAsP/InP	1100-2100
AlGaInP/GaAs	610-690,1300	In _{0.73} Ga _{0.27} As _{0.58} P _{0.42}	1310
Al _x Ga _{1-x} As	620-895	In _{0.58} Ga _{0.42} As _{0.9} P _{0.1}	1550
AlGaInP	630-680	InGaAsSb	1700-4400
Ga _{0.5} In _{0.5} P	670	AlGaAsSb/InGaAsSb	2000-3000
Ga _{0.5} In _{0.5} P/GaAs	670-686	PbCdS	2700-4200
InGaAsP/GaAs	680-880	PbEuSeTe	3300-5800
AlGaAs	730,780,830,855,880	PbSSe	4200-8000
AlGaAs/GaAs	750-880	PbSnTe	5500-30000
InGaAs/GaAs	880-1100	PbSnSe	8000-30000

3.2.3 Fotodetector

Un fotodetector es un dispositivo que convierte la luz en corriente. Para registrar los cambios en la deflexión del cantiléver el microscopio de fuerza atómica utiliza un fotodetector de cuatro segmentos cada uno de ellos un fotodiodo independiente tal y como se muestra en la Figura 10. Para detectar la deflexión horizontal y/o vertical en cada medición se fija un centro de referencia que permite que se detecte una variación en de la luz incidente en el fotodiodo [6].

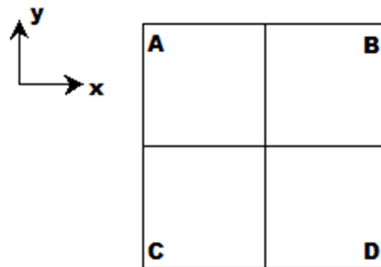


Figura 10. . Fotodetector de cuatro cuadrantes. El cambio en la deflexión horizontal está dado por $(A+C)-(B+D)$, mientras que el cambio vertical está dado por $(A+B)-(C+D)$.

Al tomar el sistema de cuatro cuadrantes como un sistema cartesiano xy con su centro en $(0,0)$, los cambios que sufra el cantiléver debido a las fuerzas de interacción entre la punta y la muestra se podrán ver vectores de posición (x_i, y_i) de los rayos de láser reflejados. Es por esto que es necesario que antes de cada medición se logre hacer un alineamiento correcto del láser sobre el cantiléver y que este pueda ser captado lo más posible por el fotodetector y en su centro para poder captar los cambios.

3.2.4 Parte electrónica

La parte electrónica del microscopio de fuerza atómica es la encargada de utilizar la corriente que viene del fotodetector la cual se genera a partir de las interacciones ente

la punta y la muestra. Por esto es necesaria una introducción a los amplificadores operacionales (Opamp's por su nombre en inglés) ya que permite diferentes configuraciones que son utilizadas en la electrónica del microscopio de fuerza atómica.

Con el término de amplificador operacional se designa a una clase de amplificadores que permiten realizar una serie de operaciones tales como suma, resta, multiplicación, integración, etc., importantes dentro de la computación analógica. Este es un amplificador modular de multi-etapas con una entrada diferencial que se aproxima mucho en sus características a un "amplificador ideal". El uso más típico del Opamp es dar una salida proporcional a la amplitud de la entrada con la misma polaridad o polaridad cambiada. Otras aplicaciones son la creación de osciladores y filtros para instrumentación. Entre las principales características que hacen muy atractivo su uso se tienen [30]:

- Ganancia infinita de voltaje ($A_v \rightarrow \infty$)
- Impedancia de entrada infinita ($Z_{in} \rightarrow \infty$)
- Impedancia de salida cero ($Z_{out} \rightarrow 0$)
- Ancho de banda infinito (no hay retraso de la señal a través del amplificador)

En la práctica, ninguna de estas propiedades puede lograrse, sin embargo si se puede aproximar bastante a ellas. En la figura 11 se muestra una representación del Opamp donde se indican las terminales externas que presentan.

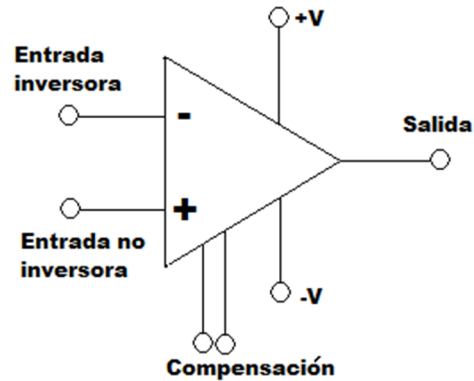


Figura 11. Representación del amplificador operacional.

Las terminales marcadas con +V y -V son las que alimentan el amplificador operacional. Las terminales de compensación son utilizadas para prevenir oscilaciones del circuito del Opamp. Dentro de los amplificadores operacionales el más utilizado es el 741 debido a que es un circuito con buenas características, relación precio-fiabilidad y buena disponibilidad. Entre las principales configuraciones del amplificador operacional se encuentran las siguientes:

3.2.4.1 Amplificador seguidor de voltaje

En la Figura 12 podemos observar la configuración del amplificador operacional mediante la cual se puede obtener un seguidor de voltaje.

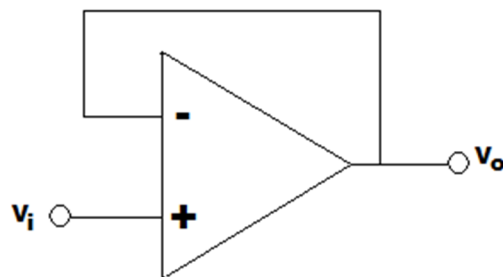


Figura 12. Amplificador seguidor de voltaje.

Aplicando las leyes de Kirchoff y teniendo en cuenta que $A_v \rightarrow \infty$ tenemos entonces:

$$V_0 \approx V_i \dots\dots\dots (5)$$

Una de las aplicaciones de esta configuración es para aislar la carga de los potenciómetros usados como divisores de voltaje.

3.2.4.2 Amplificador comparador

En la figura 13 se muestra la configuración del Opamp como un circuito comparador. Como podemos observar las entradas inversora y no inversora se encuentran en una configuración de lazo abierto.

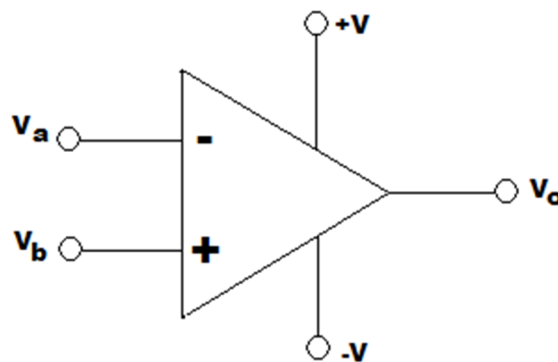


Figura 13. Amplificador comparador.

En este caso, el Opamp se satura debido a la alta ganancia y la salida V_0 está dada por:

$$V_0 = \begin{cases} +V & \text{si } V_b > V_a \\ -V & \text{si } V_b < V_a \end{cases} \dots\dots\dots (6)$$

Esta configuración puede ser utilizada para el diseño de controladores de posiciones.

3.2.4.3 Amplificador inversor

La configuración de circuito inversor se muestra en la figura 14.

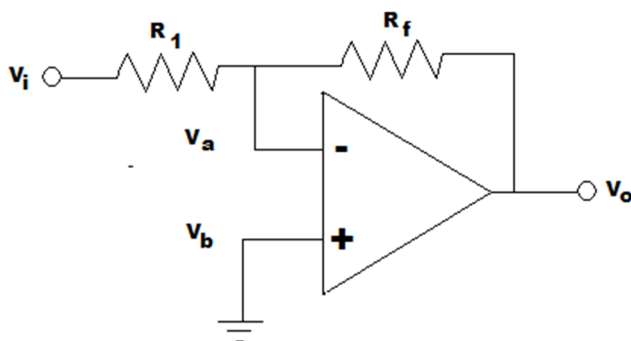


Figura 14. Amplificador inversor

Aplicando las propiedades de los Opamps y las leyes de Kirchhoff tenemos entonces:

$$V_o = -\frac{R_f}{R_1} V_i \dots\dots\dots (7)$$

3.2.4.4 Amplificador no inversor

El circuito no inversor se muestra en la Figura 15.

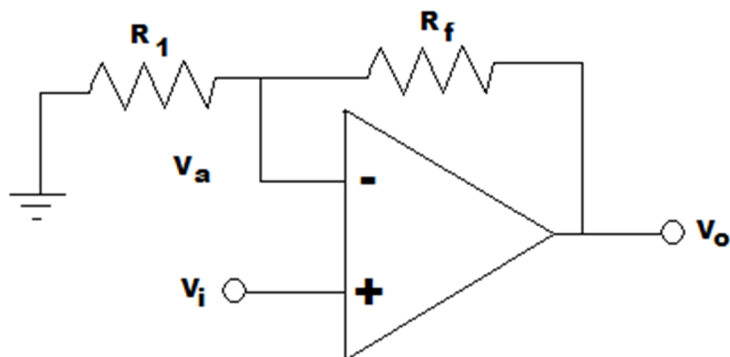


Figura 15. Amplificador no inversor.

Aplicando las propiedades de los Opamps y las leyes de Kirchhoff tenemos entonces:

$$V_0 = \frac{(R_f + R_1)}{R_1} V_i \dots\dots\dots (8)$$

3.2.4.5 Amplificador sumador

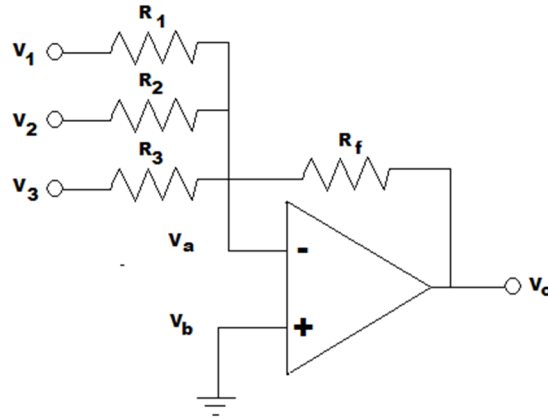


Figura 16. Amplificador sumador.

Aplicando las propiedades de los Opamps, y diseñando el circuito de tal manera que $R_1=R_2=R_3$, al aplicar las leyes de Kirchoff tenemos entonces:

$$V_0 = -\frac{R_f}{R_1} (V_1 + V_2 + V_3) \dots\dots\dots (9)$$

3.2.4.6 Amplificador restador

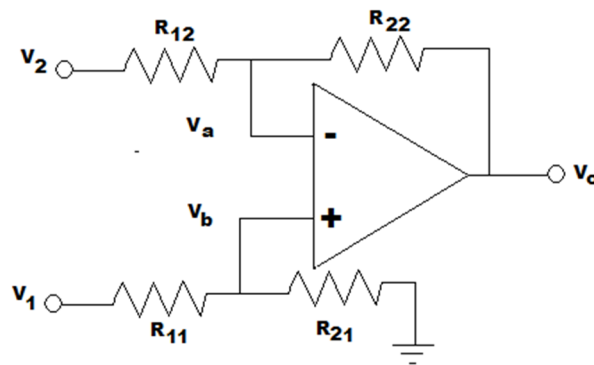


Figura 17. Amplificador restador.

Aplicando las propiedades de los Opamps y diseñando el circuito de tal manera que $R_1 = R_{11} = R_{12}$ y $R_2 = R_{21} = R_{22}$ al aplicar las leyes de Kirchhoff tenemos entonces:

$$V_0 = \frac{R_2}{R_1} (V_1 - V_2) \dots\dots\dots (10)$$

3.2.4.7 Amplificador Integrador

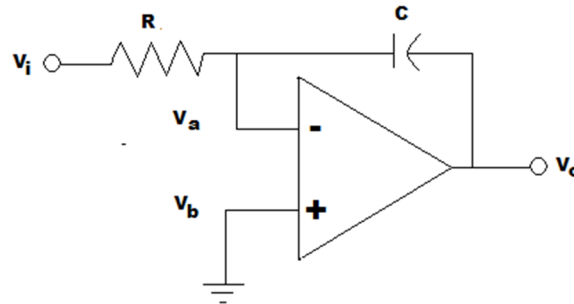


Figura 18. Amplificador integrador.

Aplicando las propiedades de los Opamps y las leyes de Kirchhoff tenemos entonces:

$$V_0 = -\frac{1}{RC} \int V_i dt \dots\dots\dots(11)$$

3.2.4.8 Amplificador diferenciador

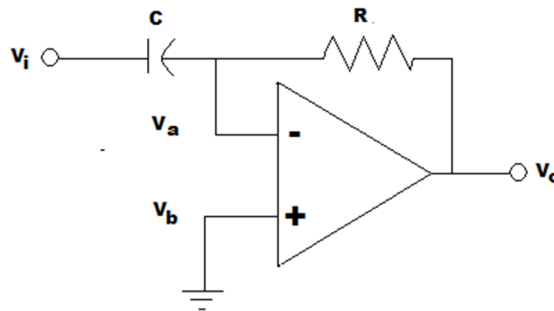


Figura 19. Amplificador diferenciador.

Aplicando las propiedades de los Opamps y las leyes de Kirchhoff tenemos entonces:

$$V_0 = -RC \frac{dV_i}{dt} \dots\dots\dots (12)$$

3.2.5 Controlador PID

3.2.5.1 Introducción a los controladores

Un sistema de control es un conjunto de dispositivos que permiten realizar una tarea donde el principio de control básico es la regulación automática en la cual se compara el valor efectivo de la salida de un sistema con el valor deseado, determina la desviación y produce una señal de control que reduce la desviación a cero o a un valor pequeño. El uso efectivo de un sistema de control depende de varios factores entre los que se encuentran:

- La retroalimentación: Hace posible establecer y mantener la estabilidad de operación del sistema.
- La disminución de la sensibilidad de funcionamiento: para las limitaciones de diseño, para las variaciones de los parámetros de la planta y no linealidades de la planta.
- La adaptación del comportamiento del sistema a las características desconocidas o variables con el tiempo [16].

Dentro de los sistemas de control tenemos el controlador proporcional, derivativo e integral (PID) el cual proporciona una solución simple y eficiente en problemas de la vida real. Este tipo de controladores son muy utilizados en la industria de manufactura, en la industria aeroespacial, además de brindar un control sobre la temperatura, la presión y otros factores que se presentan comúnmente en éstos y otros procesos industriales.

La importancia de este controlador para nuestro estudio se debe a que puede usarse para controlar la distancia entre la punta y la muestra, por medio de la detección de la fuerza entre ambas. En la Figura 19 se muestra un diagrama de bloques básico del lazo de control utilizado en un microscopio de fuerza atómica.

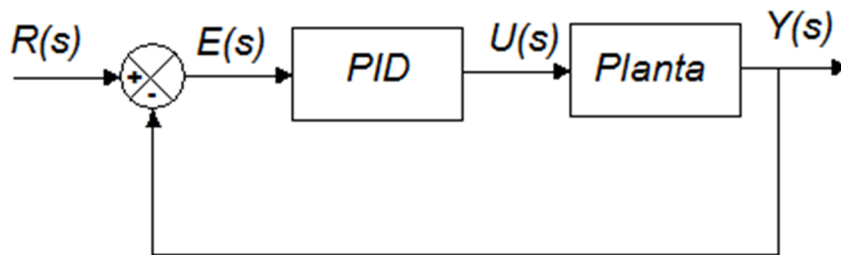


Figura 20. Diagrama a bloques de cómo actúa un PID.

El sistema de control PID brinda una acción combinada de las ventajas de las tres acciones de control individuales. La ecuación de un control con esta acción combinada está dada por:

$$u(t) = K_p e(t) + K_p T_d \frac{de(t)}{dt} + \frac{K_p}{T_i} \int_0^t e(t) dt \dots\dots\dots (13)$$

Y la función de transferencia está dada por:

$$\frac{U(s)}{E(s)} = K_p \left(1 + T_d S + \frac{1}{T_i S} \right) \dots\dots\dots (14)$$

Donde K_p representa la sensibilidad proporcional, T_d el tiempo derivativo y T_i el tiempo integral. Estos valores pueden ser ajustados por el método de Ziegler and Nichols [20] los cuales son el método de oscilación y el método basado en la curva de reacción.

3.2.6 Amplificador Lock-in

El amplificador lock-in o rectificador sensible a la fase es un circuito electrónico que tiene la capacidad de extraer una señal de una portadora con una frecuencia conocida de un ambiente extremadamente ruidoso. En ausencia de ruido, se utiliza para medir un cambio de fase con precisión. Este amplificador es una parte fundamental para el funcionamiento del microscopio de fuerza atómica en el modo dinámico. En la Figura 21 se puede observar cómo es que está compuesto el amplificador Lock-in.

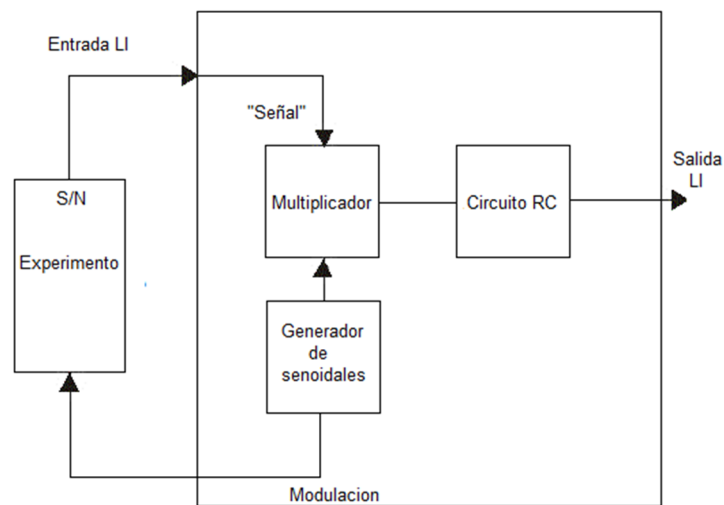


Figura 21. Principales componentes del Amplificador Lock-in.

Como se puede observar en la Figura 21, los principales componentes del amplificador Lock-in son [26]:

1. Un multiplicador
2. Un circuito RC, un filtro pasa bajas o un integrador.
3. Un circuito desfasador.

Generalmente se agrega un generador de senoidales el cual sirve como fuente de referencia.

La señal que se desea detectar se multiplica por la de referencia y se integra en el tiempo con una constante RC que puede fijarse n veces el periodo de la señal de referencia: $RC=nT$. La combinación de multiplicador y filtro actúa en modo muy diferente a un simple filtro pasabajas.

El desfasador desplaza la fase de referencia con respecto a la señal y debe ajustarse entre 0 y 180 grados para obtener la máxima salida. La mezcla de señales es necesaria para transformar la fase y la amplitud de una señal de AC a DC. Con esto se puede conocer la amplitud de la onda, frecuencia y la eventual fase que tiene la señal buscada.

3.2.7 Escáner piezoeléctrico

El efecto piezoeléctrico se presenta en ciertos materiales, en los cuales al aplicarles una tensión mecánica adquieren una polarización eléctrica en su configuración atómica generando una diferencia de potencial y cargas eléctricas en la superficie. Este fenómeno también se puede dar en forma inversa, es decir, al aplicar voltaje se pueden lograr deformaciones en el material. El efecto piezoeléctrico es reversible, por lo cual al dejar de aplicar voltaje al material este recupera su forma original [27].

En el microscopio de fuerza atómica se utilizan motores piezoeléctricos para mover la base en el plano x-y con la finalidad de ubicar la muestra para que sea escaneada en una región deseada. Los motores piezoeléctricos también son utilizados para poder acercar la punta a la muestra con una alta precisión con la finalidad de evitar que la punta choque con la muestra y que ambas resulten dañadas.

Para poder realizar mediciones con el microscopio de fuerza atómica es necesario que el escáner sea fabricado con materiales piezoeléctricos, los cuales son capaces de expandirse o contraerse proporcionalmente con el voltaje aplicado, lo cual permite hacer un barrido sobre la superficie en escala nanométrica. La contracción o elongación de los escáner piezoeléctricos depende de la polaridad del voltaje aplicado. El escáner piezoeléctrico es básicamente un cilindro el cual se compone de dos partes: la inferior y la superior, tal como se muestra en la Figura 22. La parte inferior está diseñada con un cilindro separado en cuatro caras que pueden deformarse bajo la acción de un voltaje. Las caras opuestas se conectan a voltajes opuestos haciendo que el escáner pueda avanzar en la dirección x o y . La parte superior contiene un piezoeléctrico al que se le aplica un voltaje con la finalidad de estirar o contraer el escáner, lo cual permite moverse en la dirección z [27].

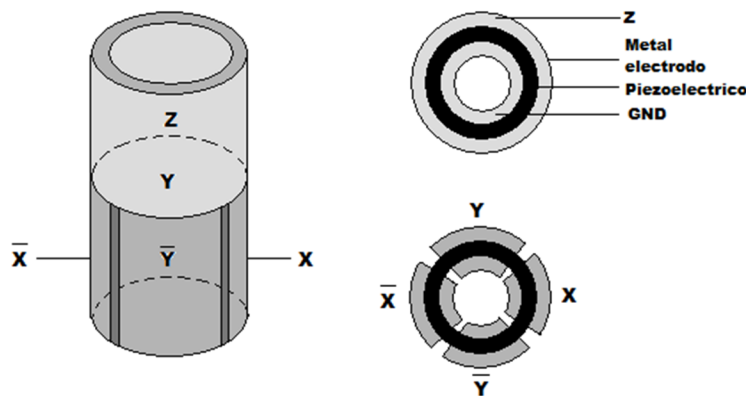


Figura 22. Esquema de cómo se encuentra constituido el escáner modificado de [27].

3.3 Modos de operación del AFM

En la medición de superficies con el AFM existen diferentes modos de operación del mismo, los cuales dependen de la muestra, del tamaño de la imagen, entre otros

factores, es por ello que se debe de analizar cada uno de ellos con la finalidad de entenderlos y ver en qué caso se utilizan.

3.3.1 Modo estático o modo de contacto

El modo de contacto es una técnica utilizada para obtener imágenes de resolución nanométrica en una amplia variedad de superficies. En el predominan las fuerzas repulsivas de corto alcance entre la sonda y la muestra, lo cual permite que se puedan hacer mediciones de fuerza y de topografía. La ventaja que tiene este modo es que es más rápido en comparación con otros, sin embargo es inútil en muestras suaves (Muestras biológicas o polímeros).

Las mediciones de fuerza pueden lograrse ya sea de manera vertical o de manera lateral. En la medición de fuerza vertical se fija una distancia z constante la cual debe de ser muy pequeña ya que debe de haber un contacto con la muestra, es por ello que las mediciones de fuerza están dadas por la deflexión del cantiléver el cual se rige por la Ley de Hooke. Las mediciones de fuerza lateral se obtienen por la deflexión lateral la cual causa una torsión en el cantiléver. Ambos tipos de mediciones suelen hacerse en superficies prácticamente planas con la finalidad de no romper la punta o dañar la muestra.

En las mediciones de topografía se mantiene una fuerza constante, lo cual tiene como resultado que al hacer un barrido sobre la muestra exista una deflexión en el cantiléver la cual se encuentra asociada con la deflexión en el eje z .

3.3.2 Modo dinámico

Los modos dinámicos del AFM son una familia de modos que se caracterizan por introducir una excitación a la ménsula. Cada diferente tipo de excitación da origen a un modo de operación diferente, con sus propias ventajas y desventajas. Algunos de estos se describirán a continuación.

3.3.2.1 Modo de no contacto

Es un modo dinámico el cual presenta la misma configuración que el modo de contacto, sin embargo en este modo no existen las fuerzas repulsivas, solo fuerzas atractivas. Las mediciones en este modo se registran por medio de cambios en la frecuencia de oscilación del cantiléver el cual se hace oscilar a su frecuencia de resonancia. Las imágenes que se pueden obtener pueden ser topográficas o de modo de imagen de fuerzas de largo alcance, debido a que la punta se encuentra a una distancia alejada de la muestra por lo que pueden intervenir fuerzas de Van der Waals u otro fuerza de largo alcance. Este modo tiene como ventaja que se puedan analizar muestra más suaves que en el modo de contacto, sin embargo este método es muy lento debido a que no existe contacto con la muestra.

3.3.2.2 Modulación de amplitud/AFM en modo *tapping*

En el modo tapping o AM-FM el cantiléver es excitado externamente cerca de su frecuencia de resonancia. Una vez hecho esto la punta se acerca a la muestra, y mientras esto sucede la amplitud y la fase de la oscilación son medidas con la finalidad de ser observadas posteriormente. La oscilación del cantiléver es detectada por un fotodiodo, el cual está conectado a un amplificador *lock-in* el cual sirve para comparar

la señal de amplitud con una referencia, y la diferencia o señal de error se alimenta a un controlador (PID) para ajustar el piezoeléctrico z, es decir, la distancia entre la punta y la muestra. La señal de oscilación externa no solo excita el cantiléver, sino que también sirve como referencia para el amplificador *lock-in*. El modo *tapping* es utilizado en condiciones ambientales o en líquidos para medir la topografía de las muestras y otros parámetros en escala nanométrica.

La formación de imágenes en líquidos da la posibilidad de investigar muestras biológicas en su ambiente natural, por lo cual, la aplicación de este modo de operación resulta muy atractiva. Un ejemplo de este modo de operación son las imágenes de alta resolución de la topografía de la capa intermedia empaquetada hexagonalmente del *Deinococcus radiodurans*. Otro ejemplo es la formación de imagen de ADN en líquido [2].

Para la interpretación de las fuerzas entre punta y muestra durante un ciclo de oscilación con una amplitud de 10-100 nm es necesario incluir tanto fuerzas atractivas como de repulsión. Es por ello que es necesario medir la convolución entre la curva fuerza-distancia con la trayectoria de oscilación, lo cual hace más difícil las mediciones de AM-AFM. Al mismo tiempo la frecuencia de resonancia cambiarán con los gradientes de fuerza que aparecen. Si el cantiléver se excita a su frecuencia de resonancia antes, al hacer contacto la punta con la muestra esto hará que su frecuencia de resonancia cambie, lo cual cambiará la amplitud y la fase que servirán como señales de medición.

Capítulo IV. Materiales y métodos

4.1 Método de discretización

La discretización es un proceso matemático mediante el cual se pueden obtener resultados aproximados de una ecuación diferencial de cualquier problema donde la solución de manera analítica es prácticamente imposible de encontrar. Es importante tener en cuenta que al resolver problemas por medio de la discretización debemos de desarrollar una serie de pasos los cuales permitan un mejor manejo del mismo, estos pasos son [22]:

- **Discretizar el dominio:** Tanto el dominio temporal como el dominio espacial continuos del problema deben de ser reemplazados por un conjunto discreto de puntos en una malla e instantes en el tiempo.
- **Discretizar las ecuaciones diferenciales parciales:** Las ecuaciones diferenciales que rigen el sistema deben ser sustituidas por ecuaciones algebraicas en cada nodo del sistema.
- **Especificar el algoritmo:** Procedimiento paso a paso para obtener la solución en cada nodo.

Existen diferentes métodos de discretización los cuales se pueden encontrar en la literatura [21-25], entre los que se encuentran: el método de los elementos finitos, método de volúmenes finitos, método de diferencias finitas (1-D, 2-D, 3-D, 4-D), etc.

El método de las diferencias finitas sirve para aproximar la solución de ecuaciones diferenciales ordinarias y en derivadas parciales, las cuales van por lo general acompañadas de condiciones iniciales o de frontera [21]. Dentro de este método se

El método de los elementos finitos consiste en transformar un continuo definido por un dominio el cual se encuentra delimitado por el contorno en un número finito de partes denominados elementos, donde el comportamiento de estos se puede conocer mediante un número de puntos característicos que unen los elementos denominados nodos. La solución del sistema completo sigue las reglas de los problemas discretos, y la cual se encuentra dada por la suma de las soluciones de cada elemento. Como se puede ver en la Figura los nodos i, j, m definen el elemento e , donde como se mencionó anteriormente, se contiene la información que define al elemento la cual se encuentra dada por ecuaciones algebraicas simples, las cuales hacen que la ecuación diferencial que define el problema sea más sencilla de resolver.

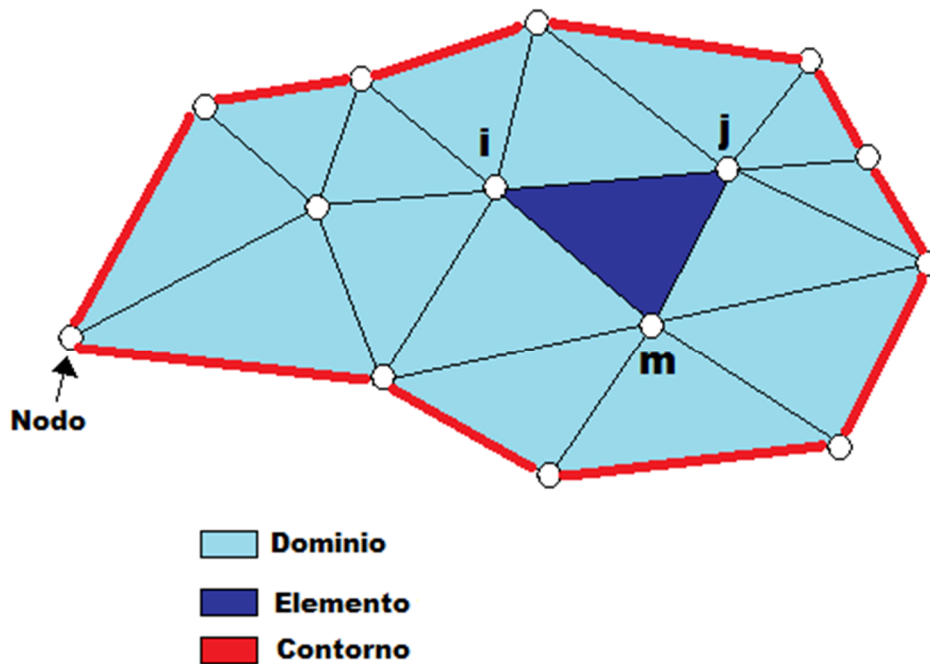


Figura 24. Sistema continuo dividido en elementos finitos.

El método de los volúmenes finitos permite discretizar y resolver numéricamente ecuaciones diferenciales. Es un método alternativo a los de diferencias finitas y

elementos finitos. Consideremos una malla de discretización del espacio fluido. En torno a cada punto de esta malla se construye un volumen de control que no se traslapa con los de los puntos vecinos. De esta forma el volumen total de fluido resulta ser igual a la suma de los volúmenes de control considerados. La ecuación diferencial a resolver se integra sobre cada volumen de control, lo cual entrega como resultado una versión discretizada de dicha ecuación. Para realizar la integración se requiere especificar perfiles de variación de la variable dependiente entre los puntos de la malla, de modo de poder evaluar las integrales resultantes. La principal propiedad del sistema de ecuaciones discretizadas resultante, es que la solución obtenida satisface en forma exacta las ecuaciones de conservación consideradas, independientemente del tamaño de la malla [24].

Ahora bien en nuestro trabajo utilizaremos el método de las diferencias finitas en 1-D debido a que es el método más sencillo y nuestro problema está dado en una sola dimensión.

Ejemplo.

La ecuación diferencial que define al oscilador armónico está dada por:

$$\frac{d^2z'}{dt^2} + \left(\frac{\omega_0}{Q}\right)\frac{dz'}{dt} + \omega_0^2z' = A_d\omega_0^2\cos(\omega t) \dots\dots\dots (17)$$

La solución analítica es:

$$z' = e^{-\frac{\omega_0}{2Q}t} A_t \text{sen}(\omega_0 t + \varphi_t) + \frac{A_d Q \omega \omega_0^3}{\omega^2 + (\omega_0^2 - \omega^2)^2 Q^2} \text{sen}(\omega t) + \frac{A_d (\omega_0^2 - \omega^2) Q^2 \omega_0^2}{\omega^2 + (\omega_0^2 - \omega^2)^2 Q^2} \text{cos}(\omega t) \dots (18)$$

La solución discretizada es:

$$z_{k+1} = A_d \omega_0^2 \Delta t^2 \cos[\omega(k-1)\Delta t] + \left(2 - \frac{\omega_0 \Delta t}{Q} - \omega_0^2 \Delta t^2\right) z_k - \left(1 - \frac{\omega_0 \Delta t}{Q}\right) z_{k-1} \dots (19)$$

Donde:

$$z_1 = \textit{Posicion inicial}$$

$$z_2 = \textit{Posicion inicial} + (\textit{velocidad inicial})\Delta t$$

La fórmula de z_1 nos da la posición inicial en la cual se encuentra el cantiléver del microscopio de fuerza atómica, mientras que z_2 es nuestra nueva posición una vez que presenta movimiento el cual está dado por la interacción entre la punta y la muestra. Ahora bien, para comprobar cómo el método de discretización funciona donde la solución analítica de ecuaciones diferenciales es difícil de encontrar, se graficaron ambas ecuaciones. La Figura 25 muestra que a medida que el incremento es más pequeño las gráficas son cada vez más parecidas hasta llegar a un punto en que prácticamente son iguales.

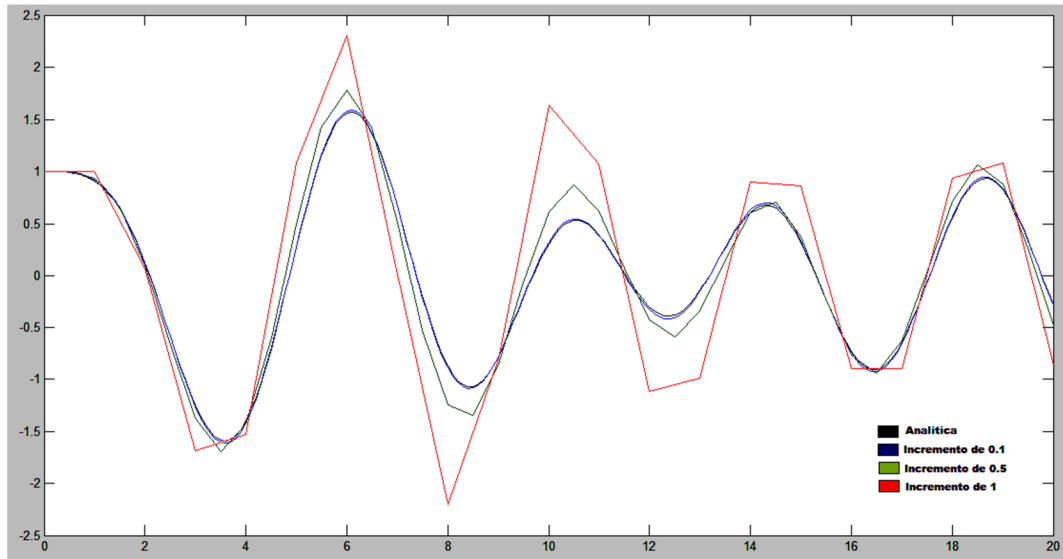


Figura 25. Gráficas de las soluciones analítica y de la discreta con un incrementos de 0.1, 0.5 y 1. Como se puede apreciar, a medida de que el incremento es más pequeño la gráfica es cada vez es más parecida a la analítica.

4.2 Artefactos

El AFM es un instrumento de medición muy debido a que permite la formación de imágenes de las muestras, es por ello que se ha convertido en una necesidad el saber cuáles son los tipos de errores que se pueden presentar cuando se realiza una medición, los cuales son mejor conocidos como artefactos. Existen 4 fuentes principales para la generación de errores y señales espurias en el AFM y son [31]:

- Las sondas (puntas)
- Escáners
- Procesamiento de Imágenes
- Vibraciones

4.2.1 Artefactos de la sonda

Las imágenes generadas por el AFM son resultado de la interacción entre la punta y la muestra. Esto significa que ambas partes juegan un papel muy importante, por lo cual es necesario tener en cuenta la geometría de la sonda y los detalles de la muestra. Los artefactos debidos a la sonda se pueden evitarse con la correcta selección de la sonda. Algunos de los artefactos más comunes debidos a la sonda son:

4.2.1.1 Detalles en una superficie aparecen muy grandes

Como se puede observar en la Figura 26, existen ocasiones en las que los detalles de la muestra pueden tener partes redondeadas. Debido a esto la punta no puede alcanzar ciertos lugares y eso causa un ensanchamiento en la imagen que no corresponde a la muestra como cuando se analizan nanotubos o nanoesferas.

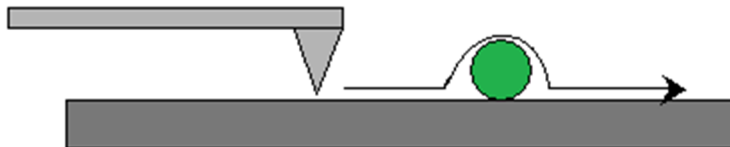


Figura 26. Movimiento de la sonda donde avanza sobre una superficie que tiene una esfera adherida. Al realizar la medición la sonda hará una ampliación en los detalles de la muestra al formar la imagen.

4.2.1.2 Detalles de la imagen aparecen muy pequeñas

Esto puede ocurrir cuando la superficie de la muestra presenta depresiones profundas que no pueden ser alcanzadas por la punta debido a su ancho. Es aquí donde se puede notar que el perfil de línea de la muestra no está definido por los detalles de la muestra, sino por la geometría de la punta. Esto se puede observar en la Figura 27.

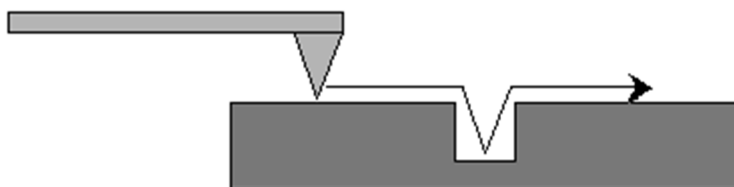


Figura 27. Movimiento de la sonda sobre depresión en una superficie. Debido al ancho de la sonda, ésta no alcanza el fondo de la depresión.

4.2.1.3 Objetos de forma extraña

Cuando la sonda se rompe o se astilla antes de hacer la medición de la imagen pueden observarse cosas que no aparecen en la superficie de la muestra las cuales son difíciles de explicar.

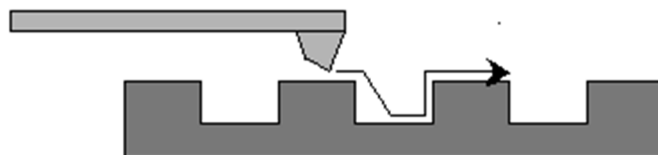


Figura 28. La sonda astillada crea un error sustancial al seguir la topografía de la muestra.

4.2.1.4 Patrones extraños repetitivos en la imagen

Cuando los detalles de la superficie de la muestra son mucho más pequeños que la sonda, es posible que se puedan encontrar patrones repetitivos en la imagen. Estos patrones a menudo son triangulares, sobre todo cuando se usan sondas de silicio para generar la imagen. Un ejemplo de esto imágenes de partículas de oro coloidal que reflejan la forma de la punta en lugar de su propia geometría.

4.2.2 Artefactos del barrido

Las unidades de barrido, que son las encargadas de mover la sonda en las direcciones X, Y y Z, están hechas típicamente de cerámica piezoeléctrica que es capaz de mover la sonda en pasos muy pequeños. Sin embargo si se aplica una rampa de voltaje lineal la cerámica adquiere un movimiento no lineal. Los materiales cerámicos presentan histéresis por el auto calentamiento. Además tenemos que tener en cuenta que la geometría de la unidad de barrido puede crear artefactos, así como también lo puede hacer el posicionamiento de la misma [1].

4.2.2.1 Ángulo sonda/ muestra

Existen artefactos debidos al ángulo que puede existir entre la sonda y la muestra. Cuando los detalles de la imagen que se forma son mucho más pequeños que el perfil de la sonda, y la imagen no parece correcta, el artefacto puede ser causado por un ángulo entre la sonda y la muestra. Idealmente la sonda del microscopio debe ser perpendicular a la superficie de la muestra. En algunos microscopios este ángulo puede ser logrado mediante un ajuste mecánico.

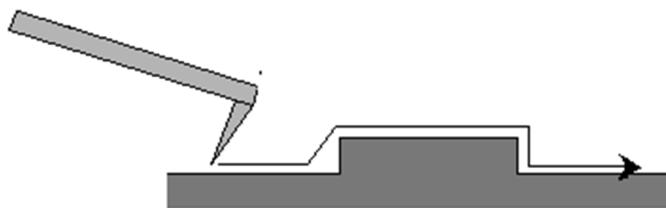


Figura 29. Como se puede observar en esta figura el ángulo que existe entre la sonda y la muestra provoca que haya un artefacto en el borde izquierdo del detalle a pesar de que la sonda es más aguda que el perfil que se está observando.

4.2.2.2 Calibración de los ejes X-Y / linealidad

Todos los microscopios de AFM deben de ser calibrados en los ejes X-Y para obtener imágenes correctas de la muestra. Otro aspecto importante es que el movimiento de los escáners debe ser lineal para que las distancias medidas a partir de las imágenes sean correctas. Si no se tiene cuidado en hacer una corrección, los detalles de una imagen aparecen más pequeños en un lado de la imagen que en el otro. Por ello es importante hacer una calibración de la linealidad del escáner para evitar que se presenten artefactos en la imagen. Un método común para resolver los problemas de no linealidad y calibración de X-Y es adherir sensores de calibración a los escáners piezoeléctricos de X-Y. Estos sensores pueden ser usados para corregir la linealidad y la calibración en tiempo real.

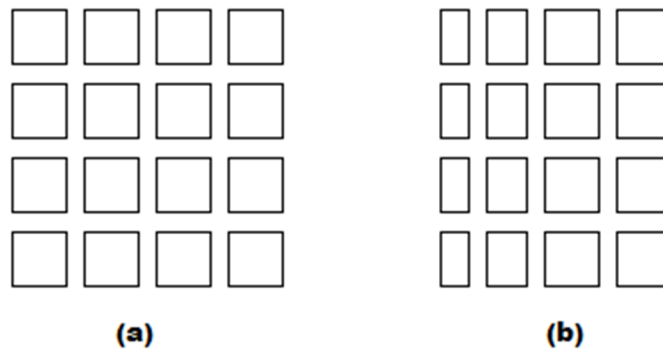


Figura 30 a-b. Cuando se escanea un patrón de prueba (Figura 30 a), este puede aparecer distorsionado si el escáner piezoeléctrico en el AFM no es lineal (Figura 30 b).

4.2.2.3 Calibración / Linealidad en Z

Para realizar mediciones de altura en el AFM es necesario tener cerámica piezoeléctrica en el eje Z que sea lineal y esté calibrada. Por lo general la altura Z es calibrada a una sola altura, sin embargo si la relación entre la altura Z medida y la

altura real no es lineal, esto traerá como consecuencia que las mediciones de altura sean incorrectas.

4.2.2.4 Imagen comba /inclinación de fondo

El escáner piezoeléctrico que mueve la sonda en un AFM lo hacen típicamente en un movimiento curvo sobre la superficie de la muestra. Este movimiento curvo resulta en una imagen comba. También puede observar un gran fondo plano o inclinación si el ángulo entre la sonda y la muestra no es perpendicular. Para evitar esto el fondo debe ser restado a la imagen lo cual se conoce como nivelación, la cual permite ver los detalles de la muestra directamente de la imagen.

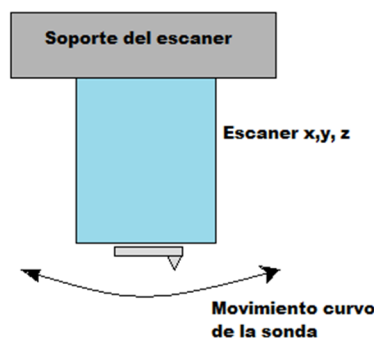


Figura 31. Debido a que el escáner es sostenido a menudo por un ensamble mecánico, por lo tanto el movimiento de la sonda es no-lineal en el eje Z. Este movimiento puede ser parabólico o esférico dependiendo del escáner piezoeléctrico.

4.2.2.5 Sobre-impulso de escalón Z

Cuando se analizan escalones o relieves es posible encontrar sobre-impulsos en la imagen debidos a la histéresis de la cerámica piezoeléctrica. Las imágenes generadas pueden parecer mejores, sin embargo el perfil de línea de la estructura presenta errores, tal como se muestra en la Figura 32.

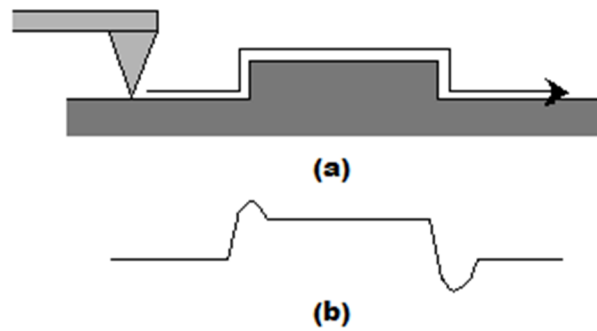


Figura 32 a-b. (a) La sonda examina de izquierda a derecha el detalle en la superficie de la muestra. (b) Perfil de línea de la superficie de la muestra donde se pueden observar sobreimpulsos en las partes anterior y posterior del detalle.

4.2.2.6 Deriva del escáner

La deriva en imágenes puede ser causada por una deriva térmica en el escáner piezoeléctrico ya que el AFM puede ser susceptible a los cambios externos de temperatura. Esta deriva puede ser observada cuando se forman imágenes de patrones de prueba y al ser amplificadas se puede observar una curvatura cuando deberían aparecer líneas rectas.

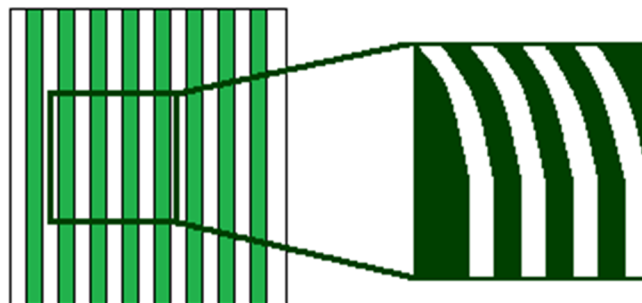


Figura 33. Se puede observar al hacer un zoom en la imagen que existe una deriva lo cual hace que aparezca un poco distorsionada al principio.

4.2.2.7 No ortogonalidad de los movimientos en X-Y y en Z

Cuando el movimiento de la sonda de barrido en x - y no es ortogonal esto puede generar errores en la imagen, los cuales pueden ser observados mediante un patrón de prueba con cuadrados. Para el caso de la medición en el eje z , el error al medir ángulos laterales se debe al acoplamiento mecánico entre la cerámica piezoeléctrica que mueve la sonda en la dirección x o y y la dirección z . Este error se puede medir con una muestra que tiene estructuras triangulares repetidas tal como se muestra en la Figura 34.

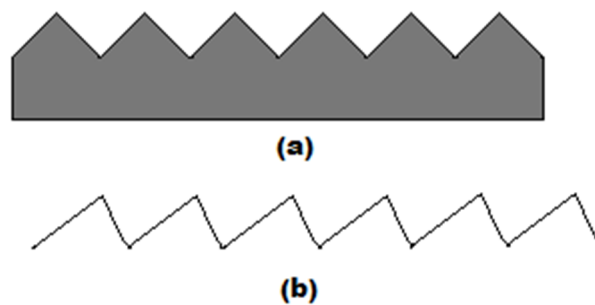


Figura 34 a-b: (a) Sección transversal de una superficie con detalles triangulares repetitivos. (b) En un perfil de línea de la muestra se observa que no hay simetría en los triángulos.

4.2.3 Procesamiento de la imagen.

El procesamiento de la imagen es requerido después de generar la imagen o de analizar al menos todas las imágenes. Los AFM suministran un *software* para el procesamiento de imágenes el cual usado apropiadamente no introduce un artefacto en la imagen.

4.2.3.1 Nivelación

La mayoría de las imágenes presentan una inclinación o pueden aparecer combas lo que puede deberse a la configuración del escáner o de la plataforma y dichos efectos pueden ser eliminados con la sustracción del fondo como se mencionó anteriormente.

4.2.3.2 Filtros

Los filtros son comúnmente utilizados para suavizar los datos, eliminar ruido, etc. Los filtros pasabajas son comúnmente utilizados para suavizar los datos. Estos filtros suelen causar que los escalones aparezcan distorsionados.

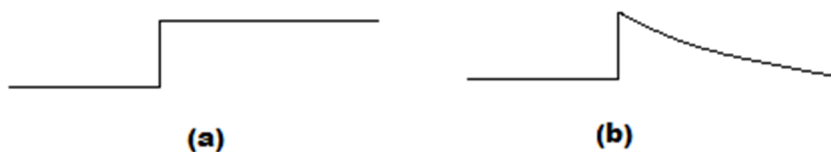


Figura 35 a-b. (a) Escalón en la muestra (b). Distorsión causada por el filtrado de la imagen.

El filtro matricial es otro tipo de filtro utilizado para suavizar imágenes y eliminar el ruido contenido en ellas. Este tipo de filtrado trae como consecuencia una disminución en la resolución de la imagen: si la imagen no contenía ruido, el filtro puede introducir error. Otro filtro utilizado para eliminar el ruido de la imagen es el filtro de Fourier que, sin embargo, puede introducir estructuras periódicas en las imágenes, que no corresponden con la topografía.

4.2.3.3 La imagen se ve demasiado bien

Cuando las imágenes del AFM se ven demasiado perfectas puede ser que no lo sean ya que todas las técnicas de medición tienen algo de ruido asociado por lo cual es muy

difícil lograrlas. Debido a que los datos son electrónicos es posible alterarlos y generar excelente imagen que, sin embargo, no representa la estructura de la superficie.

4.2.4 Vibraciones

Las vibraciones del ambiente donde se encuentra situado el AFM pueden causar una vibración en la sonda del microscopio la cual genera artefactos en la imagen. Estas vibraciones pueden darse por una vibración del suelo causada por el movimiento de las personas, automóviles, etc. o por vibraciones acústicas debidas a ruidos externos, una persona que hable cerca del microscopio, entre otras fuentes de ruido.

4.2.5 Otras Fuentes

La contaminación de la muestra puede ser la causante de artefactos en la imagen de la muestra. Otras fuentes que también pueden crear artefactos son defectos en la electrónica del microscopio, malos lazos de tierra o fugas de vacío en los sistemas de sujeción que se usan con muestras grandes.

Capítulo V. Resultados

5.1 Análisis del lazo de retroalimentación de un microscopio de fuerza atómica.

El cantiléver puede ser analizado como una superficie completamente plana, la cual permite que al hacer incidir un láser sobre ella se presente el fenómeno de reflexión especular, es decir que el rayo reflejado tenga el mismo ángulo que el rayo incidente como se muestra en la Figura 36.

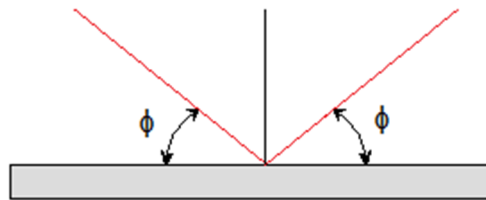


Figura 36. Reflexión de un haz de láser sobre el cantiléver.

Sin embargo el cantiléver no es una superficie completamente plana: a nivel microscópico presenta rugosidad en su superficie.

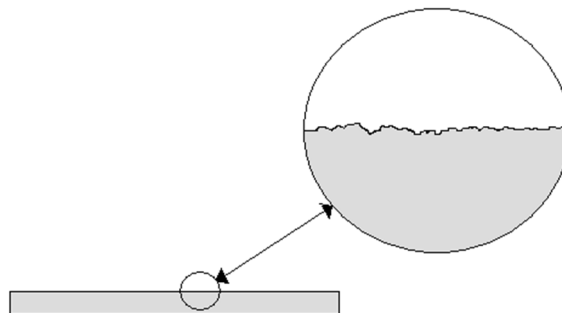


Figura 37. Rugosidad en el cantiléver. El cantiléver no es completamente plano.

La rugosidad en el cantiléver tiene como consecuencia que al hacer pasar un haz de láser, los rayos que componen a este y que inciden sobre el cantiléver se reflejan en diferentes direcciones debido a que los rayos chocan en diferentes partes de la rugosidad, como se muestra en la Figura 38.

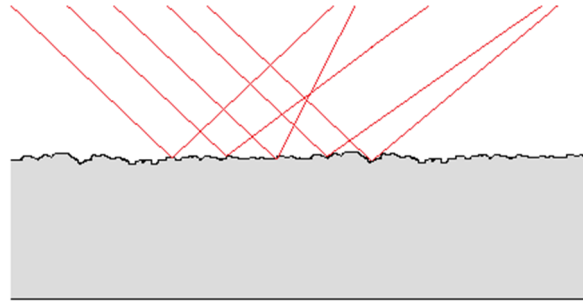


Figura 38. Reflexión haz láser sobre la rugosidad del cantiléver. Se puede notar que la reflexión es diferente dependiendo del lugar en el cual el láser incide sobre la superficie.

El cantiléver no es una superficie completamente reflectora: parte del láser es absorbido por el material, y esta absorción depende también del lugar donde el láser incide, como se ilustra en la Figura 39. Dicha absorción también puede deberse a que el láser excita los electrones provocando que estos vibren lo cual puede producir un calentamiento del cantiléver.



Figura 39. Absorción del láser por el cantiléver. La señal reflejada, es diferente dependiendo del punto en el que choca en el cantiléver.

En este trabajo solo analizaremos un cantiléver plano situado en $z=0$ con una superficie totalmente reflectora, lo que se esquematiza en la Figura 40.

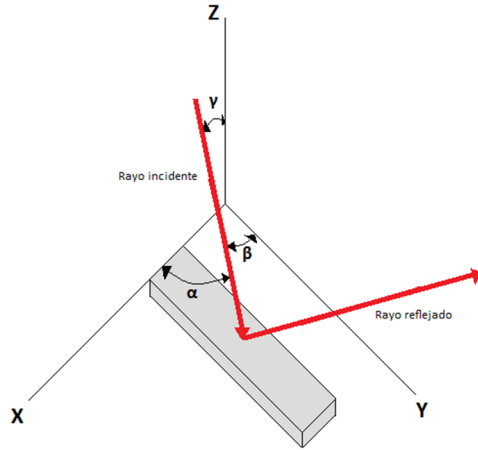


Figura 40. Haz incidente y reflejado sobre un cantiléver horizontal.

Como se puede observar en la Figura 40 los ángulos α , β y γ son los cosenos directores de la dirección incidente. El vector unitario en la dirección del rayo incidente es:

$$\widehat{U}_1 = \text{Cos } \alpha \widehat{i} + \text{Cos } \beta \widehat{j} - \text{Cos } \gamma \widehat{k} \dots\dots\dots (20)$$

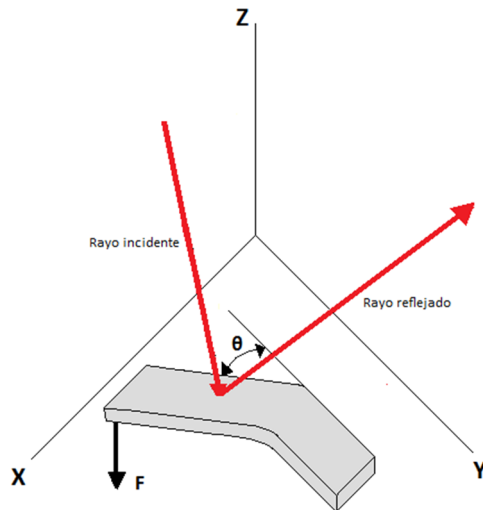


Figura 41. Haz incidente y reflejado sobre un cantiléver inclinado debido a una fuerza el cual forma un ángulo θ con la horizontal.

Existe una fuerza debida a la interacción entre el cantiléver y la muestra. Cuando esto sucede el cantiléver se dobla formando un ángulo θ con la horizontal. El extremo fijo del cantiléver y el extremo libre forman más o menos un triángulo (Figura 42). Suponiendo que el ángulo θ es pequeño, éste está dado por:

$$\theta = \frac{z'-z}{L} \dots\dots\dots (21)$$

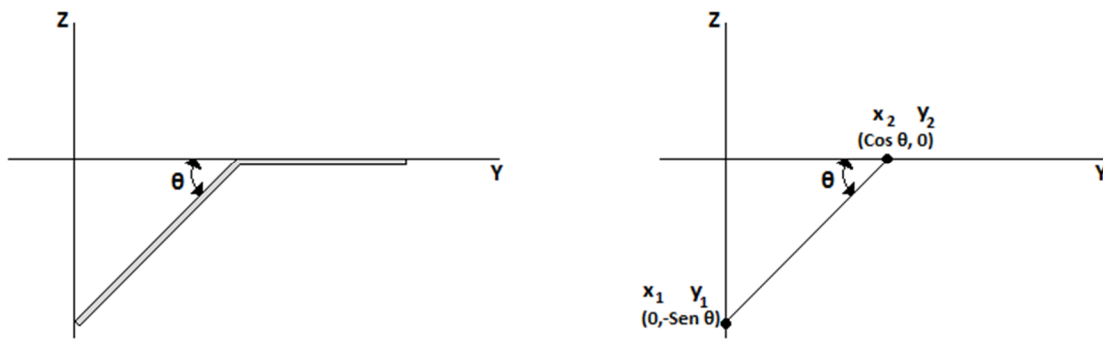


Figura 42. Vista lateral del cantiléver sometido a una fuerza.

El vector unitario en dirección del rayo reflejado \widehat{U}_3 es:

$$\widehat{U}_3 = \text{Cos } \alpha \widehat{i} + \text{Cos } \beta \widehat{j} + \text{Cos } \gamma \widehat{k} \dots\dots\dots (22)$$

En este modelo simplificado vamos a definir coordenadas de cantiléver como se muestran en la Figura 43, determinadas por la inclinación por omisión del cantiléver. Además, debido a que estamos considerando ángulos pequeños, utilizaremos la aproximación de Taylor de primer orden [32], supondremos que $\beta=0$ y que el detector es de dos segmentos como se ilustra en la Figura 8

$$\text{Cos } \gamma' = \text{Cos } \gamma + 2\theta \dots\dots\dots (23)$$

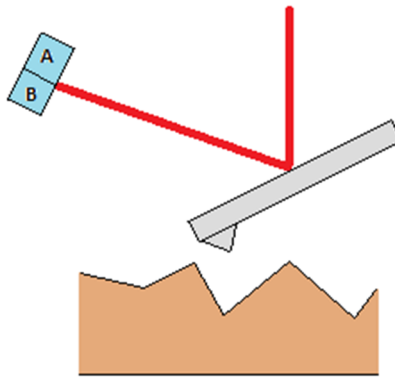


Figura 43. Láser captado por el detector.

El láser es grueso ya que presenta un comportamiento gaussiano, donde la mayor intensidad se encuentra en el centro y decae muy rápido en forma exponencial (Figura 44 a). Sin embargo idealizaremos el comportamiento del láser, esto quiere decir que tiene una intensidad constante hasta llegar a a , donde la intensidad de vuelve cero como se muestra en la Figura 44 b.

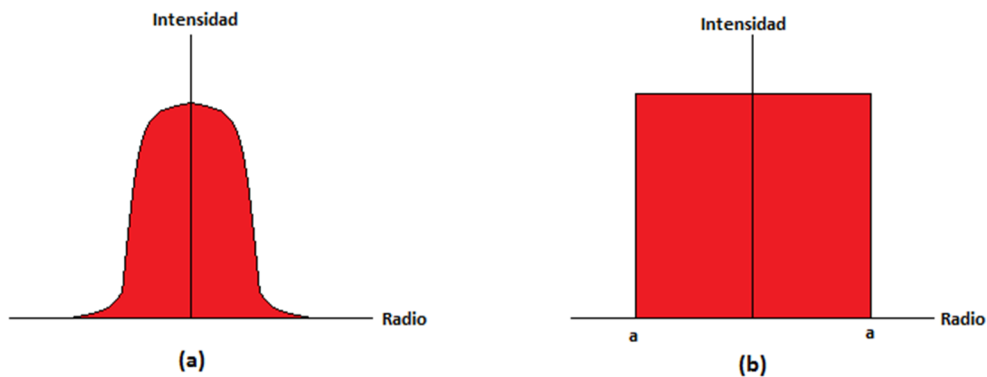


Figura 44 a-b. (a) Comportamiento real del láser y (b) comportamiento ideal del láser.

Cuando el láser está alineado, este incide en el centro del detector de dos segmentos, como se muestra en la Figura 45. El detector es un fotodiodo, el cual genera una corriente cuando el láser incide sobre él.

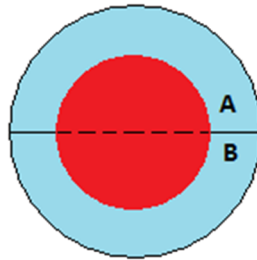


Figura 45. Láser alineado chocando en el detector de dos segmentos.

Ambos segmentos del detector tienen una salida, la cual se conecta a un circuito sumador y un restador elaborado con amplificadores operacionales (Figura 46).

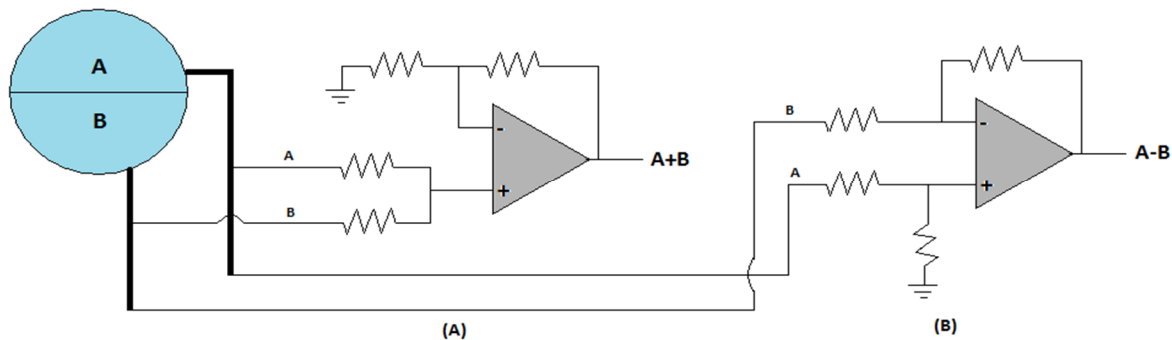


Figura 46 a-b. (A) Circuito sumador y (B) Circuito restador.

La salida de cada segmento se conecta a un circuito sumador y un restador elaborado con amplificadores operacionales. Cuando el microscopio está alineado, el valor de $A-B$ debe ser prácticamente cero. Cuando el cantiléver está lo suficientemente cerca de la muestra como para sufrir una fuerza, este se dobla un ángulo θ , y el láser se desvía. La

fuerza que jaló el cantiléver hace que el láser se refleje un poco más arriba (Figura 47), esto quiere decir que la señal A crece y que la señal B decrece. La señal A+B es prácticamente la misma sin embargo la señal A-B es diferente. Esta señal contiene la información de la fuerza.

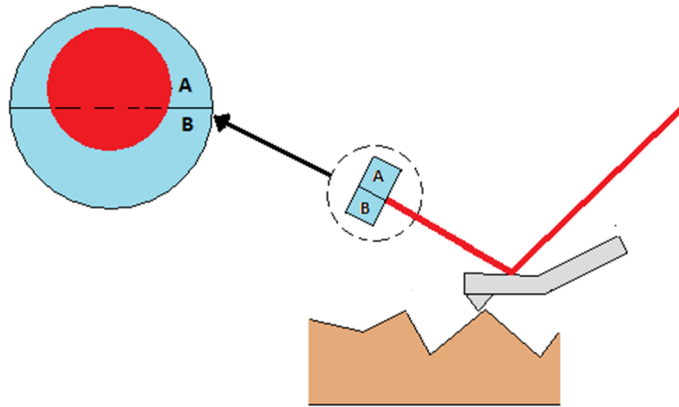


Figura 47. Cambio en el lugar en el que pega el láser en el detector debido a la flexión del cantiléver ocasionada por la fuerza.

Cuando el AFM se encuentra en operación (Figura 47), el cantiléver se dobla haciendo que el láser incida en un lugar diferente del fotodetector, por lo que la señal que llega a cada uno de los segmentos es diferente. Como se muestra en la Figura 48, la separación entre el láser cuando se encuentra alineado y el láser cuando el cantiléver se encuentra flexionado está dado por:

$$h = 2\theta \dots\dots\dots(24)$$

Mientras que las señales A y B [33] son:

$$A = \frac{\pi R^2}{2} + hR \dots\dots\dots (25)$$

$$B = \frac{\pi R^2}{2} - hR \dots\dots\dots (26)$$

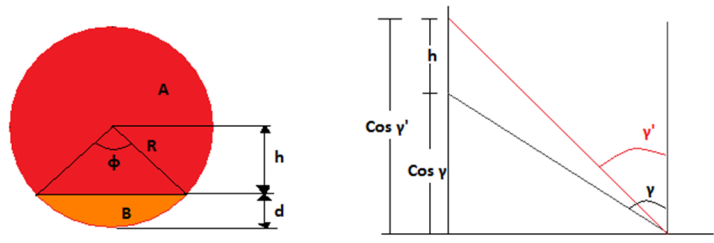


Figura 48. Señal del fotodetector cuando el cantilvér se flexiona.

En modo de contacto el cantilvér presenta un doblamiento por omisión diferente de cero. La idea del circuito de retroalimentación es mantener este doblamiento por omisión. Como ya mencionamos antes, la punta se mueve a través de la muestra, cuando encuentra una elevación se dobla más que en el doblamiento por omisión y el láser se refleja un poco más arriba por lo que la señal A-B se hace más grande y positiva. El lazo de retroalimentación trata de regresar al doblamiento por omisión, para lograrlo tiene que alejar la base del cantilvér de la muestra cambiando el valor de z' [2] de tal modo que la fuerza se haga más pequeña y el doblamiento regrese al doblamiento por omisión. La señal A-B es la que se usa para activar el actuador que controla el piezoeléctrico que está pegado al cantilvér y lograr que cambie el valor de z' . En el caso contrario, cuando A-B es más grande, la sonda se debe alejar. Si la sonda cae en una depresión, la fuerza se reduce y A-B se hace negativo. El resultado es un lazo de retroalimentación cuyo proceso se muestra en la Figura 49.

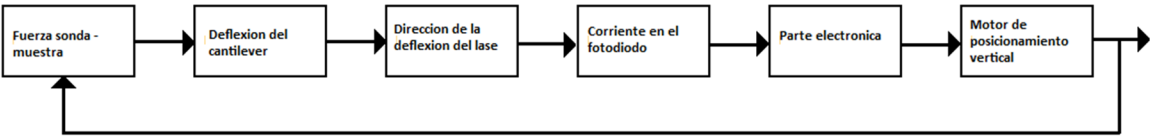


Figura 49. Diagrama del circuito de retroalimentación.

La relación entre fuerza y distancia entre punta y muestra, no es lineal sino que obedece a un potencial del tipo de Lennard-Jones. Esto requiere de un sistema de control complejo que incluya control proporcional, derivativo e integral.

La señal A-B recibida por los amplificadores operacionales, estará expresada, en términos de la posición del cantiléver es:

$$f(t) = 4R \frac{z'(t) - z(t)}{L} \dots\dots\dots (27)$$

La ecuación del desplazamiento vertical es:

$$z'(t) = k_1 f(t) + k_2 \frac{df(t)}{dt} + k_3 \int f(t) dt \dots\dots\dots (28)$$

Al reemplazar el valor de f(t) obtenemos

$$z'(t) = \frac{4R}{L} \left\{ k_1 [z'(t) - z(t)] + k_2 \left[\frac{dz'(t)}{dt} - \frac{dz(t)}{dt} \right] + k_3 \int [z'(t) - z(t)] dt \right\} \dots (29)$$

Los valores de la constantes k_1 , k_2 y k_3 son seleccionados por el usuario y su correcta selección tiene que ver con el potencial Lennard-Jones de cada muestra. La ecuación (29) contiene implícitamente la función de transferencia del circuito de retroalimentación de un microscopio de fuerza atómica.

Este análisis algebraico supone que la fuerza es siempre proporcional al desplazamiento y no toma en cuenta el comportamiento transitorio de la interacción entre punta y muestra causado por la inercia y la fuerza de restauración. En la siguiente sección de este trabajo, se analizara esta interacción transitoria utilizando las leyes de la dinámica.

5.2 Modelo de interacción entre la punta y la muestra

Aun y cuando la interacción entre punta y muestra obedezca a la ley de Hooke, la fuerza no es proporcional al desplazamiento en cualquier instante: la inercia y la fuerza de restauración entran en juego para dar un comportamiento transitorio. El comportamiento transitorio de la interacción punta y muestra dificulta las mediciones del microscopio de fuerza atómica.

Es importante definir parámetros para la posición tanto del cantiléver como de la muestra con la finalidad de obtener un análisis real de lo que sucede en dicha interacción. Esto puede ser observado en la Figura 50.

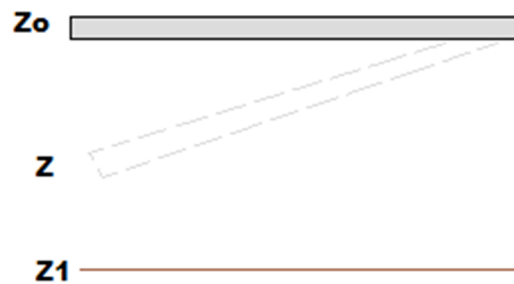


Figura 50. Posición de la punta y de la muestra.

La forma más simple de modelar esta interacción es suponiendo que las fuerzas tienen un comportamiento lineal, lo que permite que sean representadas por medio de resortes. Como se puede observar en la Figura 51, la fuerza de la interacción entre la punta y la muestra por un lado, y el cantiléver por el otro, están representados por dos resortes en serie, cada uno con su propia constante de resorte.

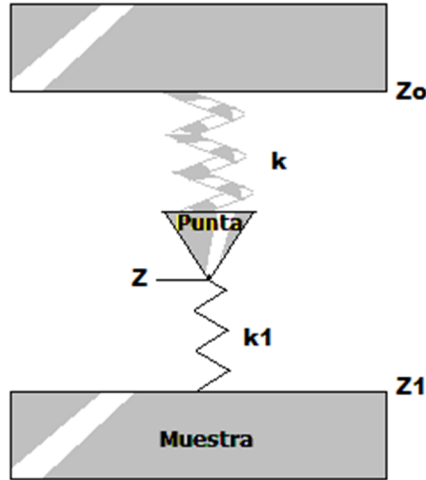


Figura 51. Interacción punta y muestra dada por un sistema de resortes.

Este comportamiento lineal es solo una aproximación, así que muchos efectos que pueden encontrarse en el comportamiento no lineal podrían perderse, por lo tanto hay que tener en cuenta esta situación. Otro factor a considerar es que nuestro trabajo contempla el modo de operación de no contacto, ya que el modelo supone que la interacción entre punta y muestra es de atracción. Debido a que trabajaremos con un comportamiento lineal, las fuerzas dadas por ambos resortes están regidas por la ley de Hooke, por lo que la suma de fuerzas está dada por la siguiente ecuación diferencial:

$$\frac{d^2z'}{dt^2} + \left(\frac{\omega_{eff}}{Q}\right) \frac{dz'}{dt} + \omega_0^2(z' - z_0) + \omega_1^2(z - z_1) = 0 \dots\dots\dots (30)$$

Donde al discretizar tenemos como resultado que:

$$z_{k+1} = \left(2 - \frac{\omega_{eff}\Delta t}{Q} - \omega_0^2\Delta t^2 - \omega_1^2\Delta t^2\right) z_k - \left(1 - \frac{\omega_{eff}\Delta t}{Q}\right) z_{k-1} + \omega_0^2\Delta t^2 z_0 + \omega_1^2\Delta t^2 z_1 \dots\dots(31)$$

Donde:

$$\omega_{eff} = \sqrt{\frac{(k_1+k)}{m}} = \sqrt{\omega_0^2 + \omega_1^2} \dots\dots\dots (32)$$

Ahora bien, la solución obtenida con este método puede expresarse en forma gráfica para observar el comportamiento de la interacción entre punta y muestra. Esto se realizó con la ayuda del software MATLAB versión 6.1.0, ya que permite programación la programación de algoritmos con diferentes parámetros, que ayudarán a analizar las diferentes situaciones que se pudieran presentar.

5.3 Resultados del modelo

5.3.1 Oscilaciones de la ménsula

Hay que notar que cuando la cantiléver es rígida (k muy grande) la frecuencia de oscilación del cantiléver se vuelve muy grande, lo cual trae como resultado que la fuerza de restauración sea muy grande también. En la Figura 52 se puede observar que el sistema se mantiene en su estado de equilibrio debido a su rigidez. Esta rigidez solo es relevante cuando la punta se encuentra en contacto con la muestra debido a que el cantiléver intentara regresar a su estado de reposo. Sin embargo también se puede observar que si existe una excitación externa puede haber una perturbación que hará que el sistema oscile por un intervalo de tiempo. A medida que la perturbación es más grande, la amplitud de oscilación será más grande también, sin embargo si el sistema es rígido tarde o temprano volverá al reposo.

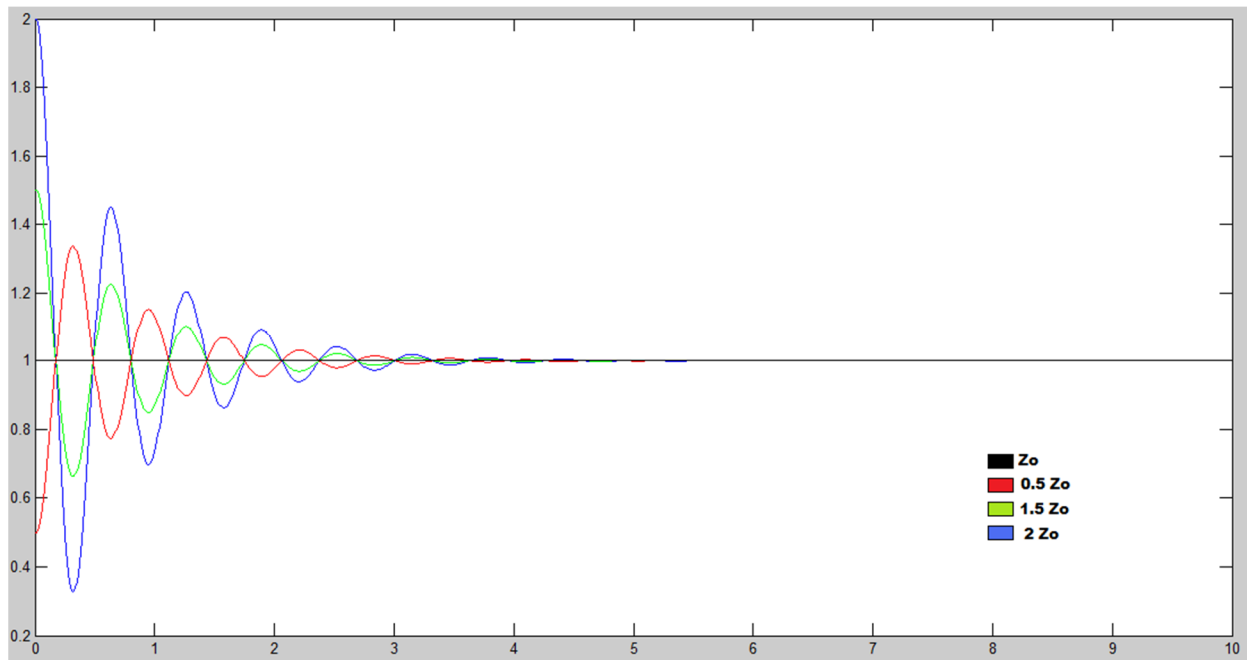


Figura 52. Oscilaciones debidas a vibraciones externas. Cuando el sistema está en reposo (negro), a 0.5 de la posición de equilibrio (rojo), 1.5 de la posición de equilibrio (verde) y 2 de la posición de equilibrio (azul). Como puede observarse cuando la oscilación es grande (azul) la amplitud de oscilación es más grande.

Cuando no existe una fuerza de restauración por parte del cantiléver y la fuerza que puede existir entre este y la muestra es muy grande puede darse mediciones las cuales no darán realmente la topografía de la muestra. Otro tipo de mediciones falsas son los llamados artefactos de los que ya se habló en la sección 4.2.

5.3.2 Efecto de la muestra (sin amortiguamiento)

Hay que notar que nuestro modelo predice una medición errónea cuando la fuerza de interacción entre punta y muestra es muy grande comparada con la fuerza de restauración. Como puede observarse en la Figura 53 la fuerza de interacción entre la punta y la muestra es mucho más grande que la de restauración aunado a esto tenemos que el sistema no presenta un amortiguamiento, por lo tanto el sistema oscila lo cual trae como resultado que no se obtenga la topografía de la muestra. A medida

que esta fuerza aumenta el sistema oscila con mayor frecuencia. De la Figura 53 podemos notar que, para que el microscopio pueda funcionar correctamente tiene que haber un equilibrio entre ambas fuerzas, sin embargo la fuerza de interacción tiene que ser mayor, ya que al no serlo el cantiléver sería muy rígido y no se obtendría la medición.

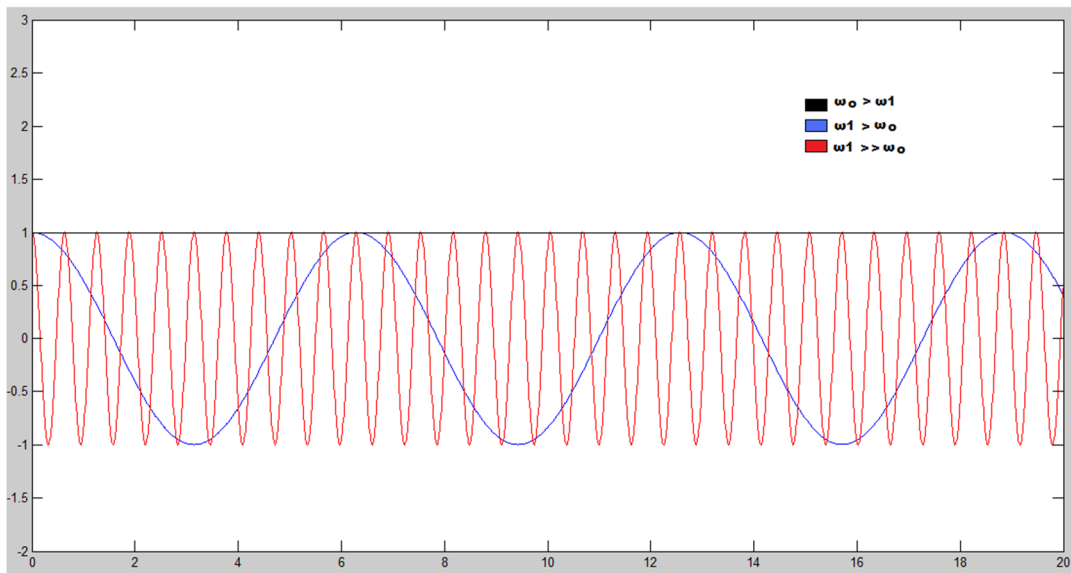


Figura 53. Mediciones erróneas debidas a una fuerza de interacción es mucho mayor a la fuerza de restauración en un sistema sin amortiguamiento. Cuando la fuerza de restauración es mucho mayor (negra) el resultado es una línea horizontal lo cual significa que la fuerza de interacción no tiene un impacto en el cantiléver, si la fuerza de interacción es mayor el sistema oscila (azul) y si es aún mayor el sistema oscila con una frecuencia mayor (rojo).

5.3.3 Efecto de la topografía de la muestra

Otro comportamiento importante que podemos observar es que si la muestra no es plana y la cual definiremos como un escalón pueden pasar diferentes fenómenos. Como podemos ver en la Figura 54 si la fuerza de interacción entre la punta y la muestra es igual a la fuerza de restauración esto es $\omega_0 = \omega_1$, el resultado será que la gráfica presente oscilaciones, que si bien puede parecer un escalón esta es una medición errónea la cual no nos servirá de nada.

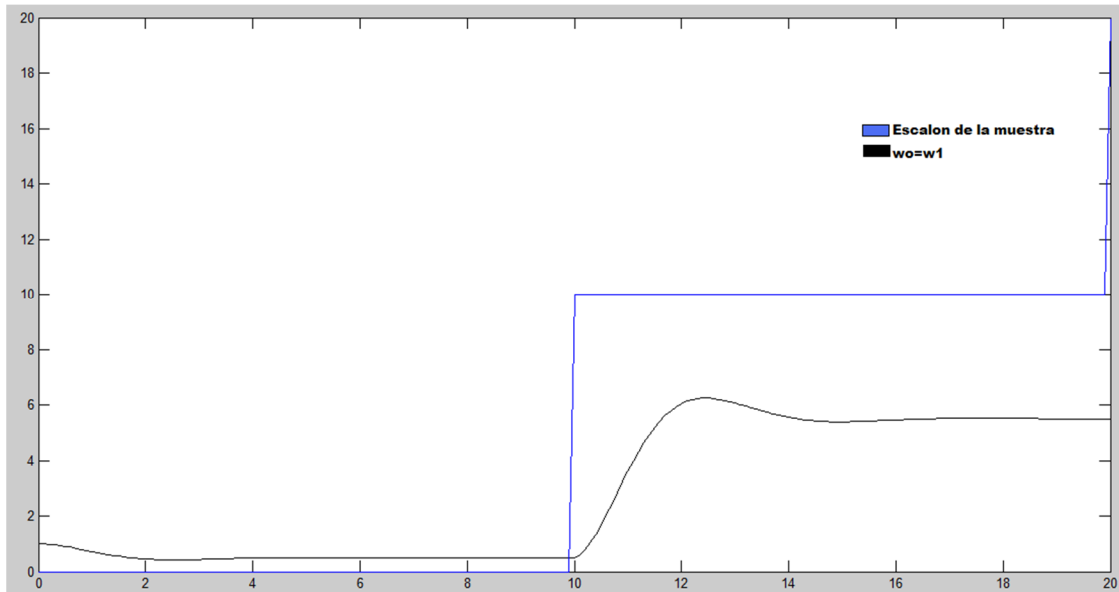


Figura 54. Errores en la medición del escalón debido a que $\omega_0 = \omega_1$.

Las gráficas de la Figura 54 están dadas para los diferentes valores que pueden tomar ω_0 y ω_1 . En la gráfica 55 podemos observar que cuando $\omega_1 = 3$ y ω_0 toma diferentes valores para cumplir con las condiciones $\omega_0 = \omega_1$, $\omega_0 > \omega_1$ y $\omega_0 < \omega_1$.

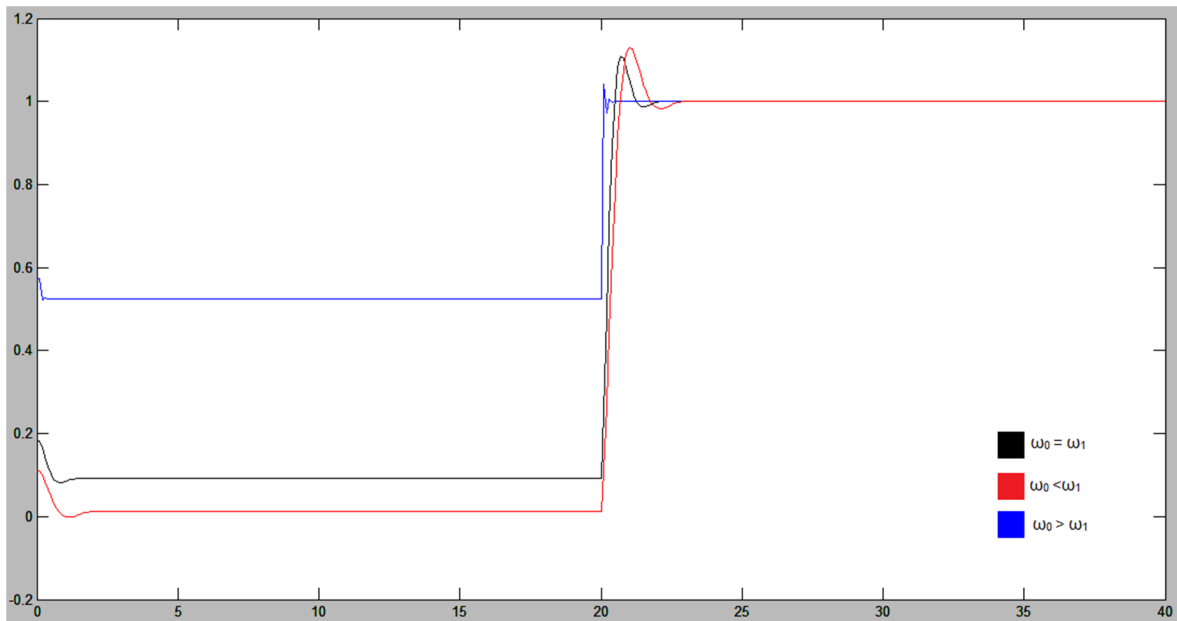


Figura 55. Gráficas normalizadas con diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1 = 3$.

La primer situación que se nota en la Figura 55 diferentes situaciones es que cada escalón presenta un pico que no corresponde con la medición. Este es el artefacto conocido como sobre-impulso que se discutió en 4.2.2.5. Otro aspecto importante es, que si bien el sobre-impulso es más pequeño cuando $\omega_0 > \omega_1$, lo cual quiere decir que la fuerza de restauración es mayor a la de interacción, esto no significa que la medición sea correcta ya que el escalón es mucho más pequeño que el de la entrada por lo cual podemos notar que el más cercano a este valor es el que está dado por $\omega_0 < \omega_1$, pero esto no puede ser observado en los gráficos debido a que han sido normalizados para observar mejor el fenómeno del sobre-impulso para los diferentes valores de frecuencia .Ahora bien vamos a comparar como el cambio de valores de las frecuencias altera la medición, es por ello que para cuando $\omega_1=5$, tenemos entonces que:

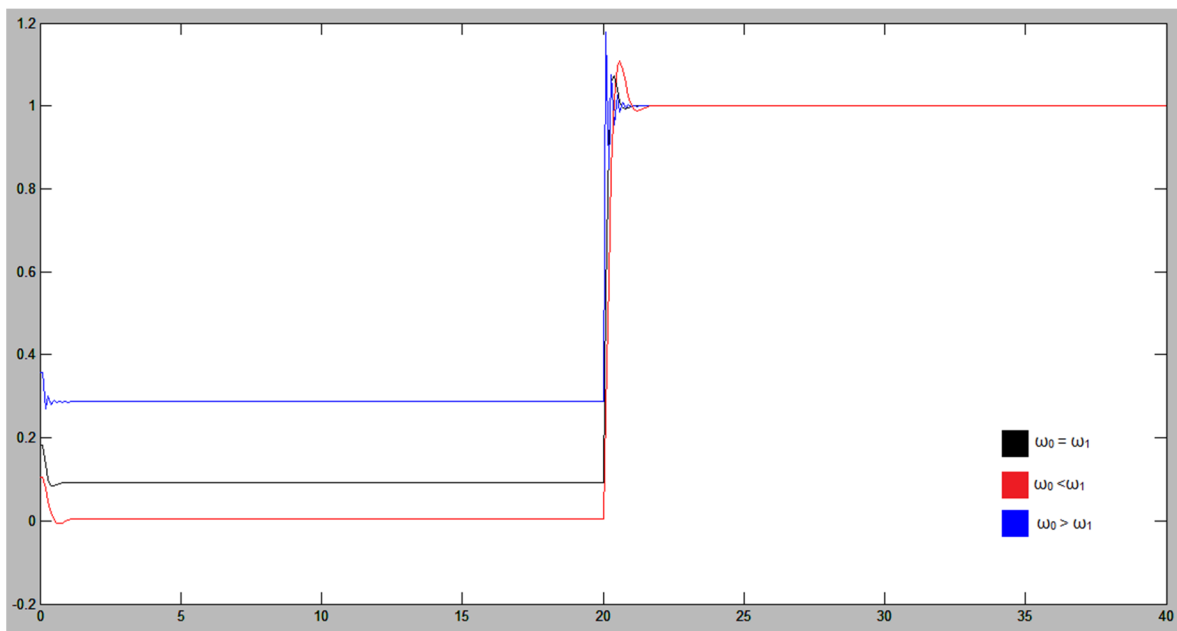


Figura 56. Gráficas normalizadas con diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1=5$.

Para cuando $\omega_1=7$, tenemos:

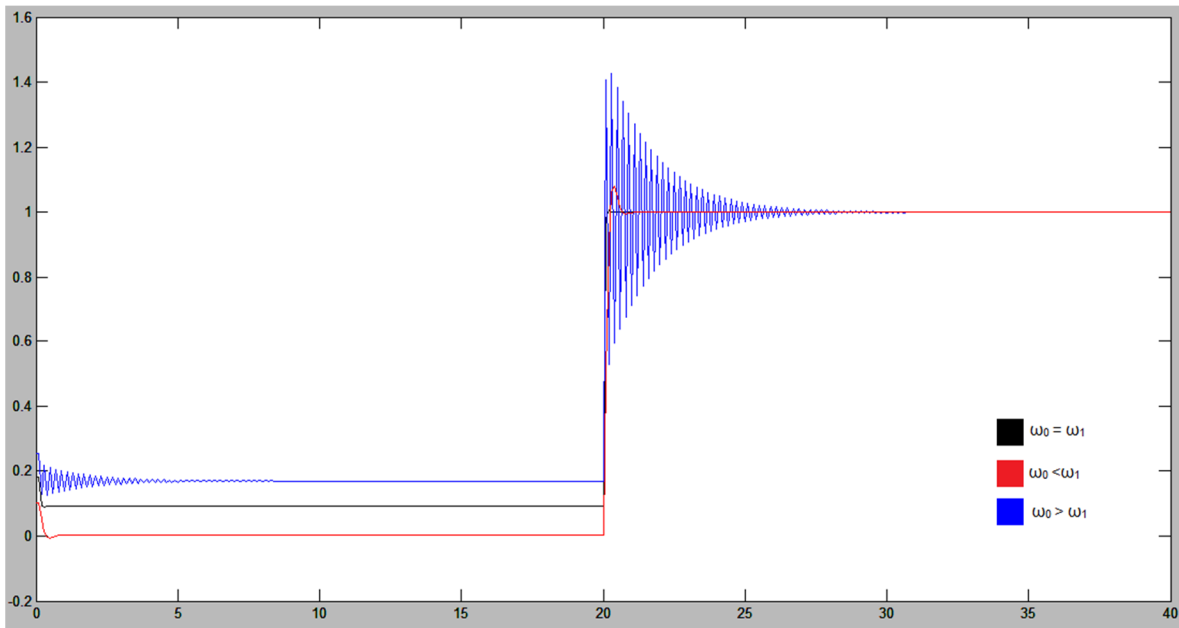


Figura 57. Diferentes resultados para un escalón de $10 z_0$ cuando $\omega_1=7$.

Hay que notar que a medida que se incrementan los valores de ω_1 y teniendo en cuenta que ω_0 no sea un valor muy alejado del valor de ω_1 el fenómeno del sobreimpulso es cada vez menor pero sólo cuando el valor de la fuerza de interacción es mayor o igual a la fuerza de restauración, ya que cuando es menor el fenómeno se vuelve más grave.

5.3.4 Resultados para una topografía tridimensional

Es necesario tener en cuenta que el barrido que hace el cantiléver sobre la muestra es tridimensional. Debido a esto, es conveniente analizar una muestra en forma de dos escalones como se ve en la Figura 58 para ver los efectos que se pueden encontrar.

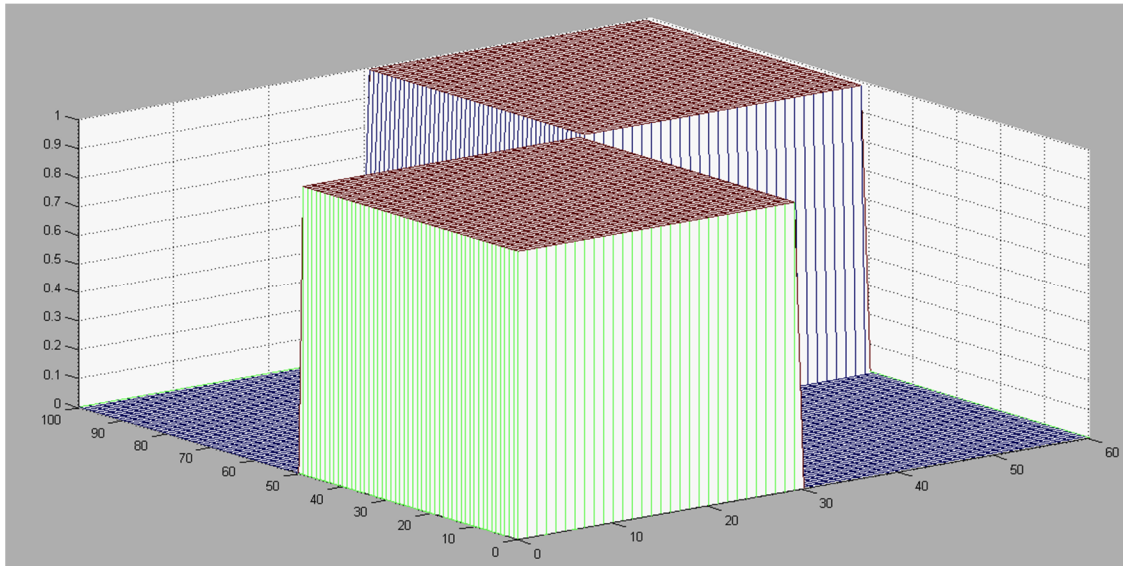


Figura 58. Muestra a analizar

Ahora bien, al introducir la anterior muestra a nuestra ecuación podemos tener diferentes resultados que tienen que ver con los valores escogidos de las fuerzas de interacción y las de restauración. Con la finalidad de observar los errores que se pueden presentar durante la medición se escogieron diferentes valores de las fuerzas y en la Figura 59 se puede observar tanto el fenómeno del sobre-impulso como otros tipos de errores.

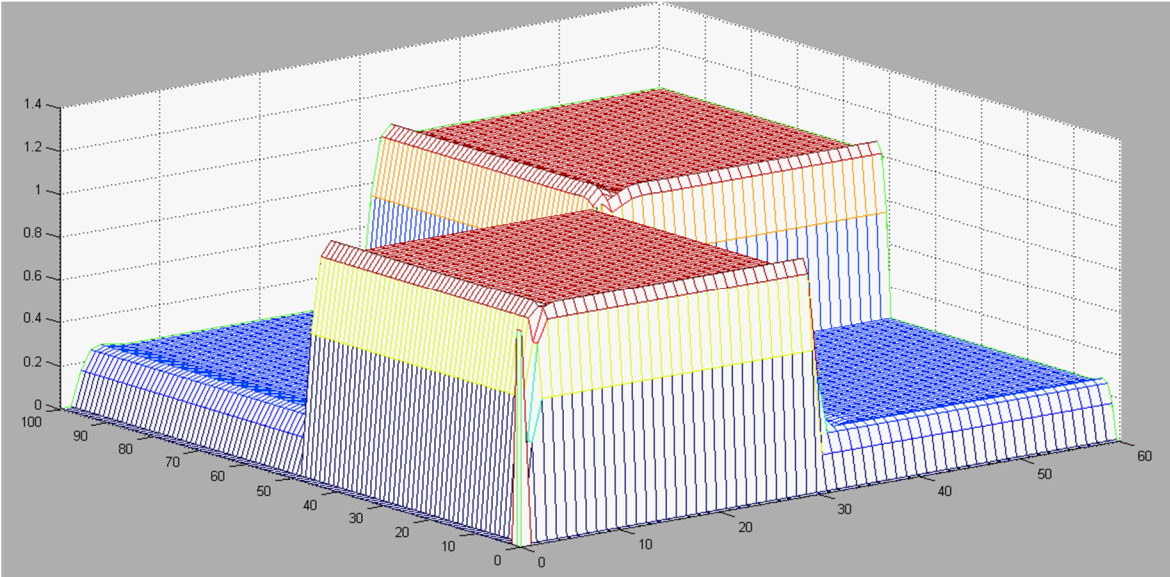


Figura 59. Análisis de la muestra con la ecuación planteada.

5.3.5 Límite de resolución

Otro factor que se deseaba encontrar con esta simulación era el límite de resolución, sin embargo los resultados no fueron satisfactorios ya que al intentar disminuir el valor de la separación de los escalones, el resultado era muy bueno ya que se podían diferenciar ambos escalones aún cuando este valor era muy pequeño tal como se muestra en la figura 60. Es probable que nuestro modelo esté limitado debido a las diferentes aproximaciones realizadas y a las porciones del lazo que no se tomaron en cuenta, y que no sea apropiado para establecer un límite de resolución para el instrumento.

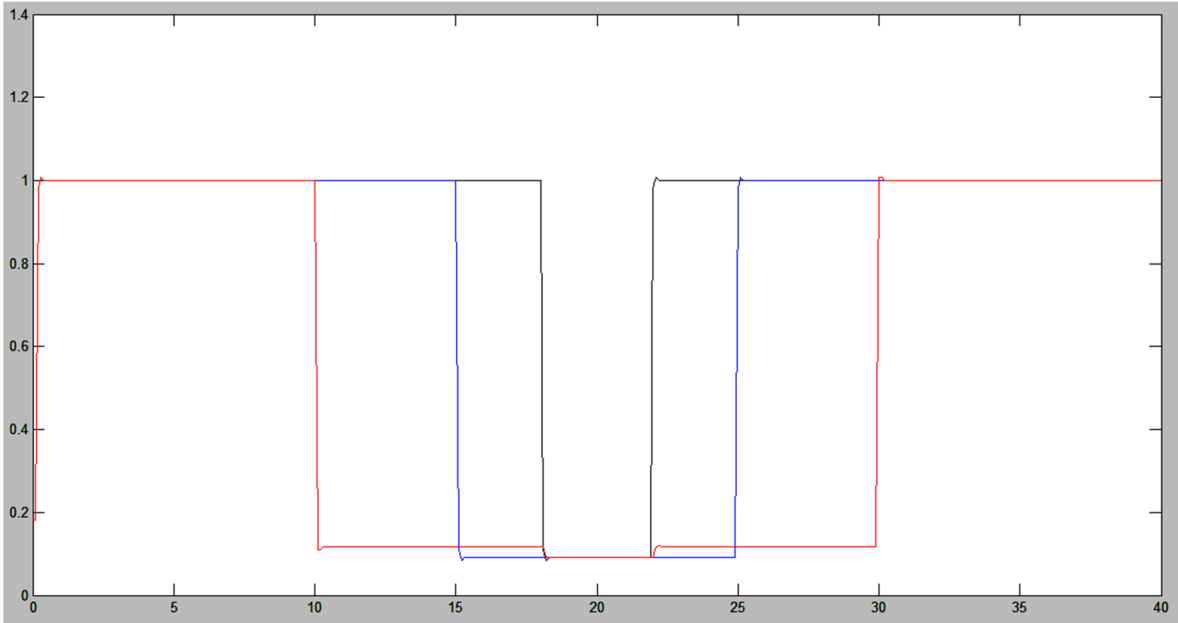


Figura 60. Gráficas con las que se intentó determinar el límite de resolución.

Capítulo VI. Conclusiones.

A partir del trabajo anterior se pueden sacar diferentes conclusiones. En primer lugar logramos establecer una ecuación que describe el lazo de retroalimentación del microscopio de fuerza atómica, incluyendo todos los elementos que lo conforman. Es importante entender que en este modelo, cada elemento fue muy simplificado, por lo que no es de esperarse que corresponda a la perfección con un lazo real. Sin embargo, el modelo simple puede ser el punto de partida para uno más sofisticado.

También se resolvió la ecuación diferencial básica que describe la interacción entre la punta y la muestra, lo que permitió observar diferentes situaciones que se pueden presentar cuando se trabaja con el microscopio de fuerza atómica.

Una de las ventajas de nuestro modelo es que permite cambiar los parámetros que representan las características de la sondas del microscopio de fuerza y de la muestra que está siendo analizada, las cuales son influyen grandemente en el resultado de la medición y en la calidad de la imagen.

Otro resultado importante fue utilizar nuestro modelo con una muestra tridimensional. Esta situación ilustra con mayor claridad lo que sucede en el microscopio cuando se trata de generar una imagen. Este ejercicio permitió construir una imagen simulada que ilustra los errores causados por la interacción sonda-muestra, mucho mejor que los perfiles de línea usados anteriormente.

También se intentó obtener el límite de resolución no teniendo resultados favorables debido a que no se logró encontrar, ya que al reducir la separación de los escalones

no se logró que desaparecieran ambos, sin embargo esto nos permitió encontrar las limitantes de este modelo debido a su comportamiento idealizado y para futuros trabajos deberán tomarse en cuenta los factores asociados a los demás componentes electrónicos que entran en juego al generar la imagen de la muestra.

Capítulo VII. Referencias bibliográficas.

- [1] Muys, J., et al. "Celular y transferencia de imágenes de AFM de las células del cáncer utilizando Bioimprint", *Journal of Nanobiotechnology*, vol. 4, pp.1-1, 2006.
- [2] Schirmeisen, A. et al. Dynamic modes of atomic force microscopy pp. 731-761 in *Nanotribology and Nanomechanics, an Introduction*, Bharat Bushan (ed.) Springer (2008)
- [3] Blanchard, C., et al. "Atomic force microscopy", *Southwest Research Institute*, vol. 1, nº 5, pp. 1-8, 1996.
- [4] Tortora, G. et al. *Introducción a la microbiología*. Pp 56-68. Editorial médica panamericana, 2007.
- [5] Arenas, J. Contribuciones de la física en la historia de la microscopia. Revista electrónica. ISSN: 1067-6079. Disponible en: <http://www.revista.unam.mx/vol.6/num7/art70/int70.htm>. (Consultado el 12 de julio del 2011).
- [6] Arraiza, N. Manual de microscopia. Auxilab, S.L. Documento electrónico disponible en: <http://pagina.iccm.es/museociencias/material%20cnr%20web/manual%20de%20microscopia.pdf>. (Consultado el 12 de julio del 2011).
- [7] Welch, U. *Histología*. pp 2-3. Editorial médica panamericana, 2006.
- [8] Rebolledo, L. Fabricación de sondas de AFM específicas para medidas de impedancia eléctrica a la nanoescala. Tesis para obtener el grado de maestría en ingeniería biomédica. Universidad de Barcelona. 2010.
- [9] Reséndiz, M. et al.. *Microscopio de Fuerza Atómica*. Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas. Universidad Autónoma del Estado de Morelos, 2005.
- [10] Feynman R., et al. *Física, Vol.II: Electromagnetismo y Materia* (Addison- Wesley Iberoamericana, México, 1987).
- [11] Belendez, T. et al. Estudio de la flexión de una viga de material elástico no lineal. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, 2002, 24:383-389.
- [12] Peralta, A. et al. *El fenómeno de la resonancia*. Departamento de Física, Escuela Superior de Física y Matemáticas Instituto Politécnico Nacional, 2009.
- [13] Villagrán, M. Láseres de N₂ para fines didácticos. pp. 935-945. *Revista mexicana de Física* 40. 1994.
- [14] Amador, A., et al. *Estudio sobre láseres*. Departamento de física de la UBA.2000.

- [15] Larrea, P., et al. Fundamentos y actualidad de los diodos láseres. pp 11-15. Revista cubana de Física. Vol 18. No 1. 2001.
- [16] Molina, J., et al. Introducción a los controladores PID. Postgrado e Automatización e Instrumentación. Disponible en: http://www.ing.ula.ve/~dpernia/pdfs/introd_pid.PDF. (Consultado el 12 de julio del 2011).
- [17] Heong, K. PID Control System Analysis, Design, and Technology. IEEE transactions on control systems technology, Vol. 13, No. 4. 2005.
- [18] Mazzone, V. Controladores PID. 2002. Disponible en: <http://iaci.unq.edu.ar/caut1>. (Consultado el 12 de julio del 2011).
- [19]. Alfaro, V. Métodos de sintonización de controladores PID que operan como reguladores. San José, Costa rica. 2002.
- [20] Ogata, K. Ingeniería de control moderna. pp. 164-172. Prentice Hall. 1970.
- [21] Otero, S. et al. El método de diferencias finitas en evaluación de opciones reales. pp 232-243 revista chilena de ingeniería, 2008.
- [22] Potter, M., et al. Mecánica de fluidos. 3ra Ed. Thomson, 2002.
- [23] Zienkiewicz, C. El método de los elementos finitos. 3ra Ed. Pp 2-26. Editorial Reverte, 1982.
- [24] Niño, Y. El método de los volúmenes finitos. Modelación numérica en ingeniería hidráulica y ambiental. 2002.
- [25] Frías, E. El método de los elementos finitos. Aportaciones al estudio de las maquinas eléctricas de flujo axial mediante la aplicación del método de los elementos finitos. pp 111-114. Departamento de energía eléctrica UPC, 2004
- [26] The Lock-In Amplifier:Noise Reduction and Phase Sensitive Detection. Disponible en: http://www.phys.huji.ac.il/~greenwald/el_lab/labC/LockI.pdf. (Consultado el 12 de julio del 2011).
- [27] Ortega, R. et al. Manual del AFM de la PUC. 2010. Disponible en: http://www.fis.puc.cl/~labsuperficies/pdfs/man_afm.pdf. (Consultado el 12 de julio del 2011).

[28] Siedle, P. et al. Artifacts in Force Measurements with the Atomic Force Microscope Due to Digitalization. pp 1065-1067. Langmuir, 1995.

[29] Mendez, A. Optical interference artifacts in contact atomic force microscopy images. pp 243-250. Ultramicroscopy, 2002.

[30] Boylestad, R. et al. Electrónica: Teoría de circuitos. pp 628-700. Prentice- Hall, 1997.

[31] West, P. et al. A guide to AFM image artifacts. Pacific Nanotechnology. Disponible en: <http://os.tnw.utwente.nl/only/afm%20artifacts.pdf>. (Consultado el 25 de julio del 2011).

[32] Serie de Taylor, Wikipedia. Disponible en:

http://es.wikipedia.org/wiki/Serie_de_Taylor. (Consultado el 26 de octubre de 2010).

[33] Segmento de círculo, Wikipedia. Disponible en:

http://es.wikipedia.org/wiki/Segmento_circular . (Consultado el 4 de noviembre de 2010).