



Introducción a técnicas de **microscopía** de **sonda de barrido**

José A. Galvis E. • Óscar L. Herrera S. • Javier Casas S.
V. Felipe Vallejo R. • Jhon E. Pazos • Karen A. Vega B.



UNIVERSIDAD
CENTRAL



Introducción a técnicas de **microscopía** de **sonda de barrido**

José A. Galvis E. • Óscar L. Herrera S. • Javier Casas S.
V. Felipe Vallejo R. • Jhon E. Pazos • Karen A. Vega B.



UNIVERSIDAD
CENTRAL



CONSEJO SUPERIOR

Rafael Santos Calderón (*presidente*)
Fernando Sánchez Torres (*consejero permanente*)
Jaime Arias (*consejero permanente*)
Augusto José Acosta (*consejero invitado*)
Carl Henrik Langebaek (*consejero invitado*)
Karen Tatiana Ramírez (*representante de los egresados*)
Aida Vanessa Wilches Morales (*representante de los docentes*)
Karen Sofía Cuervo (*representante de los estudiantes*)

Rectora

Paula López López

Secretaria General

Carolina Ortigón Plazas

Vicerrectora de desarrollo académico e innovación

Luz Dalila Rivas Caicedo

Vicerrector administrativo y financiero

Mario Henry Cárdenas García

Vicerrector de educación virtual

Jorge Hernán Gómez Cardona

ISBN PDF: 978-958-26-0513-1

Primera edición: agosto de 2026

© Autores varios

José Augusto Galvis Echeverri
Óscar Leonardo Herrera Sandoval
Javier Casas Salgado
Víctor Felipe Vallejo Rodríguez
Jhon Eyber Pazos
Karen Alejandra Vega Bustos

© Universidad Central

Catalogación en la Publicación Universidad Central

Galvis Echeverri, José Augusto, autor.

Introducción a técnicas de microscopía de sonda de barrido / José Augusto Galvis Echeverri, Óscar Leonardo Herrera Sandoval, Javier Casas Salgado, Víctor Felipe Vallejo Rodríguez, Jhon Eyber Pazos, Karen Alejandra Vega Bustos -- Primera edición digital -- Bogotá : Ediciones Universidad Central, 2026.
1 recurso en línea (149 páginas).
Incluye referencias bibliográficas.

ISBN: 978-958-26-0513-1 (PDF)

1. Microscopía de sonda de barrido 2. Nanotecnología 3. Materiales - Análisis I. Herrera Sandoval, Óscar Leonardo, autor II. Casas Salgado, Javier, autor III. Vallejo Rodríguez, Víctor Felipe, autor IV. Pazos, Jhon Eyber, autor V. Vega Bustos, Karen Alejandra, autor VI. Universidad Central (Bogotá, Colombia).

502.82 - dc23

PTBUC/05-08-2026

PREPARACIÓN EDITORIAL

Centro de Recursos para el Aprendizaje y la Investigación (CRAI)

Directora: Luz Ángela González

Editor: Héctor Sanabria Rivera

Corrección de textos: Felipe Solano e Ignacio Cantillo Saade

Diseño y diagramación: Patricia Salinas y Mónica Cabiativa

Publicado en Colombia - *Published in Colombia*

Todos los derechos reservados. Esta publicación no puede ser reproducida ni total ni parcialmente, ni registrada en sistemas de recuperación de información, ni transmitida en cualquier forma o por cualquier medio, sea este mecánico, fotoquímico, electrónico, magnético, electroóptico, por fotocopia o cualquier otro, sin el permiso previo y por escrito de los editores.

Contenido

Resumen:	7
Cómo citar este libro:	8

1. Introducción	9
------------------------	---

2. Microscopía de efecto túnel	14
---------------------------------------	----

2.1 Principios físicos asociados	14
----------------------------------	----

2.1.1 Ondas de materia	14
------------------------	----

2.1.2 Ecuación de Schrödinger independiente del tiempo	18
---	----

2.1.3 Efecto túnel	19
--------------------	----

2.1.4 Corriente túnel	26
-----------------------	----

2.1.5 Densidad de estados	28
---------------------------	----

2.2 Microscopio de efecto túnel	31
---------------------------------	----

2.2.1 Materiales piezoelectricos	31
----------------------------------	----

2.2.2 ¿Cómo funciona un STM?	35
------------------------------	----

2.3 Tipos de mediciones	39
-------------------------	----

2.3.1 Topografía	39
------------------	----

2.3.2 Espectroscopía	43
----------------------	----

2.4 Modificaciones del STM	46
----------------------------	----

2.4.1 Manipulación atómica	46
----------------------------	----

2.4.2 Microscopía térmica de barrido	48
--------------------------------------	----

2.5 El STM de la Universidad Central de Colombia	50
--	----

3. Control y electrónica del microscopio de efecto túnel	55
---	----

3.1 Principio de funcionamiento de control para microscopía de efecto túnel	55
--	----

3.2	Tipos de actuadores piezoeléctricos	56
3.2.1	Longitudinal	57
3.2.2	Transversal	57
3.2.3	Diagonal	58
3.2.4	Tubular	59
3.2.5	Curvo	61
3.3	Modelado de actuadores piezoeléctricos	62
3.3.1	Modelos basados en histéresis	62
3.3.2	Modelos basados en arrastre (<i>creep</i>)	63
3.3.3	Modelos basados en vibración dinámica	64
3.4	Control de actuadores piezoeléctricos	65
3.4.1	Control en lazo abierto	65
3.4.2	Control en lazo cerrado	66
3.4.3	Lazo abierto y retroalimentado	67
3.4.4	Control observador de perturbaciones	69
3.5	Aplicación de un control PI para un STM	70
3.6	Retos en el modelado y control de actuadores piezoeléctricos	72
3.7	Arquitectura general electrónica de un microscopio de efecto túnel	73
3.8	Femtoamperímetro	76
3.8.1	Amplificador operacional de precisión	78
3.8.2	Arquitectura del amplificador de transimpedancia	79
3.8.3	Circuito de guarda conducida	80
3.8.4	Filtro activo	82
3.9	Consideraciones sobre el conversor análogo a digital	84
3.10	Consideraciones sobre el conversor digital a análogo	85

3.11 Drivers de los piezotubos	86
--------------------------------	----

3.12 Voltaje de Vbias	90
-----------------------	----

4. Microscopía de fuerza atómica	91
---	----

4.1 Introducción al AFM	91
-------------------------	----

4.2 Componentes principales	92
-----------------------------	----

4.2.1 Sonda: cantilever y punta	93
---------------------------------	----

4.2.2 Sistema de detección de deflexión	97
---	----

4.3 Interacción punta-muestra	99
-------------------------------	----

4.3.1 Energía potencial de interacción intermolecular	101
---	-----

4.3.2 Interacciones de Van der Waals a nivel macroscópico	105
--	-----

4.3.3 Modelos de mecánica de contacto entre punta y muestra	107
--	-----

4.4 Modos de operación topográficos	112
-------------------------------------	-----

4.4.1 Modo estático o modo DC	113
-------------------------------	-----

4.4.2 Modo dinámico o modo AC	115
-------------------------------	-----

4.5 Modos de operación no topográficos	125
--	-----

4.5.1 Microscopía de fuerza magnética (MFM)	126
---	-----

Referencias	129
--------------------	-----

Listado de siglas y acrónimos	141
--------------------------------------	-----

Tabla de figuras	143
-------------------------	-----

Resumen:

En 1959 Richard Feynman planteó de forma visionaria la posibilidad de modificar la composición atómica de la materia para alterar sus propiedades fundamentales, así como la necesidad construir microscopios con una resolución mucho mayor al microscopio de barrido electrónico. Veintiún años después se creó el primer microscopio de sonda de barrido; y en 1981 los físicos Gerd Binnig y Heinrich Rohrer inventaron el microscopio de efecto túnel. Este hito tecnológico ha permitido grandes avances y nuevos métodos en nanotecnología que permiten estudiar, crear y estructurar la materia en la nano-escala. En 1986, Gerd Binnig, Calvin Quate y Christoph Gerber inventaron el microscopio de fuerza atómica, que basa su funcionamiento en el uso de las fuerzas atómicas generadas entre punta y muestra para medir diferentes parámetros.

En este libro se abordan las técnicas de microscopia de sonda de barrido de efecto túnel y de fuerza atómica, sus modos de uso, sus aplicaciones, sus principios de funcionamiento y el control desde la ingeniería electrónica. Y finalmente se expone la electrónica de funcionamiento que ha sido implementada en el microscopio de efecto túnel desarrollado por el Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes y la Unidad de Desarrollo, Innovación y Transferencia de la Universidad Central.

Palabras clave

Microscopía de sonda de barrido, Scanning Probe Microscopy, nanotecnología, microscopía de fuerza atómica, microscopía de efecto túnel, microscopía térmica de barrido, espectroscopía, topografía de superficies, piezoeléctricos, fentoamperímetro, microscopía de fuerza magnética.

Cómo citar este libro:

APA 7: Galvis, J. A., Herrera Sandoval, Ó. L., Casas-Salgado, J., Vallejo Rodríguez, V. F., Pazos Alonso, J. E. & Vega-Bustos, K. (2026). *Introducción a técnicas de microscopía de sonda de barrido*. Ediciones Universidad Central..

IEEE: J. A. Galvis, Ó. L. Herrera Sandoval, J. Casas-Salgado, V. F. Vallejo Rodríguez, J. E. Pazos Alonso y K. Vega-Bustos. *Introducción a técnicas de microscopía de sonda de barrido*. Bogotá: Ediciones Universidad Central, 2026.

MLA: Galvis, José Augusto, et al. *Introducción a técnicas de microscopía de sonda de barrido*. Ediciones Universidad Central, 2026.

CHICAGO PARENTÉTICO: Galvis et ál. 2026. *Introducción a técnicas de microscopía de sonda de barrido*. Bogotá: Ediciones Universidad Central.

1. Introducción

Uno de los primeros científicos en plantear la posibilidad de estudiar y modificar la materia a escala atómica fue el físico Richard Feynman, ganador del Premio Nobel de Física en 1965, por su contribución a la electrodinámica cuántica. En su conferencia titulada “There’s Plenty of Room at the Bottom”, de la reunión anual de la Sociedad Americana de Física de 1959, Feynman planteó de forma visionaria la posibilidad de modificar la composición atómica de la materia para alterar sus propiedades fundamentales, así como que era factible construir microscopios con una resolución mucho mayor al microscopio de barrido electrónico, el cual era el más potente en ese entonces.

Las ideas futuristas de Richard Feynman tomaron forma tangible veintiún años después de su conferencia con la invención del primer microscopio de sonda de barrido (SPM, por sus siglas en inglés) (Binnig & Rohrer, 1983). Posteriormente, en 1981, los físicos Gerd Binnig y Heinrich Rohrer inventaron el microscopio de efecto túnel (STM, por sus siglas en inglés, *scanning tunneling microscope*) en los laboratorios IBM de Zúrich. Este hito tecnológico para la nanotecnología no solo hizo realidad el sueño de Feynman, sino que además representó el nacimiento de una nueva era en el análisis de las superficies de materiales o ciencia de superficies. Esta disciplina se encarga de entender los fenómenos físicos que suceden en la superficie de los materiales o interface sólido-vacío (Hudson & Diehl, 1992). Las sondas de barrido permiten investigar la morfología y las propiedades locales de la superficie de un material con una gran resolución espacial.

En los últimos años, las técnicas de microscopía de sonda de barrido pasaron del uso exclusivo de laboratorios de investigación avanzados, a ser una de las herramientas más utilizadas alrededor del mundo en todo tipo de estudios que involucren el empleo de superficies de materiales. Gracias al desarrollo de los microscopios de sonda de barrido, se han conseguido grandes avances y nuevos métodos en nanotecnología que permiten estudiar, crear y estructurar la materia en la nanoescala. La nanotecnología usa y modifica

las propiedades únicas de los átomos, moléculas y materiales muy pequeños (0-1000 nm) para dar soluciones a diferentes problemáticas, desde estudios en ciencia básica hasta grandes aplicaciones.

No es claro en qué punto de la historia la humanidad empezó a emplear materiales nano-estructurados, pero sí se sabe que no fue hace poco. Uno de los usos más antiguos de la nanotecnología, del que se tenga registro, sucedió en el siglo IV a. C., cuando los romanos fabricaron la llamada copa de Licurgo. Esta copa de vidrio tiene la particularidad de tomar diferentes colores dependiendo de la dirección en que incida la luz sobre ella. Esta propiedad de la copa de Licurgo solo se entendió hasta 1990, cuando un grupo de científicos la analizó con técnicas de microscopía y descubrieron que los romanos mezclaron con el vidrio nanopartículas de oro y plata. Hoy se sabe que este efecto se produce por un fenómeno llamado *resonancia de plasmón superficial*, generado en las nanopartículas cuando la luz incide en diferentes ángulos, lo cual produce emisión de luz en la frecuencia de excitación. Este es solo un ejemplo de cómo la nanotecnología ha estado presente en la historia de la humanidad; su uso y entendimiento son claves para los futuros desarrollos tecnológicos y las técnicas de microscopía de barrido constituyen una de sus herramientas más poderosas.

Todo lo que nos rodea, incluidos nosotros mismos, está constituido por átomos. Esto es algo que aceptamos y damos por hecho, pero el concepto de átomo aceptado hoy en día es relativamente nuevo. Gracias a los trabajos de Erwin Schrödinger en 1926, hoy entendemos el átomo como un núcleo de carga positiva rodeado por partículas elementales de carga negativa como lo es el electrón, cuya posición no está exactamente definida y depende de la onda estacionaria que forma en torno al núcleo. Esta conclusión, que tomó años de investigación y desarrollo de pensamiento científico, ha permitido grandes avances tecnológicos.

La primera demostración experimental de la existencia del átomo sucedió quince años antes del trabajo teórico de Schrödinger, con el experimento de

Rutherford en 1911, el cual demostró la existencia del núcleo atómico. Sin embargo, la posibilidad de “ver” el átomo con nuestros ojos tuvo que esperar hasta el nacimiento de la microscopía de sonda de barrido. La primera imagen de los átomos que forman una superficie (figura 1) fue tomada por los inventores del STM en los laboratorios IBM en 1982 (Binnig *et al.*, 1982).

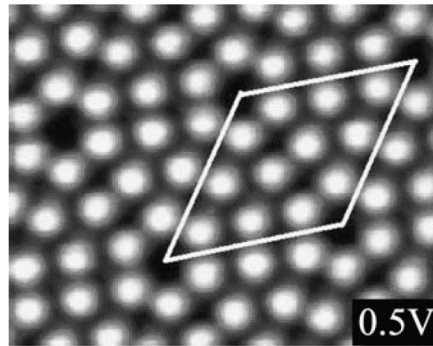


Figura 1. Primera imagen de resolución atómica tomada con STM en la superficie de silicio, donde se indica la celda unidad
Fuente: Binnig y Rohrer (1987).

Esta imagen corresponde a la superficie de una muestra de silicio, uno de los materiales más importantes en la industria de los semiconductores. Desde entonces, el STM se convirtió en la técnica por excelencia para el estudio directo de la estructura atómica de la superficie de los materiales metálicos y semiconductores. Dado que el STM abrió un universo nuevo en el estudio de la estructura de la materia, Binnig y Rohrer recibieron el Premio Nobel de Física solo cinco años después de su invención.

La técnica de microscopía de efecto túnel ha sufrido grandes evoluciones y adaptaciones desde su primera versión en los laboratorios IBM. Los científicos alrededor del mundo han realizado adaptaciones a la técnica que les permite acceder y entender el mundo nanoscópico, desde la operación del microscopio a temperaturas cercanas al cero absoluto, hasta altos campos magnéticos y eléctricos. El STM ha demostrado ser una herramienta poderosa

en el estudio de materiales semiconductores, metálicos, superconductores y magnéticos. Estas fenomenologías muchas veces aparecen en el mismo material, coexisten entre sí o aparecen en diferentes condiciones de temperatura, campos externos, presión o parámetros intrínsecos al material.

Luego de la revolución científica producida por la invención del STM, Gerd Binnig, Calvin Quate y Christoph Gerber inventaron en 1986 el microscopio de fuerza atómica (AFM, por su siglas en inglés). Su principio de funcionamiento se basa en el uso de las fuerzas atómicas generadas entre punta y muestra para medir diferentes parámetros, principalmente imágenes topográficas de la superficie del material. El primer AFM, fabricado también en los laboratorios de IBM, operaba en modo contacto, de manera que la punta montada en un cantiléver elástico escanea la superficie de la muestra. Así, la deflexión del cantiléver revela las características topográficas del material estudiado debido a las interacciones atómicas entre la punta y la muestra durante el escaneo.

Por otro lado, el modo de no contacto, presentado por primera vez en 1987 (Martin *et al.*, 1987), fue desarrollado para medir muestras biológicas blandas, en las cuales el modo contacto no puede ser empleado. En el modo de no contacto el cantiléver oscila alrededor de su frecuencia natural a una distancia pequeña de la muestra, de entre 1 nm y 10 nm sobre la superficie. Las fuerzas de largo alcance entre la punta y la muestra generan cambios en la frecuencia, amplitud y fase de oscilación, las cuales sirven de parámetro de control para generar las imágenes de la superficie. A lo largo del tiempo, la técnica de AFM ha evolucionado desde sus versiones iniciales hasta convertirse en una herramienta versátil y fundamental en un amplio rango de campos en la ingeniería, la ciencia de materiales y la biología.

En este libro se abordan las técnicas de microscopía de sonda de barrido desde dos perspectivas fundamentales: por un lado, se abordan los principios básicos, las aplicaciones y los diferentes modos de uso de la microscopía de efecto túnel y de fuerza atómica en los capítulos 2 y 4; por otro lado, en el capítulo 3 se abordan los principios de funcionamiento y control desde la

ingeniería electrónica. Estos dos últimos capítulos muestran la electrónica de funcionamiento que ha sido implementada en el microscopio de efecto túnel desarrollado por el Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes (NBIC) y la Unidad de Desarrollo, Innovación y Transferencia (DIT) de la Universidad Central.

2. Microscopía de efecto túnel

A continuación, se presentan los principios físicos fundamentales que hacen posible la microscopía de efecto túnel, pasando por los conceptos básicos de la mecánica cuántica que permiten entender el fenómeno de efecto túnel hasta la piezoelectricidad, clave para el funcionamiento del microscopio, y se explica cómo estas características se combinan para formar la base de la técnica.

2.1 Principios físicos asociados

2.1.1 Ondas de materia

El desarrollo de la idea fundamental que establecería los cimientos de la mecánica cuántica y, por consiguiente, del microscopio de efecto túnel, fue el concepto de *dualidad onda-partícula*. La teoría clásica de Maxwell describió la luz como ondas electromagnéticas que se propagan en el vacío con una rapidez de $c \approx 3 \times 10^8 \frac{m}{s}$. Sin embargo, a mediados de 1905, Albert Einstein, basado en los trabajos de radiación de cuerpo negro de Max Planck, explicó los resultados experimentales del efecto fotoeléctrico proponiendo que la energía de la radiación electromagnética estaba concentrada en pequeños paquetes corpusculares (Eisberg & Resnick, 1978). Estos paquetes de energía, llamados *fonones*, al estar localizados en el espacio se comportan como una partícula, que paradójicamente no tiene masa ni carga asociada.

En analogía a la interpretación de Einstein, el físico Louis De Broglie, en su tesis doctoral, planteó la existencia de ondas de materia que rigen el movimiento de partículas con masa, asociadas a todo tipo de materia, un fenómeno inaceptable en el marco de la teoría clásica newtoniana. En este sentido, toda partícula tiene una longitud de onda (λ) asociada a su función de onda, la cual define su cantidad de movimiento (p) a través de la siguiente relación:

$$p = \frac{h}{\lambda} \quad (1)$$

Donde:

h : constante de Planck.

De tal forma, no solo la luz presenta un comportamiento dual onda-partícula, como lo propuso Einstein, sino que además extiende el concepto de dualidad a cualquier partícula con masa.

En 1927 se confirmó experimentalmente el comportamiento ondulatorio de la materia, gracias a los experimentos de difracción de electrones de George Thomson. El experimento de Thomson consiste en utilizar un haz de electrones de alta energía para incidir en una película delgada de oro: al atravesar esta película, los electrones dispersados son recibidos en una placa fotográfica, lo cual permite examinar si el patrón que se registra corresponde a propiedades ondulatorias o corpusculares. La lámina de oro posee varios cristales orientados aleatoriamente y sus planos cristalográficos tienen una separación cercana a la longitud de onda asociada a estos electrones ($\sim 0,07\text{\AA}$), determinada por la ecuación 1. Gracias a las características de esta lámina, cuando los electrones inciden, su onda puede ser difractada por la interacción con los planos cristalográficos, que se comportan como rendijas de difracción (Thomson & Reid, 1927; Kikuchi, 1928). Una vez la placa es bombardeada por los electrones, en la placa fotográfica se observa un patrón de círculos concéntricos (figura 2), donde ondas difractadas en fase forman las zonas brillantes. Este patrón de difracción es un fenómeno que solo se asocia al comportamiento ondulatorio. En la práctica también se hicieron variaciones en el voltaje, cambiando indirectamente la energía cinética de los electrones y generando nuevos patrones de la misma naturaleza. Por último, Thomson utilizó las dimensiones del patrón para obtener parámetros de la red cristalina, los cuales solo discrepan 6% del valor real, lo cual corrobora finalmente la teoría de De Broglie (Kikuchi, 1928).

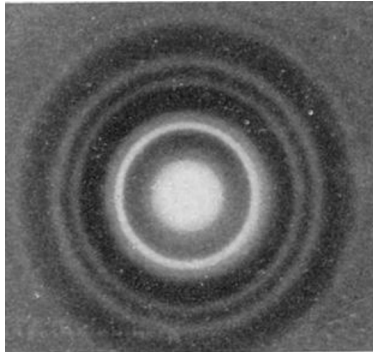


Figura 2. Patrón de difracción de electrones que incidieron en una lámina de Au
Fuente: Kikuchi (1928).

De esta forma se estableció uno de los grandes pilares de la mecánica cuántica: toda partícula tiene asociada una onda y su comportamiento puede variar entre partícula u onda, según el experimento al que se someta.

Una pregunta natural respecto a la teoría de De Broglie es: ¿Por qué los objetos macroscópicos, que también tendrían una onda de materia asociada, no presentan un comportamiento ondulatorio? Esto se responde al observar la ecuación 1, donde la longitud de onda es inversamente proporcional a la cantidad de momento lineal. Dado que a mayor masa mayor momento, un objeto macroscópico tendrá una longitud de onda muy pequeña. Por ejemplo, para un cuerpo de 1 kg moviéndose a una velocidad de $8\frac{m}{s}$, obtendremos longitudes de onda del orden de 10^{-35} m, un valor imperceptible para evidenciar comportamientos ondulatorios.

Siendo la mecánica clásica y la mecánica cuántica descripciones físicas válidas en diferentes escenarios, es necesario precisar cuándo es posible usar una u otra teoría. El *principio de correspondencia de Bohr* (Zettili & Zahed, 2003) indica que si el valor de la longitud de onda de la partícula que se va a evaluar tiende a cero, esto nos lleva a la mecánica clásica, mientras que

si las magnitudes físicas del sistema son comparables con la constante de Planck, todo se remite a la mecánica cuántica. Hablando de forma rigurosa, esta diferencia está marcada por lo que se conoce como el número cuántico principal n , que al aumentar su valor pasa de un espectro de energía discreto a uno continuo, siendo este último el caso clásico.

En 1925, Erwin Schrödinger describió la evolución temporal y espacial de la función de onda asociada a la materia, conocida como la *ecuación de Schrödinger*:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2 \psi(z,t)}{\partial z^2} + U(z) \psi(z,t) = i\hbar \frac{\partial \psi(z,t)}{\partial t} \quad (2)$$

Donde:

$\hbar$: constante de Planck reducida.

m : masa de la partícula.

$U(z)$: energía potencial en el sistema que se va a evaluar.

$\Psi(z,t)$: función de onda de materia que depende de una variable espacial z y temporal t .

Esta ecuación describe la evolución temporal de un sistema cuántico a partir de su función de onda Ψ .

Cabe resaltar que una de las características que introduce la mecánica cuántica es el hecho de que cantidades físicas medibles, como el momento o la energía, son operadores cuánticos (Zettili & Zahed, 2003) que actúan sobre $\Psi(z,t)$. Por ejemplo, en la ecuación 2, la expresión del lado derecho indica el operador energía total E del sistema, el cual está definido por su correspondiente operador aplicado a la función onda $\Psi(z,t)$. De la misma forma, el primer término del extremo izquierdo describe la energía cinética y también se distingue por su operador aplicado a la función de onda.

Un aspecto importante en las ondas de materia es que su función de onda determina todas las propiedades de la partícula. Por ejemplo, su ubicación

espacio-temporal no está bien definida como en el caso clásico, sino que depende de la probabilidad $P(z,t)$ de encontrarla en un intervalo espacial (dz) en un tiempo definido (t). Esta probabilidad se define como el producto de la función $\Psi(z,t)$ y su complejo conjugado $\Psi^*(z,t)$:

$$P(z,t)dz = \Psi(z,t)\Psi^*(z,t)dz = |\Psi(z,t)|^2 dz \quad (3)$$

El hecho de que la onda de materia se extienda en el espacio sin estar localizada nos lleva a la naturaleza probabilística del comportamiento ondulatorio de la materia. Entonces, donde la amplitud de $\Psi(z,t)$ es mayor, la probabilidad de encontrar la partícula será mayor.

2.1.2 Ecuación de Schrödinger independiente del tiempo

Un método recurrente en el análisis de fenómenos físicos es el estudio de sistemas ideales donde las variables se reducen al máximo, un ejemplo de ello son los sistemas donde la energía potencial solo depende de las coordenadas espaciales, situación que modifica la ecuación 2 en su forma independiente del tiempo (ecuación 9). Esta ecuación nos permite comprender de manera sencilla fenómenos como el efecto túnel al aplicar el método de separación de variables (Eisberg & Resnick, 1978), donde al reemplazar $\Psi(z,t) = \psi(z)f(t)$ en la ecuación 2 se obtiene:

$$\frac{-\hbar^2}{2m} \frac{\partial^2 \psi(z)}{\partial z^2} f(t) + U(z)\psi(z)f(t) = i\hbar \psi(z,t) \frac{\partial f(t)}{\partial t} \quad (4)$$

Al dividir la ecuación 4 en $\Psi(z)f(t)$ se obtiene:

$$\frac{-\hbar^2}{2m} \frac{1}{\psi(z)} \frac{\partial^2 \psi(z)}{\partial z^2} + U(z) = i\hbar \frac{1}{f(t)} \frac{\partial f(t)}{\partial t} = E \quad (5)$$

Dado que a ambos lados de la ecuación se tienen funciones que dependen de variables independientes, ambas ecuaciones deben ser igual a la misma

constante que, en este caso, llamamos E en la ecuación 5. Analicemos de forma independiente la parte que depende del tiempo de la ecuación 5:

$$\frac{df(t)}{dt} + i \frac{E}{\hbar} f(t) = 0 \quad (6)$$

La ecuación 6 es una ecuación de primer orden que expresa la evolución temporal del sistema, la cual podemos solucionar mediante la sustitución $f(t) = e^{\lambda t}$.

$$\lambda e^{\lambda t} + i \frac{E}{\hbar} e^{\lambda t} = 0 \quad \rightarrow \quad \lambda = -i \frac{E}{\hbar} \quad (7)$$

Por tanto:

$$f(t) = e^{-i \frac{E}{\hbar} t} \quad (8)$$

De forma análoga, se obtiene la ecuación independiente del tiempo de la ecuación 5:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2 \psi(z)}{dz^2} + U(z) = E \psi(z) \quad (9)$$

La función de onda $\Psi(z, t)$ está dada por:

$$\Psi(z, t) = \psi(z) e^{-i \frac{E}{\hbar} t} \quad (10)$$

Donde la función $\psi(z)$ corresponde a la solución de la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo y su solución depende del potencial del sistema que se va a estudiar.

2.1.3 Efecto túnel

Una de las consecuencias de la dualidad onda partícula es el fenómeno cuántico conocido como *efecto túnel* (Galvis, 2013). En este fenómeno, una

partícula como el electrón tiene una probabilidad no nula de atravesar una barrera de potencial que se interpone en su camino (figura 3), siendo la energía de la barrera de potencial mayor a la energía cinética del electrón. Este fenómeno se conoce como *tunelamiento cuántico*, el cual es imposible desde el punto de vista clásico. Dicho comportamiento antiintuitivo es posible cuando dejamos de pensar en simples partículas y empezamos a entender a la materia como el resultado dual entre onda y partícula.

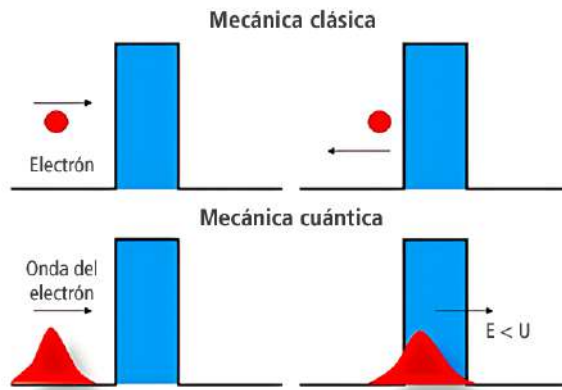


Figura 3. Ilustración de un electrón que interactúa con una barrera de potencial

Nota. Interacción desde el punto de vista clásico (esquema superior) y cuántico (esquema inferior).

Fuente: elaboración propia.

El efecto túnel puede ser comprendido por medio de la figura 4, donde suponemos que la región I y III son electrodos (que serán la punta y la muestra en la microscopía túnel). Ahora, supongamos que una partícula en la región I tiene una energía E y está viajando hacia la región III. Dichos electrodos están separados por una distancia d que determina una barrera entre la región I y III que posee una energía potencial U definida por el alto de la barrera. Clásicamente, la partícula nunca podría alcanzar el electrodo III, debido a la repulsión ejercida por el potencial U , el cual tiene una energía superior a la de la partícula.

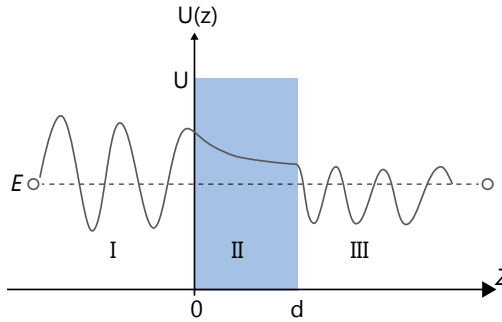


Figura 4. Tunelamiento del portador de carga obligada
Fuente: elaboración propia.

Desde el punto de vista cuántico, la partícula no está obligada a chocar con la barrera como lo haría una partícula clásica, puesto que tiene una onda de materia asociada a ella. Este sistema se puede modelar bajo una aproximación unidimensional y de tunelamiento elástico, escenario en el cual el sistema se puede definir por medio de la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo (ecuación 9) para una función de onda $\psi(z)$ asociada a dicha partícula:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2\psi(z)}{dz^2} + U(z)\psi(z) = E\psi(z) \quad (11)$$

Donde, de todas las soluciones matemáticas que satisfacen la ecuación de Schrödinger, solo son válidas las que cumplen la condición de normalización:

$$\int_{-\infty}^{\infty} |\psi(z)|^2 dz = 1 \quad (12)$$

Lo cual significa que la partícula con función de onda asociada $\psi(z)$ se encuentra en alguna región del espacio z .

Definiendo el valor de la energía potencial $U(z)$ en cada una de las regiones según la figura 4, podemos identificar que viene dado por:

$$U(z) = \begin{cases} 0 & 0 < z \\ U & 0 \leq z \leq d \\ 0 & z > d \end{cases} \quad (13)$$

Con lo anterior es posible establecer la ecuación de Schrödinger independiente del tiempo para cada región, donde es evidente que el potencial solo actúa en la región II. Al reemplazar el valor de $U(z)$ de cada región, se tiene lo siguiente:

$$\text{Región I:} \quad \frac{d^2\psi_I(z)}{dz^2} + \frac{2m}{\hbar^2} E \psi_I(z) = 0 \quad (14)$$

$$\text{Región II:} \quad \frac{d^2\psi_{II}(z)}{dz^2} + \frac{2m}{\hbar^2} (E - U) \psi_{II}(z) = 0 \quad (15)$$

$$\text{Región III:} \quad \frac{d^2\psi_{III}(z)}{dz^2} + \frac{2m}{\hbar^2} E \psi_{III}(z) = 0 \quad (16)$$

Es claro que las ecuaciones 14 y 16 tienen la misma forma, por ello su solución tendrá las mismas características. Como esta ecuación diferencial es una ecuación lineal de segundo orden, homogénea y con coeficientes constantes, se puede abordar con una solución de la forma $\psi(z) = e^{\lambda_I z}$, donde al reemplazar $\psi(z)$ y su segunda derivada en la ecuación 14 se obtiene el valor de λ_I :

$$e^{\lambda_I z} \left(\lambda_I^2 + \frac{2m}{\hbar^2} E \right) = 0 \quad (17)$$

$$\lambda_I = \pm i k_I, \text{ con } k_I^2 = \frac{2m}{\hbar^2} E$$

La solución de la ecuación 14 describe la forma de una función de una onda plana, adicionalmente expresa dos posibles soluciones para esta ecuación diferencial $\psi(z) = e^{ik_I z}$ y $\psi(z) = e^{-ik_I z}$. Ahora bien, una solución general de este sistema se obtiene a partir de la combinación linealmente independiente de estas posibles soluciones:

$$\psi_I(z) = Ae^{ik_I z} + Be^{-ik_I z} \quad (18)$$

Donde:

k_I : vector de onda asociado.

A y B: constantes arbitrarias que refieren a la amplitud de cada onda plana.

$Ae^{ik_I z}$: una onda incidente moviéndose en dirección de z positivo.

$Be^{-ik_I z}$: una onda reflejada que se mueve en dirección contraria.

Coficiente $|A|^2$: representa la probabilidad de que la partícula incida hacia el potencial. $|B|^2$: la probabilidad de que sea reflejada por el potencial. En este sentido, podemos normalizar $|A|^2 = 1$.

Para la región III se tiene una solución con las mismas características de la ecuación 18:

$$\psi_{III}(z) = Ce^{ik_I z} + De^{-ik_I z} \quad (19)$$

Sin embargo, si nos remitimos a la figura 4, podemos observar que en la región III no se presenta una reflexión de la onda, de modo que $D=0$, y solo tenemos una función de onda transmitida que se mueve en la dirección positiva del eje z.

$$\psi_{III}(z) = Ce^{ik_I z} \quad (20)$$

Al abordar la región II con el mismo procedimiento, se encuentra que la partícula interactúa con un potencial U que es mayor a la energía total E del sistema, se obtiene:

$$\begin{aligned} \lambda_{II}^2 &= -\frac{2m}{\hbar^2}(E-U) = \frac{2m}{\hbar^2}(U-E) \\ \lambda_{II} &= \pm k_{II} \text{ con } k_{II}^2 = \frac{2m}{\hbar^2}(U-E) \end{aligned} \quad (21)$$

$$\psi_{II}(z) = Fe^{k_{II}z} + Ge^{-k_{II}z} \quad (22)$$

En resumen, se tiene para las tres regiones de la barrera de potencial de la figura 4:

$$\begin{aligned} \psi_I(z) &= e^{ik_I z} + B e^{-ik_I z} \\ \psi_{II}(z) &= Fe^{k_{II}z} + Ge^{-k_{II}z} \\ \psi_{III}(z) &= Ce^{ik_I z} \end{aligned} \quad (23)$$

En la zona I tenemos funciones de onda que representa partículas incidentes y reflejadas. Por otro lado, en la zona III, se tiene una función de onda que representa las partículas transmitidas a través de la barrera de potencial. El coeficiente $|B|^2$ representa la probabilidad de que la partícula sea reflejada por el potencial, y se denomina *coeficiente de reflexión* ($R = |B|^2$). $|C|^2$ representa la probabilidad de que la partícula cruce la barrera, y se denomina *coeficiente de transmisión* ($T = |C|^2$). Para encontrar estos dos coeficientes, se hace uso de las condiciones de frontera de las funciones de onda en cada una de las regiones, esto es, continuidad de la función de onda y su derivada en los límites de cada región ($z=0$ y $z=d$):

$$\begin{array}{ll} \text{Continuidad} & \\ \text{en } z=0 & \psi_I(0) = \psi_{II}(0) \end{array} \quad (24)$$

$$\begin{array}{ll} \text{Continuidad de la derivada} & \\ \text{en } z=0 & \frac{d\psi_I}{dz}(0) = \frac{d\psi_{II}}{dz}(0) \end{array} \quad (25)$$

$$\begin{array}{ll} \text{Continuidad} & \\ \text{en } z=b & \psi_{II}(d) = \psi_{III}(d) \end{array} \quad (26)$$

$$\begin{array}{ll} \text{Continuidad de la derivada} & \\ \text{en } z=b & \frac{d\psi_{II}}{dz}(d) = \frac{d\psi_{III}}{dz}(d) \end{array} \quad (27)$$

Evaluando cada una de las funciones en las anteriores condiciones de frontera, se obtiene un sistema de cuatro incógnitas y cuatro ecuaciones:

$$\begin{aligned}
 1 + B &= F + G \\
 1 + B &= F + G \\
 e^{-k_{II}d} + Ge^{-k_{II}d} &= Ce^{ik_Id} \\
 k_{II} (Fe^{-k_{II}d} - Ge^{-k_{II}d}) &= ik_I Ce^{ik_Id}
 \end{aligned} \tag{28}$$

Resolviendo para B y C:

$$B = \frac{(k_I^2 - k_{II}^2) \sin(dk_I)}{2ik_I k_{II} \cos(dk_{II}) + (k_I^2 + k_{II}^2) \sin(dk_{II})} \tag{29}$$

$$C = \frac{4k_I k_{II} e^{-id(k_I - k_{II})}}{(k_I + k_{II})^2 - (k_I - k_{II})^2 e^{2ik_{II}d}} \tag{30}$$

Con lo cual se puede calcular la probabilidad de reflexión y transmisión de la barrera de potencial:

$$R = |B|^2 = \frac{1}{1 + \frac{4k_I^2 k_{II}^2}{(k_I^2 + k_{II}^2)^2 \sinh^2(k_{II}d)}} \tag{31}$$

$$T = |C|^2 = \frac{1}{1 + \frac{(k_I^2 + k_{II}^2)^2}{4k_I^2 k_{II}^2} \sinh^2(k_{II}d)} \tag{32}$$

Por medio de la aproximación de Wentzel-Kramers-Brillouin (WKB) se puede expresar el coeficiente de transmisión como función exponencial del ancho de la barrera potencial:

$$T \approx \frac{16k_I^2 k_{II}^2}{(k_I^2 + k_{II}^2)^2} e^{-2k_{II}d} \tag{33}$$

Lo cual muestra la alta sensibilidad que tiene la probabilidad de tunelamiento con respecto al ancho de la barrera de potencial.

2.1.4 Corriente túnel

En el sistema anterior evaluamos el comportamiento cuántico de una partícula que se mueve entre dos electrodos, en esta sección se quiere analizar el sistema con un número n de electrones atravesando la barrera de potencial. En la figura 5 se evidencian las nuevas consideraciones en el sistema electrodo-barrera-electrodo.

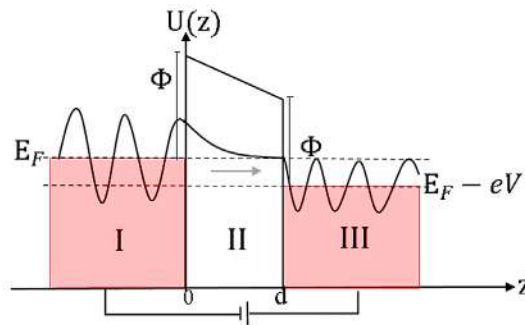


Figura 5. Tunelamiento entre dos electrodos separados por una barrera de potencial (zona II)

Nota. La función de onda de los electrones de la zona I tiene un valor finito diferente a cero en la zona II, de forma tal que existe una probabilidad diferente a cero de cruzar la barrera de potencial hacia la zona III.

Fuente: elaboración propia.

En este sistema la región roja indica todos los estados que ya están ocupados por diferentes electrones en el metal, donde la energía de Fermi E_F es el valor límite de energía de estos estados ocupados si se desprecia la excitación térmica (Chen, 2021). El alto de la barrera está determinado por ϕ , que es la función de trabajo, la cual representa la energía mínima necesaria que requiere un electrón de conducción para abandonar la superficie del material hacia el vacío y su valor depende del material del electrodo, mientras que V es un voltaje que será aplicado entre los electrodos llamado *voltaje bias* y $-e$ es la carga del electrón.

Al aplicar el voltaje bias en el sistema que se estudió antes de la misma forma que en la figura 5, la energía de Fermi E_F del electrodo de la región III disminuye en una proporción $-e(V)$, lo cual genera que en este electrodo se presenten estados desocupados con menor energía en relación con el otro electrodo. En cualquier sistema físico hay una tendencia natural a buscar estados de menor energía: por ejemplo, un objeto en caída libre, al ser liberado, busca reducir su energía potencial porque ello implica un estado general de mínima energía. Siguiendo el mismo comportamiento, los electrones de la región I atraviesan la barrera de potencial por efecto túnel con el fin de ocupar estos estados desocupados de menor energía ubicados en el electrodo de la región III; al cambiar la polaridad del voltaje, el tunelamiento será en el sentido contrario (Chen, 2021).

Los estados definidos por la función de onda ψ_n del electrodo de la región I con una energía E_n dentro del intervalo E_F y $E_F - eV$ presentan la mayor probabilidad de atravesar la barrera de potencial (Chen, 2021). Usando teoría perturbativa, se obtiene para la corriente túnel de transferencia a la región III:

$$I_T = \frac{2\pi e}{\hbar} \int_{-\infty}^{\infty} |M|^2 \left[\rho_A(E) \cdot f(E) \right] \cdot \left[\rho_B(E - eV) \cdot (1 - f(E - eV)) \right] dE \quad (34)$$

Donde:

M : matriz de probabilidad de tunelamiento.

$\rho_A(E)$: densidad de estados de la región I.

$\rho_B(E_F - eV)$: densidad de estados de la región III.

$f(E)$: distribución de Fermi-Dirac.

El primer término en corchetes de la ecuación 34 representa los estados ocupados de la región I, que pasarán por efecto túnel a los estados vacíos de la región III, representados por el segundo término en corchetes. La matriz de probabilidad de tunelamiento M está relacionada con el coeficiente de transmisión (ecuación 33) por:

$$\frac{2\pi}{\hbar} |M|^2 \delta(E_{\psi_{II}} - E_{\psi_{III}}) = T \quad (35)$$

I_T representa un flujo de electrones que busca ocupar estados de menor energía. Para energías cercanas a E_F , la corriente túnel es proporcional a la suma de las probabilidades de cada electrón (ecuación 34).

$$I \sim \sum_{E_F - eV}^{E_F} T e^{-2kd} \quad (36)$$

Como podemos observar en la ecuación 36, la corriente túnel depende de la distancia d , es decir, del ancho de la barrera de potencial, al igual que la probabilidad estudiada en el efecto túnel. Por consiguiente, la corriente túnel es extremadamente sensible a los cambios del ancho de la barrera, disminuye aproximadamente un orden de magnitud cuando se incrementa el valor de d una unidad, y si la separación de los electrodos es muy grande, la corriente túnel es cero.

2.1.5 Densidad de estados

Cuando se estudia un sistema cuántico, además de determinar las funciones de onda, se requiere conocer las posibles energías del sistema para tener mayor información sobre él (Kuno, 2004). Sin embargo, es engorroso realizar el cálculo de cada posible energía y por ello se recurre a la función densidad de estados ρ , la cual contiene la información de los estados accesibles por unidad de volumen en un intervalo de energía del sistema que se quiere analizar (Chen, 2021).

En este contexto, el estado refiere a una configuración específica del electrón que depende de sus números cuánticos. Como fermión, el electrón está restringido por el principio de exclusión de Pauli: dos fermiones no pueden tener el mismo estado o los mismos números cuánticos, por ello debe haber una

variación, ya sea en la orientación del espín o en su momento magnético. Con la ecuación 37 se observa que ρ de forma general se puede expresar por medio de la variación de la densidad de los portadores de carga N en un intervalo de energía (Kuno, 2004).

$$\rho(E) = \frac{dN}{dE} \quad (37)$$

Por ejemplo, con la figura 6 y por medio de la siguiente analogía se puede analizar la densidad de estados para un conductor: el material conductor estará representado por un edificio, cada uno de sus niveles es un valor diferente de energía y los electrones son círculos negros que se ubican en habitaciones (cuadros blancos) o estados diferentes. Las habitaciones más económicas están en los primeros niveles, por ello se llenan desde los niveles de menor energía hasta E_F , el último “nivel” de energía ocupado. La densidad de estados para el ejemplo representa el número de habitaciones por nivel de energía ubicado en el edificio (Overney, 2009).

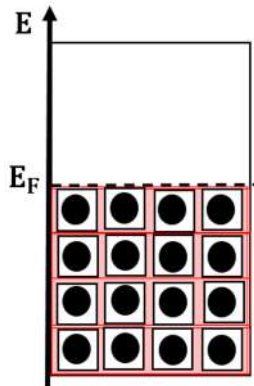


Figura 6. Densidad de estados, una analogía para un material conductor
Fuente: elaboración propia.

En el microscopio de efecto túnel, la corriente túnel representa un flujo de electrones entre punta y muestra; solo los electrones con estados en la

energía E_n presentan tunelamiento. Al hacer un barrido en el plano xy se tiene una ubicación precisa de la medida en cada punto de la muestra. Con esta premisa es posible escribir la densidad electrónica local de estados (LDOS, por sus siglas en inglés) de la muestra ρ_m en términos de la suma de las probabilidades P (ecuación 34 de los n electrones con energía E_n que cruzan la barrera de potencial y realizan tunelamiento (Galvis, 2013):

$$\rho_m(z, E_F) \sim \frac{1}{eV} \sum_{E_F - eV}^{E_F} |\psi_n(0)|^2 e^{-2kz} \quad (38)$$

Como $P(z)$ debe estar normalizada para garantizar que la probabilidad de encontrar al electrón en todo el espacio sea uno, se multiplica por un factor que le permite cumplir esta condición. La ecuación 38 hace posible escribir la corriente túnel (ecuación 36) en términos de la densidad de estados ρ_m de la siguiente forma (Chen, 2021):

$$I \sim eV \rho_m \quad (39)$$

De manera que si la corriente túnel es derivada en función del voltaje bias aplicado, se puede obtener una medida aproximada de la densidad electrónica de estados de la muestra:

$$\frac{dI}{dV} \sim \rho_m \quad (40)$$

Donde:

$\frac{dI}{dV}$: representa la conductancia túnel y con una punta metálica, con densidad de estados constante respecto a la energía.

La conductancia túnel es proporcional a la densidad de estados de la muestra (Galvis, 2013). Obtener la medida de ρ_m nos permitiría determinar las propiedades electrónicas de la muestra, como se explica en la sección

de espectroscopía, un requerimiento indispensable para la caracterización electrónica de los materiales.

2.2 Microscopio de efecto túnel

Gran parte de los avances tecnológicos en el ámbito de la nanotecnología se presentan gracias a la comprensión del mundo cuántico. Un ejemplo de ello es el microscopio de efecto túnel, inventado en 1981 por Gerd Binnig y Heinrich Rohrer (Chen, 2021). Este es un instrumento que permite identificar características estructurales y electrónicas de la superficie de un material a resolución atómica, para lo cual utiliza como principio físico el tunelamiento cuántico y el efecto piezoeléctrico, ambos fenómenos propios de la mecánica cuántica.

Previo a la invención del microscopio de efecto túnel (STM), las técnicas para el estudio de la estructura atómica superficial de un material eran limitadas. El análisis de una muestra se basaba en datos promediados obtenidos por difracción de haces de rayos X, electrones, iones u otras partículas (Universidad de Linköping, s. f.). Teniendo en cuenta que estas técnicas no proporcionan suficiente información sobre las irregularidades locales de la superficie del material, el STM estableció un nuevo hito en el mundo de la física experimental porque fue el primer instrumento que permitió ver átomos en la superficie de un material, razón por la cual a Binnig y Rohrer les otorgaron el Premio Nobel de Física en 1986.

2.2.1 Materiales piezoeléctricos

En las microscopías de sonda de barrido (STM y AFM), el uso de materiales piezoeléctricos es fundamental. Estos permiten desplazar la sonda o la muestra en las diferentes direcciones que se requieran para el proceso de escaneo. En esta sección se explicarán los conceptos físicos fundamentales de los materiales piezoeléctricos, mientras que en las secciones 3.2, 3.3 y 3.4 se ahondará en su uso para el control electrónico del parámetro de medida.

El funcionamiento de estos dispositivos se basa en el fenómeno de piezoelectricidad presente en ciertos cristales, el cual permite convertir energía mecánica en energía eléctrica y viceversa. Cuando estos materiales son sometidos a una presión mecánica se establece un voltaje. También se puede presentar el efecto inverso: al aplicar una diferencia de potencial experimentan deformaciones mecánicas (ver figura 7).

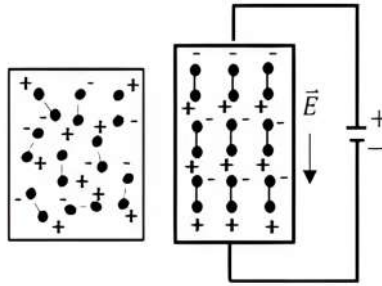


Figura 7. Material piezoelectrico elongado

Nota. (a) con dipolos orientados aleatoriamente. (b) Después de aplicar un campo eléctrico los dipolos se alinean paralelos a la dirección del campo eléctrico y el material se elonga en la misma dirección.

Fuente: elaboración propia.

El secreto de los materiales piezoelectricos radica en las propiedades de su estructura atómica, que presenta enlaces iónicos, con cargas positivas y negativas en las moléculas que constituyen su celda unidad. En general, los materiales piezoelectricos tienen estructuras cristalinas que no conservan una geometría centro-simétrica, lo cual genera el desbalance de carga en su celda unidad. Existen materiales piezoelectricos naturales, como el cuarzo –donde se descubrió el efecto piezoelectrico–, y sintéticos, como el circonato-titanato de plomo o PZT, el cual tiene una estructura tipo perovskita con fórmula química ABO_3 y actualmente es uno de los materiales sintéticos más utilizados por su alto rendimiento.

Como muestra la figura 8, en la celda unidad del compuesto tipo perovskita, el átomo tipo “A” (en el caso de PZT es un ion de plomo positivo) está en las

esquinas del cubo, el átomo tipo “B” está centrado en el cuerpo (ion de titanio o zirconio positivo) y los iones negativos de oxígeno están centrados en las caras. Sin embargo, este tipo de estructura cúbica no es estable debido al tamaño de los iones, de forma que sufre una distorsión hacia una estructura ortorrómbica o tetragonal, como se muestra en la parte (b) de la figura 8 (Johnsson & Lemmens, 2007). Con esta distorsión, el centro de la carga neta positiva y negativa no coincide, lo cual genera un dipolo eléctrico en cada celda unidad; este es el origen de la piezoelectricidad.

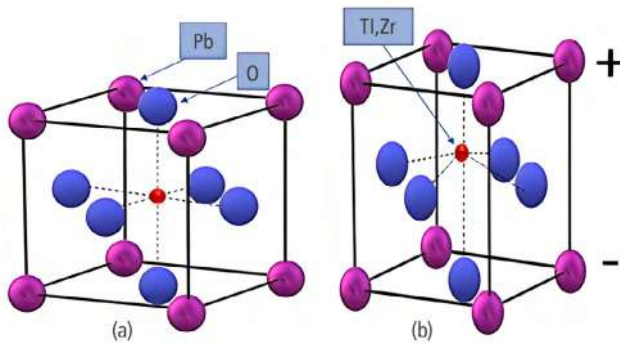


Figura 8. Estructura cristalina del material piezoeléctrico PZT

Nota. (a) Indica su estructura sin ninguna perturbación.

(b) Se ilustra la polarización eléctrica en su celda unitaria al aplicar una deformación en el material.

Fuente: elaboración propia.

La mayoría de perovskitas forman materiales policristalinos, con dominios de entre 10-100 nm, lo cual genera dominios para los dipolos eléctricos. La dirección de estos dominios dipolares está orientada de forma aleatoria, haciendo que los campos eléctricos de los dominios se cancelen y el material global no presente momento neto. Para alinear los dominios de un piezoeléctrico es necesario emplear técnicas de activación eléctrica, similar a las usadas en un material ferromagnético para magnetizarlo de forma permanente a través de campos magnéticos externos. Una vez activado el piezo, existe una temperatura límite (temperatura de Curie) sobre la cual el material pierde su polarización eléctrica debido a las fluctuaciones térmicas.

La piezoelectricidad es el acoplamiento lineal del comportamiento eléctrico y mecánico de un material. Considerando el comportamiento eléctrico del material piezoeléctrico, de acuerdo con las ecuaciones de Maxwell, se tiene que $D = \epsilon E$, donde D es la inducción eléctrica, ϵ la permitividad y E el campo eléctrico. Teniendo en cuenta el comportamiento mecánico, se tiene con la ley de Hooke que $S = sT$, donde S es el tensor de tensión, s el tensor de elasticidad y T el tensor de estrés. La piezoelectricidad puede ser descrita como una combinación lineal de estas características, por medio de:

$$\begin{aligned} [S] &= [s^E][T] + [d^T][E] \\ [D] &= [d][T] + [\epsilon^T][E] \end{aligned} \quad (41)$$

Donde:

$[d]$: matriz de respuesta piezoeléctrica.

$[d^T]$: traspuesta, que es la matriz de respuesta inversa.

$[d]$: está directamente relacionada a la polarización generada por unidad de tensión aplicada al material piezoeléctrico, o de forma inversa a la tensión mecánica generada por unidad de campo eléctrico aplicado. Uno de los elementos de esta matriz que es más representativo para un piezoeléctrico es el coeficiente d_{33} , pues cuantifica el volumen de cambio cuando el material se somete a un campo eléctrico en la dirección de polarización del material, o viceversa. Este coeficiente puede ser expresado como:

$$d_{33} = \left(\frac{\partial D_3}{\partial T_3} \right)^E = \left(\frac{\partial S_3}{\partial E_3} \right)^T \quad (42)$$

Las unidades de d_{33} son C/N o m/V. De forma similar, d_{31} representa el cambio de volumen cuando el material se somete a un campo eléctrico en la dirección paralela a la de polarización. Cuanto mayor sea d , mayor será la respuesta piezoeléctrica del material. Los materiales piezoeléctricos son los que proveen el posicionamiento exacto en todos los tipos de microscopías de sonda de

barrido (SPM), tanto para la microscopía túnel como para la de fuerza atómica. El material piezoeléctrico en los SPM permite movimientos de la sonda o la muestra con precisión nanométrica, a través de los voltajes que se le aplican. Es decir, permite tener un control preciso de la distancia sonda-muestra y generar un escáner controlado respecto a un parámetro de control. Como se explicará en la siguiente sección, para el caso de la microscopía túnel, el material piezoeléctrico más usado son los piezotubos, que, como su nombre lo indica, es un piezoeléctrico en forma tubular.

2.2.2 ¿Cómo funciona un STM?

El STM nació gracias a la combinación de dos hallazgos tecnológicos de los años 70, el topografiner (Young *et al.*, 1972), y los experimentos de tunelamiento cuántico hechos por Teague (1986). El topografiner es un dispositivo que usa el efecto piezoeléctrico y la emisión de campo eléctrico de una corriente inducida en la muestra para escanear su superficie. Por su parte, los experimentos de Teague (1986) demostraron la existencia de corrientes eléctricas a través de efecto túnel entre dos electrodos de oro separados y en vacío. Basándose en estas técnicas, Binnig y Rohrer construyeron el STM en los laboratorios de investigación de IBM en Zúrich.

La pieza principal del STM es una punta conductora unida a un dispositivo piezoeléctrico llamado piezotubo, el cual puede deformarse en las tres dimensiones espaciales (x , y , z) cuando se le aplica un voltaje (figura 9). Esta pieza, que constituye la sonda de barrido del STM, está fabricado de un material piezoeléctrico de forma cilíndrica y contiene cuatro electrodos externos ($+x$, $-x$, $+y$, $-y$) para el desplazamiento en el plano xy , y un electrodo interno designado para el desplazamiento en el eje z .

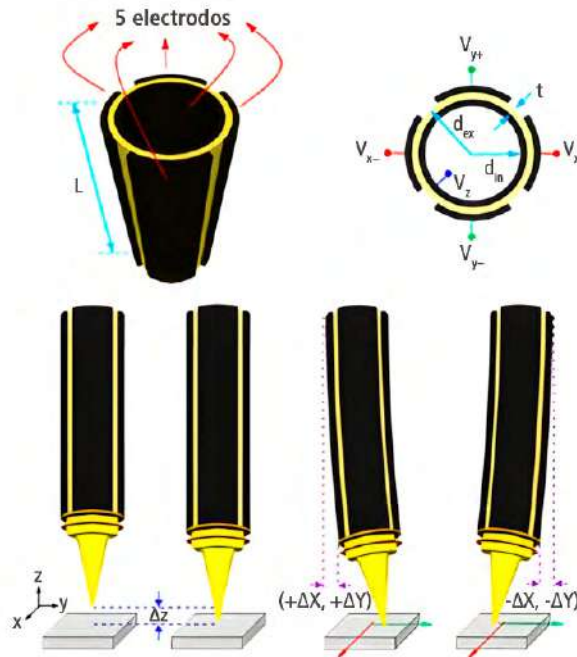


Figura 9. Electrodo del piezotubo que generan los desplazamientos necesarios en el STM

Nota. El piezotubo tiene la capacidad de contraerse, estirarse y barrer en el plano, según los voltajes aplicados en sus electrodos.

Fuente: elaboración propia.

Los voltajes positivos generan una elongación en el dispositivo y los voltajes negativos lo contraen. En este sentido, el desplazamiento en el plano xy se obtiene al aplicar un voltaje positivo en el electrodo $+x$ y uno negativo del mismo valor en el electrodo $-x$, y de igual forma para la dirección y . Las deflexiones en cada dirección están definidas por las siguientes ecuaciones (PiezoDrive, s. f.):

$$\Delta z = \frac{d_{31}L}{(D_E - D_1)} \quad (43)$$

$$\Delta x = \Delta y = \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2}{\pi D_E(D_E - D_I)}V \quad (44)$$

Donde:

d_{31} : una constante dada por el fabricante.

V : el voltaje aplicado.

D_I y D_E : son los diámetros interno y externo, respectivamente.

De esta forma, la punta puede hacer un barrido sobre la superficie de la muestra y seguir su altura o profundidad al controlar su electrodo interno, como muestra la parte b de la figura 9.

Al aplicar un voltaje bias entre la punta y la muestra, como se observa en la figura 10, y acercando la punta lo suficiente ($5-10 \text{ \AA}$) sin tocar la muestra, se puede censar una corriente túnel entre punta y muestra que tiene un origen netamente cuántico. Como se describió en la sección anterior, esta corriente se establece por medio del efecto túnel de los portadores de carga y depende principalmente de la separación entre punta y muestra. Las variaciones de esta corriente túnel almacenadas durante el barrido de la muestra se utilizan para adquirir imágenes con información de la superficie, y dependiendo del modo de medida empleado para obtener estas imágenes, se encontrarán propiedades estructurales o electrónicas en dicho material. Las muestras que se van a analizar deben tener una naturaleza conductora, es decir, pueden ser un material superconductor, conductor o semiconductor para que se pueda establecer dicha corriente túnel. El funcionamiento del STM no se limita solo a condiciones de vacío, sino que también se puede usar en otros ambientes, como aire, líquido o gas.

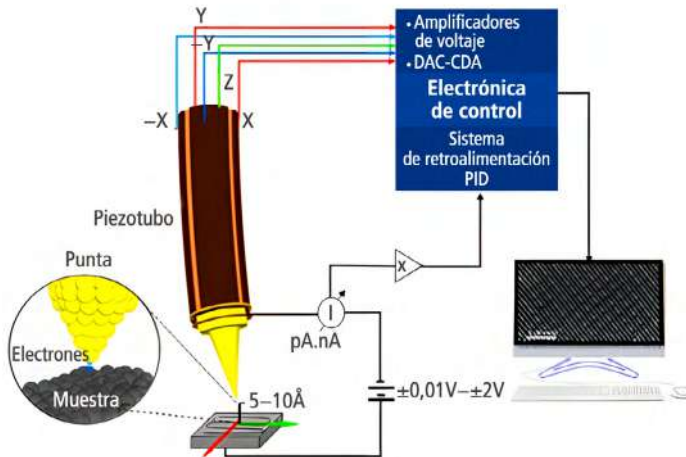


Figura 10. Representación esquemática del sistema STM

Fuente: elaboración propia.

Para utilizar el microscopio de efecto túnel se requiere una electrónica de control que suministre, controle y registre cada una de las señales necesarias para su funcionamiento (los detalles de este tipo de electrónica se verán en el capítulo 4). Los aspectos generales de esta electrónica se encuentran en la figura 10, donde el recuadro “Electrónica de control” contiene amplificadores de voltaje designados para el dispositivo piezoeléctrico que se va a utilizar. Adicionalmente, para cada señal enviada o recibida por la unidad de control se requieren convertidores digital-análogo (DAC) y análogo-digital (CDA). Durante el escaneo en la muestra la señal de corriente túnel es medida y debe ser amplificada, debido a que presenta una magnitud en el orden de los $pA - nA$. Finalmente, la corriente es convertida a voltaje para ingresar a la unidad de control y su lectura es continua gracias a un sistema de retroalimentación ubicado en el controlador proporcional e integral (PI) (Chen, 2021). El uso de este control en el STM será ampliado en la sección de *Modo de medida de topografía*.

2.3 Tipos de mediciones

2.3.1 Topografía

Para generar una imagen topográfica de la muestra existen dos modos de medida: modo corriente constante y modo distancia constante. El primero consiste en controlar las deformaciones del dispositivo piezoeléctrico designado al eje z para censar el mismo valor de corriente túnel durante el barrido en el plano xy de la muestra. Para mantener el valor de corriente túnel constante, el piezoeléctrico debe alejar o acercar la punta a la superficie, según la topografía de la muestra durante el barrido. Para aplicar el voltaje necesario en el piezoeléctrico que permita mantener la corriente constante, se utiliza un sistema de control proporcional e integral (PI), el cual requiere un valor de referencia de corriente túnel dado por el usuario (valor de *setpoint*) y este se compara con el valor medido para generar una retroalimentación al sistema PI y mantener el valor de *setpoint*. Con una realimentación continua de los datos de entrada y salida se garantiza un valor de corriente constante durante todo el proceso.

En el barrido del plano xy sobre la muestra se selecciona el tamaño por escanear y se genera una matriz $n \times m$ que determina el número de píxeles de la imagen y su resolución. El control electrónico aplica una secuencia de voltajes sobre los electrodos xy del piezotubo para que realice el escaneo sobre la matriz $n \times m$, registrando el valor del voltaje en el electrodo Z del piezotubo para cada punto de la matriz. Posteriormente se representa en términos de distancia según las ecuaciones 43 y 44 para crear la imagen de topografía de la superficie de la muestra. Cabe aclarar que para obtener una imagen a resolución atómica, como la presentada en la figura 11, se requiere una punta atómicamente afilada que permita tener un solo canal de transmisión de la corriente túnel.

El segundo modo de medida consiste en hacer barridos en la muestra a distancia constante. Para ello se registran los cambios de corriente túnel en

cada punto de la muestra, manteniendo como *setpoint* el voltaje aplicado al electrodo Z del piezotubo. Dependiendo de la superficie del material y de la densidad electrónica, se detectan cambios en la corriente túnel que finalmente representan la topografía del material (ecuación 36). Este proceso a escalas de unos nanómetros provee gran resolución; sin embargo, a escalas de barrido muy grandes implica la posibilidad de estrellar la punta contra cambios abruptos en la superficie del material, lo que implica el deterioro tanto de la punta como de la muestra.

Uno de los usos más frecuentes del STM es la visualización de los átomos en la superficie de un material. La figura 11 muestra una imagen topográfica de una monocapa de diseleniuro de tántalo ($TaSe_2$) a resolución atómica obtenida en el modo corriente constante, en la cual se puede observar el ordenamiento hexagonal de los átomos de Se sobre la superficie del material. Cabe aclarar que la escala de colores indica los cambios en altura de la imagen.

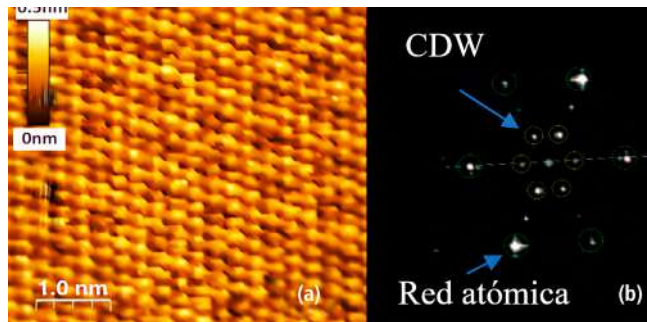


Figura 11. Imagen de topografía en una monocapa de $TaSe_2$.
Nota. (a) Imagen tomada con un STM a 150 mK. (b) Transformada de Fourier de la imagen (a) donde se observan los picos de Bragg provenientes de la onda de densidad de carga (CDW).

Fuente: Galvis (2013).

Uno de los recursos en el análisis de imagen con resolución atómica es la transformada de Fourier (FFT) (figura 11, parte b), la cual genera una imagen en el espacio recíproco que ofrece información de la celda unitaria de esta

estructura cristalina. Además, en este caso también se detecta el fenómeno denominado *onda de densidad de carga* (CDW, por sus siglas en inglés), el cual se manifiesta como una modulación adicional en el contraste de los átomos. La CDW es un fenómeno de origen cuántico —que aún no ha sido completamente explicado— en el cual los portadores de carga se acumulan en diferentes posiciones de la red cristalina del material. Cuando esta acumulación de carga toma valores enteros de la celda unidad en el espacio recíproco, se denomina *CDW conmensurada a la red cristalina*, en caso contrario hablamos de una *CDW inconmensurada*. Puesto que la corriente túnel es proporcional a la densidad de carga, el STM es capaz de detectar estos cambios en la superficie del material.

Visualizar los átomos fue el sueño de físicos y químicos durante casi dos siglos, de manera que el STM no solo permitió hacer este sueño realidad, sino que además permitió estudiar su estructura interna. La mecánica cuántica nos permitió entender la estructura del átomo como un núcleo de carga positiva rodeado por partículas elementales de carga negativa, el electrón, cuya posición no está exactamente definida y depende de la onda estacionaria que forma en torno al núcleo. Cada uno de estos electrones tiene un nivel de energía bien definido, el cual depende de sus números cuánticos (n , l , m). Cada átomo presenta una distribución de probabilidad electrónica que le da forma a sus orbitales, dependiendo de la solución de la ecuación de Schrödinger (ecuación 4) en cada caso. La figura 12 muestra la forma de la distribución electrónica del átomo de hidrógeno para tres valores de energía, correspondientes a orbitales tipo s, p, d y f que clasifican la estructura electrónica del átomo.

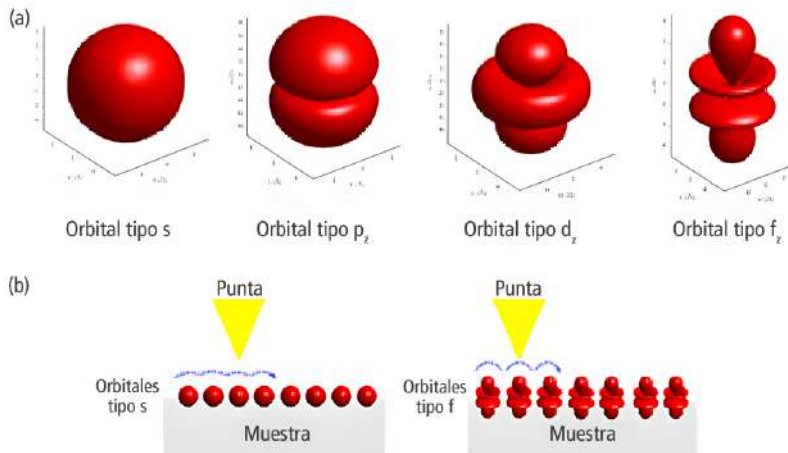


Figura 12. Orbitales atómicos tipo s, p, d y f

Fuente: elaboración propia.

Cuando la punta del STM está atómicamente afilada, y se consigue que la corriente túnel sea censada por solo uno o un par de átomos al final de la punta, los límites de la resolución espacial quedan determinados por la estructura electrónica de los átomos de la superficie de la muestra. Si la corriente túnel proviene de orbitales atómicos redondos, como los tipo s de la figura 12b, los cambios al escanear producen cambios pequeños sobre la corriente, de manera que se producen imágenes de menor contraste e incluso, en muchos casos, sin la resolución suficiente para distinguir los átomos. Cuando la corriente está muy localizada, como en los orbitales tipo d o f de la figura 12b; la corriente proviene de orbitales individuales, de forma que se alcanza una resolución espacial lateral por debajo de los ángstrom, con una imagen de alta resolución con átomos bien definidos.

Las características de los orbitales atómicos de la punta también tienen un papel importante en la resolución atómica. Puntas hechas de materiales con orbitales d o f proporcionarán mejor resolución. Por ejemplo, el tungsteno (W) forma fácilmente clústeres de átomos con estados localizados con orbitales tipo d_z^2 , por lo cual suele ser uno de los materiales más comunes para fabricar

puntas de STM. La corriente túnel es el resultado de la interacción de los orbitales de la punta y la muestra, por lo cual la escogencia de la punta adecuada es fundamental para obtener imágenes de alta resolución.

2.3.2 Espectroscopía

La espectroscopía como modo de medida del STM refiere al estudio de la densidad local electrónica de estados (LDOS, por sus siglas en inglés) en función de la energía (Moreno, 2011). De acuerdo con la ecuación (40), la derivada de la corriente en función del voltaje bias es proporcional a la densidad de estados. Al hacer un barrido en la muestra es posible estudiar sus propiedades electrónicas, incluso con resolución molecular y atómica (Chen, 2021). Esta técnica es conocida como STS (*scanning tunneling spectroscopy*), la cual puede establecer información de las propiedades electrónicas en cada punto de la muestra a través de curvas dI/dV en función de la energía o el voltaje.

La medición consiste en ubicar la punta a una distancia constante de la muestra, apagando el control PI para evitar retroalimentación mientras se toman las medidas. El voltaje (energía) varía desde valores negativos a valores positivos midiendo la corriente túnel. El desarrollo anterior permite construir curvas I versus V (figura 13 a y b), cuya pendiente dI/dV contiene la información espectroscópica. Esta curva puede ser adquirida ya sea por diferenciación numérica directa o mediante un amplificador *lock-in* con la técnica de detección sensible a la fase (PSD, por sus siglas en inglés). Esta última técnica mide de forma directa dI/dV y mejora considerablemente la relación ruido-síñal, puesto que evita la amplificación de señales ruidosas al realizar la derivada de la señal. Los valores dI/dV son normalizados y graficados en función de la energía como en las figura 13 c y d. Estas curvas permiten determinar las características electrónicas del material al tener como referente la energía de Fermi ($E=0$).

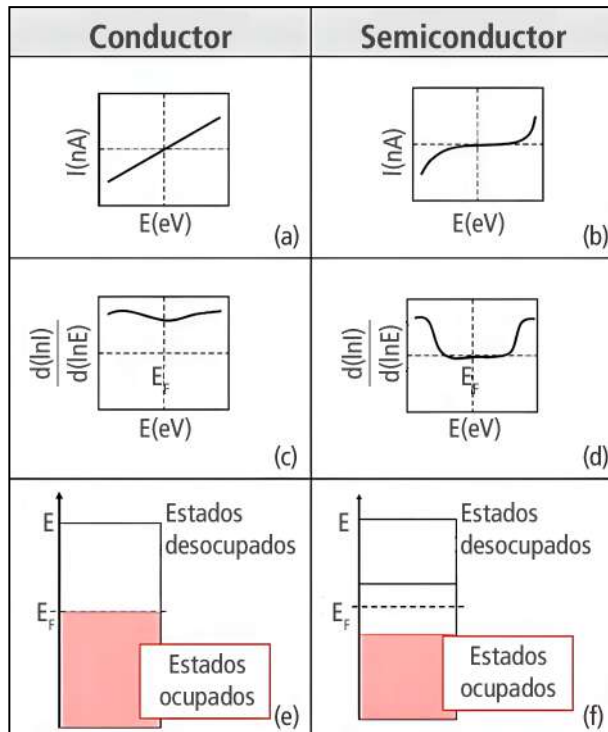


Figura 13. Análisis de mediciones STS

Nota. La columna 1 muestra las mediciones en un material conductor y la 2 para un semiconductor. (a) y (b) presentan curvas de corriente túnel en función de la energía; (c) y (d) curvas de conductancia, y (e) y (f) la estructura electrónica de cada material.

Fuente: Overney (2009).

En la figura 13 se presenta un ejemplo cualitativo de medidas para un material conductor y un semiconductor. Al comparar las curvas de conductancia (figura 13 c y d) con su estructura electrónica conocida (figura 13 e y f) vemos que las curvas de conductancia permiten identificar el tipo de material. Por ejemplo, en la figura 13 d, se evidencia el típico *gap* en un semiconductor, su banda de valencia y de conducción, es decir, se tiene acceso tanto a los estados ocupados como a los estados desocupados de la muestra (Chen, 2021).

Las mediciones anteriores son realizadas en un solo punto de la muestra, sin embargo, también se puede realizar un mapeo de sus propiedades electrónicas, desarrollando el mismo procedimiento para cada pixel del plano xy de la muestra. Para construir una imagen de espectroscopia, es decir, un mapa de la densidad de estados, se usa el valor de conductancia (dI/dV) en cada pixel de la imagen para un valor constante de energía. En la figura 14 se muestra un ejemplo de espectroscopia túnel, la cual se obtiene de un material superconductor tipo 2 que presenta vórtices superconductores en presencia de un campo magnético externo. Observe que el vórtice exhibe variaciones en la conductancia σ , desde su centro con un valor máximo (negro) a un valor mínimo (blanco). El mapa de conductancia se construyó a la energía de Fermi ($E=0$), donde se ve cómo el campo magnético destruye el *gap* superconductor en el interior del vórtice, adquiriendo propiedades del estado metálico del material, como indican las curvas de conductancia túnel.

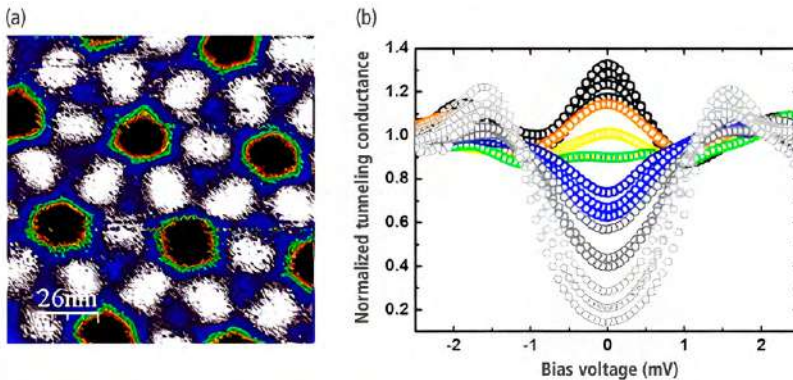


Figura 14. Ejemplo de espectroscopia túnel

Nota. (a) Mapa de espectroscopia en una red de vórtices superconductor en 2H-NbSe2 construida a la energía de Fermi ($E=0$) con variaciones de la conductancia desde un valor mínimo (blanco) y a un máximo (negro). (b) Curvas de conductancia túnel normalizada (dI/dV) a lo largo de un vórtice del mapa de conductancia. La escala de color de las curvas coincide con la escala de color del mapa de conductancia.

Fuente: elaboración propia.

Cabe mencionar que las mediciones de STS se pueden realizar de forma simultánea a las medidas de imagen topográfica; sin embargo, debido a la gran cantidad de datos, este proceso puede tomar largos periodos.

2.4 Modificaciones del STM

A continuación, se presentan algunas modificaciones o adaptaciones que se pueden realizar al STM para diferentes aplicaciones.

2.4.1 Manipulación atómica

En 1990, Donald Eigler y Erhard Schweizer, investigadores de IBM, consiguieron manipular átomos de xenón (Xe) en una superficie de níquel (Ni) para construir las letras de IBM (figura 15). Este hecho, hito de la nanotecnología, abrió la posibilidad de fabricar nanodispositivos o incluso ensamblar nuevos materiales átomo por átomo. En la actualidad este método no solo se utiliza con átomos, sino que también se emplea en manipulación de moléculas, y se puede realizar por dos modos básicos de transporte: por manipulación lateral o manipulación vertical (Yu *et al.*, 2009).

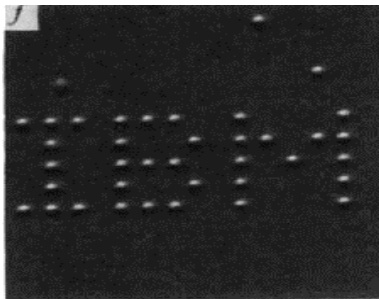


Figura 15. Patrón de IBM a resolución atómica elaborado con átomos de Xe en una superficie de Ni. Cada letra tiene un tamaño aproximado de 50 Å.

Fuente: Eigler y Schweizer (1990).

La punta del STM siempre ejerce fuerzas sobre los átomos de la superficie del material que mide. Estas fuerzas son una combinación de fuerzas de Van Der Waals y electrostáticas, similar a lo que ocurre en la punta de un AFM (véase sección 4.3). A través del ajuste de la posición y el voltaje de la punta, es posible modificar la dirección y magnitud de estas fuerzas. El modo empleado para realizar la imagen de la figura 15 fue la manipulación lateral, que consiste en mover los átomos sin dejar que pierda contacto con la superficie, para lo cual se aprovechan las fuerzas que actúan en la interacción punta-átomo (Eigler & Schweizer, 1990). Inicialmente se ubica la punta por debajo de una altura umbral, de manera que la fuerza de atracción es suficiente para que la punta traslade la partícula al sitio deseado. Solo de forma ilustrativa, se puede pensar que la punta es un imán atrayendo una puntilla que representa dicho átomo. Reducir la distancia o el ancho de la barrera de potencial entre la punta y la muestra, según la ecuación 36, solo implica aumentar la corriente túnel e indirectamente reducir la resistencia túnel (Meyer *et al.*, 1998). En el proceso de una imagen topográfica se presentan aproximadamente $50\text{M}\Omega$; sin embargo, en el modo de manipulación se requiere un rango de $0,1\text{M}\Omega - 1\text{M}\Omega$ para una ejecución adecuada (Meyer *et al.*, 1998).

En la manipulación vertical, la punta se acerca lo suficiente al átomo para “recogerlo” gracias a las fuerzas de interacción atómicas, luego de lo cual se libera en la ubicación deseada. La figura 16 ilustra el proceso entre punta y átomo para conseguir manipularlo. Una vez el átomo que se desea mover es ubicado por medio de las imágenes topográficas descritas anteriormente, se pone la punta directamente sobre el átomo (posición a en la figura 16). Entonces, debido a que la interacción entre punta y átomo se incrementa, la distancia entre estos (posición b) disminuye y aumenta la corriente túnel a un valor mayor, en el rango de unos $1 - 6 \times 10^{-8} \text{ \AA}$. En este momento se mueve lentamente la punta, con el sistema de realimentación PI encendido hacia el nuevo destino (c) a una velocidad de algunos ángstrom por segundo, hasta llegar a la posición deseada (d). En esa ubicación, la punta se retracta (e), con lo cual la corriente túnel disminuye y, por consiguiente, aumenta rápidamente la distancia entre punta y muestra. Este proceso final reduce drásticamente

la interacción entre punta y átomo, de manera que este último queda en la nueva posición.

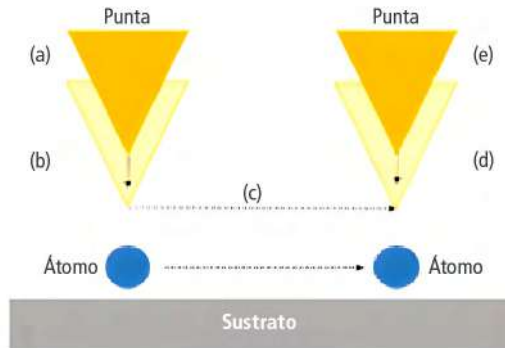


Figura 16. Ilustración del proceso de manipulación atómica por medio del STM

Fuente: elaboración propia.

2.4.2 Microscopía térmica de barrido

Con el fin de realizar medidas topográficas en materiales aislantes y de caracterizar propiedades térmicas en diferentes materiales, se puede modificar el modo de medida o la estructura física del STM para desarrollar la técnica de microscopía térmica de barrido (SThM, por sus siglas en inglés, *scanning thermal microscopy*) (Gomès & Assy, 2017). Existen distintas configuraciones para desarrollar esta técnica con un STM dependiendo de los objetivos que se planteen.

Para realizar una medida de termopotencia con esta técnica, como muestra la figura 17, se debe usar una termocupla o sensor de temperatura, tanto en la sonda de barrido como en la zona de la muestra, y un dispositivo que permite establecer una diferencia de temperatura (ΔT) entre estos, por ejemplo, un calentador resistivo en alguno de los dos. Para tener medidas confiables es importante tener control de ultra alto vacío en la zona del STM, con el fin de evitar pérdidas térmicas en el ambiente. Por medio del flujo de calor en la interacción punta-muestra es posible censar efectos térmicos asociados a características electrónicas del material.

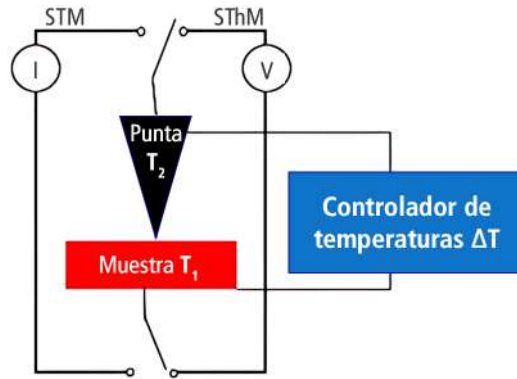


Figura 17. Representación esquemática de la modificación de un STM para incorporar la microscopía térmica de barrido
Fuente: elaboración propia.

Para estudiar las propiedades térmicas por medio de un STM se utilizan dos modos: 1) con la corriente túnel generada por termovoltajes, la cual es directamente proporcional a la densidad de estados, o 2) por medio de nanocontactos entre punta y muestra, donde el voltaje (V) generado es directamente proporcional a la termopotencia (S) del material, $V(x,y) = S(x,y) \Delta T$. En este último caso, el control PID del sistema se apaga para permitir el contacto físico. Por ejemplo, para una punta de tungsteno y una muestra de oro es posible medir una termopotencia (Gomès & Assy, 2017) de $3 \frac{\mu V}{K}$ con una resolución espacial de 1 nm, medidas realizadas gracias a la significativa transferencia de calor que se puede presentar a distancias menores 10 nm (Müller-Hirsch, 1999).

En cada configuración de microscopía térmica de barrido se implementa una rectificación de la señal para garantizar medidas confiables, debido a las posibles contribuciones térmicas asociadas al medio, consideradas como ruido en el sistema. Es importante resaltar que el SThM es una gran herramienta para el estudio térmico local de nanodispositivos electrónicos. Sin embargo, teniendo en cuenta las pérdidas de energía que se presentan en forma de calor, existe una continua búsqueda para mejorar la eficiencia en dichos dispositivos.

2.5 El STM de la Universidad Central de Colombia

Es grato poder abordar la divulgación del proyecto de microscopía de efecto túnel de la Universidad Central, el cual consiste en la construcción del primer STM para la investigación en Colombia. En esta sección se abordará de forma general las etapas básicas de construcción del montaje experimental de microscopía túnel, mientras que los detalles técnicos y los principales resultados serán publicados en una revista especializada.

Este proyecto se gestó en el año 2015 por medio del Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes (NBIC) de la Universidad Central, al cual se han vinculado activamente diferentes órganos de la institución. Entre ellos cabe destacar a la Unidad de Desarrollo, Innovación y Transferencia (DIT) de la Universidad Central, liderada por el ingeniero Javier Casas, coautor de este libro, e investigadores pertenecientes al Clúster con la dirección del investigador principal, el Dr. José Augusto Galvis, coordinador del Clúster y también coautor de este libro. En busca de la excelencia y de impulsar significativamente los avances del proyecto, se vinculó en el año 2017 al primer investigador posdoctoral de la Universidad Central, Dr. Edwin Herrera Vasco, financiado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología de Colombia.

El diseño, construcción y puesta a punto del cabezal del STM fue el primer paso en la elaboración del sistema experimental de microscopía túnel. La figura 18 muestra las partes principales del cabezal del microscopio de efecto túnel, construido en su totalidad en titanio de alta pureza en los laboratorios de Ingeniería Mecánica de la Universidad Central.

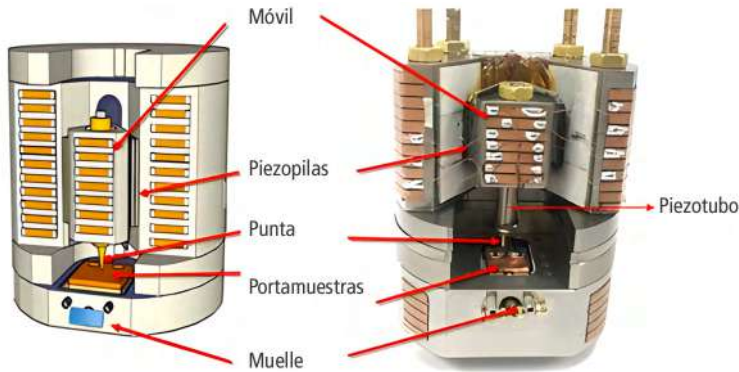


Figura 18. Microscopio de efecto túnel de la Universidad Central
Fuente: elaboración propia.

El cabezal del STM tiene un móvil para movimientos gruesos en el eje z, lo cual permite ubicar la punta en las cercanías de la muestra gracias a un dispositivo piezoeléctrico basado en piezopilas, y un piezotubo para movimientos finos de la punta en las tres dimensiones, necesario para el barrido en la muestra; ambos piezoeléctricos son fabricados en zirconato titanato de plomo (PZT) tipo I (PZT-4). Finalmente, también tiene un porta muestras que permite desplazamientos horizontales para estudiar diferentes zonas de la muestra. El cabezal del STM se fabricó con base en los diseños desarrollados por el Laboratorio de Bajas Temperaturas de la Universidad Autónoma de Madrid, liderado por el profesor Hermann Suderow, cuyo apoyo incondicional fue fundamental en todas las etapas de este proyecto (Suderow *et al.*, 2011; Galvis *et al.*, 2015).

En la figura 19 se observa el sistema STM en la primera fase, que permitió realizar las primeras medidas de corriente túnel. La parte (a) de la figura 19 muestra el cabezal del STM (1) conectado a la electrónica de control (2) y el femtoamperímetro (3), fabricados en los laboratorios de la unidad DIT. Seguidamente, en la sección (b) de la figura 19 se observa el primer diseño del contenedor del STM, el cual permite hacer las conexiones entre el cabezal y la electrónica. Este dispositivo se ubica en un sistema de amortiguamiento de vibraciones mecánicas anclado al techo del laboratorio (figura 19 c).

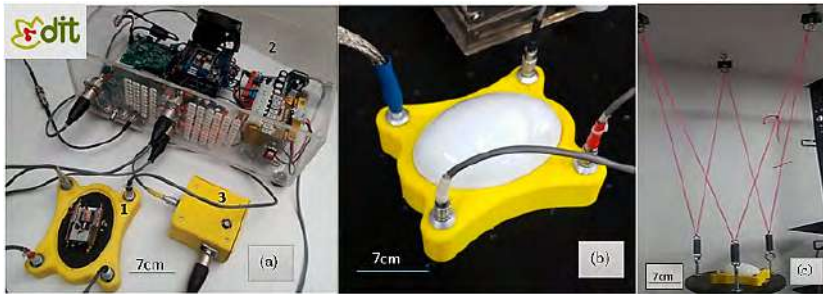


Figura 19. Sistema túnel en la primera fase del proyecto
 Nota. (a) Cabezal del STM. (b) Primer diseño del contenedor del STM. (c) Sistema de amortiguamiento del contenedor.
 Fuente: elaboración propia.

En una segunda etapa de fabricación, como se muestra en la figura 20, se rediseñó el contenedor del cabezal del STM (a) para adaptarlo al interior de una cámara de ultra alto vacío (d), fabricada en acero inoxidable por la DIT. La cámara de vacío está conectada con una estación de bombeo T-Station 85 Edwards (Edwards, s. f.), la cual consta de una bomba turbomolecular y una bomba auxiliar, con un medidor de UHD Edwards. La estación de bombeo tiene una capacidad base de 10^{-9} mb a la salida de la bomba. Este sistema de bombeo permite hacer medidas en alto vacío y atmósfera controlada, de manera que permite evitar efectos de oxidación sobre la muestra y mayor control sobre las vibraciones mecánicas del entorno. De forma adicional, se adquirió un amplificador Lock-In modelo SR830 DSP (c), que permitirá tomar medidas de espectroscopía túnel midiendo de forma directa la conductancia túnel (Peña, 2021).



Figura 20. Sistema de microscopía de túnel de la Universidad Central
Nota. (A) Cabezal del STM con sistema de amortiguamiento pasivo,
electrónica de control de fabricación nacional (B), amplificador
Lock-In (C) y sistema de alto vacío (D) con estación turbomolecular.
Fuente: elaboración propia.

Como resultado de la segunda etapa de fabricación, que permite tener un entorno de alto vacío, se presenta un ejemplo de imágenes topográficas realizadas en diferentes secciones de una muestra de $TaSe_2$ a 10^{-5} mbar (figura 21), en la cual se midieron diferentes perfiles en la superficie de la muestra y se identificaron escalones atómicos con una altura promedio de $1,2 \pm 0,6$ nm.

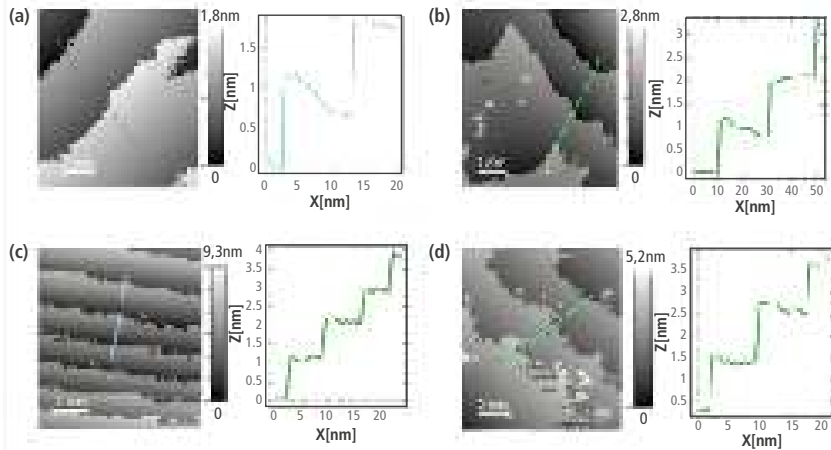


Figura 21. Imágenes topográficas del $TaSe_2$ en condiciones de temperatura ambiente y presión de 10^{-4} ambar obtenidas por el STM de la Universidad Central

Nota. En las imágenes se pueden identificar la presencia de escalones atómicos propios del material. Las imágenes (a) y (b) se obtuvieron para una resolución de 128 píxeles, mientras que las imágenes (c) y (d) para 64 píxeles.

Fuente: elaboración propia.

Como parte del proyecto “Termoelectricidad en materiales de baja dimensionalidad: relación entre las propiedades electrónicas y termoeléctricas a nivel nanoscópico”, financiado por el Ministerio de Ciencia y Tecnología de Colombia (proyecto n.º 122585271058), se incorporará el modo de microscopía térmica de barrido, como se explicó en la anterior sección. En el marco de esta investigación, se adquirirá una cámara de guantes de control atmosférico para preparar las muestras y nuevos equipos, como controlador de temperatura, preamplificador de voltaje y sensor de temperatura láser para operar a alto vacío.

Finalmente, es importante enfatizar que un instrumento de este tipo permitirá extender los horizontes de la investigación en Colombia, fomentar la vinculación e intercambio de conocimiento entre grupos de investigación nacionales e internacionales, e impulsar la investigación en el área de nanotecnología y ciencia de materiales. Como se mencionó, los detalles del sistema de microscopía de efecto túnel se publicarán en una revista especializada.

3. Control y electrónica del microscopio de efecto túnel

En el desarrollo de un microscopio de efecto túnel, el control desempeña un papel vital para el funcionamiento básico del instrumento, dado que el requerimiento principal es la habilidad de controlar el nanoposicionamiento de la punta del microscopio para encontrar y mantener una corriente de efecto túnel.

Como se explicó en los capítulos anteriores, se evidencia la presencia de elementos piezoeléctricos en la construcción de microscopios de sonda de barrido, en especial, su uso como actuadores para el movimiento de elementos vitales en el funcionamiento de dichos microscopios. Los actuadores piezoeléctricos (PEA, por sus siglas en inglés) se han utilizado ampliamente en aplicaciones de micro y nanoposicionamiento debido a su resolución fina, respuestas rápidas y grandes fuerzas de actuación. Sin embargo, la existencia de no linealidades, como la histéresis, dificulta el modelado y el control de los PEA.

En este capítulo se resumen algunos métodos para modelar los PEA, incluyendo dinámicas de vibración, histéresis y arrastre, así como sus características y problemáticas. Respecto al control de los PEA aplicados al posicionamiento, se presenta una revisión de varios esquemas de control basados en los modelos presentados y sus limitaciones. También se discuten los desafíos asociados con el control a estas escalas. Finalmente, se presenta la arquitectura general propuesta para desarrollar la electrónica del microscopio de efecto túnel implementado por la DIT de la Universidad Central.

3.1 Principio de funcionamiento de control para microscopía de efecto túnel

De acuerdo con lo mencionado en la sección 2.2, el control en microscopía de efecto túnel es usado principalmente para realizar mediciones tipo topografía a corriente constante, en la cual se establece una corriente fija o *setpoint* que

se desea mantener a través de un recorrido de la punta del instrumento en los ejes x , y sobre la muestra en estudio. El control para este tipo de aplicación se hace principalmente en el movimiento del eje z de la punta, donde un actuador opera mediante las señales de control que recibe, de manera que la corriente de efecto túnel que está adquiriendo el dispositivo se mantenga constante en el tiempo independiente de la posición x , y en que se encuentre la punta.

El actuador mencionado debe estar en la capacidad de convertir señales eléctricas de control en movimientos controlados a escalas muy pequeñas, razón por la cual se emplean PEA en este tipo de sistemas de nanoposición. De acuerdo con lo presentado en la sección 2.2.1, los materiales piezoeléctricos tienen propiedades que permiten la deformación mecánica de su estructura a partir de la aplicación de una diferencia de potencial y de manera análoga, a partir de una deformación generar un movimiento de electrones. Para el acercamiento de la punta del microscopio a la muestra y su movimiento en los ejes x , y , se emplea generalmente la deformación de un piezotubo (ver sección 3.2.4 para más detalles).

Con la estructura genérica descrita, en la sección 3.4 se presentan de forma general los tipos de control más usados en esta clase de aplicaciones, además se describen los métodos comunes, como el control en lazo abierto y cerrado, entre otros.

3.2 Tipos de actuadores piezoeléctricos

Para diseñar sistemas de control es importante considerar las características de los actuadores que se van a utilizar, como su tipo de accionamiento, dimensiones, velocidad, entre otros aspectos. Dada su aplicación en sistemas de nanoposicionamiento, los actuadores piezoeléctricos se pueden clasificar de acuerdo con el tipo o modo de desplazamiento que pueden generar: longitudinal, transversal, diagonal, tubular (axial, radial, lateral) y curvo (PI Ceramic GmbH, s. f.).

3.2.1 Longitudinal

En los actuadores piezoeléctricos de desplazamiento longitudinal, el campo eléctrico en la capa de cerámica se aplica en paralelo a la dirección de polarización, de manera que se induce una deformación o desplazamiento en esa misma dirección (figura 22). Las capas individuales dan desplazamientos relativamente pequeños, por lo cual, para lograr valores de desplazamiento significativos y dependientes de la aplicación que se va a implementar, se construyen actuadores apilados o tipo pila, en los cuales muchas capas individuales están conectadas mecánicamente en serie y eléctricamente conectadas en paralelo.

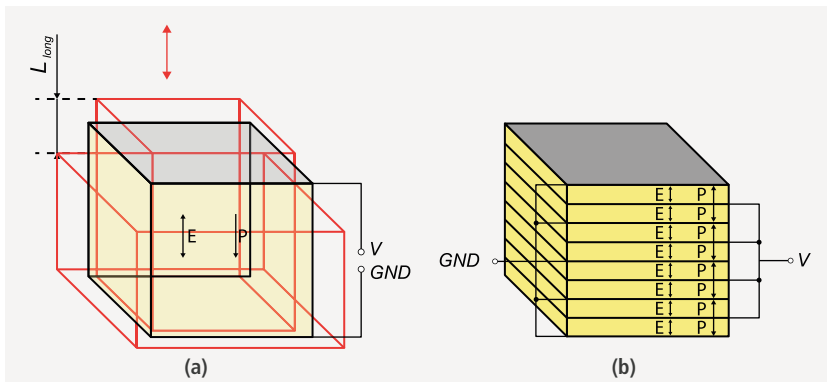


Figura 22. Desplazamiento longitudinal (a) y polarización de las capas individuales (b) de un actuador de pila
Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.2.2 Transversal

En este tipo de piezoeléctrico, el desplazamiento ocurre perpendicularmente a la dirección de polarización y del campo eléctrico. Como se ilustra en la figura 23, la dirección de polarización se mantiene como en el primer caso, al igual que el campo eléctrico, pero la construcción interna del material piezoeléctrico permite que el desplazamiento generado sea perpendicular.

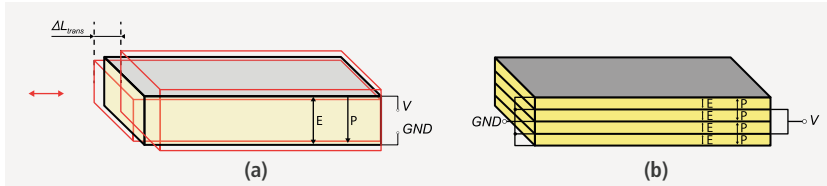


Figura 23. Desplazamiento transversal (a) y polarización de las capas individuales (b) de un actuador de pila
Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.2.3 Diagonal

La construcción de este actuador piezoeléctrico permite que solo un extremo del material presente las propiedades de deformación, mientras el otro permanece fijo, por lo que en el apilamiento se debe garantizar que los extremos fijos se conecten entre sí, es decir, cada capa subsiguiente debe estar polarizada en el sentido contrario al de la capa anterior, como se observa en la figura 24.

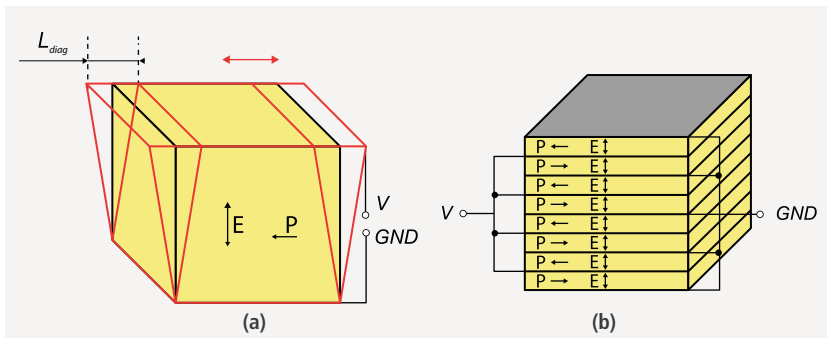


Figura 24. Desplazamiento diagonal (a) y polarización de las capas individuales (b) de un actuador de pila
Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.2.4 Tubular

Conocido como piezotubo, este tipo de PEA es el de uso más común para las aplicaciones de microscopía con sonda de barrido, en especial para manejar el movimiento de las puntas de dichos dispositivos, pues permiten movimientos controlados en los ejes x, y, z , lo cual brinda flexibilidad axial, radial y lateral para hacer el recorrido por las muestras que se analizan.

3.2.4.1 Axial

La deformación axial de un actuador piezoeléctrico tubular permite generar movimientos en el eje principal del tubo, los cuales se pueden comparar con el estiramiento/encogimiento de las paredes del tubo gracias a que la polarización y el campo eléctrico actúan entre la superficie exterior e interior de las paredes, como se observa en la figura 25.

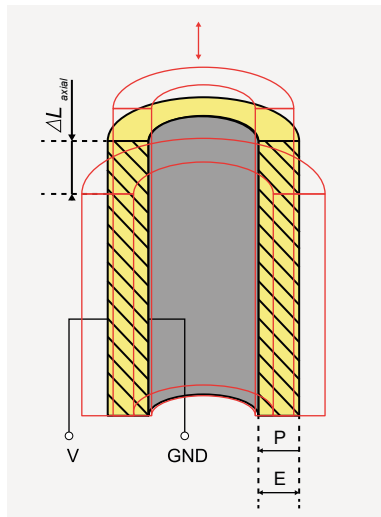


Figura 25. Desplazamiento axial y polarización de un actuador piezoeléctrico tubular

Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.2.4.2 Radial

De forma similar a la deformación anterior, el estiramiento/encogimiento de las paredes del tubo permiten generar movimientos radiales (aumentar o disminuir los radios internos y externos del tubo, como se observa en la figura 26). Esto logra que toda la circunferencia del tubo sea manipulable para aplicaciones en las cuales se requieren movimientos radiales en ejes de partes movibles tubulares.

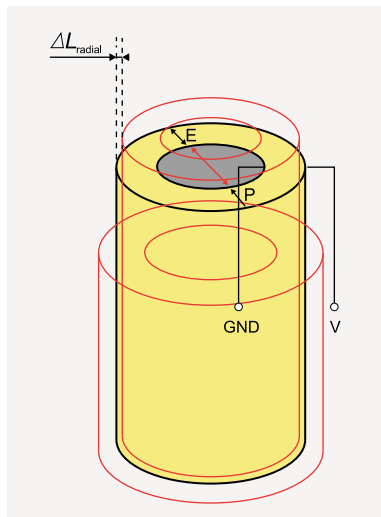


Figura 26. Desplazamiento radial y polarización de un actuador piezoeléctrico tubular

Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.2.4.3 Lateral

El movimiento lateral es el movimiento del piezotubo que permite que la punta de un microscopio de efecto túnel pueda recorrer una muestra en los ejes x, y . Esta deformación es posible gracias a la construcción y polarización de las paredes (figura 27), lo cual permite que estas se “doblen” para alcanzar puntos específicos de las muestras.

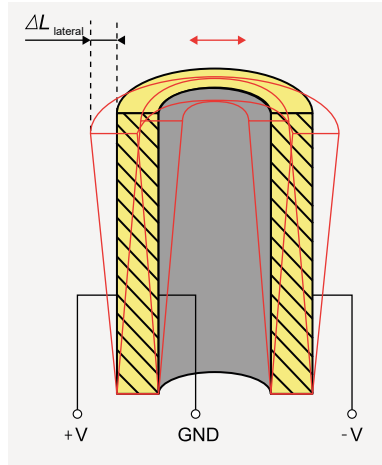


Figura 27. Desplazamiento lateral y polarización de un actuador piezoeléctrico tubular
Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.2.5 Curvo

Esta deformación se caracteriza porque tiene un extremo fijo sin modificar y otro deformable, igual al que se describió en la sección 3.2.3. A diferencia del diagonal, en el cual el extremo fijo se encontraba perpendicular al campo eléctrico, aquí se encuentra en paralelo a dicho campo, como se observa en la figura 28. La construcción de este piezoeléctrico permite que el material se curve de manera análoga al tubular-lateral descrito en la sección 3.2.4.3.

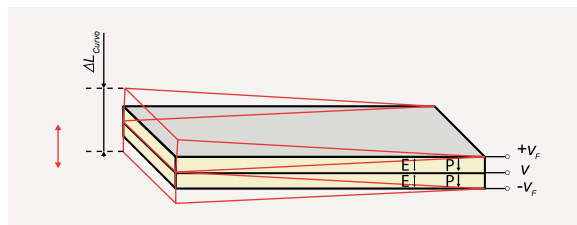


Figura 28. Desplazamiento curvo y polarización de un actuador piezoeléctrico curvo
Fuente: imagen adaptada de PI Ceramic GmbH (s. f.).

3.3 Modelado de actuadores piezoeléctricos

Existen diferentes modelos matemáticos para representar los comportamientos de los actuadores piezoeléctricos, los cuales pueden ser clasificados en modelos macroscópicos, microscópicos e híbridos (Peng & Chen, 2013). Los macroscópicos modelan el actuador piezoeléctrico como un todo, mientras que los microscópicos modelan el actuador piezoeléctrico como una combinación de series de dominios ferroeléctricos o celdas discretizadas. Finalmente, los modelos híbridos combinan tanto el nivel macroscópico como el microscópico para representar el comportamiento de los actuadores piezoeléctricos.

En los modelos a escala microscópica e híbridos se vuelve necesario usar sistemas computacionales robustos para realizar cálculos complejos (por ejemplo, métodos de elementos finitos), razón por la cual en el estado del arte se encuentran en su gran mayoría modelos a escala macroscópica para el uso de actuadores piezoeléctricos en aplicaciones de micro y nanoposicionamiento, de manera que en esta sección se enfatiza en dichos modelos.

3.3.1 Modelos basados en histéresis

La histéresis es una de las principales características del comportamiento de actuadores piezoeléctricos. Sin embargo, cabe aclarar que modelos que descartan dicho comportamiento funcionan adecuadamente utilizando únicamente la linealidad en las direcciones de subida y bajada de las curvas de histéresis, o usando actuadores con histéresis relativamente lineales, lo cual permite que los parámetros de control puedan sobrellevar dichos comportamientos asumiendo linealidad.

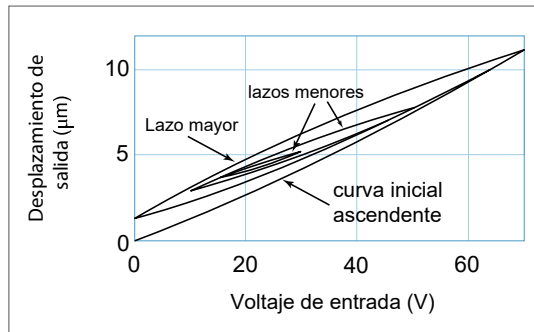


Figura 29. Histéresis general en un PEA

Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

Inicialmente, los modelos de histéresis se desarrollaron solo para representar la curva ascendente principal en las trayectorias de histéresis. Por ejemplo, Muraoka y Sanada (2010) utilizaron polinomios para representar la curva principal. Para modelar tanto los lazos mayores como los menores en la histéresis de los PEA sin tener en cuenta la influencia de la tasa de cambio de la entrada, en otras palabras, para modelar la histéresis independiente de esta tasa de cambio, se han adoptado desarrollos como el modelo de histéresis de Preisach (1935), el modelo de histéresis de Prandtl-Ishlinskii (Ang *et al.*, 2003) y el modelo de condensador resistivo Maxwell (Goldfarb & Celanovic, 1997).

3.3.2 Modelos basados en arrastre (*creep*)

El arrastre o *creep* es la variación lenta en el desplazamiento del PEA que ocurre sin ningún cambio en el voltaje o señal de entrada (figura 30) y es causado por las mismas propiedades del material piezoeléctrico relacionadas con la histéresis (Physik Instrumente, 2005). Al ser un efecto lento y pequeño, muchas veces se puede descartar.

La respuesta del arrastre en un PEA tiene forma logarítmica, por lo que a veces es llamado *arrastre tipo Log(t)* (Peng & Chen, 2013). El modelo no lineal

usado para representar este comportamiento se presenta en la ecuación 45, donde $y(t)$ es la salida del modelo de arrastre.

$$y(t) = y_0 \left[1 + \gamma \log_{10} \left(\frac{t}{t_0} \right) \right] \quad (45)$$

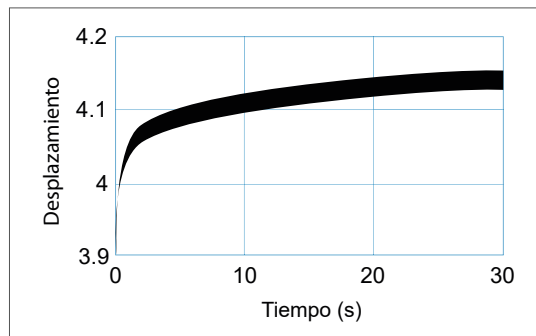


Figura 30. Arrastre o *creep* en un PEA
Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

3.3.3 Modelos basados en vibración dinámica

Para este tipo de modelos, la dinámica de vibración de un PEA debe modelarse como un sistema lineal distribuido (Adriaens *et al.*, 2000). Pero por conveniencia práctica, la dinámica de vibración de un PEA y el mecanismo de posicionamiento adjunto se modela a menudo como un todo en un sistema de segundo orden, como en el trabajo de Chen *et al.* (2008), mientras que sistemas dinámicos lineales de orden superior solo se utilizan en aplicaciones que requieren un mayor nivel de precisión. Estos modelos de dinámica de vibraciones lineales se identifican generalmente ajustando o modelando la respuesta en frecuencia del PEA mediante el uso de un analizador de señales dinámicas (Croft *et al.*, 2001).

Adicionalmente, se pueden encontrar modelos de dinámica de vibración inversa usados generalmente en el control de lazo abierto, especialmente en el caso de controlar actuadores de tubo piezoeléctrico.

3.4 Control de actuadores piezoeléctricos

Para el control de posicionamiento de los PEA se han usado varios esquemas de control presentes en la literatura. Debido a los efectos perjudiciales de los comportamientos no lineales (especialmente la histéresis, descrita en la sección de modelado) de los PEA en el rendimiento del control de posicionamiento en términos de minimización de error y en la estabilidad, la compensación o rechazo de tales efectos ha sido una consideración importante en los esquemas de control típicos (Peng & Chen, 2013) para PEA que se presentan a continuación.

3.4.1 Control en lazo abierto

Los esquemas de control en lazo abierto se emplean generalmente en aplicaciones en las que la retroalimentación de la posición es difícil de implementar debido a restricciones mecánicas. En tales esquemas de control, el acercamiento típico es encontrar primero el modelo inverso del PEA que se va a controlar y luego conectar en cascada al PEA físico. Los métodos para encontrar tales modelos inversos se han revisado en el trabajo expuesto en (Yu *et al.*, 2002; Jung *et al.*, 2000; Croft *et al.*, 2001). El modelo inverso genera un voltaje de entrada al PEA según el desplazamiento deseado, de modo que el PEA produce un desplazamiento de salida que sigue a la entrada establecida. La figura 31 muestra un esquema de control de bucle abierto típico para PEA.

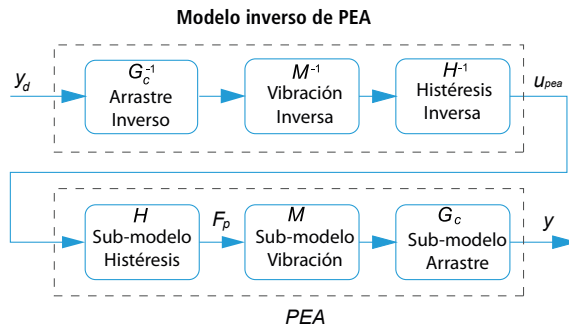


Figura 31. Esquema de control a lazo abierto para un PEA
Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

En algunos de los esquemas de control de bucle abierto, los tres efectos del PEA que se muestran en la figura 31 (arrastre, vibración e histéresis) se compensan con el modelo inverso de PEA para lograr la mejor precisión del seguimiento. Por ejemplo, se utilizan modelos inversos de PEA que representan histéresis, dinámica de vibración y arrastre para compensar estos efectos, o también se emplean técnicas de control de carga con el objetivo de eliminar el efecto de histéresis y luego aplicar un modelo inverso para compensar la dinámica lineal (Croft *et al.*, 2001).

3.4.2 Control en lazo cerrado

Los esquemas de control de retroalimentación o en lazo cerrado, como se muestra en la figura 31, conducen a una fuerte supresión de los efectos desconocidos, incluidos los errores del modelo, cargas externas y cambios en la dinámica del PEA en las funcionalidades del control de posición, razón por la cual se utilizan ampliamente (véase figura 32).

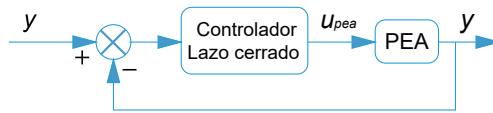


Figura 32. Modelo general de control a lazo cerrado para un PEA

Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

En operaciones estáticas o de baja frecuencia, las técnicas de control clásicas, como el control PID o el uso de integradores múltiples para rastrear los perfiles de desplazamiento deseados, se utilizan en el estado del arte debido a su simplicidad y capacidad para eliminar errores de estado estable en tales aplicaciones (Kuno, 2004). Se han informado varias técnicas de ajuste de PID en aplicaciones de control de posicionamiento PEA, por ejemplo, por ensayo y error (Kuno, 2004), por análisis relacional (Lin *et al.*, 2008), utilizando un método de regulación cuadrática lineal óptima (Shieh *et al.*, 2008), por una técnica de sintonización semiautomática (Abramovitch *et al.*, 2009) y por una técnica de sintonización automática (Tan *et al.*, 2001). Sin embargo, en operaciones de banda ancha con grandes incertidumbres del sistema, incluidos errores de modelado, no linealidades, cargas externas, etc., se requieren técnicas de control avanzadas porque el control PID está limitado en el ancho de banda para manejar dichas incertidumbres.

Entre todas estas técnicas de control avanzadas, el control de modo deslizante ha atraído mucha atención en los últimos años. Esto se debe al hecho de que los controladores de modo deslizante pueden rechazar completamente los efectos de las llamadas *incertidumbres emparejadas* o *incertidumbres en el canal de entrada de la planta*, lo que da como resultado una gran robustez (Edwards & Spurgeon, 1998).

3.4.3 Lazo abierto y retroalimentado

El lazo abierto se utiliza en algunas ocasiones con el propósito de fortalecer los controladores de retroalimentación para la compensación de no linealidades. En la figura 33 se muestra un esquema de control típico de este tipo.

Una ventaja de este esquema es que el problema del margen de ganancia bajo puede aliviarse, de manera que el rendimiento de posicionamiento de alta frecuencia pueda mejorarse con respecto a los esquemas de control de retroalimentación (Croft *et al.*, 1999).

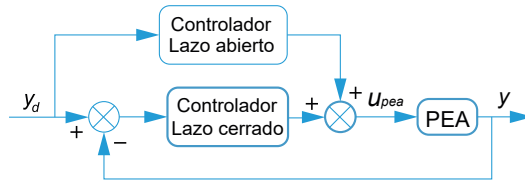


Figura 33. Modelo general de control retroalimentado con lazo abierto para PEA

Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

Se pueden encontrar investigaciones recientes que adoptan este esquema, como la de Hu *et al.* (2005), quienes usaron un compensador de histéresis basado en el modelo de histéresis inverso de Preisach como controlador de lazo abierto para compensar la histéresis, mientras que emplearon un controlador de retroalimentación PID para tener en cuenta los demás efectos. Por su parte, Lin y Yang (2005) aplicaron un modelo de histéresis de ecuación diferencial no lineal inversa como controlador de lazo abierto, junto con un controlador de retroalimentación PI como lazo de retroalimentación. Finalmente, Merry *et al.* (2009) utilizaron un modelo de Coleman-Hodgdon extendido inverso como el controlador de lazo abierto, así como un controlador de retroalimentación.

Otro esquema de control que involucra retroalimentación y retroalimentación del modelo inverso se muestra en la figura 34 (Leang & Devasia, 2007). En este esquema, el controlador de retroalimentación es un controlador de alta ganancia que se usa para la supresión de efectos no lineales, de manera que el sistema de circuito cerrado tiene dinámica lineal. Luego, se aplica un controlador de retroalimentación, que es la dinámica lineal inversa del sistema de lazo cerrado, para hacer que siga la salida deseada. Este esquema de control, que puede verse como una evolución del control de lazo abierto (figura 31), se fundamenta en que el modelado preciso y la inversión de los efectos no

lineales, como la histéresis, son muy difíciles de obtener, mientras que la inversión de una planta lineal es relativamente sencilla de calcular (Croft & Devasia, 1999). Además, de manera similar a los esquemas de control de lazo abierto, este es sensible a las perturbaciones que actúan fuera del sistema de lazo cerrado.

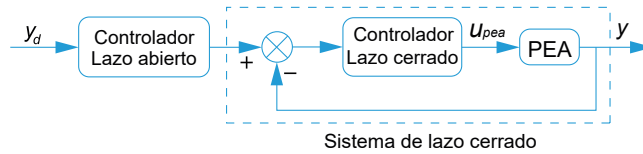


Figura 34. Modelo de control retroalimentado con lazo abierto como paso previo e independiente para PEA

Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

3.4.4 Control observador de perturbaciones

Recientemente, se utiliza una técnica llamada *observador de perturbaciones* para la compensación de histéresis y otros efectos no lineales/inciertos en PEA. En este esquema, un PEA se modela como un sistema dinámico lineal, teniendo en cuenta que cuando está sujeto al mismo voltaje de entrada, la salida del PEA y la del correspondiente modelo lineal son diferentes debido a la histéresis y otros efectos no lineales/inciertos.

El observador de perturbaciones se utiliza para estimar un voltaje de entrada adicional, tal que si se aplica dicha señal (conocida como una perturbación de entrada, que representa la histéresis y otros efectos no lineales/inciertos), la salida es la misma. Como tal, para compensar la histéresis y otros efectos no lineales en los PEA solo se necesita restar la señal antes de que se aplique al PEA. En la figura 35 se muestra un esquema de control con un observador de perturbaciones de este tipo. Se ha demostrado que este esquema es efectivo tanto en operaciones escalón (Khan *et al.*, 2006) como en las operaciones de seguimiento de alta frecuencia (Yi *et al.*, 2009).

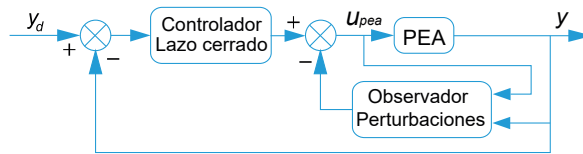


Figura 35. Modelo general del control observador de perturbaciones para PEA

Fuente: imagen adaptada de Peng y Chen (2013).

3.5 Aplicación de un control PI para un STM

Uno de los controles más robustos y usados en la industria de control por su simplicidad y efectividad es el control Proporcional, Integral y Derivativo (PID) en lazo cerrado. Dado que el término derivativo D es muy sensible al ruido, que puede tener una frecuencia relativamente alta, en especial si las frecuencias de muestreo son más elevadas, capturaría más ruido y pendientes pronunciadas. Esto se puede evidenciar cuando se toma una forma de onda real con ruido y se grafica su derivada con altas frecuencias de muestreo, caso en el cual las pendientes del ruido abruman por completo la forma de onda derivada. Esto hace que el término derivativo D pueda ser difícil de manejar.

El control PI evita que el sistema fluctúe rápidamente y también puede devolver el sistema a su punto estable de ajuste o *setpoint*. Aunque el tiempo de respuesta para el control PI es más rápido que el control que solo incorpora un componente integrador I, sigue siendo hasta 50% más lento que el control solo proporcional P. Por lo tanto, para aumentar el tiempo de respuesta, el control PI a menudo se combina con el control solo D en los casos en que los ruidos de alta frecuencia no sean tan pronunciados.

El control PI correlaciona la salida del controlador con el error y la integral del error. Este comportamiento de control de PI se ilustra matemáticamente en la ecuación 46.

$$c(t) = K_c \left(e(t) + \frac{1}{T_i} \int e(t) dt \right) + C \quad (46)$$

Donde:

$c(t)$: salida del controlador.

K_c : ganancia del controlador.

T_i : tiempo integral.

$e(t)$: error.

C : valor inicial del controlador.

En esta ecuación, el tiempo integral es el tiempo requerido para que la parte integral I del controlador coincida con el control aportado por la parte proporcional P del controlador.

La ecuación indica que el controlador PI funciona como un controlador PID simplificado con un término de derivada cero. Alternativamente, el controlador PI también puede verse como una combinación de las ecuaciones de control solo P y solo I. El control solo P está en acción cuando el sistema no está en el punto de ajuste o estabilidad. Cuando el sistema está en dicho punto, el error es igual a cero y el primer término desaparece de la ecuación. Entonces, el sistema está siendo controlado solo por la parte I del controlador. Si el sistema se desvía del punto de ajuste nuevamente, se activará el control P de nuevo.

Para el control de este tipo de aplicación es vital tener en cuenta las limitaciones y restricciones físicas del movimiento de la punta. Es decir, tener en consideración que cuando la punta está alejada de la región de detección de corriente túnel —esto ocurre en diferentes distancias—, el móvil se puede estar alejando de la muestra y, aun así, la corriente de retroalimentación continuará en 0. Igualmente, hay que considerar que diferentes señales del actuador pueden ocasionar que la punta esté completamente en contacto con la muestra: un ejemplo de esto puede ser que nos encontremos tocando la muestra con la punta y, al dar otra señal para continuar acercando el móvil, la corriente seguirá siendo la máxima posible dependiendo del material en estudio.

Estas características físicas del movimiento de la punta hacen que la sintonización del control sea considerablemente más difícil que en una aplicación típica de control PI. Para sobrellevar estas limitaciones, es vital incorporar el concepto de *wind up*, que se encarga de apagar el término integral cuando se llegan a estos extremos, lo cual evita sobresaltos u oscilaciones indeseadas en el control.

3.6 Retos en el modelado y control de actuadores piezoeléctricos

De acuerdo con las secciones 3.3 y 3.4, existen diferentes enfoques para modelar un sistema piezoeléctrico, cada uno de los cuales trae sus desafíos cuando se implementan estrategias de control. Específicamente, uno de los retos más grandes es el manejo de sensores y actuadores a la escala nanoscópica que se requiere.

Una de las limitaciones que tienen los actuadores piezoeléctricos desde su construcción y que afecta la descripción de su modelo es la velocidad de actuación. Cuando un microscopio de este tipo está trabajando en escala atómica esta velocidad se vuelve aún más importante, pues para pasar de un átomo a otro se debe considerar los tiempos de actuación y establecimiento de la punta para evitar posibles lecturas erróneas. Adicionalmente, como se mencionó en las secciones anteriores, la existencia de no linealidades como la histéresis, el arrastre y las vibraciones dificulta aún más el manejo correcto de PEA a estas escalas.

Otro reto importante es el efecto conocido como *wind up*, donde el control es afectado con límites físicos propios de la construcción del sistema que se va a controlar. En este caso, teniendo en cuenta que la retroalimentación se basa en la corriente túnel adquirida (cuanto mayor es la corriente, más cerca se encuentra la punta del microscopio a la muestra y viceversa), se deben tener en cuenta dos límites importantes que no proveen información adicional necesaria para evitar la acumulación de la variable de control. Uno de ellos

ocurre cuando la punta no está en contacto con la muestra y además no se encuentra corriente túnel, de manera que no se cuenta con la retroalimentación adicional necesaria para conocer qué tan lejos o cerca se está de la muestra o de encontrar dicha corriente. De igual forma, cuando ya se esté leyendo corriente, se debe considerar el límite en que chocaría la punta con el material en los casos cuando se sigue extendiendo la punta, pero el valor de la corriente no sigue aumentando.

Se tiene que considerar también que los valores adquiridos de corriente pueden variar considerablemente dependiendo de los materiales. Teniendo en cuenta lo anterior y considerando que el comportamiento típico de un sistema controlado tiene cierto grado de amortiguación, se debe implementar alguna estrategia *antiwind up* que considere los límites mencionados y los picos de amortiguamiento, así como adicionar variables de retroalimentación que permitan detectar estos límites para evitar la acumulación adicional y perjudicial en la variable de control.

En el contexto de los capítulos anteriores, se evidencia entonces que algunas características adicionales de los PEA pueden representar un reto cuando se implementan técnicas de control sobre las puntas de este tipo de microscopios. En tal sentido, estos efectos añaden una capa de complejidad en el diseño de modelos y el control de este tipo de dispositivos.

3.7 Arquitectura general electrónica de un microscopio de efecto túnel

El éxito en el funcionamiento del sistema de control implementado en el microscopio dependerá de la precisión y resolución que tengan los actuadores y los transductores que manipulan y toman sus señales. Por esta razón, para elaborar un instrumento de medida como estos es de vital importancia tener en cuenta algunas consideraciones de diseño de la electrónica que se utiliza para este fin.

La electrónica de un microscopio de efecto túnel se puede configurar de diversas maneras para que sus principales operaciones y funciones se ajusten a las necesidades particulares de cada laboratorio. Precisamente, este capítulo explica la configuración que desarrolló la unidad de DIT de la Universidad Central para responder a las necesidades y requerimientos que plantearon los investigadores interesados en usar esta herramienta.

Como se mencionó en capítulos anteriores, el STM registra el flujo de carga que se produce entre la punta del microscopio y la muestra cuando una partícula traspasa la barrera potencial que las separa —de mayor energía que su energía cinética—, fenómeno cuántico conocido como *efecto túnel*. La magnitud de esta corriente puede ser desde el orden de los femtoamperios (10^{-15} amperios) hasta algunos nanoamperios (10^{-9} amperios), los cuales dependerán del tipo de muestra y de medición que se desee realizar, de modo que es necesario utilizar un femtoamperímetro (figura 36) para medirlas.

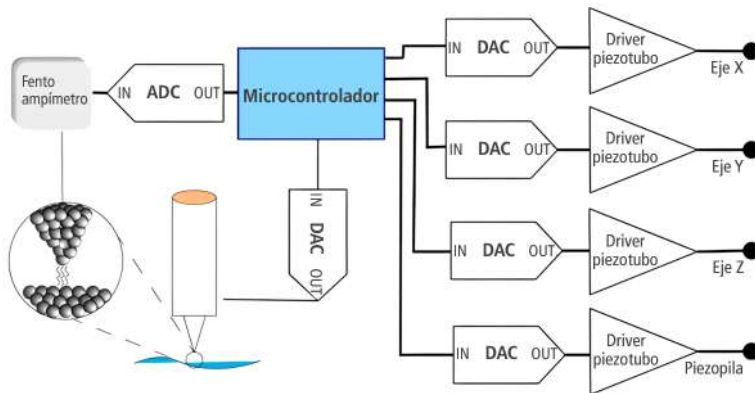


Figura 36. Arquitectura general del microscopio de efecto túnel de la Universidad Central

Fuente: elaboración propia.

Para tener una idea un poco más clara del reto que implica medir estas corrientes, se procede a calcular el flujo de electrones necesarios para producir una corriente de un femtoamperio.

La corriente eléctrica está definida como la cantidad de carga neta que pasa por un área de sección transversal durante un tiempo determinado, de tal manera que la corriente eléctrica se expresa como:

$$i = \frac{q[\text{coulomb}]}{t[\text{segundos}]} \quad (47)$$

En otras palabras, se puede decir que un amperio se tiene cuando se logra mover una carga eléctrica de un *coulomb* a través de un área de sección transversal en un segundo. Ahora, la carga eléctrica de un electrón es $q_e = -1.602 \times 10^{-19} [\text{coulomb}]$. Por lo tanto, la cantidad de carga necesaria para tener una corriente de $1 \text{ fA} [1 \times 10^{-15}]$ en un tiempo de 1 ms (tiempo estimado dentro del diseño para tomar una muestra), es de:

$$q = i \times t = (1 \times 10^{-15}) \times (1 \times 10^{-3}) = 1 \times 10^{-18} [\text{coulomb}] \quad (48)$$

Lo cual implica que la cantidad de electrones que se requieren para producir esta carga en un milisegundo es:

$$N_e = \frac{q}{q_e} = \frac{1 \times 10^{-18}}{1.602 \times 10^{-19}} = 6.24 \quad (49)$$

Como se puede apreciar, es una cantidad bastante pequeña de electrones, de manera que el femtoamperímetro debe estar en capacidad de detectar este pequeño flujo de electrones.

La inserción o el retiro de algunas decenas de electrones puede afectar considerablemente la medida, de aquí que el sistema utilizado debe poseer un sistema de blindaje de muy alta calidad que garantice que la lectura no sea afectada por fenómenos externos.

3.8 Femtoamperímetro

Como se concluye del apartado anterior, el femtoamperímetro es el elemento fundamental en el microscopio de efecto túnel (figura 36), pues sensa la corriente que se induce en la punta del microscopio y se encarga de entregar este valor amplificado y libre de ruido al conversor análogo a digital.

Para diseñar e implementar el femtoamperímetro es necesario utilizar amplificadores especializados en el área de instrumentación electrónica, los cuales poseen especificaciones de corrientes de bias y voltajes de *offset* bastante bajos. La figura 37 presenta el diagrama de bloques del femtoamperímetro implementado, el cual está conformado por tres bloques con componentes que cumplen las especificaciones requeridas.

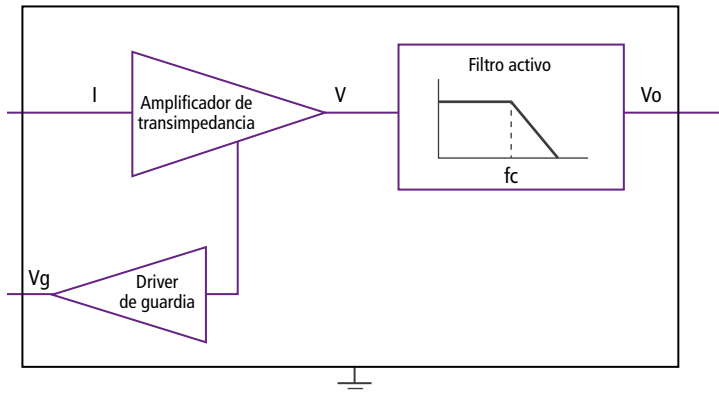


Figura 37. Diagrama de bloques del femtoamperímetro
Fuente: elaboración propia.

Las funciones de cada uno de estos bloques son:

- Amplificador de transimpedancia: esta etapa se encarga de sensar el valor de la corriente y convertirla a voltaje. Además, en el proceso le da una ganancia.
- Filtro activo: esta etapa toma la señal entregada por el amplificador de transimpedancia y la limita en frecuencia, con el objeto de eliminar señales de alta frecuencia y disminuir su ruido.

- Driver de guardia: esta etapa proporciona la señal de voltaje que se utiliza como escudo eléctrico, de manera que blindo la corriente sensada de posibles corrientes parásitas que se puedan presentar en el circuito del sistema y que muy probablemente podrían afectar la medida.

La mayoría de las operaciones requeridas y representadas en el diagrama de bloques de la figura 37, se realizan con amplificadores operacionales de gama alta, pues estos garantizan que las operaciones de acondicionamiento necesarias se hagan con el menor error y ruido posible.

Cuando se hace referencia a amplificadores operacionales de altas especificaciones o de gama alta significa que estas especificaciones de funcionamiento se acercan a las características de un amplificador operacional ideal. Estas características ideales se describen a continuación:

- La impedancia de entrada de estos es infinita, lo cual ocasiona que idealmente el amplificador no se convierta en una carga para la fuente en observación.
- Corriente de entrada cero: es una consecuencia de la característica anterior. Esta corriente en la práctica se conoce como I_{BIAS} y se busca que tienda a cero.
- La ganancia del amplificador es infinita en lazo abierto, lo cual hace que no existan límites en ganancia.
- La impedancia de salida es cero, lo cual facilita que se puedan alimentar cargas grandes a la salida del amplificador operacional.
- Voltaje de desequilibrio en las entradas del amplificador operacional de cero. Este factor se conoce en los amplificadores operacionales como *voltaje de offset*.
- Infinito ancho de banda con desplazamiento de fase cero.

Como se mencionó, esta lista de características es ideal, pues en la práctica, dependiendo de la calidad del amplificador operacional, pueda que se logre acercar más o menos a estos valores y rangos.

Con base en lo anterior, se debe buscar que los amplificadores utilizados en el desarrollo del femtoamperímetro se acerquen a estas condiciones ideales. A continuación, se presentan los elementos electrónicos que, a la fecha de desarrollo del microscopio, más se acercaban a estas condiciones ideales y que resultaron ser de fácil adquisición.

3.8.1 Amplificador operacional de precisión

Para implementar el femtoamperímetro se seleccionó el amplificador operacional de precisión de la empresa Texas Instruments de referencia LMP7721. Entre las principales características de este dispositivo se encuentra que tiene una corriente de I_{BIAS} de ± 3 fA típico y una máxima de ± 20 fA, cuando el amplificador se encuentra operando a una temperatura de 25°C (Texas Instruments, 2014). Como recomendación, es importante señalar que si la temperatura sobre el amplificador en mención se incrementa, la corriente de I_{BIAS} subirá. Por ejemplo, según datos del fabricante, una temperatura de 85°C puede ocasionar que la corriente de I_{BIAS} llegue hasta los 900 fA. Por lo anterior, se recomienda que la temperatura sobre el femtoamperímetro se mantenga en un valor bajo y constante.

Lo ideal es que la corriente de I_{BIAS} tenga un valor de cero, pero lastimosamente todos los amplificadores operacionales tienen una pequeña cantidad de corriente a la entrada. Esta corriente se calcula como el promedio de las corrientes en las entradas del amplificador operacional (Mancini, 2003):

$$I_{BIAS} = \frac{I_+ + I_-}{2} \quad (50)$$

Donde:

I_+ e I_- : la corriente en la entrada no inversora e inversora del amplificador operacional, respectivamente.

Esta corriente de I_{BIAS} ocasiona que la señal de salida del amplificador de transimpedancia se encuentre sobre un nivel DC, nivel que será necesario corregir cuando la corriente que se va a sensor se encuentre muy cercana a la corriente I_{BIAS} .

3.8.2 Arquitectura del amplificador de transimpedancia

El amplificador operacional de transimpedancia es una configuración que permite sensor una corriente y convertirla a voltaje. La figura 38 presenta el circuito básico usado para esta configuración.

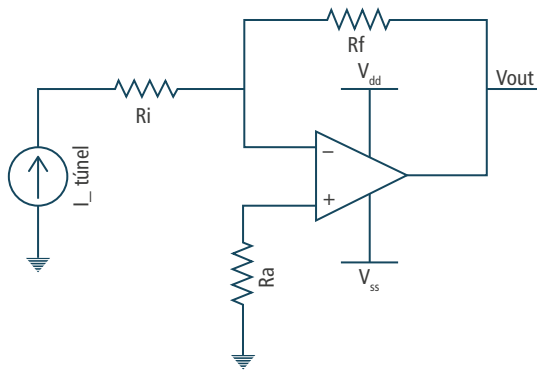


Figura 38. Amplificador operacional en configuración de transimpedancia

Fuente: elaboración propia.

Para este circuito, el voltaje de salida es:

$$V_{OUT} = -I_{túnel} \times R_f \quad (51)$$

Con base en la ecuación anterior, se puede observar que la corriente túnel debería idealmente estar desviándose en su totalidad por la resistencia R_f y generar el voltaje a la salida del amplificador operacional.

En el caso del femtoamperímetro desarrollado, el valor de R_f se seleccionó de $1\text{ G}\Omega$, con lo cual se logró que el voltaje de salida del amplificador sea de 10^9 veces la corriente túnel.

Con la selección anterior de la resistencia de realimentación y suponiendo un valor de corriente de entrada de 100 fA , se puede observar que el voltaje de salida es muy pequeño (ecuación 52) y que más adelante se requiere una nueva etapa de ganancia. Esta nueva etapa se diseñó con una ganancia de 10 y será explicada con detalle más adelante.

$$V_o = -100 \times 10^{-15} \text{ A} \times 1 \times 10^9 \Omega = -100 \mu\text{V} \quad (52)$$

El caso anterior se plantea suponiendo un valor de corriente pequeño, pero también se debe considerar cuál es la amplitud de la señal máxima que el sistema puede recibir. Para esto se parte del voltaje de alimentación del amplificador de transimpedancia, el cual es de $\pm 2,5$ voltios, de manera que si se supone que el voltaje máximo de salida se acerca a este valor, la corriente máxima que se puede sensar en estas condiciones es:

$$I_{\text{Túnel}} = \frac{V_{\text{OUT}}}{R_f} = \frac{2,5 \text{ voltios}}{1 \text{ G}\Omega} = 2,5 \text{ nA} \quad (53)$$

En este sentido, se recomienda que la resistencia de realimentación se pueda modificar para que sea posible ajustar la ganancia del amplificador de transimpedancia y de esta manera tener mejores resultados.

3.8.3 Circuito de guarda conducida

Debido a que la corriente que se va a sensar es tan pequeña, un cambio brusco de alguna otra corriente dentro del circuito impreso puede ocasionar que se induzcan modificaciones en el valor de la corriente túnel que se está sensando. Por esta razón se hace necesario colocar un voltaje de guarda alrededor

del circuito amplificador, método conocido como *guarda conducida* (*driven guard*). Precisamente, Texas Instruments, fabricante del amplificador de precisión que se utilizó en este proyecto, da una serie de recomendaciones, las cuales están escritas en su nota de aplicación (Grohe, 2010).

El circuito de guarda se usa cuando se desea sensar una corriente muy pequeña, aclarando que, en este caso, corrientes pequeñas se refieren a valores que se encuentran por debajo de los picoamperios. Para garantizar que la toma de esta corriente sea correcta, se busca que una zona mantenga el mismo potencial alrededor del área en donde están los pines de los amplificadores operacionales que reciben la señal de corriente. Para lograrlo, se instala

Para garantizar que la toma de esta corriente sea correcta, se busca que una zona mantenga el mismo potencial alrededor del área donde están los pines de los amplificadores operacionales que reciben la señal de corriente. Esta zona, que se logra precisamente con la instalación de una guarda, previene que las mediciones se alteren por la aparición de picos de corrientes externos en los elementos que se encuentran dentro de ella. La figura 39 presenta la solución del circuito impreso que propone la empresa Texas Instruments para su circuito de guarda. Un aspecto importante que se puede resaltar de este diseño y que se aprecia claramente, es que las pistas de entrada no tienen máscara de soldadura, lo cual reduce la acumulación de carga en la superficie.

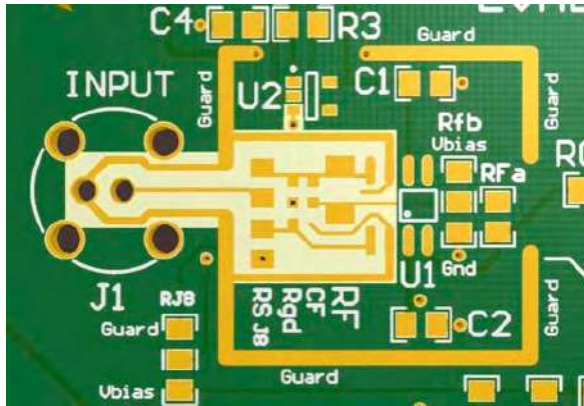


Figura 39. Pistas del circuito guarda diseñado por Texas Instruments (2014)

3.8.4 Filtro activo

La última etapa del femtoamperímetro es un filtro activo pasabajo, el cual permite limitar la frecuencia de trabajo del sistema y garantizar de esta manera que frecuencias altas no deseadas afecten su correcto funcionamiento. La frecuencia de corte de este filtro se selecciona con base en la frecuencia de muestreo con que se toman los datos de corriente túnel.

Para desarrollar el microscopio se realizaron capturas de la señal de corriente a diferentes frecuencias de muestreo, buscando cuál es la frecuencia de muestreo más conveniente. Al seleccionar frecuencias de muestreo muy altas se aprecian algunas oscilaciones en la señal de corriente capturada, las cuales ocasionan que no se realice una correcta medición. Asimismo, en frecuencias de muestreo muy bajas se incrementa el tiempo de captura de imágenes en el microscopio.

Por lo anterior y después de realizar varias pruebas con diferentes valores, se encontró que la frecuencia de muestreo que no ocasiona distorsión en la señal de corriente y que mantiene una velocidad máxima de captura de

imágenes es de 1 kHz. La figura 40 presenta la arquitectura del filtro activo implementado, específicamente uno de segundo orden tipo Butterworth, pues se buscó tener una respuesta plana en el rango de frecuencia de trabajo.

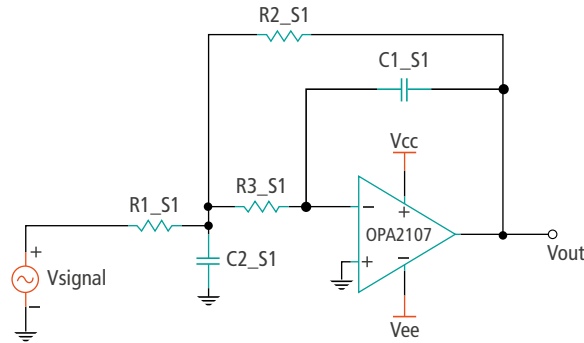


Figura 40. Arquitectura del filtro activo de segundo orden pasabajo
Fuente: elaboración propia.

Como el movimiento que se realiza sobre la punta del microscopio, en el peor de los casos, puede ocasionar un cambio brusco en el valor de la corriente, la figura 41 muestra la respuesta del filtro a este tipo de excitación. Se puede observar que después de un tiempo de 1 ms, la señal ya es estable y se puede tomar la muestra con los conversores análogos a digitales en este instante.

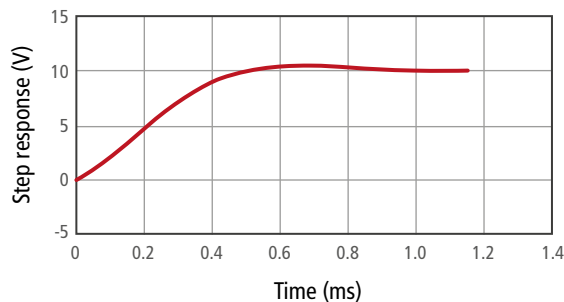


Figura 41. Respuesta del filtro activo a una señal paso
Fuente: elaboración propia.

3.9 Consideraciones sobre el conversor análogo a digital

Cuando se tiene una señal analógica y se necesita visualizarla en un sistema digital o realizarle algún tipo de procesamiento digital, es imperativo usar un conversor análogo a digital (ADC, por sus siglas en inglés), elemento que permite representar de manera binaria una señal y, por lo tanto, que pueda ser procesada mediante un microcontrolador o un microprocesador, según sea el caso.

El proceso de digitalización de la señal consiste en tomar muestras discretizadas en el valor a un cierto intervalo de tiempo; en síntesis, se está discretizando la señal en el tiempo y en el valor. Esto ocasiona que disminuya la calidad de la señal, teniendo en cuenta que la calidad se mide usualmente por la relación de la potencia de la señal a la potencia del ruido de cuantización en la señal capturada (SQNR, del inglés *signal to quantization noise ratio*) (Proakis & Manolakis, 2006) y se representa por:

$$SQNR = \frac{P_x}{P_q} = \frac{3}{2} 2^{2b} \quad (54)$$

Donde:

b : número de bits de precisión del conversor.

Esta relación también suele expresarse en decibelios por:

$$SQNR(dB) = 1,76 + 6,02b \quad (55)$$

En el caso particular del microscopio que se desarrolló en la Universidad Central, se utilizó un conversor análogo a digital de 16 bits de resolución, con lo cual se obtiene una SQNR (dB) de 98,02 dB según la ecuación 55.

El conversor análogo a digital que se utiliza en el microscopio desarrollado está en capacidad de digitalizar señales con voltajes comprendidos entre los ± 10 voltios, es decir, la ventana del conversor está configurada para los 20 voltios. Con estos datos se puede encontrar la resolución que tiene este conversor.

$$Resolución = \frac{\text{Tamaño de la ventana}}{\text{número de pasos ADC}} = \frac{20V}{2^{16}} = 305 \mu V \quad (56)$$

De acuerdo con la ecuaciones 51 y 52, en las cuales la ganancia de la etapa de transimpedancia es 1×10^9 y la ganancia del filtro activo es de 10, se tiene una ganancia de transimpedancia acumulada de 1×10^{10} voltios/ampere, es decir, el voltaje de salida debido a la corriente túnel es:

$$V_0 = G \left(\frac{Volt}{Amp} \right) \times I_{tunnel} (Amp) = 10^{10} \times I_{tunnel} \quad (57)$$

Si se toma como voltaje de salida el voltaje de resolución del conversor, se obtiene que la resolución en corriente del sistema es:

$$I_{tunnel} = \frac{V_0}{10^{10}} = V_0 \times 10^{-10} = 305 \times 10^{-6} V \times 10^{-10} = 30,5 \text{ fA} \quad (58)$$

3.10 Consideraciones sobre el conversor digital a análogo

Este tipo de conversores realizan la operación inversa al conversor análogo a digital. El objetivo ahora es tomar la señal procesada que se encuentra digitalizada y entregar una señal discreta en la magnitud y continua en el tiempo. La frecuencia con que los datos se refrescan en la salida del conversor digital a análogo (DAC, por su sigla en inglés) es la misma que la frecuencia de muestreo del ADC, es decir, 1 kHz. Por lo anterior, se debe garantizar que

el conversor digital a análogo seleccionado esté en la capacidad de operar a frecuencias de 1 kHz.

Para el microscopio de efecto túnel desarrollado, el voltaje de salida del DAC está trabajando dentro de una ventana de ± 10 voltios y el conversor es de 18 bits, con lo cual se tiene una resolución en voltaje de salida de:

$$\text{resolución DAC} = \frac{20V}{2^{18}} = 76,29\mu V \quad (59)$$

Estos serán los mínimos pasos que se tienen para la excitación de los *drivers* de los piezotubos.

3.11 Drivers de los piezotubos

Los *drivers* son los componentes encargados de suministrar los voltajes necesarios para hacer que los piezotubos se deflecten y elonguen en las direcciones deseadas. La figura 42 presenta con más claridad cómo se aplican los voltajes generados por los *drivers* sobre los piezotubos. Por ejemplo, si se desea realizar un desplazamiento de la punta del piezotubo en la dirección de x , se aplica un voltaje positivo, mientras que si se quiere ir a la dirección contraria, se aplicaría un voltaje negativo. El eje y opera de la misma manera. La magnitud del voltaje dictaminará la magnitud de la deflexión del piezotubo. Finalmente, para el caso del eje z , un voltaje positivo sobre el piezotubo ocasionará que este se elongue, mientras que un voltaje negativo hará que se contraiga. Aquí también la magnitud del voltaje dictamina la magnitud de la elongación o contracción del piezotubo.

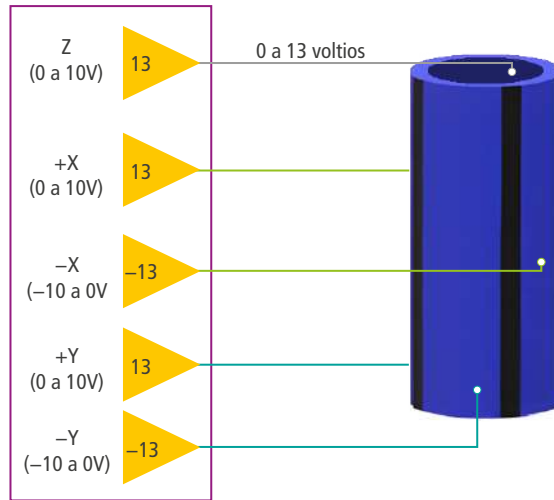


Figura 42. Drivers de los piezotubos
Fuente: elaboración propia.

En la figura 42 las señales de entrada In1, In3 e In5 son las señales provenientes de los DAC y que entran de manera directa a los *drivers* de los piezotubos, los cuales tienen una ganancia interna de 13, lo cual permite que el voltaje aplicado directamente al piezotubo se pueda variar entre ± 130 voltios. Se debe tener en cuenta que para poder manejar estos voltajes tan altos se deben usar drivers de potencia que manejen estas capacidades en tensión.

Conociendo la resolución del DAC y conociendo la ganancia de los *drivers*, se puede encontrar la resolución de voltaje que se tiene en la señal de alimentación de los piezotubos.

$$\text{resolución sobre piezotubos} = 76,29\mu V \times 13 = 991,8\mu V \quad (60)$$

Así, una vez hallados estos valores se puede conocer el desplazamiento mínimo que se logra con la resolución expresada en la ecuación (60). Para esto, se toman las ecuaciones suministradas por el fabricante de los piezotubos.

Cuando la base del piezotubo se encuentra fija, los desplazamientos en x, y, z se aproximan a:

$$\Delta x = \Delta y = V \frac{2\sqrt{2}d_{31}L^2}{\pi D_E (D_E - D_I)} \quad (61)$$

$$\Delta z = V \frac{d_{31}L}{(D_E - D_I)} \quad (62)$$

Donde:

$\Delta x, \Delta y, \Delta z$: elongaciones en el piezotubo en cada dirección.

d_{31} : constante de deformación para Lead Zirconate Titanate PZT-4.

L : longitud.

D_E : diámetro externo.

D_I : diámetro interno.

La tabla 1 presenta los parámetros de los piezotubos utilizados en el microscopio desarrollado.

Tabla 1. Parámetros de los piezotubos utilizados en el STM desarrollado por la Universidad Central

$d_{31}(\text{m/V})$	$L(\text{m})$	$D_E(\text{m})$	$D_I(\text{m})$	$(D_E - D_I)(\text{m})$
1,22E-10	0,015875	0,00381	0,003302	0,000508

Con base en los datos anteriores, se obtienen las gráficas del comportamiento de elongación y deflexión de los piezotubos, los cuales se presentan en la figura 43.

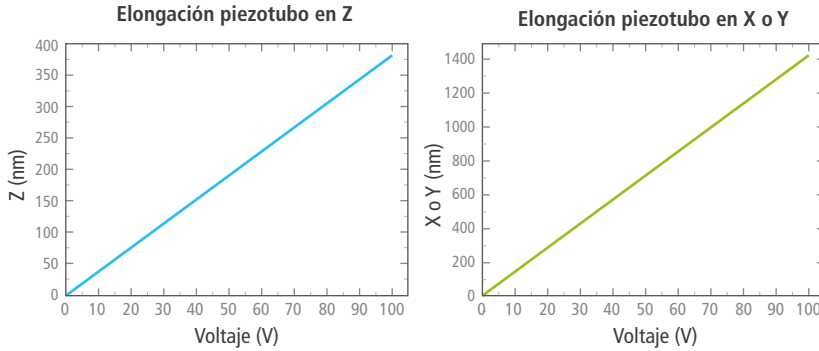


Figura 43. Comportamiento de la elongación y deflexión de los piezotubos versus voltaje aplicado
Fuente: elaboración propia.

Tomando el voltaje mínimo que el driver desarrollado está en capacidad de entregar, según la ecuación 60, se puede obtener el desplazamiento mínimo en cada uno de los ejes, sustituyendo estos valores en las ecuaciones 61 y 62.

$$\begin{aligned}\Delta x = \Delta y &= 991,8 \mu V \frac{1,22 \times 10^{-10} \times 0,015875}{0,000508} \\ &= 3,78 \times 10^{-12} = 0,037 \text{ \AA}\end{aligned}\quad (63)$$

$$\begin{aligned}\Delta z &= 991,8 \mu V \frac{2\sqrt{2} \times 1,22 \times 10^{-10} \times 0,015875^2}{\pi \times 0,00381 \times 0,000508} \\ &= 14,18 \times 10^{-12} = 0,14 \text{ \AA}\end{aligned}\quad (64)$$

Se conoce que el diámetro aproximado de un átomo de hidrógeno es de 1 ángstrom, es decir, que en estas condiciones un átomo de hidrógeno se podría dibujar con una resolución de 27×27 pixeles en x, y, mientras que en el eje z esta sería de 7 pixeles, de tal manera que se llegaría a resolución atómica.

3.12 Voltaje de Vbias

Como se explicó en la sección 2.1.4, para establecer una corriente túnel es necesario aplicar una pequeña diferencia de potencial entre punta y muestra, llamada *voltaje bias*, de forma que las energías de Fermi de estos electrodos sean diferentes para generar estados electrónicos accesibles. Como se ilustró en la figura 5, esta diferencia de potencia favorece que los electrones puedan cruzar la barrera de potencial (distancia punta-muestra) para encontrar estados de energía libre donde llegar. Si aplicamos una diferencia de potencial V , la diferencia entre la energía de Fermi de punta y muestra será eV , donde e es la carga del electrón, con lo cual se establece el número de estados accesibles para los electrones que cruzan la barrera de potencial. Es importante recordar que el flujo de electrones se establece por propiedades de la mecánica cuántica, sin ningún tipo de contacto físico entre la punta y la muestra.

4. Microscopía de fuerza atómica

Este capítulo tiene como objetivo brindarle al lector las herramientas necesarias para comprender el funcionamiento del microscopio de fuerza atómica (AFM, por sus siglas en inglés) y los principales conceptos involucrados en esta técnica de microscopía. El contenido de este capítulo no solo pretende ser un material útil para aquellos lectores que se están introduciendo en el tema, sino también una fuente de referencia para aquellos con ciertos conocimientos o familiaridad con la técnica.

En la sección 4.1 se da una perspectiva general del AFM indicando sus principales ventajas y relevancia. En la sección 4.2 se describen los principales componentes y se detalla aquellos que diferencian el AFM del STM visto en el capítulo anterior. La sección 4.3 comprende algunos aspectos relevantes de las fuerzas de interacción entre punta-muestra. Finalmente, la sección 4.4 está enfocada en los modos de operación topográficos, tanto estáticos como dinámicos.

4.1 Introducción al AFM

La microscopía de fuerza atómica es una técnica versátil utilizada para caracterizar la topografía de materiales a escala nanométrica y atómica. Específicamente, el AFM forma parte de las técnicas de microscopía de barrido (SPM), lo cual significa que emplea una punta muy afilada para hacer un barrido sobre los materiales y crear una imagen tridimensional de su superficie, para lo cual mide la fuerza de interacción entre punta y muestra a través de un sistema realimentado de control (Eaton & West, 2010; Voigtländer, 2015).

Desde su desarrollo, el AFM se ha convertido en una herramienta importante en la nanociencia y en la nanotecnología. Esto se debe sobre todo a que el AFM cuenta con distintos modos de operación que expanden significativamente la funcionalidad del instrumento, lo cual permite no solo conocer la morfología de la superficie del material, sino también caracterizar distintas propiedades: *mecánicas*, como dureza, elasticidad, adhesión (Butt *et al.*, 2005; Magonov *et al.*, 1997;

Rodríguez & García, 2004), factor de disipación (Proksch *et al.*, 2016; García & Proksch, 2013) y viscoelasticidad (Killgore *et al.*, 2011; Radmacher *et al.*, 1993); *eléctricas*, como conductividad eléctrica (Houzé *et al.*, 1996; Kelley *et al.*, 1999), potencial de superficie (Melitz *et al.*, 2011; Nonnenmacher *et al.*, 1991), variaciones de campo eléctrico (Girard, 2001; Martin *et al.*, 1988) e impedancia eléctrica (Lai *et al.*, 2011; Celano, 2019), *piezoeléctricas* (Kalinin *et al.*, 2006; Gruverman & Kholkin, 2006) y *magnéticas* (Kazakova *et al.*, 2019; Belliard *et al.*, 1997).

Otra de las ventajas del AFM que lo han convertido en un instrumento útil en las ciencias biológicas, la medicina y las ciencias de materiales es su capacidad de estudiar nanomateriales en diferentes ambientes, tanto en aire como en líquido, lo cual posibilita analizar muestras biológicas que se encuentren en su ambiente nativo. Además, la muestra requiere una mínima preparación en comparación con las preparaciones dispendiosas y, en ocasiones, con efectos negativos que demandan otras técnicas de microscopía electrónica de barrido (SEM) o de transmisión (TEM).

4.2 Componentes principales

La figura 44 muestra un esquema general de la configuración básica de un sistema de AFM.

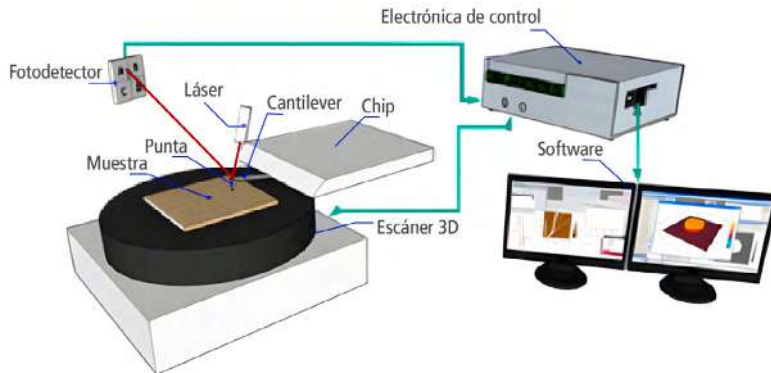


Figura 44. Diagrama básico de los principales componentes de un AFM
Fuente: elaboración propia.

Los principales componentes del sistema son:

- Sistema de posicionamiento 3D o scanner.
- Sonda: cantilever y punta.
- Sistema de detección de deflexión.
- Sistema de control.

4.2.1 Sonda: cantilever y punta

La sonda consiste de un chip, una viga pivoteada o cantilever y una punta muy afilada en el extremo del cantilever, tal como se muestra en la figura 44. Estas sondas son construidas a base de silicio (Si) o nitruro de silicio (Si_3N_4) y se apoyan en los procesos robustos de microfabricación de circuitos integrados y MEMS con el fin de obtener una buena uniformidad en sus formas y dimensiones.

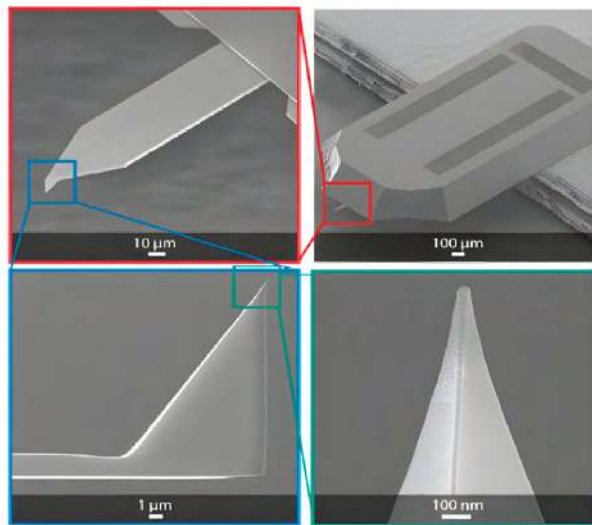


Figura 45. Imágenes de microscopía de barrido de una sonda de AFM con acercamientos en sus componentes y respectivas escalas de tamaño

Fuente: Opus by masch (s. f.).

La sonda cumple un papel importante en esta técnica de microscopía, pues con esta se establece una interacción directa con la superficie de la muestra. Debido a esta interacción, la punta de la sonda se puede desgastar con el tiempo, perder su vértice afilado y generar artefactos indeseables en la medida, por lo cual las sondas deben ser tratadas como un consumible en esta técnica.

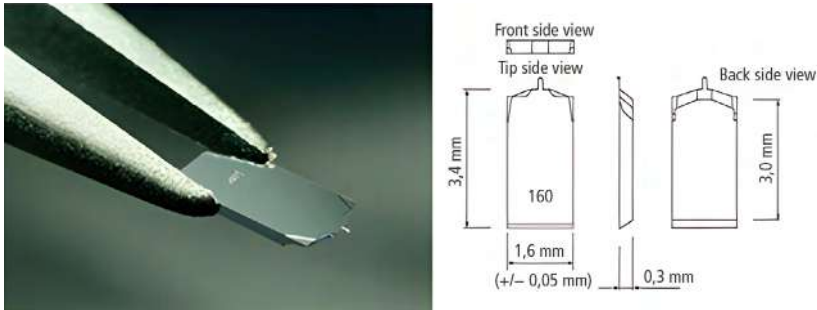


Figura 46. Manipulación de la sonda a través del chip (a) y sus dimensiones físicas (b)

Fuente: Imágenes tomadas de Micron Star-OMCL-AC160TN
(<https://bit.ly/4wvLfrm>).

El chip tiene la función de soportar el cantilever y permitir que la sonda sea fácilmente manipulable para montar y desmontarla del sistema de AFM (parte "a") de la figura 46). Por convención de la industria, sus dimensiones suelen ser de $1,6\text{ mm} \times 3,5\text{ mm} \times 0,5\text{ mm}$, con el fin de que distintas sondas puedan ser utilizadas en AFM de fabricantes diferentes (parte "b") de la figura 46).

En cuanto a los cantilevers, existen principalmente dos tipos de formas: las tipo triangular (figura 47) y las tipo viga sencilla (figura 48), que junto con otras variables, como longitud, espesor y ancho, determinan sus propiedades mecánicas, como rigidez, frecuencia de resonancia y propiedades de torsión.

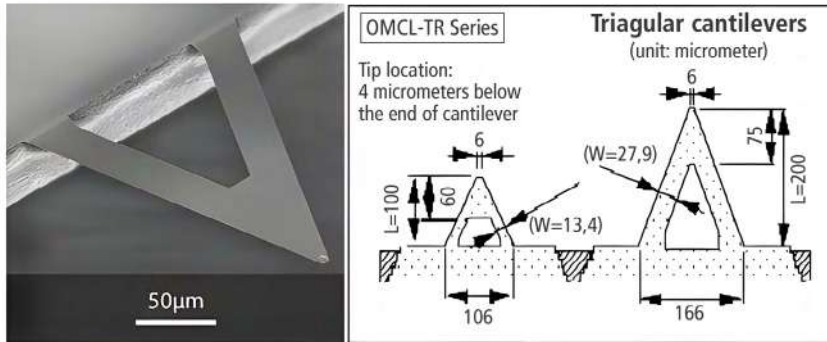


Figura 47. Imagen de microscopía electrónica de barrido a cantilever triangular y dimensiones relevantes de esta forma

Fuente: Imágenes tomadas de Micron Star-OMCL-TR400PSA (<https://bit.ly/4gqGdHY>) y *Entwicklung eines Prüfstandes zur rückführbaren Kalibrierung von Cantilevern* (<https://bit.ly/44rry8a>, p. 5).

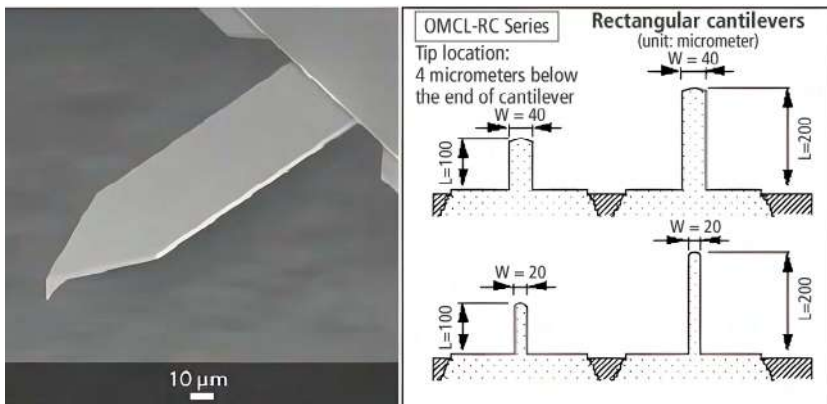


Figura 48. Imágenes de microscopía electrónica de barrido a cantilever rectangular o de viga

Fuente: Imágenes tomadas de Micron Star-OMCL-TR400PSA (<https://bit.ly/4gqGdHY>) y Nano and More-160AC-SG (<https://bit.ly/3Rtoohc>).

4.2.1.1 Constante de rigidez

La rigidez hace referencia a la fuerza que ejerce el extremo del cantilever en función de su deformación, q (figura 49). Para valores pequeños de esta deflexión, la fuerza ejercida obedece la ley de Hook, es decir, es proporcional a la deflexión tal como se muestra en la ecuación 65.

$$F = kq \quad (65)$$

Donde:

k : constante de proporcionalidad o también conocida como constante de resorte que representa la rigidez del cantilever.

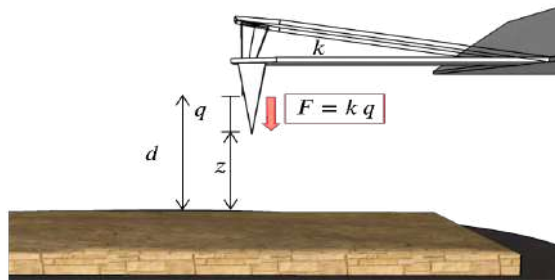


Figura 49. Fuerza ejercida por el extremo del cantilever en función de su rigidez y deflexión

Fuente: elaboración propia.

Para el caso de un cantilever rectangular como el mostrado en la figura 49, k está determinada por la ecuación 66.

$$k = \frac{Ew_c t_c^2}{4L_c^3} \quad (66)$$

Donde:

E : módulo de elasticidad del cantilever.

w_c : ancho del cantilever.

t_c : espesor del cantilever.

L_c : largo del cantilever.

La constante de resorte del cantilever es un parámetro importante porque este dispositivo es un transductor de la fuerza de interacción entre la punta y la muestra en función de su deflexión, q , y esta fuerza de interacción es, por lo general, inferior a las decenas de nN.

Usualmente el fabricante indica el valor nominal de k para cada sonda. Sin embargo, estos valores tienen un margen de tolerancia considerable, por lo cual se hace necesario contar con métodos experimentales, como el de Sader y el de ruido térmico (Cook *et al.*, 2006; Burnham *et al.*, 2003), con el fin de determinar el valor real de este parámetro para cada sonda que se va a utilizar en la medición.

4.2.1.2 Puntas

El vértice de la punta se puede aproximar a una esfera cuyo radio está en el orden de los nanómetros. Este parámetro influye en la resolución lateral de la técnica de AFM. Existen distintas relaciones de aspecto de base y altura (piramidales, tetragonales), como también de diferentes materiales, como diamante y nanotubos de carbono.

Las características del cantilever y de la punta deben tenerse en cuenta al momento de seleccionar el tipo de sonda apropiada para caracterizar una muestra, el ambiente en el que va a realizar la medición, el modo de operación que se va a emplear y la propiedad física que se quiere caracterizar.

Adicionalmente, existen diferentes tipos de recubrimiento metálico, tanto al cantilever como a la punta, con el fin de dotarla de las propiedades conductivas o magnéticas necesarias para caracterizar otro tipo de propiedades físicas.

4.2.2 Sistema de detección de deflexión

Si se escoge correctamente la sonda para realizar una medición, la fuerza ejercida por el cantilever se equilibrará en todo momento con las fuerzas de

interacción entre punta y muestra (las cuales se verán en la sección 4.3). Por lo tanto, según la ecuación 65, si se mide la deflexión del cantilever, q , y conociendo la constante del resorte, k , se puede inferir las interacciones presentes entre punta y muestra.

Existen varios métodos para detectar la deflexión del cantilever, como los capacitivos (Göddenhenrich *et al.*, 1990), piezorresistivos (Tortonese *et al.*, 1993), de corriente túnel (Binnig *et al.*, 1986) y de interferometría láser (Binnig *et al.*, 1986; Martin *et al.*, 1987). Sin embargo, el más usado en un AFM comercial es el sistema basado en deflexión óptica (OBD, por sus siglas en inglés) debido a su alta sensibilidad y relativamente fácil implementación. Este sistema consiste en apuntar una luz láser al extremo del cantilever y monitorear o sensor su reflexión mediante un fotodetector dividido en cuatro segmentos (figura 50).

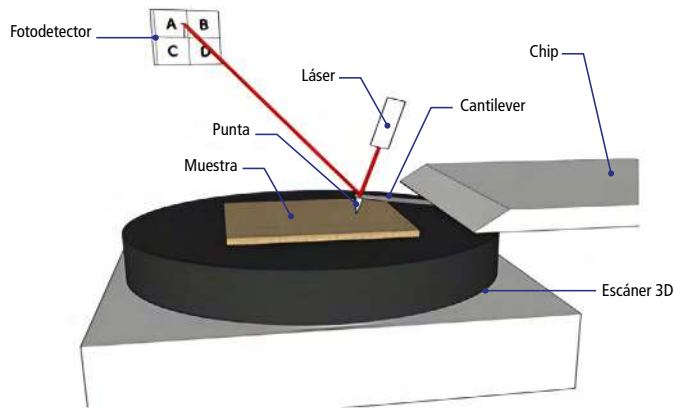


Figura 50. Sistema de detección de deflexión basado en deflexión de láser-fotodetector

Fuente: elaboración propia.

En este arreglo, la distancia entre el cantilever y el fotodetector, d_r , es de varios órdenes de magnitud superior a la longitud del cantilever, L (la figura no está a escala), por lo cual se logra una ventaja óptica que permite magnificar la deflexión del cantilever, q , y que se aprecia como un mayor desplazamiento del reflejo del láser sobre el fotodetector, Δ_q , como se aprecia en la ecuación 67.

$$\Delta_q = \frac{3d_f q}{L} \quad (67)$$

Por otra parte, el voltaje de salida del fotodetector, V_{out} , es proporcional al desplazamiento vertical del reflejo del láser sobre el fotodetector, Δ_q , y está dado por la ecuación 68.

$$V_{out} = \frac{(V_A + V_B) - (V_C + V_D)}{V_A + V_B + V_C + V_D} = K_f \Delta_q \quad (68)$$

En esta ecuación también se aprecia que V_{out} considera la señal que llega a cada uno de los cuatro segmentos (V_A , V_B , V_C , V_D), lo cual permite detectar la direccionalidad de la deflexión del cantilever.

Considerando las ecuaciones 65, 67 y 68, se puede determinar que para pequeñas deflexiones del cantilever, q , la relación entre el voltaje de salida y la fuerza ejercida por el cantilever está dada por la ecuación 69.

$$V_{out} = S_z F \quad (69)$$

Donde:

S_z : constante de proporcionalidad conocida como la sensibilidad de detección óptica, y debe ser determinada experimentalmente antes de realizar cualquier medición.

4.3 Interacción punta-muestra

A diferencia del STM, que mide una corriente túnel, el AFM mide la fuerza de interacción entre la punta y la muestra para realizar el seguimiento de la superficie y, por lo tanto, su respectiva imagen topográfica. Es por esto que antes de explicar los modos de operación que posee un AFM, es recomendable comprender el tipo de fuerzas que interactúan entre punta y muestra, como también la mecánica de contacto que existe entre ellas. Esto le brindará al lector y al usuario de esta técnica de microscopía un entendimiento

más claro de los fenómenos que están sucediendo cuando se realiza una imagen.

Al momento de realizar mediciones de AFM en aire, o en vacío, y en ausencia de campos eléctricos o magnéticos externos, las fuerzas intermoleculares dominantes entre punta y muestra son las denominadas *fuerzas de Van der Waals* y las fuerzas de repulsión de corto rango. Una forma de estimar estas fuerzas de interacción consiste en modelar el sistema punta y muestra tal como se presenta en la figura 51 y determinar la energía potencial de interacción entre ellas en función de su separación, $U(d)$. La fuerza de interacción es, por lo tanto, la derivada parcial de $U(d)$ con respecto a d , de la forma como se indica en la ecuación 70.

$$F(d) = -\frac{\partial U}{\partial d} \quad (70)$$

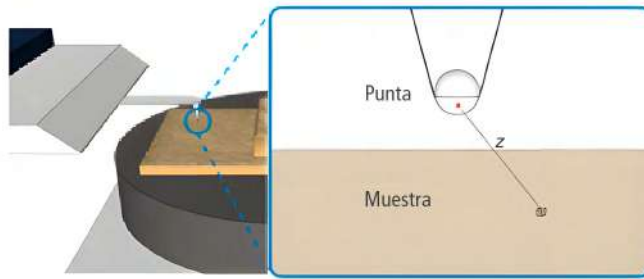


Figura 51. Esquema de la punta del AFM y la superficie de la muestra.

Nota. También se indica la distancia z entre un átomo/molécula de punta con otro de la muestra

Fuente: elaboración propia.

Para este modelo se asume que la superficie de la muestra es plana y el vértice de la punta se puede representar como una esfera de radio R . Además, tanto la punta como la muestra están conformadas de manera homogénea por átomos o moléculas eléctricamente neutros.

Una aproximación para determinar la energía potencial de interacción $U(d)$, desarrollada por Hamaker en 1937, consiste en determinar la interacción entre las moléculas individuales que componen la punta y la muestra en función de la distancia que los separa, z , y posteriormente integrar estas interacciones a lo largo de la geometría de la punta y de la muestra.

4.3.1 Energía potencial de interacción intermolecular

4.3.1.1 Potencial de interacción de atracción – Van der Waals

Aunque los átomos o moléculas que componen tanto la punta como la muestra son eléctricamente neutros, estos pueden tener o inducir dipolos eléctricos y, por lo tanto, presentan una energía potencial de interacción electrostática entre ellos. Esta energía potencial puede tener tres distintas contribuciones provenientes de la interacción entre: dos dipolos permanentes (conocida como *interacción Keesom*), un dipolo permanente y un dipolo inducido (o *interacción Debye*), y dos dipolos inducidos instantáneamente (o *interacción de dispersión de London*). Estas tres, en conjunto, se conocen de manera general como *interacciones de Van der Waals* (Israelachvili, 2011) y se pueden representar como se indica en la ecuación 71.

$$U_{vdW}(z) = U_{Keesom}(z) + U_{Debye}(z) + U_{London}(z) \quad (71)$$

La interacción Keesom describe la energía de potencial de interacción entre dos átomos o moléculas con dipolos eléctricos permanentes, de libre orientación y en un ambiente uniforme con constante dieléctrica k (Keesom, 1921). Esta energía de interacción se puede modelar como se muestra en la ecuación 72.

$$U_{Keesom}(z) = -\frac{1}{3k_B T} \left(\frac{p_1 p_2}{4\pi k \epsilon_0} \right)^2 \frac{1}{z^6} = -\frac{C_{Keesom}}{z^6} \quad (72)$$

Donde:

p_1 y p_2 : momentos dipolares eléctricos de las dos moléculas.

ϵ_0 : permitividad eléctrica en el vacío.

T : la temperatura.

K_B : constante de Boltzmann.

z : distancia entre las dos moléculas.

En la ecuación 72 se aprecian tres aspectos relevantes. El primero, que su valor es inversamente proporcional a la sexta potencia de la distancia, z^{-6} . El segundo, el signo negativo indica que es una interacción de atracción. Y el tercero, que se contempla el factor térmico de Boltzmann, $k_B T$, puesto que la orientación de los dipolos varía debido a efectos térmicos, aunque favorece aquella que presente los niveles de energía más bajos (Keesom, 1921).

La interacción Debye describe la energía potencial de interacción entre un dipolo permanente de orientación aleatoria y un dipolo inducido. Este potencial se puede modelar como se muestra en la ecuación 73 (Butt *et al.*, 2005).

$$U_{Debye}(z) = -\frac{p_1^2 \alpha_2 + p_2^2 \alpha_1}{(4\pi\kappa\epsilon_0)^2} \frac{1}{z^6} = -\frac{C_{Debye}}{z^6} \quad (73)$$

Donde:

α_1 y α_2 polarizabilidad electrónica de las moléculas involucradas.

En la ecuación 73 se aprecia nuevamente la relación inversamente proporcional a la sexta potencia de la distancia z^{-6} , y el signo negativo indicando que es una interacción de atracción.

Finalmente, la interacción de dispersión de London se produce entre dos átomos o moléculas que no presentan dipolos eléctricos permanentes. El origen de esta interacción es de naturaleza cuántica y se debe a pequeños desequilibrios temporales de la nube electrónica de estos átomos o moléculas, descritos por su respectiva función de onda, que causan momentos dipolares eléctricos instantáneos. Estos, a su vez, inducen un dipolo eléctrico en el otro átomo o molécula y generan así un potencial de interacción (London, 1937).

Este potencial de interacción se puede modelar como se muestra en la ecuación 74, donde α_1 y α_2 corresponden a la polarizabilidad electrónica de los dos átomos o moléculas y I_1 y I_2 son sus respectivas energías de ionización (London, 1937).

$$U_{\text{London}}(z) = -\frac{3}{2} \frac{\alpha_1 \alpha_2}{(4\pi\kappa\epsilon_0)^2} \left(\frac{I_1 I_2}{I_1 + I_2} \right) \frac{1}{z^6} = -\frac{C_{\text{London}}}{z^6} \quad (74)$$

Una vez más, se aprecia la relación inversamente proporcional a la sexta potencia de la distancia z^{-6} y el signo negativo indicando que es una interacción de atracción.

Considerando las ecuaciones 72, 73 y 74, podemos reescribir la energía potencial de interacción de Van der Waals descrita en la ecuación 71 de la forma como se muestra en la ecuación 75, donde se aprecia que el potencial de interacción a nivel intermolecular es atractivo y de corto alcance.

$$\begin{aligned} U_{\text{vdW}}(z) &= -\left(\frac{1}{4\pi\kappa\epsilon_0} \right)^2 \left[\frac{1}{3} \frac{1}{k_B T} \frac{p_1^2 p_2^2}{z^6} + 2 \frac{p_1 \alpha_2}{z^6} + \frac{3}{2} \left(\frac{I_1 I_2}{I_1 + I_2} \right) \frac{\alpha_1 \alpha_2}{z^6} \right] \\ &= -\frac{C_{\text{vdW}}}{z^6} \end{aligned} \quad (75)$$

4.3.1.2 Modelo Lennard-Jones

Cuando la distancia entre la punta y la muestra empieza a disminuir y la separación entre los dos es inferior a 1 nm hasta llegar a distancias interatómicas, se presenta una fuerte energía potencial de interacción de carácter repulsivo, la cual es de mayor magnitud en comparación con las interacciones de Van der Waals descritas anteriormente.

Estas fuerzas de corto alcance aparecen cuando se solapan las funciones de onda de los electrones de los orbitales externos e internos de los átomos que interactúan entre sí. Esta repulsión no es solo de carácter electrostático, sino que también obedece al principio cuántico de exclusión de Pauli (Massimi, 2005; Jarvis *et al.*, 2015).

Uno de los modelos usados comúnmente para representar la energía potencial de interacción, tanto atractiva como repulsiva, entre dos átomos o moléculas es el modelo de Lenard-Jones (Jones, 1924) (también conocido como *potencial 6-12*), que está descrito por la expresión analítica mostrada en la ecuación 76.

$$U_L(z) = 4U_0 \left[\left(\frac{R_0}{z} \right)^{12} - \left(\frac{R_0}{z} \right)^6 \right] \quad (76)$$

Donde:

U_0 : valor mínimo de potencial de interacción.

R_0 : distancia en la cual el potencial de interacción es cero.

Este modelo empírico logra describir de manera sencilla y con una buena aproximación el comportamiento del potencial de interacción, tanto atractivo (dado por el término z^{-6}) como repulsivo (dado por el término z^{-12}), en función de su separación, z . La figura 52 muestra el comportamiento de la curva de potencial de interacción y permite diferenciar los dos regímenes: atractivo y repulsivo.

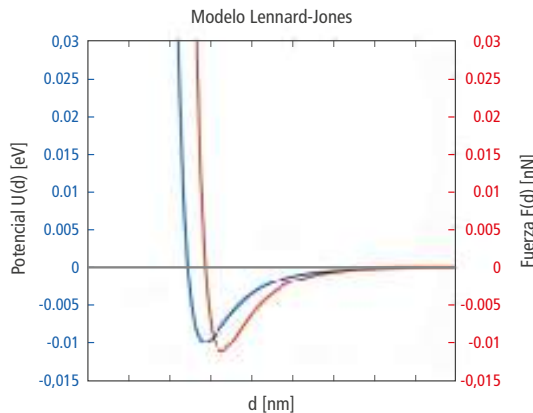


Figura 52. Energía potencial y fuerza de interacción según el modelo Lennard-Jones

Nota. $R_0 = 0,34$ nm y $U_0 = 0,01$ eV

Fuente: elaboración propia.

4.3.2 Interacciones de Van der Waals a nivel macroscópico

Volviendo al modelo presentado en la figura 51, el desarrollo teórico de Hamaker (1937) asume que la energía potencial de Van der Waals entre átomos o moléculas obtenida en la ecuación 75 es aditiva y, por lo tanto, la energía potencial de interacción entre punta y muestra a nivel macroscópico se puede obtener integrando estos potenciales a lo largo de la geometría de la muestra y de la punta.

Considerando primero la interacción total de un átomo o molécula de la punta con respecto a toda la superficie de la muestra (figura 53), se puede determinar un volumen de integración, $dV = 2\pi \times d \times d\zeta$, el cual todos los átomos o moléculas en este volumen experimentan el mismo potencial de interacción con respecto al átomo de análisis. El potencial de interacción total de este átomo estaría dado por la ecuación 77.

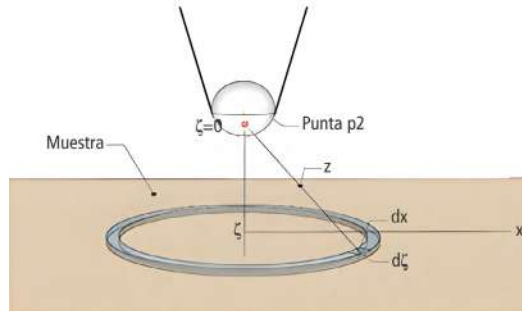


Figura 53. Región de integración para determinar la interacción entre un átomo/molécula de la punta y la superficie de la muestra

Fuente: elaboración propia.

$$\begin{aligned}
 U_{\text{molécula_muestra}}(d) &= \int dU = \int U_{\text{vdW}}(z) \rho_1 dV \\
 &= -2\pi \rho_1 C_{\text{vdW}} \int_{\zeta=0}^{\zeta=\infty} \int_{x=0}^{x=\infty} \frac{x dx d\zeta}{(\zeta^2 + x^2)^3} \\
 &= -\frac{\pi \rho_1 C_{\text{vdW}}}{6d^3}
 \end{aligned} \tag{77}$$

Donde:

ρ_1 : densidad de átomos de la muestra por unidad de volumen.

Por último, el potencial de interacción total entre la punta y la muestra, separadas por una distancia d , se puede determinar integrando el resultado obtenido en la ecuación 77 en la geometría de la punta (figura 54). Para este caso, se considera un volumen de integración $dV = \pi(2R - \zeta)\zeta d\zeta$ y una densidad de átomos de la punta por unidad de volumen ρ_2 , a partir de lo cual se obtiene el resultado indicado en la ecuación 78.

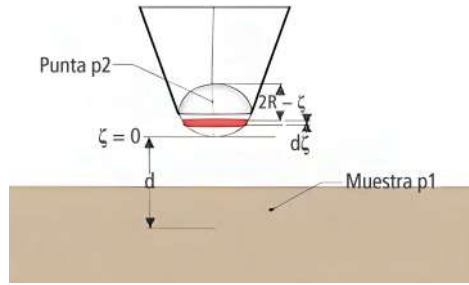


Figura 54. Región de integración para determinar la interacción total de la punta y la superficie de la muestra
Fuente: elaboración propia.

$$\begin{aligned}
 U_{\text{punta_muestra}}(d) &= \int dU_{\text{molécula_muestra}} = \int U_{\text{molécula_muestra}}(d) \rho_2 dV \\
 &= -\frac{\pi^2 \rho_1 \rho_2 C_{\text{vdW}}}{6} \int_{\zeta=0}^{\zeta=2R} \frac{(2R - \zeta)\zeta d\zeta}{(d + \zeta)^3} \\
 &= -\frac{\pi^2 \rho_1 \rho_2 C_{\text{vdW}} R}{6d} = -\frac{HR}{6d}
 \end{aligned} \tag{78}$$

La variable H en la ecuación 78 se conoce como la *constante Hamaker*. Esta constante es una propiedad de los materiales involucrados y cuantifica la magnitud de la energía potencial de interacción entre sus superficies (Hamaker, 1937).

Aquí cabe resaltar que a pesar de que el potencial de interacción entre moléculas o átomos a nivel individual es de corto alcance (comportamiento proporcional a z^{-6} , como se muestra en la ecuación 75), el potencial de interacción de objetos macroscópicos es de mayor alcance (proporcional a z^{-1}).

Con los resultados anteriores podemos decir que la fuerza de interacción total entre una punta con radio R y una muestra de superficie plana está dada por la ecuación 79. Esta fuerza tiene orden de magnitud de los pN a nN y pueden ser medidas experimentalmente por el AFM (Butt *et al.*, 2005).

$$F(d) = -\frac{\partial U}{\partial d} = -\frac{HR}{6d^2} \quad (79)$$

Por último, vale la pena mencionar que aunque este modelo desarrollado por Hamaker ignora otros fenómenos, como el de la interacción entre átomos o moléculas adyacentes del mismo material, el resultado es consistente con valores experimentales (Hamaker, 1937) y con modelos fundamentales como el de Dzyaloshinskii, Lifshitz y Pitaevskii (DLP), que contemplan fenómenos de teoría cuántica de campos y materia condensada (Dzyaloshinskii *et al.*, 1961; Langbein, 1973).

4.3.3 Modelos de mecánica de contacto entre punta y muestra

Cuando la punta y la muestra entran en contacto, las fuerzas repulsivas presentes entre cientos o miles de átomos o moléculas de los dos objetos ocasionan un reposicionamiento de los átomos en cada uno de los sólidos y, en consecuencia, una deformación mecánica tanto de la punta como de la muestra. Esta deformación depende principalmente de la fuerza de interacción entre los dos objetos, de su forma y de las propiedades mecánicas de los materiales que los componen, como lo son su módulo de elasticidad (o módulo de Young), E , y su coeficiente de Poisson, ν .

Varios modelos teóricos se han desarrollado con el fin de caracterizar y cuantificar la deformación elástica de dos sólidos cuando entran en contacto

mecánico. Estos modelos fueron desarrollados por Hertz (1882), después por Johnson, Kendall y Roberts (1971; Johnson, 1985), por Derjaguin, Muller y Toporov (1975, 1978; Muller *et al.* 1983). Estos modelos varían entre ellos según los fenómenos de interacción que consideran y son los más ampliamente utilizados para interpretar los datos obtenidos de las curvas de fuerza-distancia computadas por el AFM, las cuales se comentarán en mayor detalle en la sección de determinación de propiedades mecánicas.

El modelo de Hertz (1882) ignora por completo los efectos de interacción de atracción de Van der Waals (descritos en la sección 4.3.2), como también los fenómenos de adhesión entre la punta y la muestra. De esta manera, los valores de deformación, δ , presentados por una punta con un vértice modelado como una esfera de radio R sobre una superficie plana (figura 55) están dados por la ecuación 80.

$$\delta_{\text{hertz}} = \frac{a_{\text{hertz}}^2}{R} \quad (80)$$

Donde:

a : radio de contacto entre la punta y la muestra.

F : fuerza ejercida sobre la superficie.

F_{tot} : módulo de elasticidad efectiva que considera tanto el módulo de elasticidad de punta y muestra (E_{punta} y E_{muestra}), como el coeficiente de Poisson de punta y muestra (ν_{punta} y ν_{muestra}).

$$a_{\text{hertz}} = \left(\frac{RF}{E_{\text{tot}}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (81)$$

$$\frac{1}{E_{\text{tot}}} = \frac{3}{4} \left(\frac{1 - \nu_{\text{muestra}}^2}{E_{\text{muestra}}} + \frac{1 - \nu_{\text{punta}}^2}{E_{\text{punta}}} \right) \quad (82)$$

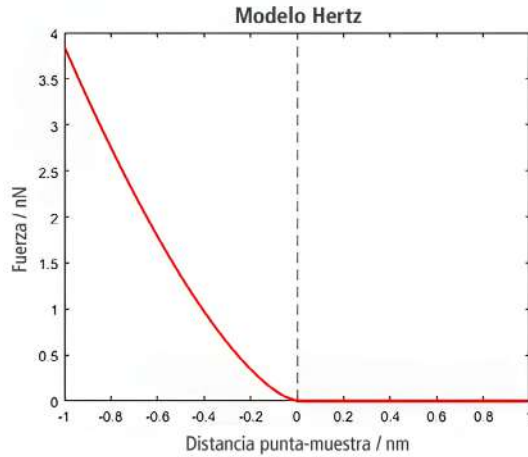


Figura 55. Curva característica de contacto punta-muestra según modelo Hertz

Nota. Curva obtenida con $R=7\text{ nm}$, $E_{\text{punta}}=130\text{ GPa}$,
 $E_{\text{muestra}}=\text{GPa}$, $V_{\text{punta}}=V_{\text{muestra}}=0,3$
 Fuente: elaboración propia.

En las ecuaciones 80 y 81 se puede apreciar que a medida que aumenta la fuerza ejercida por la punta sobre la superficie, también aumenta de manera no lineal el radio de contacto, a , y la deformación de la muestra δ (Hertz, 1882).

Por su parte, el modelo de Derjaguin, Muller y Toporov, conocido como modelo DMT, expande el modelo descrito por Hertz y considera efectos de adhesión fuera del área de contacto entre la punta y la muestra. Esta fuerza de adhesión F_{ad} está dada por la ecuación 83, donde W es la energía por unidad de área requerida para separar las dos superficies que entraron en contacto y que para materiales que no interactúan fuertemente entre sí (debido a enlaces químicos) está dominada por la energía potencial de interacción de Van der Waals descrita en la ecuación 78.

$$F_{ad}^{\text{DMT}} = 2\pi RW \quad (83)$$

La deformación determinada por este modelo, δ_{DMT} , y el área de contacto entre punta y muestra, a_{DMT} , están descritas por las ecuaciones 84 y 85. Aquí se observa que no solo se tiene en cuenta la fuerza ejercida por la punta sobre la muestra, sino también se contempla la fuerza de adhesión mencionada en la ecuación 83 (Derjaguin *et al.*, 1975; Muller *et al.*, 1983).

$$\delta_{DMT} = \frac{a_{DMT}^2}{R} \quad (84)$$

$$a_{DMT} = \left(\frac{R(F + F_{ad})}{E_{tot}} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (85)$$

Considerando las ecuaciones 78, 83, 84, 85, la fuerza de contacto mecánico entre punta y muestra de este modelo está dada por la ecuación 86.

$$F_{DMT}(d) = \begin{cases} -\frac{HR}{6a_o^2}, & d > a_o \\ -\frac{HR}{6a_o^2} + \frac{4}{3}E \times \sqrt{R}(a_o - \delta)^{\frac{3}{2}}, & \delta \leq a_o \end{cases} \quad (86)$$

Este modelo describe mejor el comportamiento de contacto entre punta y muestra relativamente rígidos, que presentan baja adhesión y con una punta con un radio pequeño. La figura 56 muestra el comportamiento característico del modelo JKR.

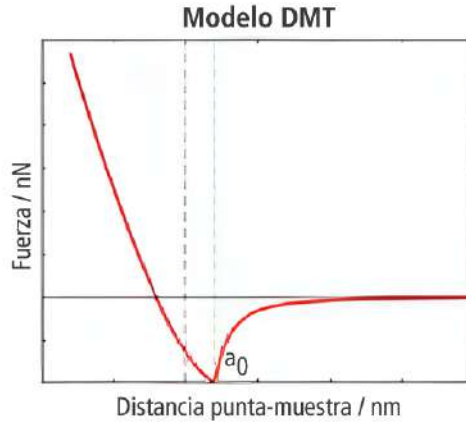


Figura 56. Curva característica de contacto punta-muestra según modelo DMT

Nota. Curva obtenida con $R=7 \text{ nm}$, $E_{\text{punta}}=130 \text{ GPa}$, $E_{\text{muestra}}=1 \text{ GPa}$,

$$V_{\text{punta}}=V_{\text{muestra}}=0,3, a=0,2 \text{ nm}, H=3,4 \times 10^{-20} \text{ J}.$$

Fuente: elaboración propia.

El modelo de Johnson, Kendall y Roberts, conocido como modelo JKR, también considera fuerzas de adhesión, pero únicamente las que se generan dentro del área de contacto. La fuerza de adhesión de este modelo está dado por la ecuación 87.

$$F_{\text{ad}}^{\text{JKR}} = \frac{3\pi}{2} RW \quad (87)$$

La deformación determinada por este modelo, δ_{JKR} , está descrita por la ecuación 88 (Johnson *et al.*, 1971; Johnson, 1985).

$$\delta_{\text{DMT}} = \frac{a_{\text{JKR}}^2}{R} - \frac{4}{3} \sqrt{\frac{F_{\text{ad}}^{\text{JKR}}}{RE_{\text{tot}}}} \quad (88)$$

Donde el área de contacto está dada por la ecuación 89.

$$a_{\text{JKR}} = \left(\frac{R}{E_{\text{tot}}} \left[\sqrt{F_{\text{ad}}^{\text{JKR}}} + \sqrt{F + F_{\text{ad}}^{\text{JKR}}} \right]^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (89)$$

Como se aprecia en la figura 57, la fuerza descrita por este modelo presenta histéresis, la cual refleja que el comportamiento de adhesión entre punta y muestra persiste aun cuando la punta se aleja de la superficie de la muestra, hasta que se alcanza un radio crítico de contacto y súbitamente se separan. Este tipo de comportamiento de fuerza se considera como no-conservativa.

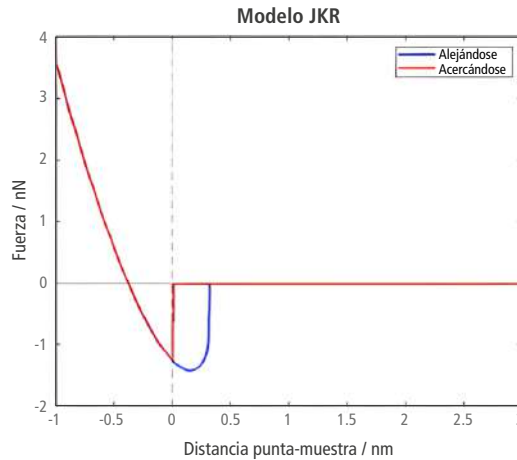


Figura 57. Curva característica de contacto punta muestra según modelo JKR

Nota. $R=7\text{ nm}$, $E_{\text{punta}}=130\text{ GPa}$, $E_{\text{muestra}}=1\text{ GPa}$, $\nu_{\text{punta}}=\nu_{\text{muestra}}=0,3$,
 $a=0,2\text{ nm}$, $H=3,4 \times 10^{-20}\text{ J}$

Fuente: elaboración propia.

En contraste con el modelo DMT, el modelo JKR aplica mejor para describir contactos entre punta y muestra de baja dureza, con alta fuerza de adhesión, o con puntas de un radio relativamente grande.

4.4 Modos de operación topográficos

Existen varios métodos o modos de operación topográficos del AFM que tienen el objetivo de obtener una reconstrucción 3D de la superficie de la muestra, los cuales se pueden clasificar en dos grandes grupos: los estáticos y los dinámicos. La diferencia entre ellos radica básicamente en que el primero

sensa las propiedades estáticas o cuasiestáticas de deflexión del cantilever cuando la punta está en interacción con la muestra, mientras que el segundo grupo sensa alguna propiedad dinámica de vibración del cantilever ante la presencia de interacción entre punta y muestra.

4.4.1 Modo estático o modo DC

El modo estático de medición topográfica, también conocido como modo DC, consiste en realizar un barrido sistemático de la muestra, en la dirección x, y mientras que la punta está en contacto permanente con la superficie de la muestra y conserva un valor deseado, o *setpoint*, de fuerza aplicada durante el transcurso de la medición. El valor de la fuerza ejercida depende de la constante de resorte o rigidez del cantilever, k , y de su deflexión, tal como se presenta en la ecuación 90.

$$F = kq \quad (90)$$

Para que se cumpla la condición de mantener constante F , un lazo de control ajusta continuamente el posicionador en z con el fin de mantener la deflexión del cantilever constante y, por lo tanto, la fuerza aplicada sobre la muestra. De esta forma, el *software* del sistema de AFM interpreta los movimientos realizados del escáner en z en función de la posición en x, y para reconstruir una imagen topográfica tridimensional de la superficie de la muestra, como se observa en el esquema de la figura 58.

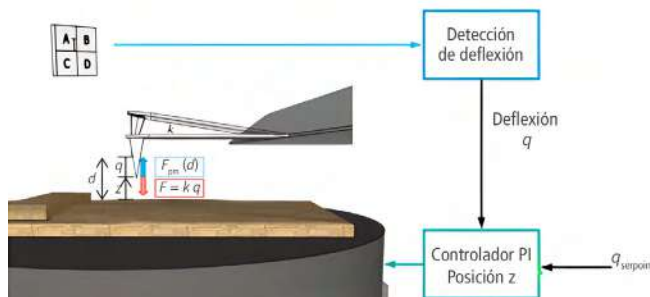


Figura 58. Esquema del modo de operación estático o DC
Fuente: elaboración propia.

Para este modo de medición es importante considerar varios aspectos, uno de los cuales es la constante de resorte del cantilever que se va a utilizar en la medición. La elección de este parámetro depende de dos aspectos: de la rigidez de muestra que se va a medir (puesto que no se escogerá la misma que se usa para medir un material cerámico que la utilizada para un material polimérico) y, también, del tipo de fuerza de interacción que se quiere mantener entre punta y muestra (repulsiva o atractiva). Por lo general, las sondas utilizadas para este modo tienen constantes de resorte relativamente suaves, $k < 10 \text{ N/m}$, con el fin de evitar que se modifique o dañe la muestra, así como evitar daños en el vértice de la punta y perder resolución vertical a causa de ello.

El segundo aspecto relevante que se debe considerar es la escogencia del *setpoint* y de las constantes proporcional, K_p , e integral, K_i , del controlador PID del lazo de control, ya que el controlador debe ajustar la posición en z en todo momento y mantener el mínimo error con respecto al *setpoint*. Estas variables deben ser ajustadas adecuadamente dependiendo, entre otros aspectos, de la velocidad del barrido en los ejes x, y y del tipo de fuerza de interacción que se quiere mantener entre punta y muestra (repulsiva o atractiva).

Existen varias ventajas y desventajas de este tipo de medición topográfica. Como ventajas se tienen que es el modo más sencillo de operación, puesto que requiere el ajuste de pocos parámetros en comparación con otros modos de medición. También se pueden alcanzar mayores velocidades de barrido y se pueden escanear con menores dificultades las superficies rugosas que presentan grandes diferencias de altura en su topografía.

Entre las principales desventajas está la presencia de fuerzas laterales de fricción entre la punta y la muestra, las cuales pueden modificar o contaminar el vértice de la punta, como también, alterar o destruir la muestra. Otra desventaja consiste en que la indentación de la punta sobre la muestra produce suaves distorsiones en el material que se está midiendo.

La figura 59 presenta una imagen obtenida en modo estático, en donde se aprecia el canal equivalentes a, z, y su respectiva reconstrucción 3D.

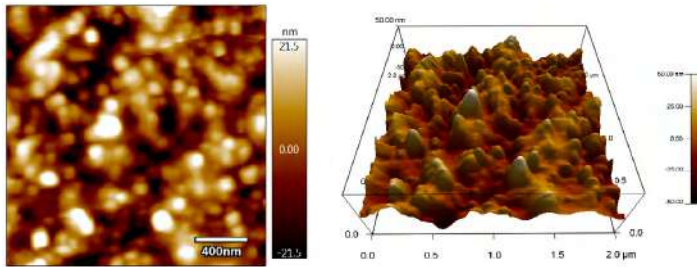


Figura 59. Imagen topográfica y su respectiva reconstrucción 3D de sustrato de vidrio recubierto de FTO

Fuente: elaboración propia, Laboratorio de Microscopía Avanzada, Universidad Central.

4.4.2 Modo dinámico o modo AC

En este modo de medición dinámico, también conocido como modo AC, el cantilever es excitado sinusoidalmente con una amplitud y frecuencia determinadas, de forma que la imagen tridimensional de la superficie de la muestra se reconstruye a partir de los cambios en los parámetros de la oscilación del cantilever, debidos a la fuerza de interacción punta-muestra, que son monitoreados y controlados durante el barrido topográfico. La figura 60 muestra los parámetros de oscilación que son considerados en este modo AC: la frecuencia de resonancia y amplitud de oscilación de la punta en oscilación libre (es decir, cuando no hay interacción entre punta-muestra), $q_L(t) = A^{LIBRE} \sin(\omega_o t + \phi)$; la frecuencia de resonancia y amplitud de oscilación cuando hay interacción punta-muestra, $q(t) = A \sin(\omega_o' t + \phi)$, y la frecuencia y amplitud de la excitación del cantilever, $F_{ext(t)} = F_o \sin(\omega t)$.

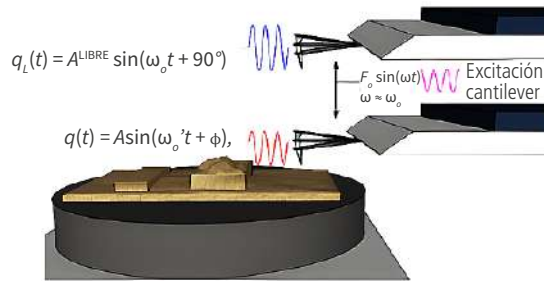


Figura 60. Parámetros de oscilación en el contexto de AFM en modo dinámico o AC

Fuente: elaboración propia.

Existen otras dos subdivisiones dentro del modo de operación dinámico, las cuales son conocidas como *modo de amplitud modulada* y *modo de frecuencia modulada*. La diferencia entre ellos radica en los parámetros de oscilación que el lazo de control usa como señal de realimentación para ajustar la posición en z y de esta manera reconstruir la topografía de la superficie. Sin embargo, antes de entrar en sus características particulares, es necesario contar con un modelo analítico que describa la dinámica de la punta en este contexto.

El modelo de un oscilador armónico con amortiguamiento y fuerzas externas, como el mostrado en la figura 61, permite describir adecuadamente la dinámica de la punta en presencia de fuerzas de interacción punta-muestra, $F_{pm}(d, \dot{d})$ (como las descritas en la sección 4.3), mientras el cantilever es sometido a oscilaciones sinusoidales debido a una fuerza externa, $F_{ext(t)} = F_o \sin(\omega t)$ (Albretch *et al.*, 1991; García & Pérez, 2002).

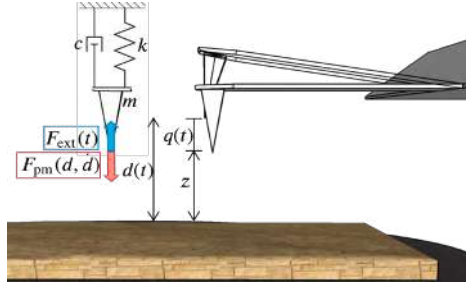


Figura 61. Modelo de oscilador armónico con amortiguamiento y fuerzas externas de cantilever y punta
Fuente: elaboración propia.

La ecuación dinámica de movimiento de este modelo está dada por la ecuación 91.

$$m\ddot{q} + c\dot{q} + kq = F_{ext}(t) + F_{pm}(d, \dot{d}) \quad (91)$$

Donde:

m : masa efectiva.

k : constante de rigidez efectiva.

c : constante de amortiguamiento efectiva.

Estos tres primeros parámetros hacen que el modelo describa adecuadamente el valor de deflexión.

$q(t)$: energía potencial almacenada.

$kq^2(t)/2$: energía cinética total.

$m\omega_0^2/2$: frecuencia natural, ω_0 , del cantilever y punta en oscilación libre (Melcher *et al.*, 2007).

Estos tres últimos parámetros efectivos se pueden determinar por varios métodos experimentales (Hutter & Bechhoefer, 1993; Cleveland *et al.* 1993; Butt & Jaschke, 1995).

La ecuación 91 puede reescribirse de la forma como se indica en la ecuación 92, donde $\omega_0 = \sqrt{k/m}$ y $Q = m\omega_0/c$ corresponden a la frecuencia natural de resonancia y al factor de calidad del cantilever en oscilación libre.

$$\begin{aligned}\frac{m\ddot{q}}{k} + \frac{c\dot{q}}{k} + q &= \frac{F_{ext}(t) + F_{pm}(d, \dot{d})}{k} \\ \frac{\ddot{q}}{\omega_0^2} + \frac{\dot{q}}{\omega_0 Q} + q &= \frac{F_{ext}(t) + F_{pm}(d, \dot{d})}{k}\end{aligned}\quad (92)$$

La ecuación diferencial no-lineal 92 se puede linealizar asumiendo pequeños valores de oscilación $\tilde{q}(t)$, en donde se cumpla que $\tilde{q} \ll d$, de manera que se obtiene la ecuación 93.

$$\ddot{\tilde{q}} + \frac{\omega_0'^2}{Q'} \tilde{q} = \frac{\omega_0^2}{k} F_{ext}(t) \quad (93)$$

Donde:

ω_0' : nueva frecuencia de resonancia.

Q' : factor de calidad equivalente del sistema.

Estos dos parámetros están dados por las ecuaciones 94 y 95.

$$\begin{aligned}\omega_o'^2 &= \omega_o^2 \left(1 + \frac{1}{k} \left(-\frac{\partial F_{pm}(d, \dot{d})}{\partial d} \Big|_{d=d^*, \dot{d}=0} \right) \right) \\ &= \omega_o^2 \left(1 + \frac{k_{pm}}{k} \right)\end{aligned}\quad (94)$$

$$\begin{aligned}\frac{1}{Q'} &= \frac{1}{Q} \left(1 + \frac{Q\omega_o}{k} \left(-\frac{\partial F_{pm}(d, \dot{d})}{\partial \dot{d}} \Big|_{d=d^*, \dot{d}=0} \right) \right) \\ &= \frac{1}{Q} \left(1 + \frac{Q\omega_o c_{pm}}{k} \right)\end{aligned}\quad (95)$$

Donde:

K_{pm} : gradiente de la fuerza de interacción con respecto a la distancia.

C_{pm} : gradiente de la fuerza de interacción con respecto a la velocidad.

Estos dos parámetros están dados como se indica en las ecuaciones 96 y 97.

$$k_{pm} = - \frac{\partial F_{pm}(d, \dot{d})}{\partial d} \Big|_{d=d^*, \dot{d}=0} \quad (96)$$

$$c_{pm} = - \frac{\partial F_{pm}(d, \dot{d})}{\partial \dot{d}} \Big|_{d=d^*, \dot{d}=0} \quad (97)$$

La relación entre la amplitud de oscilación de la punta, A , y la amplitud de excitación del cantilever, F_o , se puede observar mediante la magnitud de la función de transferencia de la ecuación 93, tal como se observa en la ecuación 98.

$$\frac{A}{F_o / k} = \left(\frac{1}{\left(1 - \left(\frac{\omega}{\omega_o} \right)^2 \right)^2 + \left(\frac{\omega}{\omega_o Q'} \right)^2} \right)^{1/2} \quad (98)$$

De igual manera, el desfase angular, ϕ , entre la señal de excitación del cantilever y la oscilación de la punta se puede determinar mediante la fase de la función de transferencia de la ecuación 93, así como se evidencia en la ecuación 99.

$$\phi(\omega) = \tan^{-1} \left(\frac{\frac{\omega}{\omega_o}}{Q' \left(1 - \left(\frac{\omega}{\omega_o} \right)^2 \right)} \right) \quad (99)$$

De las ecuaciones 94, 95, 98 y 99 se puede observar un comportamiento característico de los modos dinámicos en AFM: los parámetros de oscilación de la punta cambian en función de la gradiente de la fuerza de interacción, conservativa y disipativa (K_{pm} y C_{pm}) entre punta y muestra.

Para hacer más evidente este comportamiento, la figura 62 indica el desplazamiento de la frecuencia de resonancia, ω_o' , y el ángulo de fase, ϕ , en función de la gradiente de fuerza de interacción conservativa entre punta y muestra, K_{pm} , especialmente entre un régimen repulsivo y otro atractivo. Por otra parte, la figura 63 indica la disminución del factor de calidad de la curva de amplitud y el desfase generado en función de interacciones disipativas, C_{pm} .

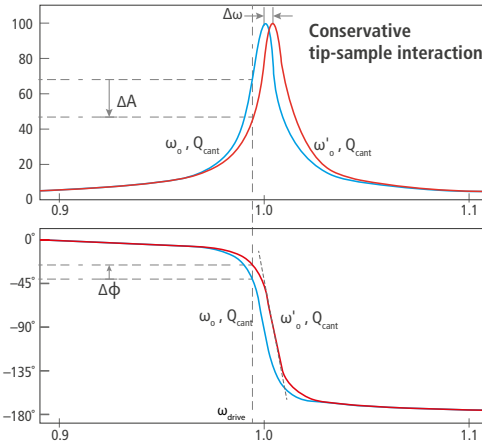


Figura 62. Comportamiento de ω_o' y ϕ en función de K_{pm}
Fuente: elaboración propia.

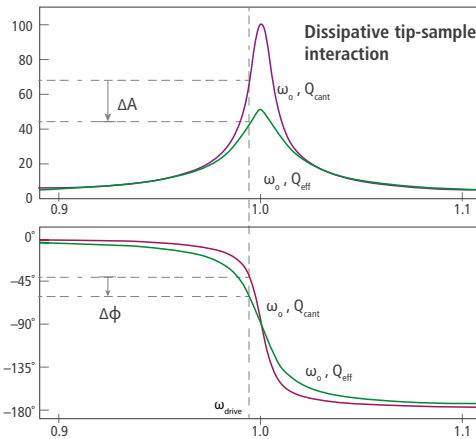


Figura 63. Comportamiento de Q y ϕ en función de C_{pm}
Fuente: elaboración propia.

4.4.2.1 Modo dinámico de amplitud modulada (AM-AFM)

En el modo de amplitud modulada (AM-AFM), el cantilever es excitado con una amplitud constante, F_o , y con una frecuencia, ω , cerca a la frecuencia natural de resonancia del cantilever, ω_o . Al momento de realizarse el barrido topográfico, la interacción punta-muestra modifica tanto la amplitud de oscilación de la punta, A , como la fase entre la señal de excitación y la oscilación de la punta, ϕ . Por lo tanto, durante el barrido, un lazo de control se encarga de ajustar la altura del posicionador, z , con el fin de mantener una amplitud constante definida por el usuario $A_{setpoint}$. El esquema de este modo de operación se muestra en la figura 64 (Albrecht *et al.*, 1991; García & Pérez, 2002).

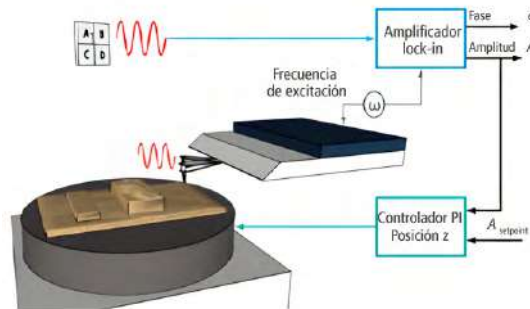


Figura 64. Esquema de operación del modo AM-AFM

Fuente: elaboración propia.

La condición inicial de este modo de operación consiste en fijar la frecuencia de excitación a la frecuencia de resonancia del cantilever en oscilación libre (es decir, lejos de cualquier interacción entre punta y muestra), tal como se muestra en la ecuación 100. Con esta consideración, reemplazando en la ecuación (98) se obtiene el valor de la amplitud de excitación, F_o , como se muestra en la ecuación 101, donde A^{LIBRE} es la amplitud de oscilación libre del cantilever a esta frecuencia.

$$\omega = \omega_0 \quad (100)$$

$$F_o = \frac{kA^{\text{LIBRE}}}{Q} \quad (101)$$

Un aspecto importante que se debe considerar en AM-AFM es que los cambios de fase durante el barrido, ϕ , obedecen tanto a interacciones conservativas como a interacciones disipativas. Esto se puede apreciar al reemplazar la ecuación 94 en la ecuación 99, en donde se obtiene una expresión de la fase como se muestra en la ecuación 102.

$$\phi = \tan^{-1} \left(\frac{k}{Q'k_{\text{pm}}} \right) \quad (102)$$

Del mismo modo, reemplazando la ecuación 101 en la ecuación 98 se obtiene la expresión de la amplitud de oscilación del cantilever A , tal como se muestra en la ecuación 103.

$$A = \left(\frac{\frac{A^{\text{LIBRE}}}{Q}}{\left(1 - \left(\frac{\omega_o}{\omega_o'} \right)^2 \right)^2 + \left(\frac{\omega_o}{\omega_o' Q'} \right)^2} \right)^{1/2} \quad (103)$$

Esto indica que en el modo AM-AFM los ajustes realizados por z para mantener una amplitud, A , constante definida por el usuario (A_{setpoint}) implica que la interacción punta-muestra conservativa y disipativa cumpla con la ecuación 103

La figura 65 describe una imagen de nanotubos de carbono obtenida en modo AM-AFM en el Laboratorio de Microscopía Avanzada de la Universidad Central. En la gráfica se aprecia el canal de altura, z , fase, ϕ , y su reconstrucción en 3D.

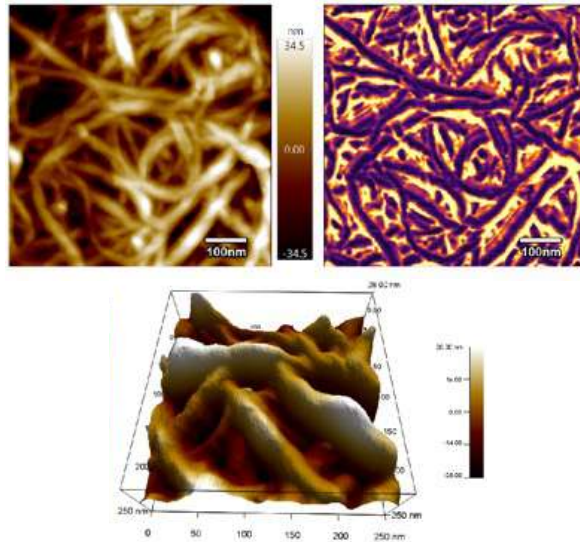


Figura 65. Imagen de nanotubos de carbono obtenida en modo AM-AFM

Nota. Se aprecia los canales de altura (a) y fase (b), así como su respectiva reconstrucción 3D (c).

Fuente: elaboración propia, Laboratorio de Microscopía Avanzada, Universidad Central.

4.4.2.2 Modo dinámico de frecuencia modulada (FM-AFM)

En el modo de frecuencia modulada (FM-AFM) la frecuencia de excitación del cantilever, ω , no es un parámetro fijo durante la medición (como lo es en el modo AM-AFM), sino que es un parámetro ajustado continuamente con el fin de que sea igual a la frecuencia de resonancia de la interacción punta-muestra, $\omega = \omega_0$, o lo que es lo mismo, que el desfase entre la señal de excitación y la oscilación de la punta sea $\phi = 90$.

Durante la medición, un primer lazo de control se encarga de ajustar la altura del posicionador, z , con el fin de mantener una diferencia constante, definida

por el usuario, de ω respecto a la frecuencia de resonancia del cantilever en oscilación libre, $\Delta\omega = \omega - \omega_o = \Delta\omega_{\text{setpoint}}$.

Adicionalmente, un segundo lazo de control se encarga de mantener constante la amplitud de oscilación de la punta, A , mediante el ajuste de la amplitud de excitación, F_o . El esquema de este modo de operación se muestra en la figura 66 (Albrecht *et al.*, 1991; García & Pérez, 2002).

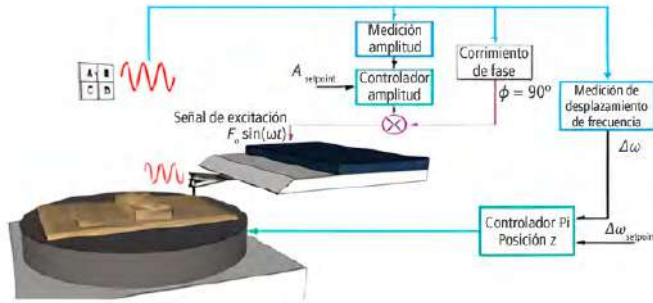


Figura 66. Esquema del modo de operación del modo FM-AFM

Fuente: elaboración propia.

Una de las ventajas del modo FM-AFM consiste en que las interacciones disipativas entre punta y muestra se pueden interpretar a partir de los cambios registrados de F_o . Esto se evidencia si consideramos que $\omega = \omega_o'$ en la ecuación 98, con lo cual se obtiene que F_o depende de los efectos disipativos entre punta y muestra, C_{pm} , tal como se presenta en la ecuación 104.

$$F_o = \frac{kA\omega}{\omega_o Q'} = \frac{kA\omega}{\omega_o} \frac{1}{Q} \left(1 + \frac{Q\omega_o c_{pm}}{k} \right) \quad (104)$$

Por otra parte, de la ecuación 94 podemos obtener una expresión de $\Delta\omega_o$, como se presenta en la ecuación 105.

$$\omega_o = \omega_o' = \omega_o \left(1 + \frac{k_{pm}}{2k} \right) \Delta\omega_o = \frac{\omega_o k_{pm}}{2k} \quad (105)$$

Esto indica que en el modo FM-AFM los ajustes realizados por z para mantener un $\Delta\omega$ constante definido por el usuario ($\Delta\omega_{\text{setpoint}}$) implican que la medición se realiza con una interacción conservativa constante.

La figura 67 muestra una imagen obtenida en el modo FM-AFM, en donde se aprecian los dos canales equivalentes a z y ω de una doble capa lipídica adsorbida sobre una superficie de mica (Pürckhauer *et al.*, 2018).

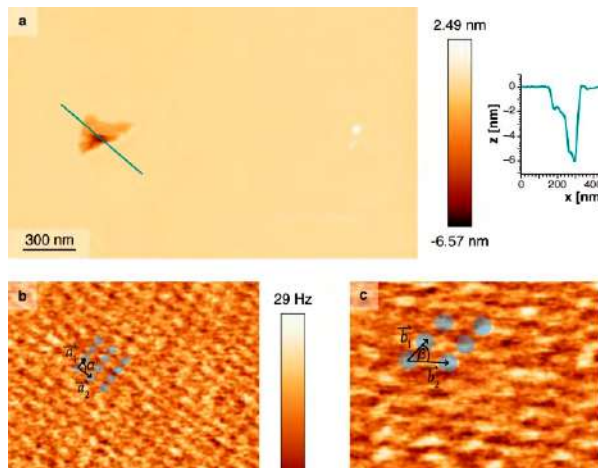


Figura 67. Imagen de doble capa lipídica sobre mica tomada en modo FM-AFM

Nota. a) Canal de topografía, z , y un perfil de altura. b) y c) Acercamiento a la bicapa lipídica en donde se observa un contraste, en el canal ω , que corresponde a las cabezas de los lípidos.

Fuente: Pürckhauer *et al.* (2018).

4.5 Modos de operación no topográficos

La técnica de AFM no solo permite conocer la morfología de la superficie del material, sino también caracterizar diferentes propiedades mecánicas, eléctricas, piezoelectricas, electroquímicas o magnéticas. Esta capacidad, que convierte a esta técnica en una herramienta muy versátil en el campo de la nanociencia y la nanotecnología, se logra con un conjunto de subtécnicas

derivadas del AFM y que comprenden una variación en el modo de medición o alguna adaptación al sistema.

Por motivos de extensión, en este capítulo solo tomaremos como caso particular la medición de fuerza magnética conocida como *microscopía de fuerza magnética*.

4.5.1 Microscopía de fuerza magnética (MFM)

Una de las primeras implementaciones de la técnica de AFM para caracterizar otras propiedades físicas de la muestra, aparte de su morfología, se conoce como microscopía de fuerza magnética (MFM) (Sáenz *et al.*, 1987; Martin & Wickramasinghe, 1987).

Esta técnica utiliza la punta de la sonda para detectar la presencia y distribución del campo magnético sobre la superficie de la muestra con una resolución nanométrica. Con este objetivo se debe contar con una punta que pueda ser magnetizada y que actúe como un imán permanente (es decir, con un momento magnético fijo), por lo cual se suelen utilizar sondas tradicionales de silicio con puntas que tienen recubrimientos magnéticos de materiales como cobalto, cobalto-níquel o cobalto-cromo.

El principio básico de funcionamiento consiste en magnetizar la punta que se va a utilizar y, posteriormente, realizar dos barridos de la superficie de la muestra. El primero busca conocer su topografía y se puede realizar utilizando cualquiera de los modos de operación topográfica mencionados en la sección 4.4. El segundo barrido se realiza en modo dinámico y manteniendo una separación constante, en el orden de decenas de nanómetros, entre la punta y la superficie de la muestra para detectar las interacciones magnéticas de largo alcance (figura 68).

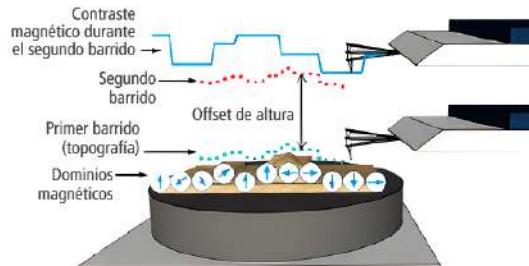


Figura 68. Esquema del principio de funcionamiento de la subtécnica MFM
Fuente: elaboración propia.

Durante el segundo barrido, la interacción del campo magnético de la muestra H y la punta magnetizada genera unos gradientes de fuerza que experimenta el cantilever, los cuales se pueden detectar utilizando cualquiera de los modos dinámicos vistos en la sección 4.4.2 y que generan el respectivo contraste magnético.

Un ejemplo de este tipo de medición se observa en la figura 69, en la cual se presentan imágenes de topografía y de fuerza magnética de nanopartículas de hierro sobre bacterias utilizadas en un proceso de biorremediación de drenajes ácidos de mina (Vásquez *et al.*, 2022). La diferencia obtenida en el gradiente de fuerza magnético permitió diferenciar nanopartículas de hierro cero valente empleadas en el proceso de biorremediación de las nanopartículas autosintetizadas por las bacterias.

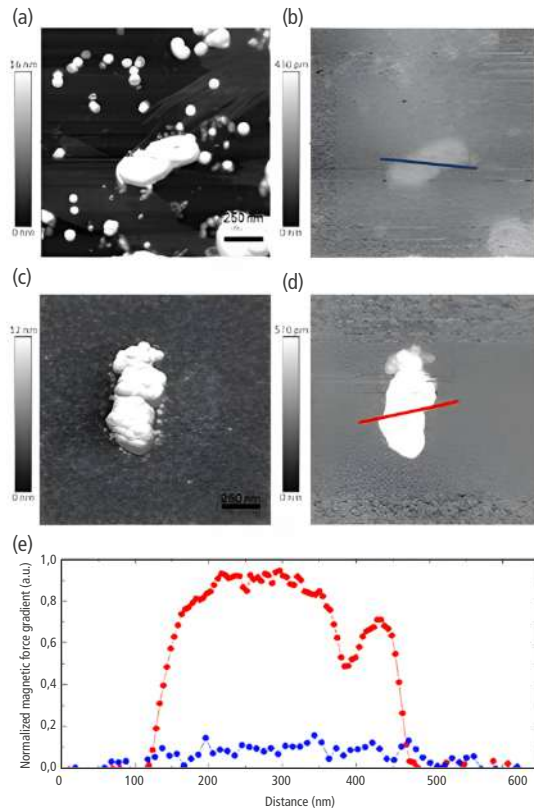


Figura 69. Imágenes de topografía y de fuerza magnética de nanopartículas de hierro sobre bacterias

Nota. a) Imagen de topografía de bacteria con nanopartículas de hierro autosintetizada. b) Imagen de fuerza magnética de a) con un offset. Imágenes de topografía y de fuerza magnética de nanopartículas de hierro sobre bacterias de altura de 50 nm. c) Imagen de topografía de bacteria con nanopartículas de hierro cero-valente. d) Imagen de fuerza magnética de c) con un *offset* de altura de 50 nm. e) Perfil del gradiente de fuerza magnética de las líneas roja y azul mostradas en b) y c).

Fuente: Vásquez *et al.* (2022).

Referencias

- Abramovitch, D., Hoen, S. & Workman, R. (2009). Semi-automatic tuning of PID gains for atomic force microscopes. *Asian Journal of Control*, 11(2), 188-195. <https://doi.org/10.1002/asjc.95>
- Adriaens, H., de Koning, W. & Banning, R. (2000). Modeling piezoelectric actuators. *IEEE/ASME Transactions on Mechatronics*, 5(4), 331-341. <https://doi.org/10.1109/3516.891044>
- Albrecht, T., Grütter, P., Horne, D. & Rugar, D. (1991). Frequency modulation detection using high- Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal of Applied Physics*, 69(2), 668-673. <https://doi.org/10.1063/1.347347>
- Ang, W.-T., Riviere, C. & Khosla, P. (2003). Modeling rate-dependent hysteresis in piezoelectric actuator. En Proceedings of (IROS) IEEE/RSJ International Conference on Intelligent Robots and Systems (vol. 2, pp. 1975-1980). <https://bit.ly/3R4JnH5>
- Belliard, L., Thiaville, A., Lemerle, S., Lagrange, A., Ferré, J. & Miltat, J. (1997). Investigation of the domain contrast in magnetic force microscopy. *Journal Applied Physics*, 81(8), 3849-3851. <https://doi.org/10.1063/1.364730>
- Binnig, G., Quate, C. & Gerber, C. (1986). Atomic force microscope. *Physical Review Letters*, 56(9), 930-933. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.56.930>
- Binnig, G. & Rohrer, H. (1983). Scanning tunneling microscopy. *Surface Science*, 126(1-3), 236-244. [https://doi.org/10.1016/0039-6028\(83\)90716-1](https://doi.org/10.1016/0039-6028(83)90716-1)
- Binnig, G. & Rohrer, H. (1987). Scanning tunneling microscopy—from birth to adolescence. *Reviews of Modern Physics*, 59(3), 615-625. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.59.615>

- Binnig, G., Rohrer, H., Gerber, C. & Weibel, E. (1982). Surface studies by scanning tunneling microscopy. *Physical Review Letters*, 49(1), 57-61.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.49.57>
- Burnham, N., Chen, X., Hodges, C., Matei, G., Thoreson, E., Roberts, C., Davies, M. & Tendler, S. (2003). Comparison of calibration methods for atomic-force microscopy cantilevers. *Nanotechnology*, 14(1), 1-6.
<https://doi.org/10.1088/0957-4484/14/1/301>
- Butt, H.-J., Cappella, B & Kappl, M. (2005). Force measurements with the atomic force microscope: technique, interpretation and applications. *Surface Science Reports*, 59(1-6), 1-152.
<https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2005.08.003>
- Butt, H.-J. & Jaschke, M. (1995). Calculation of thermal noise in atomic force microscopy. *Nanotechnology*, 6(1), 1-7.
<https://doi.org/10.1088/0957-4484/6/1/001>
- Celano, U. (2019). The atomic force microscopy for nanoelectronics. En U. Celano (Ed.) *Electrical atomic force microscopy for nanoelectronics* (pp. 1-28). Springer. https://doi.org/10.1007/978-3-030-15612-1_1
- Chen, C. (2021). Introduction to Scanning Tunneling Microscopy (3.^a ed.). Oxford University Press.
- Chen, X., Zhang, Q., Kang, D. & Zhang, W. (2008). On the dynamics of piezoactuated positioning systems. *Review of Scientific Instruments*, 79(11).
<https://doi.org/10.1063/1.2982238>
- Cleveland, J., Manne, S., Bocek, D. & Hansma, P. (1993). A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 64(2), 403-405.
<https://doi.org/10.1063/1.1144209>
- Cook, S., Schäfer, T., Chynoweth, K., Wigton, M., Simmonds, R. & Lang, K. (2006). Practical implementation of dynamic methods for measuring atomic force microscope cantilever spring constants. *Nanotechnology*, 17(9), 2135-2145. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/17/9/010>

- Croft, D. & Devasia, S. (1999). Vibration compensation for high speed scanning tunneling microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 70(12), 4600-4605. <https://doi.org/10.1063/1.1150119>
- Croft, D., Shed, G. & Devasia, S. (2001). Creep, hysteresis, and vibration compensation for piezoactuators: atomic force microscopy application. *Journal of Dynamic Systems, Measurement, and Control*, 123(1), 35-43. <https://doi.org/10.1115/1.1341197>
- Croft, D., Stilson, S. & Devasia, S. (1999). Optimal tracking of piezo-based nanopositioners. *Nanotechnology*, 10(2), 201-208. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/10/2/316>
- Derjaguin, B., Muller, V. & Toporov, Y. (1975). Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *Journal of Colloid Interface Science*, 53(2), 314-326. [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(75\)90018-1](https://doi.org/10.1016/0021-9797(75)90018-1)
- Derjaguin, B., Muller, V. & Toporov, Y. (1978). On the role of molecular forces in contact deformations (critical remarks concerning Dr. Tabor's report). *Journal of Colloid Interface Science*, 67(2), 378-379. [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(78\)90021-8](https://doi.org/10.1016/0021-9797(78)90021-8)
- Dzyaloshinskii, I., Lifshitz, E. & Pitaevskii, L. (1961). General theory of van der Waals' forces. *Soviet Physics Uspekhi*, 4(2), 153-176. <https://doi.org/10.1070/pu1961v004n02abeh003330>
- Eaton, P. & West, P. (2010). *Atomic force microscopy*. Oxford University Press. <https://doi.org/10.1093/acprof:oso/9780199570454.001.0001>
- Edwards. (2024). *Product data sheet: T-Station 85 turbomolecular pumping station*. <https://bit.ly/4y9ueF4>
- Edwards, C. & Spurgeon, S. (1998). Sliding mode control: theory and applications. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781498701822>
- Eigler, D. & Schweizer, E. (1990). Positioning single atoms with a scanning tunnelling microscope. *Nature*, 344, 524-526. <https://doi.org/10.1038/344524a0>

- Eisberg, R. & Resnick, R. (1978). *Fundamentals of modern physics* (Trad. T. Cota Araiza). Limusa.
- Galvis, J. (2013). *Superconductividad y dimensionalidad: microscopía túnel bajo campos magnéticos inclinados* [Tesis de doctorado, Universidad Autónoma de Madrid]. Repositorio Institucional UAM.
<http://hdl.handle.net/10486/660182>
- Galvis, J., Herrera, E., Guillamón, I., Azpeitia, J., Luccas, R., Munuera, C., Cuenca, M., Higuera, J., Díaz, N., Pazos, M., García-Hernandez, M., Buendía A., Vieira, S. & Suderow, H. (2015). Three axis vector magnet set-up for cryogenic scanning probe microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 86(1).
<https://doi.org/10.1063/1.4905531>
- García, R. & Pérez, R. (2002). Dynamic atomic force microscopy methods. *Surface Science Reports*, 47(6-8), 197-301.
[https://doi.org/10.1016/S0167-5729\(02\)00077-8](https://doi.org/10.1016/S0167-5729(02)00077-8)
- García, R. & Proksch, R. (2013). Nanomechanical mapping of soft matter by bimodal force microscopy. *European Polymer Journal*, 49(8), 1897-1906. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2013.03.037>
- Girard, P. (2001). Electrostatic force microscopy: principles and some applications to semiconductors. *Nanotechnology*, 12(4), 485-490.
<https://doi.org/10.1088/0957-4484/12/4/321>
- Göddenhenrich, T., Lemke, H., Hartmann, U. & Heiden, C. (1990). Force microscope with capacitive displacement detection. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 8(1), 383-387. <https://doi.org/10.1116/1.576401>
- Goldfarb, M. & Celanovic, N. (1997). Modeling piezoelectric stack actuators for control of micromanipulation. *IEEE Control Systems Magazine*, 17(3), 69-79. <https://doi.org/10.1109/37.588158>

- Gomès, S. & Assy, A. (2017). Scanning thermal microscopy. En K. Termentzidis (Ed.), *Nanostructured semiconductors: amorphization and thermal properties* (2.ª parte, pp. 471-491). Jenny Stanford Publishing.
<https://doi.org/10.1201/9781315364452>
- Grohe, P. (2010). *LMP7721 multi-function evaluation board, users' guide*. National Semiconductor. <https://bit.ly/4f2fqPT>
- Gruverman, A. & Kholkin, A. (2006). Nanoscale ferroelectrics: processing, characterization and future trends. *Report on Progress in Physics*, 69(8), 2443-2474. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/69/8/R04>
- Hamaker, H. (1937). The London—van der Waals attraction between spherical particles. *Physica*, 4(10), 1058-1072.
[https://doi.org/10.1016/S0031-8914\(37\)80203-7](https://doi.org/10.1016/S0031-8914(37)80203-7)
- Hertz, H. (1882). Ueber die Berührung fester elastischer Körper. *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, 1882(92), 156-171.
<https://doi.org/10.1515/crll.1882.92.156>
- Houzé, F., Meyer, R., Schneegans, O. & Boyer, L. (1996). Imaging the local electrical properties of metal surfaces by atomic force microscopy with conducting probes. *Applied Physics Letters*, 69(13), 1975-1977.
<https://doi.org/10.1063/1.117179>
- Hu, H., Georgiou, H. & Ben-Mrad, R. (2005). Enhancement of tracking ability in piezoceramic actuators subject to dynamic excitation conditions. *IEEE/ASME Transactions on Mechatronics*, 10(2), 230-239.
<https://doi.org/10.1109/TMECH.2005.844705>
- Hudson, J. & Diehl, R. (1992). Surface science: an introduction. *American Journal of Physics*, 60(12), 1155-1156. <https://doi.org/10.1119/1.16970>
- Hutter, J. & Bechhoefer, J. (1993). Calibration of atomic-force microscope tips. *Review of Scientific Instruments*, 64(7), 1868-1873.
<https://doi.org/10.1063/1.1143970>
- Israelachvili, J. (2011). *Intermolecular and surface forces* (3.ª ed.). Elsevier.
http://www.physics.gov.az/book_l/Intermol_Israelachvili.pdf

- Jarvis, S., Sweetman, A., Kantorovich, L., McGlynn, E. & Moriarty, P. (2015). Pauli's principle in probe microscopy. En P. Moriarty & S. Gauthier (eds.) *Imaging and manipulation of adsorbates using dynamic force microscopy: advances in atom and single molecule machines* (pp. 1-24). Springer.
https://doi.org/10.1007/978-3-319-17401-3_1
- Johnson, K. (1985). *Contact Mechanics*. Cambridge University Press.
<https://doi.org/10.1017/CBO9781139171731>
- Johnson, K., Kendall, K. & Roberts, A. (1971). Surface energy and the contact of elastic solids. *Proceedings of the Royal Society London*, 324(1558), 301-313. <https://doi.org/10.1098/rspa.1971.0141>
- Johnsson, M. & Lemmens, P. (2007). Crystallography and chemistry of perovskites. En H. Kronmueller & S. Parkin (eds.), *Handbook of magnetism and advanced magnetic materials*, (vol. 4). John Wiley & Sons Ltd.
<https://doi.org/10.1002/9780470022184.hmm411>
- Jones, J. (1924). On the determination of molecular fields —II. From the equation of state of a gas. *Proceedings of the Royal Society A*, 106(738), 463-477. <https://doi.org/10.1098/rspa.1924.0082>
- Jung, H., Shim, J. & Gweon, D. (2000). New open-loop actuating method of piezoelectric actuators for removing hysteresis and creep. *Review of Scientific Instruments*, 71(9), 3436-3440. <https://doi.org/10.1063/1.1287627>
- Kalinin, S., Eliseev, E. & Morozovska, A. (2006). Materials contrast in piezoresponse force microscopy. *Applied Physics Letters*, 88(23).
<https://doi.org/10.1063/1.2206992>
- Kazakova, O., Puttock, R., Barton, C., Corte-León, H., Jaafar, M., Neu, V. & Asenjo, A. (2019). Frontiers of magnetic force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 125(6). <https://doi.org/10.1063/1.5050712>
- Keesom, W. (1921). Van der Waals attractive force. *Physikalische Zeitschrift*, 22, pp. 129-141. <https://bit.ly/3RjkhUW>

- Kelley, T., Granstrom, E. & Frisbie, C. (1999). Conducting Probe Atomic Force Microscopy: A Characterization Tool for Molecular Electronics. *Advanced Materials*, 11(3), 261-264. <https://bit.ly/3SNnZ9L>
- Khan, K., Elitas, M., Kunt, K. & Sabanovic, A. (2006). *Discrete sliding mode control of piezo actuator in nano-scale range*. 2006 IEEE International Conference on Industrial Technology, Mumbai, India (pp. 1454-1459). <https://doi.org/10.1109/ICIT.2006.372418>
- Kikuchi, S. (1928). Diffraction of cathode rays by mica. *Proceedings of the Imperial Academy*, 4(7), 354-356. <https://doi.org/10.2183/pjab1912.4.354>
- Killgore, J., Yablon, D., Tsou, A., Gannepalli, A., Yuya, P., Turner, J., Proksch, R. & Hurley, D. (2011). Viscoelastic property mapping with contact resonance force microscopy. *Langmuir*, 27(23), 13 983-13 987. <https://doi.org/10.1021/la203434w>
- Kuno, M. (2004). *Kens_Notes.pdf*. Notre Dame University, IN, 246. <https://physics.umd.edu/grt/taj/675a/kensnotes.pdf>
- Lai, K., Kundhikanjana, W., Kelly, M. & Shen, Z. (2011). Nanoscale microwave microscopy using shielded cantilever probes. *Applied Nanoscience*, 1, 13-18. <https://doi.org/10.1007/s13204-011-0002-7>
- Langbein, D. (1973). The macroscopic theory of van der Waals attraction. *Solid State Communications*, 12(9), 853-855. [https://doi.org/10.1016/0038-1098\(73\)90093-8](https://doi.org/10.1016/0038-1098(73)90093-8)
- Leang, K. & Devasia, S. (2007). Feedback-linearized inverse feedforward for creep, hysteresis, and vibration compensation in AFM piezoactuators. *IEEE Transactions on Control Systems Technology*, 15(5), 927-935. <https://doi.org/10.1109/TCST.2007.902956>
- Lin, C.-J. & Yang, S.-R. (2005). Modeling of a piezo-actuated positioning stage based on a hysteresis observer. *Asian Journal of Control*, 7(1), 73-80. <https://doi.org/10.1111/j.1934-6093.2005.tb00230.x>

- Lin, J., Chiang, H. & Lin, C. (2008). *Tunning PID control gains for micro piezo-stage in using grey relational analysis*. 2008 International Conference on Machine Learning and Cybernetics, Kunming, China (pp. 3863-3868).
<https://doi.org/10.1109/ICMLC.2008.4621078>
- London, F. (1937). The general theory of molecular forces. *Transactions of the Faraday Society*, 33, 8-26. <https://doi.org/10.1039/tf937330008b>
- Magonov, S., Elings, V. & Whangbo, M.-H. (1997). Phase imaging and stiffness in tapping-mode atomic force microscopy. *Surface Science*, 375(2-3), L385-L391. [https://doi.org/10.1016/s0039-6028\(96\)01591-9](https://doi.org/10.1016/s0039-6028(96)01591-9)
- Mancini, R. (2003). *Op amps for everyone: design reference*. Newnes.
<https://bit.ly/44RBwzM>
- Martin, Y., Abraham, D. & Wickramasinghe, H. (1988). High-resolution capacitance measurement and potentiometry by force microscopy. *Applied Physics Letters*, 52(13), 1103-1105. <https://doi.org/10.1063/1.99224>
- Martin, Y. & Wickramasinghe, H. (1987). Magnetic imaging by “force microscopy” with 1000 Å resolution. *Applied Physics Letters*, 50(20), 1455-1457.
<https://doi.org/10.1063/1.97800>
- Martin, Y., Williams, C. & Wickramasinghe, H. (1987). Atomic force microscope-force mapping and profiling on a sub 100-Å scale. *Journal of Applied Physics*, 61(10), 4723-4729. <https://doi.org/10.1063/1.338807>
- Massimi, M. (2005). *Pauli’s exclusion principle: the origin and validation of a scientific principle*. Cambridge University Press.
<https://doi.org/10.1017/CBO9780511535352>
- Melcher, J., Hu, S. & Raman, A. (2007). Equivalent point-mass models of continuous atomic force microscope probes. *Applied Physics Letters*, 91(5). <https://doi.org/10.1063/1.2767173>
- Melitz, M., Shen, J., Kummel, A. & Lee, S. (2011). Kelvin probe force microscopy and its application. *Surface Science Reports*, 66(1), 1-27.
<https://doi.org/10.1016/j.surfrep.2010.10.001>

- Merry, R., Uyanik, M., van de Molengraft, R., Koops, R., van Veghel, M. & Steinbuch, M. (2009). Identification, control and hysteresis compensation of a 3 DOF metrological AFM. *Asian Journal of Control*, 11(2), 130-143.
<https://doi.org/10.1002/asjc.89>
- Meyer, G., Bartels, L. & Rieder, K. (1998). Atom manipulation with the scanning tunneling microscope: nanostructuring and femtochemistry. *Japanese Journal of Applied Physics*, 37(12S), 7143-7147.
<https://doi.org/10.1143/jjap.37.7143>
- Moreno, M. (2011). *Microscopía y espectroscopía de efecto túnel de baja temperatura en condiciones de UHV: desarrollo de un sistema de 4K y estudio del impacto de defectos puntuales en grafeno* [Tesis de doctorado, Universidad Autónoma de Madrid]. Repositorio Institucional UAM.
- Muller, V., Derjaguin, B. & Toporov, Y. (1983). On two methods of calculation of the force of sticking of an elastic sphere to a rigid plane. *Colloids and Surfaces*, 7(3), 251-259. [https://doi.org/10.1016/0166-6622\(83\)80051-1](https://doi.org/10.1016/0166-6622(83)80051-1)
- Müller-Hirsch, W., Kraft, A., Hirsch, M. T., Parisi, J. & Kittel, A. (1999). Heat transfer in ultrahigh vacuum scanning thermal microscopy. *Journal Vacuum Science & Technology A*, 17(4), 1205-1210. <https://doi.org/10.1116/1.581796>
- Muraoka, M. & Sanada, S. (2010). Displacement amplifier for piezoelectric actuator based on honeycomb link mechanism. *Sensors and Actuators A: Physical*, 157(1), 84-90. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2009.10.024>
- Nonnenmacher, M., O'Boyle, M. & Wickramasinghe, H. (1991). Kelvin probe force microscopy. *Applied Physics Letters*, 58(25), 2921-2923.
<https://doi.org/10.1063/1.105227>
- Opus by masch. (s. f.). 160AC-GG: standard tapping mode AFM cantilever with au overall coating. <https://www.opustips.com/en/afm-tip-160ac-gg.html>

- Overney, R. (Dir.). (2009). *Nanoscience on the tip: a workshop in scanning probe microscopy*. NUE UNIQUE. <https://bit.ly/4y0wEWq>
- Peng, J. & Chen, X. (2013). A Survey of modeling and control of piezoelectric actuators. *Modern Mechanical Engineering*, 3(1), 1-20. <https://doi.org/10.4236/mme.2013.31001>
- Peña, A. (2021). *Implementación de técnica Lock-In en microscopía de efecto túnel en condiciones de alto vacío* [Tesis de maestría, Universidad Distrital Francisco José de Caldas]. Repositorio Institucional Universidad Distrital [RIUD]. <https://bit.ly/4fkejMJ>
- Physik Instrumente. (2005). *The world of nanopositioning and micropositioning*.
- PI Ceramic GmbH. (s. f.). *Displacement modes of piezoelectric actuators*. Recuperado el 26 de marzo de 2021 de <https://bit.ly/4gYbty7>
- PiezoDrive. (s. f.). *Piezoelectric tube scanners for nanopositioning*. <https://bit.ly/3T81wnX>
- Preisach, E. (1935). Über die magnetische Nachwirkung. *Zeitschrift für*, 94(5-6), 277-302. <https://doi.org/10.1007/BF01349418>
- Proakis, J. & Manolakis, D. (2006). Digital signal processing, principles, algorithms, and applications. Pearson. <http://bit.ly/44eNaEK>
- Proksch, R., Kocun, M., Hurley, D., Viani, M., Labuda, A., Meinhold, W. & Bemis, J. (2016). Practical loss tangent imaging with amplitude-modulated atomic force microscopy. *Journal Applied Physics*, 119(13). <https://doi.org/10.1063/1.4944879>
- Pürckhauer, K., Weymouth, A., Pfeffer, K., Kullmann, L., Mulvihill, E., Krahn, M., Müller, D. & Giessibl, F. (2018). Imaging in biologically-relevant environments with AFM using stiff Qplus sensors. *Scientific Reports*, 8. <https://doi.org/10.1038/s41598-018-27608-6>
- Radmacher, M., Tillmann, R. & Gaub, H. (1993). Imaging viscoelasticity by force modulation with the atomic force microscope. *Biophysical Journal*, 64(3), 735-742. [https://doi.org/10.1016/S0006-3495\(93\)81433-4](https://doi.org/10.1016/S0006-3495(93)81433-4)

- Rodríguez, T. & García, R. (2004). Compositional mapping of surfaces in atomic force microscopy by excitation of the second normal mode of the microcantilever. *Applied Physics Letters*, 84(3), 449-451. <https://doi.org/10.1063/1.1642273>
- Sáenz, J., García, N., Grütter, P., Meyer, E., Heinzelmann, H., Wiesendanger, R., Rosenthaler, L., Hidber, H. & Güntherrodt, H.-J. (1987). Observation of magnetic forces by the atomic force microscope. *Journal of Applied Physics*, 62(10), 4293-4295. <https://doi.org/10.1063/1.339105>
- Schrödinger, E. (1926). Quantisierung als eigenwertproblem. *Annalen der Physik*, 384(4), 489-527. <https://doi.org/10.1002/andp.19263840602>
- Shieh, H.-J., Chiu, Y.-J. & Chen, Y.-T. (2008). *Optimal PID control system of a piezoelectric microspioner*. 2008 IEEE/SICE International Symposium on System Integration, Nagoya, Japón (pp. 1-5). <https://doi.org/10.1109/SI.2008.4770417>
- Suderow, H., Guillaumon, I. & Vieira, S. (2011). Compact very low temperature scanning tunneling microscope with mechanically driven horizontal linear positioning stage. *Review Scientific Instruments*, 82(3). <https://doi.org/10.1063/1.3567008>
- Tan, K., Lee, T. & Zhou, H. (2001). Micro-positioning of linear-piezoelectric motors based on a learning nonlinear PID controller. *IEEE/ASME Transactions on Mechatronics*, 6(4), 428-436. <https://doi.org/10.1109/3516.974856>
- Teague, E. (1986). Room Temperature gold-vacuum-gold tunneling experiments. *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 91(4), 171-233. https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/jres/091/jresv91n4p171_A1b.pdf
- Texas Instruments. (2014). *LMP7721 3-femtoampere input bias current precision amplifier*. <https://www.ti.com/lit/ds/symlink/lmp7721.pdf>
- Thomson, G. & Reid, A. (1927). Diffraction of cathode rays by a thin film. *Nature*, 119, 890. <https://doi.org/10.1038/119890a0>

- Tortonese, M., Barrett, R. & Quate, C. (1993). Atomic resolution with an atomic force microscope using piezoresistive detection. *Applied Physics Letters*, 62(8), 834-836. <https://doi.org/10.1063/1.108593>
- Universidad de Linköping. (s. f.). TFYA 20. Surface physics: scanning tunneling microscopy. <https://dpbspcollege.edu.in/onlineclasses/LabSTM.pdf>
- Vásquez, Y., Galvis, J., Pazos, J., Vera, C. & Herrera, O. (2022). Acid mine drainage treatment using zero-valent iron nanoparticles in biochemical passive reactors. *Environmental Technology*, 43(13), 198-2001. <https://doi.org/10.1080/09593330.2020.1864024>
- Voigtländer, B. (2015). *Scanning probe microscopy: atomic force microscopy and scanning tunneling microscopy*. Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-45240-0>
- Young, R., Ward, J. & Scire, F. (1972). The Topografiner: an instrument for measuring surface microtopography. *Review of Scientific Instruments*, 43(7), 999-1011. <https://doi.org/10.1063/1.1685846>
- Yi, J., Chang, S. & Shen, Y. (2009). Disturbance-observer-based hysteresis compensation for piezoelectric actuators. *IEEE/ASME Transactions on Mechatronics*, 14(4), 456-464. <https://doi.org/10.1109/TMECH.2009.2023986>
- Yu, M., Xu, W., Benjalal, Y., Barattin, R., Lægsgaard, E., Stensgaard, I., Hliwa, M., Bouju, X., Gourdon, A., Joachim, C., Linderöth, T. & Besenbacher, F. (2009). STM manipulation of molecular moulds on metal surfaces. *Nano Research*, 2, 254-259. <https://doi.org/10.1007/s12274-009-9024-9>
- Yu, Y., Naganathan, N. & Dukkipati, R. (2002). Preisach modeling of hysteresis for piezoceramic actuator system. *Mechanism and Machine Theory*, 37(1), 49-59. [https://doi.org/10.1016/S0094-114X\(01\)00065-9](https://doi.org/10.1016/S0094-114X(01)00065-9)
- Zettili, N. & Zahed, I. (2003). Quantum mechanics: concepts and applications. *American Journal of Physics*, 71(1), 93. <https://doi.org/10.1119/1.1522702>

Listado de siglas y acrónimos

AC: modo de medición dinámico

ADC: conversor análogo a digital

AFM: microscopio de fuerza atómica

AM-AFM: modo dinámico de amplitud modulada

DAC: conversor digital a análogo

DC: modo estático de medición topográfica

DIT: unidad de Desarrollo, Innovación y Transferencia

DLP: Modelo de Dzyaloshinskii, Lifshitz y Pitaevskii

DMT: Modelo de Derjaguin, Muller y Toporov

FFT: transformada de Fourier

FM-AFM: modo de frecuencia modulada

JKR: Modelo de Johnson, Kendall y Roberts

LDOS: densidad electrónica local de estados

MFM: microscopía de fuerza magnética

NBIC: Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes

OBD: deflexión óptica

PEA: actuadores piezoeléctricos

PI: sistema de control proporcional e integral

PID: control Proporcional, Integral y Derivativo

PSD: detección sensible a la fase

PZT: circonato titanato de plomo

PZT: zirconato titanato de plomo

SEM: técnicas de microscopía electrónica de barrido

SPM: microscopio de sonda de barrido

SQNR: potencia del ruido de cuantización en la señal capturada

SThM: microscopía térmica de barrido

STM: microscopio de efecto túnel

STS: *scanning tunneling spectroscopy*

TEM: técnicas de microscopía electrónica de transmisión

WKB: aproximación de Wentzel-Kramers-Brillouin

Tabla de figuras

Figura 1.	Primera imagen de resolución atómica tomada con STM en la superficie de silicio, donde se indica la celda unidad	11
Figura 2.	Patrón de difracción de electrones que incidieron en una lámina de Au	16
Figura 3.	Ilustración de un electrón que interactúa con una barrera de potencial	20
Figura 4.	Tunelamiento del portador de carga obligada	21
Figura 5.	Tunelamiento entre dos electrodos separados por una barrera de potencial (zona II)	26
Figura 6.	Densidad de estados, una analogía para un material conductor	29
Figura 7.	Material piezoeléctrico elongado	32
Figura 8.	Estructura cristalina del material piezoeléctrico PZT	33
Figura 9.	Electrodos del piezotubo que generan los desplazamientos necesarios en el STM	36
Figura 10.	Representación esquemática del sistema STM	38
Figura 11.	Imagen de topografía en una monocapa de $TaSe_2$	40
Figura 12.	Orbitales atómicos tipo s, p, d y f	42
Figura 13.	Análisis de mediciones STS (Overney, 2009)	44
Figura 14.	Ejemplo de espectroscopía túnel	45
Figura 15.	Patrón de IBM a resolución atómica elaborado con átomos de Xe en una superficie de Ni. Cada letra tiene un tamaño aproximado de 50 Å	46
Figura 16.	Ilustración del proceso de manipulación atómica por medio del STM	48
Figura 17.	Representación esquemática de la modificación de un STM para incorporar la microscopía térmica de barrido	49
Figura 18.	Microscopio de efecto túnel de la Universidad Central	51
Figura 19.	Sistema túnel en la primera fase del proyecto	52

Figura 20.	Sistema de microscopía de túnel de la Universidad Central	53
Figura 21.	Imágenes topográficas del $TaSe_2$ en condiciones de temperatura ambiente y presión de 10^{-4} ambar obtenidas por el STM de la Universidad Central	54
Figura 22.	Desplazamiento longitudinal (a) y polarización de las capas individuales (b) de un actuador de pila	57
Figura 23.	Desplazamiento transversal (a) y polarización de las capas individuales (b) de un actuador de pila	58
Figura 24.	Desplazamiento diagonal (a) y polarización de las capas individuales (b) de un actuador de pila	58
Figura 25.	Desplazamiento axial y polarización de un actuador piezoeléctrico tubular	59
Figura 26.	Desplazamiento radial y polarización de un actuador piezoeléctrico tubular	60
Figura 27.	Desplazamiento lateral y polarización de un actuador piezoeléctrico tubular	61
Figura 28.	Desplazamiento curvo y polarización de un actuador piezoeléctrico curvo	61
Figura 29.	Histéresis general en un PEA	63
Figura 30.	Arrastre o creep en un PEA	64
Figura 31.	Esquema de control a lazo abierto para un PEA	66
Figura 32.	Modelo general de control a lazo cerrado para un PEA	67
Figura 33.	Modelo general de control retroalimentado con lazo abierto para PEA	68
Figura 34.	Modelo de control retroalimentado con lazo abierto como paso previo e independiente para PEA	69
Figura 35.	Modelo general del control observador de perturbaciones para PEA	70
Figura 36.	Arquitectura general del microscopio de efecto túnel de la Universidad Central	74
Figura 37.	Diagrama de bloques del femtoamperímetro	76

Figura 38.	Amplificador operacional en configuración de transimpedancia	79
Figura 39.	Pistas del circuito guarda diseñado por Texas Instruments (2014)	82
Figura 40.	Arquitectura del filtro activo de segundo orden pasabajo	83
Figura 41.	Respuesta del filtro activo a una señal paso	83
Figura 42.	<i>Drivers</i> de los piezotubos	87
Figura 43.	Comportamiento de la elongación y deflexión de los piezotubos versus voltaje aplicado	89
Figura 44.	Diagrama básico de los principales componentes de un AFM	92
Figura 45.	Imágenes de microscopía de barrido de una sonda de AFM con acercamientos en sus componentes y respectivas escalas de tamaño	93
Figura 46.	Manipulación de la sonda a través del chip (a) y sus dimensiones físicas (b)	94
Figura 47.	Imagen de microscopía electrónica de barrido a cantilever triangular y dimensiones relevantes de esta forma	95
Figura 48.	Imágenes de microscopía electrónica de barrido a cantilever rectangular o de viga	95
Figura 49.	Fuerza ejercida por el extremo del cantilever en función de su rigidez y deflexión	96
Figura 50.	Sistema de detección de deflexión basado en deflexión de láser-fotodetector	98
Figura 51.	Esquema de la punta del AFM y la superficie de la muestra.	100
Figura 52.	Energía potencial y fuerza de interacción según el modelo Lennard-Jones	104
Figura 53.	Región de integración para determinar la interacción entre un átomo/molécula de la punta y la superficie de la muestra	105
Figura 54.	Región de integración para determinar la interacción total de la punta y la superficie de la muestra	106

Figura 55.	Curva característica de contacto punta-muestra según modelo Hertz	109
Figura 56.	Curva característica de contacto punta-muestra según modelo DMT	111
Figura 57.	Curva característica de contacto punta muestra según modelo JKR	112
Figura 58.	Esquema del modo de operación estático o DC	113
Figura 59.	Imagen topográfica y su respectiva reconstrucción 3D de sustrato de vidrio recubierto de FTO	115
Figura 60.	Parámetros de oscilación en el contexto de AFM en modo dinámico o AC	116
Figura 61.	Modelo de oscilador armónico con amortiguamiento y fuerzas externas de cantilever y punta	117
Figura 62.	Comportamiento de $d\omega_0'$ y ϕ en función de K_{pm}	120
Figura 63.	Comportamiento de Q y ϕ en función de C_{pm}	120
Figura 64.	Esquema de operación del modo AM-AFM	121
Figura 65.	Imagen de nanotubos de carbono obtenida en modo AM-AFM	123
Figura 66.	Esquema del modo de operación del modo FM-AFM	124
Figura 67.	Imagen de doble capa lipídica sobre mica tomada en modo FM-AFM	125
Figura 68.	Esquema del principio de funcionamiento de la subtécnica MFM	127
Figura 69.	Imágenes de topografía y de fuerza magnética de nanopartículas de hierro sobre bacterias	128



La preparación editorial del libro
*Introducción a técnicas de microscopía de sonda
de barrido* estuvo a cargo de Ediciones
Universidad Central.

Se utilizaron en su composición las fuentes
Frutiger LT Std y Source Sans Pro.

Introducción a técnicas de **microscopía** de **sonda de barrido**

Este libro ofrece un recorrido por las técnicas de microscopía de sonda de barrido; presenta los fundamentos, aplicaciones y modos de operación de la microscopía de efecto túnel (STM) y la microscopía de fuerza atómica (AFM). Además de comprender los principios físicos que hacen posible estas herramientas, el lector conocerá los sistemas electrónicos de control que permiten su funcionamiento.

La obra tiene un valor adicional al documentar el diseño y la construcción de un microscopio de efecto túnel a cargo de la Unidad de Desarrollo, Innovación y Transferencia de la Universidad Central, que demuestra la capacidad de la academia colombiana para generar conocimiento y desarrollar instrumentación científica avanzada. En este caso puntual, este logro ha sido el resultado de varios años de investigación del Clúster de Investigación en Ciencias y Tecnologías Convergentes de la Universidad Central.



UNIVERSIDAD
CENTRAL

