



**UNIVERSIDAD DE MURCIA**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

Explorando los Límites de la Microscopía de Fuerzas:  
Ruido Térmico y Ruido en la Interacción  
Punta-Muestra

**D. Juan Francisco González Martínez**  
**2015**



# EXPLORANDO LOS LÍMITES DE LA MICROSCOPIA DE FUERZAS: RUIDO TÉRMICO Y RUIDO EN LA INTERACCIÓN PUNTA–MUESTRA

JUAN FRANCISCO GONZÁLEZ MARTÍNEZ

Departamento de Física  
Instituto Universitario de Investigación en Óptica y Nanofísica  
Universidad de Murcia

Memoria presentada para optar al título de Doctor en Física  
por la Universidad de Murcia

---

Dirigida por:  
JAIME VIRGILIO COLCHERO PAETZ  
JOSÉ ABAD LÓPEZ

Junio 2015

*A mis padres, hermanas y sobrinos.  
A mis abuelos (donde quiera que estéis).*



*Ten cuidado joven hobbit cuando pongas un pie en el camino,  
porque nunca se sabe hasta donde podrá llevarte.*

J. R. R. Tolkien (El Hobbit)





# Agradecimientos

*If I have seen further than others,  
it is by standing upon the shoulders of giants.*

Isaac Newton

Al comenzar los agradecimientos, no puedo evitar recordar aquellos tiempos en los que no existía el CIOyN y aún me peleaba con la Termodinámica y el Análisis Complejo. En aquel edificio cercano a la “perrera”, donde colocábamos flejes en el microscopio de fuerzas usando gomas elásticas (o lo que es lo mismo, cuando los flejes podían volar), y a pesar de Carnot y Cauchy, Jaime decidió confiar en mí para iniciar mi camino en la investigación. Es por ello que quiero agradecerle profundamente, no sólo este primer contacto, si no todo cuanto como persona y Físico he podido aprender de él (y disculparme por todos los quebraderos de cabeza que le haya podido causar). Siempre me preguntaré cómo surge tanta curiosidad por la Naturaleza con tan buena intuición (y tanto caos).

De este primer “contacto científico” con Jaime, surgió el trabajo que presentamos en el congreso de Fuerzas y Túnel de 2006, en Vic, donde conocí por primera vez a la familia de la microscopía de fuerzas (y túnel) en España. A todos ellos también quiero agradecerles que me acogieran como uno más (ese año y los siguientes que he podido disfrutar del congreso).

A Luis Colchero, compañero de nuestras penas y destrozos en el laboratorio, quiero agradecerle todo el trabajo, esfuerzo y empeño que ha puesto en ayudarnos y aconsejarnos (aunque no le hiciéramos mucho caso). Sin su trabajo, gran parte de todo lo que hemos hecho en el laboratorio se habría quedado en el aire. Además de a Luis, recuerdo a los miembros del grupo de Nanotec: Adriana, Lautaro, Eduardo, Mariano, Pablo A. e Ignacio, gracias por toda la ayuda prestada durante estos años y por acogerme aquella primera vez, en Tres Cantos. En especial, agradezco la paciencia de Ignacio, que siempre trató de darnos alguna versión “bajo manga” del software WSxM.

El siguiente en esta lista (casi por orden cronológico) es José Abad. Quiero agradecerle sinceramente todo lo que pudo enseñarme como experimental, concretamente, el rigor en el trabajo, la pulcritud en el procesado y manipulación de muestras y datos y, en general, todo lo que sé sobre el manejo del microscopio de fuerzas. Breve fue el tiempo que compartimos día a día (la docencia y el traslado a Cartagena nos robaron mucho), pero suficiente para considerar a José una de las principales referencias en mi formación como investigador. A él le debo la experiencia (histórica, en mi opinión) de ver un microscopio de efecto túnel controlado por MS-DOS. En lo personal, le agradezco la humanidad y la tolerancia, la comprensión, la simpatía y la confianza con la que siempre ha estado a mi lado como jefe, compañero y amigo.

Sieglinde (aquella “chica bajita y muy directa”, en palabras de Jaime) nos echará siempre de menos.

El laboratorio donde me he entretenido estos años no sería el mismo sin Elisa Palacios. A lo largo de este tiempo, Elisa ha sido mi *hermana mayor*, cuidando siempre por la seguridad de todos y evitando las barbaridades que mi imprudencia e ignorancia experimental manipulando productos químicos (¡el fluorhídrico ni tocarlo!) me obligaba a cometer. Sin ella, probablemente no estaría al completo escribiendo estas líneas (o viéndolas). Siento no haber podido seguir todos sus consejos que, desde la cruda experiencia, suelen ser bastante acertados.

A mis compañeras de grupo: María, Inés, Elisa Escasaín, Beatriz y Elena López. No ha sido mucho el tiempo que hemos podido compartir pero os aseguro que me ha bastado para saber que sois personas excelentes y sinceras (sobre todo Elena; no, no sigo pegado a la silla del laboratorio, ahora me adhiero a las de los becarios y la de mi casa).

En el centro donde he desarrollado mi tarea investigadora y docente, me he encontrado con viejos y nuevos conocidos. Todos ellos, aún entre bambalinas, han aportado su tiempo a ayudarme de alguna forma en cada paso que he dado todos estos años. A Rafael García Molina quiero agradecerle todos los comentarios que hemos compartido estos años (sus dudas informáticas siempre me han servido para algo), sus aportes en Física Recreativa (que siempre ha compartido, amenizando los largos días del CIOyN), las herramientas que nos ha prestado (pese a nuestro desorden),...pero sobre todo, lo que me enseñó en sus clase de Física Computacional y Simulación Avanzada. **Gracias\*\*NaN.**

A Javier Abellán le agradezco su paciencia (casi infinita) y todo el tiempo que le he podido robar para escuchar (no sólo oír) y aprender cuanto he podido de él. Me llevo aquellas tardes en las que hacíamos experimentos de superconductividad de alta temperatura, viendo cómo se producía la transición; las largas clases de Fundamentos de Física para los informáticos y las charlas sobre estadística (R, la teoría bayesiana), ética, prudencia (de nuestro Baltasar Gracián) y otros tantos temas que espero atesorar hasta que mi memoria decida jubilarse (si puede). Las comidas que he pasado en el CIOyN nunca serían tan amenas sin las tertulias temáticas que amablemente ofrecía.

Entretenerme en el CIOyN era algo sencillo, no sólo por Javier y Rafael. Debo agradecer a Juan Pedro su simpatía y comentarios (siempre lisonjeros) además de su donación informática (con la que pude satisfacer las necesidades que en estos tiempos nos acucian en el laboratorio).

Por mis horas experimentando como docente, debo darle las gracias a Andrés Somoza pues me permitió disfrutar (de nuevo) de los problemas de primero de Física y de los (más intrincados) problemas de Física Estadística (pobres alumnos). Sólo espero haberle sido más una ayuda que una carga y que los alumnos hayan podido disfrutar (y, si es posible, aprender) en las clases que pude compartir con ellos.

Hay una experiencia que aún permanece viva en mi recuerdo: mi estancia en Berkeley. Desde los tiempos en que podía perderme en mi pueblo, recuerdo los viajes al extranjero como algo teóricamente posible. Gracias a Jaime supe que (experimentalmente) son factibles. En cualquier caso, debo agradecer primero a J. Taneja a quien encontramos en la *Craiglist* y que nos permitió alojarnos en su casa.

Ya en el *Lawrence Berkeley National Laboratory*, quiero agradecer a Miquel Salmerón su cálida acogida y a Sara Barja, Bárbara, Leo y Alex la ayuda y ánimos que nos prestaron en todo momento. La paciencia que tuvo Frieder Mugele cuando compartimos despacho en Berkeley

también es de agradecer, sobre todo cuando tenía que escuchar mi inglés. Pero ha sido gracias a Jesús, mi compañero de laboratorio, que he podido no sólo disfrutar si no sobrevivir a tal experiencia. Quiero darle la gracias sinceramente por toda la paciencia que ha tenido conmigo compartiendo la saludable atmósfera de los laboratorios en los que hemos estado y por (casi) llevarme de la mano en nuestro único (pero inolvidable) viaje a tierras americanas. No debería recordarlo, pero gracias a tu experiencia con las aspirinas americanas mis jaquecas se convirtieron en la menor de mis preocupaciones. Además, Regina Spektor forma ya parte de mi banda sonora.

Recordando mi viaje a Berkeley, debo agradecerle a Raquel Lorente el tiempo (breve, pre y post carrera) que hemos podido compartir juntos. Me llevo el recuerdo de sus comentarios, su simpatía y su risa contagiosa (más los dulces de San Francisco que dejaron rastro en nuestro paladar).

A Lisa quiero agradecerle el tiempo que hemos compartido hablando (aunque yo más escuchando), su presencia siempre grata y sus comentarios sinceros. A ella le debo, entre otras muchas cosas, comprender lo que significa tener un móvil más grande que la palma de mi mano.

En el quehacer cotidiano del CIOyN y en el desarrollo de esta tesis, me he sentido muy acompañado por la presencia de los *meteorólogos*: Rocío Baró (la “MasterChef” del CIOyN), simplemente conocerla ha sido una experiencia maravillosa (su presencia siempre trae a la memoria la canción que Penny le canta a Sheldon, *Shoft Kitty*); Sonia, que aunque no lo recuerde me ha ayudado en los momentos clave (y, por añadido, me presentó a Bola); Elena y Nuno, que siempre han compartido miguelitos y galletas. Kostas (¡vaya! este no es *meteorólogo*), que entretenía a Jaime. . .

De forma especial, agradezco también a Pablo Serna su paciencia y comprensión en todos los momentos que hemos podido compartir. Sin su ayuda, probablemente no estaría escribiendo esta tesis. A José Juan, José Manuel, Manuel Caravaca, Antonio Urbina, Lucía (la alegría personificada), Pablo Contreras V. (nuestro Físico rapero y teórico en ciernes), Raquel Abellán (¡por esos veranos!), Jesús de D., Paula B. (creo que nunca he conocido una chica que estuviera tan loca; al final, artista), Eider (por simpática y por ese nombre tan particular), César (de Reciclática), Joaquín (alias “Chimo”, el electrónico), a mis antiguos compañeros de carrera (Miguel, Manuel Feito, Isabel G., etc.) y profesores (en especial, a María José, Emilio Cuevas (aquellas arandelas), Jesús Ruiz, Miguel Ortuño, José Antonio Oller y Emilio Torrente) y a todos los que he olvidado mencionar: gracias por acompañarme en esta travesía.

Por último, quiero agradecer a mis padres (Juan Jesús y Remedios), mis hermanas (Remedios, Eva, María José), sobrinos (Atila Jesús y Pablo) y sobrinas (Ginebra, Zoe, Ela, Eva y Clauida), todo el soporte emocional y afectivo que me han dado a lo largo de estos años. Por todos los momentos difíciles que hemos superado juntos. Vosotros sois los responsables de todo lo positivo que he podido hacer y los que otorgáis significado al esfuerzo diario que supone contemplar la posibilidad de mejorar.



# Resumen

*La Naturaleza es sinestésica.*

Javier Abellán

En esta tesis se analizan y discuten los aspectos que determinan los límites de la microscopía de fuerzas (SFM). Para tal fin, se han expuesto un conjunto de modelos de diversa complejidad (oscilador armónico, modelo continuo). Además, se ha descrito con detalle el origen y significado físico de las señales electrónicas en las que convertimos el desplazamiento físico (amplitud, fase, frecuencia y fuerza normal) y el sistema electrónico encargado de su adquisición y procesado (Capítulos 1 y 2).

El comportamiento dinámico del fleje no puede limitarse a un oscilador armónico ya que constituye un sistema más complejo: es necesario considerar el fleje como un conjunto de osciladores, excitados en mayor o menor medida, donde cada uno de ellos, se ve afectado por disipaciones (internas, despreciables en este contexto) y externas (de tipo hidrodinámico) que, a su vez, tienen una dependencia en función de la distancia punta–muestra. Desde el punto de vista hidrodinámico, se analiza dicha disipación a través del factor de calidad del oscilador (Capítulo 6). Dicho análisis parte de la descomposición del sistema físico (el fleje) en sus diversas partes (el fleje, propiamente dicho, la punta y el vértice de la punta) y permite la optimización de la geometría del sistema fleje–punta para conseguir la máxima sensibilidad posible.

El ruido térmico es uno de los límites fundamentales en las aplicaciones desarrolladas en esta tesis y es pues, el eje central que ha permitido su confección. Las fluctuaciones térmicas afectan a la posición del fleje y limitan la determinación de la frecuencia de resonancia del sistema. Se desarrolla una relación precisa (Capítulo 3) para el ruido térmico en frecuencia en función del ancho de banda y de la amplitud de oscilación del fleje, que rectifica la relación clásica empleada en la literatura.

La diferente composición química de los compuestos presentes en una superficie se refleja en la existencia de una contribución adicional al ruido térmico, y, por tanto, a los límites de las medidas en microscopía de fuerzas. Se han realizado experimentos que evidencian la presencia de este ruido y explican cómo es posible extraer información del mismo (Capítulo 5). Además, justificamos su existencia a raíz de las diferentes interacciones hidrófoba e hidrófila presentes en la superficie.

La variación de la amplitud de oscilación está relacionada con la disipación del sistema punta–muestra. Además, sólo para pequeñas amplitudes el sistema dinámico puede considerarse armónico. Es necesario desarrollar un método de calibración de la amplitud de oscilación que

permita conocer con precisión cuánto varía la posición del fleje. Esto es posible mediante una calibración correcta de la señal de la amplitud de oscilación y para tal fin, se proponen dos métodos (Capítulo 4): uno de ellos está basado en el cálculo de la desviación cuadrática media de la señal de salida de la electrónica; el segundo método se basa en el análisis del espectro de la señal correspondiente y en el cálculo del factor de calidad, la frecuencia de resonancia y la intensidad de la señal. Ambos métodos son también aplicables a la calibración de la fuerza normal. En este caso la importancia radica en que es posible calibrar la sensibilidad en fuerza normal sin que la punta del fleje sufra daños.

Finalmente, en los experimentos expuestos se ha hecho uso de un sistema de reposicionamiento preciso (Capítulo 7). Este sistema, permite la manipulación ex-situ de las muestras y el reposicionamiento preciso en el microscopio de fuerzas sin ayuda de un microscopio óptico o marcas de posición.

# Índice

<b>Agradecimientos</b>	<b>VII</b>
<b>Resumen</b>	<b>XI</b>
<b>Índice</b>	<b>XIII</b>
<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Un poco de historia . . . . .	1
1.2. Motivación y objetivos . . . . .	2
1.3. El microscopio de fuerzas . . . . .	3
1.4. La interacción punta–muestra . . . . .	6
1.4.1. Tipos de interacción en SFM . . . . .	6
1.5. Técnicas experimentales . . . . .	9
1.5.1. Técnica lock–in . . . . .	9
1.5.2. Curvas fuerza–distancia . . . . .	10
1.5.3. Modos 3D ( $\mathbf{x}, \mathbf{y}$ ) . . . . .	12
1.5.4. Técnica Kelvin . . . . .	13
<b>2. El problema de la interacción punta–muestra</b>	<b>17</b>
2.1. Introducción . . . . .	17
2.1.1. Modelo simple del SFM: interacción conservativa . . . . .	17
2.1.2. Detección de frecuencia en DSFM . . . . .	20
2.1.3. Modelo matemático de la electrónica de detección DSFM . . . . .	22
2.1.4. Modelo disipativo: una esfera enganchada a un muelle inmersa en un fluido viscoso . . . . .	27
2.2. El fleje como sistema continuo . . . . .	29
2.2.1. Amortiguamiento y forzamiento . . . . .	31
2.2.2. Del fleje libre al fleje apoyado . . . . .	32
2.2.3. Ecuación general para el ruido térmico . . . . .	36

<b>3. Ruido térmico en la frecuencia para pequeñas amplitudes de oscilación en DSFM</b>	<b>39</b>
3.1. Introducción . . . . .	39
3.2. Fluctuación térmica de la posición del fleje . . . . .	40
3.3. Respuesta en frecuencia a las fluctuaciones térmicas en DSFM . . . . .	44
3.3.1. Cálculo del ruido en la fase: estadística . . . . .	44
3.3.2. Cálculo del ruido en la fase: aproximación . . . . .	46
3.4. Experimentos . . . . .	49
3.5. Conclusiones . . . . .	50
<b>4. Calibración de la amplitud de oscilación y de la fuerza normal en DSFM</b>	<b>53</b>
4.1. Introducción . . . . .	53
4.2. Procesado de la señal de ruido térmico a partir de una unidad dinámica DSFM	55
4.2.1. Modelado . . . . .	55
4.2.2. Medidas de ruido térmico con una unidad DSFM . . . . .	56
4.3. Métodos de calibración del ruido térmico . . . . .	58
4.3.1. Calibración basada en la estimación RMS . . . . .	58
4.3.2. Calibración usando el espectro de ruido térmico . . . . .	59
4.4. Resultados . . . . .	60
4.4.1. Flejes “blandos” . . . . .	60
4.4.2. Fleje “duro” . . . . .	62
4.5. Calibración de la fuerza normal . . . . .	62
4.6. Conclusión . . . . .	64
<b>5. Ruido en la interacción punta–muestra</b>	<b>69</b>
5.1. Introducción . . . . .	69
5.1.1. Fuentes de ruido . . . . .	69
5.2. Experimentos . . . . .	70
5.2.1. Esquema experimental . . . . .	71
5.2.2. Selección de muestras . . . . .	72
5.2.3. Imágenes de ruido . . . . .	74
5.2.4. Imágenes de espectroscopía de fuerza . . . . .	75
5.2.5. Modos 3D $(x, y)$ . . . . .	79
5.2.6. La técnica Kelvin y el ruido . . . . .	80
5.3. Conclusiones . . . . .	82
<b>6. El factor de calidad en función de la distancia</b>	<b>83</b>
6.1. Introducción . . . . .	83

---

6.2.	La aproximación de la capa límite para geometrías planas y cilíndricas . . . . .	85
6.2.1.	Geometría plana . . . . .	86
6.2.2.	Geometría cilíndrica . . . . .	87
6.3.	Ancho efectivo del fleje en un medio viscoso . . . . .	87
6.4.	El sistema complejo punta–fleje . . . . .	91
6.4.1.	El fleje plano . . . . .	91
6.4.2.	El fleje inclinado . . . . .	93
6.4.3.	La punta parabólica . . . . .	94
6.4.4.	La punta cónica . . . . .	95
6.4.5.	Vértice parabólico y cono . . . . .	96
6.5.	Fuerza hidrodinámica total . . . . .	98
6.6.	Parte experimental . . . . .	99
6.6.1.	Celda líquida . . . . .	99
6.6.2.	Materiales . . . . .	100
6.6.3.	Resultados . . . . .	100
6.7.	Conclusiones . . . . .	103
<b>7.</b>	<b>Porta muestras de precisión nanométrica</b>	<b>105</b>
7.1.	Introducción . . . . .	105
7.2.	Descripción del sistema de reposicionamiento . . . . .	106
7.3.	Aplicaciones del sistema de reposicionamiento . . . . .	108
7.3.1.	Superficie HOPG . . . . .	109
7.3.2.	SDS sobre HOPG . . . . .	109
7.3.3.	P3OT sobre vidrio . . . . .	110
7.3.4.	P3OT e isopropanol . . . . .	111
7.4.	Calibración del sistema de reposicionamiento . . . . .	112
7.5.	Conclusiones . . . . .	121
<b>8.</b>	<b>Conclusiones generales</b>	<b>123</b>
	<b>Bibliografía</b>	<b>125</b>
	<b>Acrónimos</b>	<b>133</b>
	<b>Publicaciones</b>	<b>135</b>



# 1 || Introducción

## 1.1. Un poco de historia

Tras el congreso de Fuerzas y Túnel de 2014 (San Sebastián), se realizó un merecido homenaje a uno de los Físicos cuyo trabajo permitió que el sueño de Richard Feynman [1] se hiciera realidad. Heinrich Röhrer, se fue hace ya dos años, pero su trabajo junto a G. Binnig<sup>1</sup>, Ch. Gerber y E. Weibel es el legado que toda una legión de científicos hemos aprovechado para completar el *infinito* puzzle del nanomundo.

La invención del microscopio de efecto túnel [2] ([STM](#), *Scanning Tunneling Microscope*) en 1982 permitió el estudio de superficies a escala atómica. Sin embargo, esta herramienta estaba limitada a superficies conductoras (metálicas o semiconductoras) pues depende de la corriente túnel que debe establecerse entre una sonda<sup>2</sup> y la superficie. Dicha corriente depende exponencialmente de la distancia, lo que explica la alta sensibilidad del instrumento.

Fue necesario esperar hasta 1986 para que G. Binnig inventara el microscopio de fuerzas ([SFM](#), *Scanning Force Microscope*<sup>3</sup>), cuyo primer prototipo fue desarrollado en Almaden (IBM) en colaboración con Ch. Gerber y C. F. Quate [3, 4]. Este nuevo microscopio combinaba los principios que habían originado el [STM](#) y los ya conocidos profilómetros. En lugar de medir una corriente túnel, el [SFM](#) es sensible a las fuerzas de interacción que se establecen entre una punta situada en el extremo de una micropalanca y una superficie. Además, al contrario que la corriente túnel, siempre existe una interacción entre punta y muestra, independientemente de la naturaleza conductora de las mismas, por lo que el abanico de posibilidades es mucho más amplio. De hecho, el [SFM](#) puede trabajar en condiciones de vacío, en aire o en líquidos, convirtiéndolo en una de las herramientas más versátiles dentro del campo de la microscopía. Por otro lado, el [SFM](#) no está limitado a medidas topográficas. Las propiedades de una superficie pueden ser muy diversas (mecánicas, magnéticas, electrostáticas, elásticas, etc.) y para cada una de ellas, el [SFM](#) es capaz de crear un mapa que caracteriza la superficie. Esto explica la prolongada vida científica del [SFM](#), que se extiende en función de las propiedades de la superficie y de aquellas propiedades que han de ser descubiertas. En definitiva, el [SFM](#) nos permite disponer de un laboratorio a escala nanométrica: *un laboratorio en una punta* [5]. El desarrollo de las herramientas básicas para la exploración de la Naturaleza a escala nanométrica confluye en un concepto más global: la

---

<sup>1</sup>H. Röhrer y G. Binnig recibieron el premio Nobel de Física por el diseño del microscopio de efecto túnel en 1986; lo compartieron con Ernst Ruska, que diseñó el primer microscopio electrónico.

<sup>2</sup>En general, una punta metálica no necesariamente afilada, pues la mayor parte de la corriente se debe a los últimos átomos de la misma.

<sup>3</sup>A lo largo del texto, el término SFM hará referencia tanto al microscopio de fuerzas (*Scanning Force Microscope*) como a la microscopía de fuerzas en general (*Scanning Force Microscopy*).

Nanotecnología. En ella intervienen no sólo el [SFM](#) y el [STM](#) si no el trabajo de físicos, químicos<sup>4</sup> biólogos e ingenieros que permiten mantener y expandir la investigación en este campo de la ciencia.

## 1.2. Motivación y objetivos

El protagonista principal de esta tesis es el [SFM](#), herramienta que, aún conocida, no está ausente de incógnitas. Desde el punto de vista experimental, es necesario conocer los límites de esta herramienta que se emplea en el laboratorio y con qué fin pueden aprovecharse. La comprensión de estos límites nos permitirá responder a las cuestiones elementales que surgen en la práctica: dada una muestra, es necesario saber qué propiedades es posible medir y qué dificultades pueden presentarse si el [SFM](#) presenta unas limitaciones concretas. Al mismo tiempo, realizar medidas de calidad requiere un estudio de los parámetros óptimos de los que depende el experimento (parámetros de control, velocidad de muestreo, tipo de fleje, modos estáticos o dinámicos, etc.) y conocer el modelo teórico que nos ayudará a interpretar los datos obtenidos. La propia teoría nos permite obtener una estimación de los límites de la resolución del instrumento de medida. Considérese, por ejemplo, el caso de la óptica clásica donde la resolución lateral viene condicionada por el límite de difracción de Abbe [6, 7]:

$$d = \frac{\lambda}{2N_a} \quad (1.1)$$

siendo  $N_a$  la apertura numérica; es claro que este resultado es un modelo teórico que impone una cota a la máxima resolución disponible en función de la longitud de onda y la apertura numérica. De la misma forma, en [SFM](#) existen un conjunto de factores limitantes.

Dentro del conjunto de factores que limitan la resolución del [SFM](#), en esta tesis se ha enfatizado el papel que juega el ruido, en concreto el ruido térmico (aunque estará presente de una forma u otra en toda la tesis, le dedicaremos los capítulos 3 y 4). No obstante, aún cuando el ruido térmico es un factor limitante de gran relevancia hay que remarcar el ruido (no térmico) en la interacción punta–muestra (este será el tema del capítulo 5). Éste último suele despreciarse, pero los resultados presentados en esta tesis demuestran que la su importancia puede llegar a ser incluso más determinante que el ruido térmico. De hecho, los experimentos demuestran que al igual que el ruido térmico contiene información útil, el ruido en la interacción punta–muestra permite caracterizar las muestras desde otra perspectiva.

Una de las partes principales del [SFM](#) es la sonda necesaria para la detección de fuerzas y la caracterización de superficies: la micropalanca o fleje. En general, los flejes comerciales no suelen tener formas cuya simetría facilite el análisis teórico de su comportamiento, cuando tienen que enfrentarse a una superficie. Esto implica, a su vez, que el comportamiento ideal no se adecúe al comportamiento real. Por otro lado, esto da lugar a un amplio espectro de modelos que tratan de explicar la dinámica del fleje (desde el modelo del oscilador armónico al modelo continuo de varillas, tema que se tratará en el capítulo 2). Investigar cómo las condiciones reales afectan a la dinámica del sistema punta–muestra, el modelo que mejor se adapta y en qué medida es posible aprovechar este conocimiento para seleccionar las condiciones del experimento es una tarea necesaria (el capítulo 6 tratará concretamente este tema, centrándose en la dependencia del factor de calidad con la distancia).

<sup>4</sup>Por ejemplo, con el descubrimiento de los fullerenos mediante técnicas de espectroscopía.

La interacción punta–muestra permite crear mapas de interacción que caracterizan las superficies (dominios magnéticos, superficies de potencial de contacto, etc.). En muchos experimentos es interesante investigar la evolución de estas propiedades cuando son sometidas a diferentes procesos (bombardeo de iones, lavados, etc.). Sin embargo, el microscopio no nos da acceso a toda la superficie sino a una zona limitada de la misma. Los procesos a los que sometemos la superficie implican mover la muestra y volver a colocarla. Es necesario desarrollar las herramientas necesarias que nos permitan verificar que siempre se realizan los experimentos en la misma zona (para este tema, se incluye el capítulo 7).

### 1.3. El microscopio de fuerzas

Como explicaba G. Binnig [3], el SFM resumía y ampliaba los logros del STM y de los profilómetros, aumentando la resolución en la medida de fuerzas, en concreto, las fuerzas laterales. La parte fundamental que es sensible a las fuerzas es la micropalanca de dimensiones micrométricas (o fleje) en cuyo extremo se haya situada una punta de geometría variable y vértice nanométrico. La forma geométrica es, usualmente, tetrahédrica y la altura de la punta, es decir, la distancia desde el vértice a la base donde la punta se une con la micropalanca, suele tener dimensiones micrométricas.

Con el fin de obtener una imagen topográfica de la muestra es necesario establecer un control de realimentación (*feedback*) que mantenga constante un parámetro medible. Por ejemplo, si el control de realimentación se establece en la amplitud, cualquier variación topográfica que repercuta en la amplitud de oscilación del fleje se registrará, pudiendo así crearse un mapa topográfico de la muestra. El caso más simple, o el más semejante al profilómetro, es el modo de contacto, donde la fuerza de repulsión entre fuerza y muestra se mantiene constante (punta y muestra se mantienen en contacto), registrándose cualquier variación para luego correlacionarla con los cambios topográficos (y, en este modo, con la fricción entre punta y muestra).

Estableciendo una clasificación muy general de los modos de operación del SFM podríamos concluir que estos se agrupan en dos grandes bloques: modos estáticos y modos dinámicos (usualmente englobados en el término DSFM, *Dynamic Scanning Force Microscopy*). Dentro del primer bloque se suelen incluir los modos de contacto (en los que el fleje no oscila) mientras que en el segundo bloque se incluyen aquellos en los que la micropalanca se excita para que oscile a una determinada frecuencia (en general, a su frecuencia de resonancia). Sin embargo, hay que remarcar que los modos estáticos no implican modo de contacto: sólo incluyen a estos últimos. Así por ejemplo, sería posible realizar medidas en no contacto dentro de los modos estáticos (muy útil en los experimentos llevados a cabo en líquidos). Dentro de los modos dinámicos también encontramos modos de contacto (modo de contacto intermitente o *tapping mode*) y modos de no contacto (modulación en amplitud, AM-DSFM, y modulación en frecuencia, FM-DSFM). En general, el modo más estable en aire (o el más sencillo de usar) es el AM-DSFM que aunque clasificado como de no contacto, suele ser en la práctica un contacto intermitente (por la formación de cuellos líquidos entre punta y muestra). El modelo más comúnmente empleado para referirse al modo estático es la ley de Hooke, donde las fuerzas se consideran directamente proporcionales a la deformación que experimenta el fleje como consecuencia de la interacción punta–muestra:

$$F = c\Delta x \tag{1.2}$$

siendo  $c$  la constante elástica de la micropalanca y  $\Delta x$  la variación respecto de la posición de equilibrio. En el caso de los modos dinámicos (es decir, en DSFM), suele emplearse el modelo del oscilador armónico (amortiguado y forzado):

$$m\ddot{x}(t) + \gamma\dot{x}(t) + cx(t) = F(t) \quad (1.3)$$

donde  $m$  es la masa efectiva del fleje,  $\gamma$  la constante de amortiguamiento (relacionada con la disipación) y  $c$ , como antes, la constante elástica del fleje. La función  $F(t)$  representa la fuerza que excita al sistema para que mantenga la oscilación. Estos modelos relativamente sencillos, permiten describir la dinámica del sistema SFM pero con ciertas limitaciones: la micropalanca no puede considerarse equivalente a un oscilador armónico. En cambio, si consideramos el fleje como un sistema continuo y aplicamos la teoría de la elasticidad para describir su dinámica con la teoría de vibraciones en varillas, es posible llegar a una aproximación más adecuada de su comportamiento. De hecho, en esta tesis se expone cómo este modelo teórico permite una descripción conjunta de los modos estáticos y dinámicos (concretamente, ofreciendo un modelo para DSFM en contacto).

Los modos de contacto son útiles para determinar tanto la topografía como las propiedades elásticas de las muestras (superficies, cápsulas de virus, etc.), la fricción, mapas de conductividad (realizando curvas intensidad–voltaje (IV) en cada punto de la superficie) o la adhesión (por ejemplo, con el llamado *modo jumping*). Los modos de no contacto también pueden usarse para realizar topografía, pero suelen tener un uso más amplio en biología y en ultra alto vacío (UHV, *Ultra High Vacuum*), donde es posible alcanzar resolución atómica.

Por lo ya explicado, el uso del SFM no se restringe sólo a obtener la topografía de una superficie. En paralelo a la clasificación general antes mencionada, deberíamos añadir los modos no topográficos. Algunos de ellos son: microscopía de sonda Kelvin (KPM, *Kelvin Probe Microscopy*; para medir la diferencia de potencial de contacto entre punta y muestra), microscopía de fuerzas magnéticas (MFM, *Magnetic Force Microscopy*; para medir la distribución del campo magnético y otras propiedades), modos de espectroscopía (espectroscopía de fuerzas, modos 3D ( $x, y$ ), fuerza–volumen, etc.).

Para cualquiera de las técnicas mencionadas es esencial detectar la interacción entre punta y muestra o, más específicamente, las variaciones de esta interacción. Estas variaciones afectan al fleje, sobre el que producen una deflexión. A su vez, la relación entre la constante elástica del fleje y la interacción nos permiten emplear la deflexión como medida indirecta de la fuerza presente entre punta y muestra. Para detectar esta deflexión (que puede ser normal o lateral), el método más comúnmente empleado es la reflexión de un haz láser sobre la superficie del fleje (*beam deflection*). El haz reflejado en la superficie del fleje se enfoca en el centro de un fotodiodo de cuatro cuadrantes (ver figura 1.1). La deflexión del fleje producida al interactuar punta y muestra produce una desviación del haz sobre el fotodiodo, proporcional a la fuerza. Este cambio se lleva al bucle de realimentación de tal forma que los parámetros de control se mantienen en los valores escogidos previamente (por ejemplo, si el parámetro de control es la amplitud de oscilación, la distancia entre punta y muestra se ajustará de tal forma que la amplitud vuelva al valor sin perturbar).

En general, una vez fijado la micropalanca en el portaflejes (figura 1.2 B), no es posible variar su posición. La distancia entre punta y muestra requiere de un sistema de posicionamiento preciso. Para ello se emplean cerámicas piezoeléctricas que controlan los movimientos en altura ( $Z$ ) y los barridos laterales ( $X$  e  $Y$ ). En el sistema empleado en esta tesis se han usado piezoeléctricos en

configuración cilíndrica (figura 1.2 C). Para poder producir estos movimientos el tubo tiene dos electrodos, uno interno y otro externo. A partir de los potenciales aplicados a los electrodos, el piezoeléctrico puede contraerse y extenderse variando la distancia punta–muestra (o bien, para mover la muestra en la direcciones  $x-y$ ). El portaflejes donde se sitúa la micropalanca dispone de una lámina piezoeléctrica que da acceso a los modos dinámicos. Al igual que en el piezoeléctrico cilíndrico, la aplicación de una tensión alterna a los electrodos que confinan la lámina, permite que el fleje oscile a una frecuencia concreta.

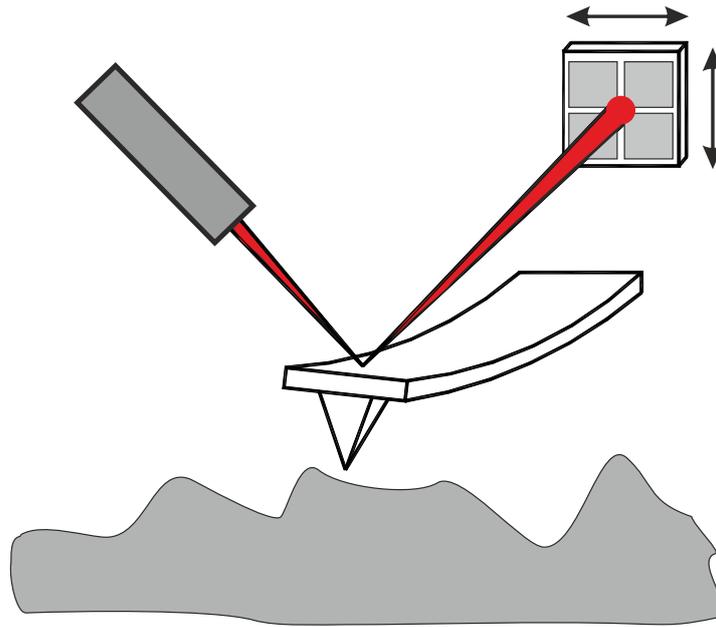


Figura 1.1: Representación general del láser, la micropalanca y el fotodiodo de cuatro cuadrantes.

El SFM puede funcionar en condiciones muy diversas (aire, líquidos o vacío). Sin embargo, algunos experimentos requieren condiciones específicas. Por ejemplo, para medidas de alta resolución en topografía son necesarias unas condiciones de equilibrio térmico (temperatura constante) y mecánico (aislamiento de vibraciones). En otras circunstancias son necesarias medidas más exigentes (humedad relativa controlada, iluminación, flujo de líquidos, etc.).

El microscopio que se ha empleado para la elaboración de las medidas expuestas en esta tesis es un microscopio comercial de Nanotec<sup>®</sup> [8] controlado por la unidad de control *Dulcinea*, que se comunicaba con una computadora a través de un procesador digital de señales (DSP, *Digital Signal Processor*). El microscopio contaba con un sistema de amortiguación como el que se muestra en la figura 1.2 A. Para aislarlo de otras vibraciones espúreas y corrientes de aire se empleó también una cubierta protectora de vidrio. Aunque no se requirió en los experimentos presentados, el sistema disponía a su vez de un higrómetro y un termopar, que nos permitían registrar la humedad relativa y la temperatura (que se regulaba y mantenía constante en el laboratorio).

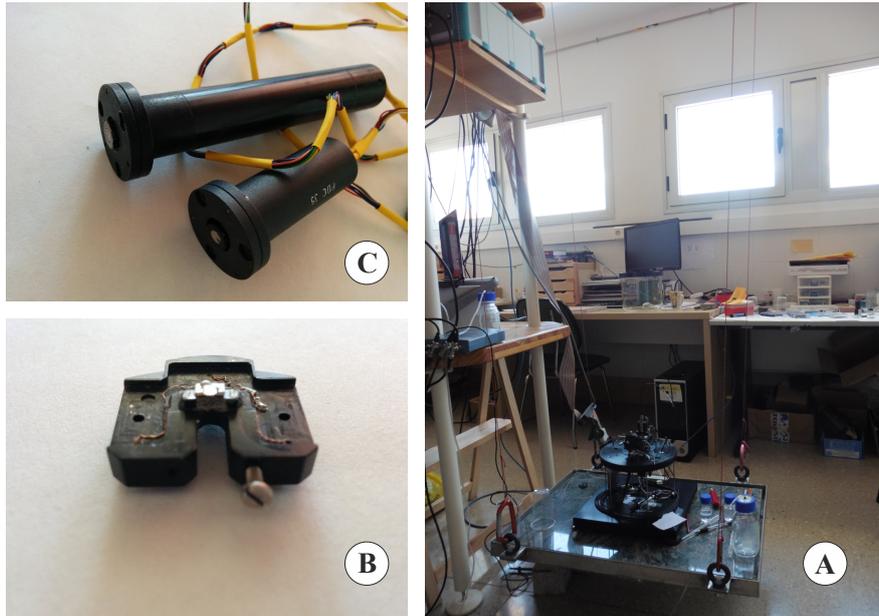


Figura 1.2: (A) El microscopio SFM con su sistema de amortiguamiento; (B) el portaflejes, donde puede apreciarse el fleje y la lámina piezoeléctrica; (C) los tubos piezoeléctricos, fundamentales para poder realizar los movimientos en las direcciones  $(X, Y, Z)$ .

## 1.4. La interacción punta–muestra

La interacción punta–muestra es la base fundamental de la microscopía de fuerzas, ya que el SFM es capaz de *ver* (o *tocar*) la superficie a través de la interacción punta–muestra. En este sentido, el SFM puede considerarse un sensor de fuerzas en superficies (*Surface Forces Apparatus*) a escala nanométrica. En general, dada una interacción representada por la energía  $W(x, y, z)$ , el SFM como sensor de fuerzas, nos permite obtener,

$$F(x, y; d) = -\left. \frac{\partial W}{\partial z}(x, y, z) \right|_{z=d} \quad (1.4)$$

Esta relación refleja cómo a partir de una magnitud tridimensional ( $W(x, y, z)$ ) obtenemos un mapa bidimensional de fuerzas a una distancia punta–muestra dada,  $F(x, y; d)$ .

### 1.4.1. Tipos de interacción en SFM

Las contribuciones a la interacción punta–muestra se engloban en el término  $W(x, y, z)$ . Será parte de las técnicas experimentales, discernir aquella que sea objeto de estudio en un experimento concreto. En cualquier caso, algunas de las interacciones que encontramos en SFM, ordenadas de menor a mayor alcance, son:

- Interacciones elásticas: cuando punta y muestra se encuentran en contacto, se produce entre las superficies expuestas una interacción elástica. La teoría de Hertz [9, 10] ofrece un modelo

para este tipo de interacciones. Considérese que los radios de las superficies (supuestas esféricas) en contacto son  $R$  y  $R'$ , y que, como resultado de las fuerzas aplicadas, los cuerpos se comprimen y se acercan una distancia  $h$ . La relación entre la fuerza  $F$  aplicada y la deformación  $h$  viene dada por,

$$F = h^{3/2} \frac{3}{5D} \sqrt{\frac{RR'}{R+R'}} \quad (1.5)$$

donde  $D$  es una constante que depende de las propiedades elásticas de las superficies, en concreto, del módulo de Poisson  $\sigma$  y del módulo de Young  $E$ ,

$$D = \frac{3}{4} \left( \frac{1-\sigma^2}{E} + \frac{1-\sigma'^2}{E'} \right) \quad (1.6)$$

El modelo puede aplicarse incluso en superficies que no presenten simetría esférica. En ese caso, sólo se concluye la proporcionalidad,

$$F = \text{const.} \cdot h^{3/2} \quad (1.7)$$

siendo la constante de proporcionalidad función de las propiedades elásticas y geométricas de las superficies.

- **Interacción repulsiva:** cuando punta y muestra se encuentran a distancias del orden de angstroms ( $10^{-10}$  m) aparece una fuerza repulsiva entre los átomos de la punta y los de la superficie. Esta fuerza tiene su origen en el solapamiento de los orbitales electrónicos de los átomos que componen las superficies. En caso de ser la interacción predominante, se considera que punta y muestra están en contacto.
- **Fricción y adhesión:** las fuerzas de fricción se hacen patentes cuando dos superficies deslizan una sobre la otra. Cuando el fleje se desplaza lateralmente sobre la superficie, aparecen fuerzas de fricción sobre la punta. Además, cuando punta y muestra se encuentran lo suficientemente cerca hay que considerar las fuerzas de adhesión, donde se incluye la contribución debida a la condensación de cuellos líquidos.
- **Fuerzas capilares:** cuando se trabaja en aire, entre punta y muestra se condensa un cuello líquidos de agua. Esto da lugar a la fuerza capilar, que es parte de la fuerza de adhesión antes mencionada.
- **Fuerzas de Van der Waals:** estas fuerzas tienen su origen en la interacción de polarización entre átomos. Tienen, básicamente, tres contribuciones [11]: la fuerza de dispersión, la orientación Keesom y la inducción de Debye. De estos tres componentes, el primero es el que más contribuye. Las fuerzas de dispersión son interacciones de largo alcance y siempre están presentes, en particular, entre punta y muestra. El origen de estas fuerzas puede explicarse a partir de la polarización inducida por los dipolos instantáneos que, a su vez, generan fuerzas entre los átomos vecinos. Esta interacción no es aditiva, ya que la presencia de otros átomos modifica la interacción de dispersión. El modelo teórico para este tipo de interacciones viene dado por la teoría de Lifshitz [12], que describe la interacción de Van der Waals en términos de las propiedades macroscópicas del medio tales como constantes

dieléctricas e índices de refracción. Según este modelo, para una esfera de radio  $R$  y una superficie plana, la energía libre de interacción Van der Waals se describe por:

$$W(z) = -\frac{AR}{6z} \quad (1.8)$$

Para obtener la fuerza de interacción Van de Waals, se deriva la energía libre con respecto a la distancia,

$$F(d) = -\left.\frac{\partial W}{\partial z}\right|_{z=d} = -\frac{AR}{6d^2} \quad (1.9)$$

donde  $A$  es la constante de Hamaker del sistema (que, como se deduce por las ecuaciones, tiene dimensiones de energía) y depende de las propiedades macroscópicas de los tres medios implicados: la esfera, la superficie plana y el medio entre ellos. Los valores típicos para  $A$  son del orden de  $2 \cdot 10^{-20}$  J y su valor puede ser mayor o menor en función del medio presente entre punta y muestra<sup>5</sup>. Tanto en aire como en vacío, la fuerza entre dos cuerpos condensados es siempre atractiva. Sin embargo, la fuerza de Van der Waals entre dos cuerpos diferentes en un medio puede ser atractiva ( $A < 0$ ) o repulsiva ( $A > 0$ ), mientras que entre dos cuerpos idénticos siempre es atractiva.

- Interacciones magnéticas: cuyo origen se encuentra en la presencia de dipolos magnéticos tanto en la punta como en la muestra [13]. La fuerza magnética puede modelarse por [14],

$$\mathbf{F} = \mu_0 (\mathbf{m} \cdot \nabla) \mathbf{H} \quad (1.10)$$

donde  $\mu_0$  es la permeabilidad magnética del vacío,  $m$  el vector momento magnético de la punta (considerado un dipolo) y  $\mathbf{H}$  el vector campo magnético (*stray-field*) de la superficie. La técnica que se encarga de medir las interacciones magnéticas recibe el nombre de Microscopía de Fuerzas Magnéticas (MFM, *Magnetic Force Microscopy*), y, en general, suele considerarse de fácil aplicación, al no requerir condiciones muy especiales. Con esta técnica se demostró que es posible analizar las fronteras entre dominios magnéticos [15] e, incluso, parte de su estructura fina [16], con alta resolución. MFM también ha resultado útil para caracterizar las líneas de flujo en superconductores [17] y los efectos de disipación magnética [18].

- Interacción electrostática: esta interacción se debe a las cargas localizadas así como a la polarización del sustrato originada por la diferencia de potencial entre punta y muestra. Las interacciones electrostáticas, al igual que las fuerzas de Van der Waals y las interacciones magnéticas, son de largo alcance pero mucho más intensas (en el caso de una punta no magnética). Su estudio se engloba dentro de la microscopía de fuerzas electrostáticas (EFM, *Electrostatic Force Microscopy*). En general, se aplica una tensión de polarización entre la punta (conductora) y la muestra que se desea estudiar. Esta tensión da lugar a un campo eléctrico  $\mathbf{E}(x, y, z) = \nabla \cdot U(x, y, z)$  entre punta y muestra, originando una interacción caracterizada por la energía:

$$W_{\text{punta-muestra}} = \frac{1}{2}CU^2 \quad (1.11)$$

<sup>5</sup>En general, la constante de Hamaker es menor si hay un medio entre punta y muestra.

donde  $C$  es la capacidad del sistema punta–muestra. Es evidente que a partir de esta relación es posible obtener la fuerza electrostática entre punta y muestra:

$$F(d) = -\left.\frac{\partial W}{\partial z}\right|_{z=d} = \frac{1}{2}U^2\left.\frac{\partial C}{\partial z}\right|_{z=d} \quad (1.12)$$

donde la capacidad es una función que depende de la distancia punta–muestra, la geometría del sistema y la constante dieléctrica. De los trabajos sobre el SFA [11, 19] (*Surface Forces Apparatus*), obtenemos un modelo para la fuerza entre punta y muestra, considerando la punta como una esfera y la muestra como un plano:

$$F(d) = 2\pi RW(d) \quad (1.13)$$

donde  $W(d)$  puede considerarse la energía por unidad de área entre dos superficies planas (un condensador). Por tanto, considerando la energía electrostática para un condensador plano:

$$F(d) = 2\pi\epsilon\epsilon_0 U^2 \frac{R}{z} \quad (1.14)$$

Este modelo, sin embargo, no capta la complejidad de las superficies que interactúan. La geometría de la punta y del fleje, así como la superficie de la muestra requieren un modelo más sofisticado. De hecho, en la literatura [20] se ha enfocado este problema descomponiendo las diferentes partes implicadas<sup>6</sup>

## 1.5. Técnicas experimentales

### 1.5.1. Técnica lock–in

En esta tesis se hará referencia a la técnica lock–in [21]. Dada una señal, en general, formada por varias contribuciones, la técnica lock–in permite extraer aquella señal que es de interés.

Los principios básicos de la técnica lock–in yacen en la ortogonalidad de las funciones sinusoidales. Esencialmente, un amplificador lock–in recoge la señal de entrada  $U_0 \cos \omega_0 t$  y la multiplica por una señal de referencia  $U_{\text{ref}} \cos \omega_{\text{ref}} t$ . El resultado de este producto se promedia en un intervalo de tiempo tal que supere al período de ambas señales. Cuando  $\omega_0 \neq \omega_{\text{ref}}$ , el promedio es nulo, pero si  $\omega_0 = \omega_{\text{ref}}$ , el producto da como resultado  $U_0 U_{\text{ref}}/2$ . Por lo tanto, dado que  $U_{\text{ref}}$  es conocida, podemos determinar el valor de  $U_0$ , la señal de interés. De esta forma, cualquier contribución a la señal que se desea investigar que no esté a la frecuencia de referencia se atenuará. Hay que tener en cuenta que en este proceso, debe ajustarse la diferencia de fase (entre la señal de referencia y la de interés) para que sea nula.

La técnica lock–in, puede interpretarse desde un punto de vista más general. Tomando la señal original como  $\omega_0$  y la de referencia como  $\omega_{\text{ref}}$ , su producto da como resultado señales con  $\omega_0 - \omega_{\text{ref}}$  y  $\omega_0 + \omega_{\text{ref}}$ . Por lo tanto, la técnica lock–in, nos permite *ver* señales en la ventana correspondiente al ancho de banda.

Algunos amplificadores lock–in [22] cuentan con dos canales de procesamiento de las señales, multiplicando las señales por  $\sin \omega t$  y  $\cos \omega t$ . El resultado es un vector de dos componentes del que es posible extraer la señal de interés y la dependencia con la fase.

<sup>6</sup>En el contexto de la disipación, capítulo 6, este trabajo ha empleado un enfoque parecido.

### 1.5.2. Curvas fuerza–distancia

Uno de los experimentos más simples para la medida de la interacción punta–muestra es adquirir la variación de la fuerza normal en función de la distancia punta–muestra: la curva fuerza–distancia o curva  $F(z)$ .

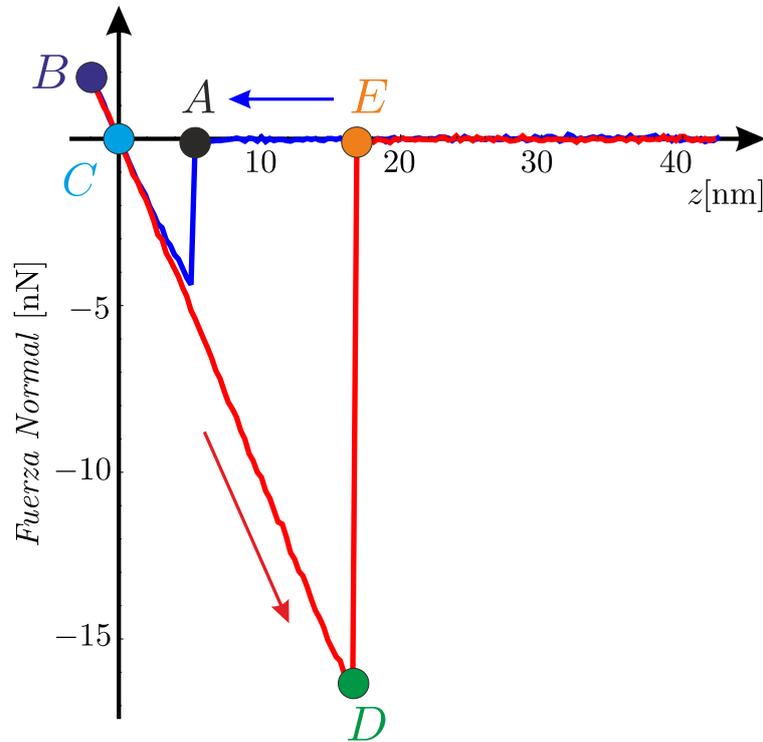


Figura 1.3: Curva  $F(z)$  experimental. La curva roja representa la punta acercándose a la muestra, mientras que en la curva azul se aleja. El punto  $A$  es la distancia en la que se produce el contacto con la muestra (salto al contacto). En el punto  $B$  se aplica la máxima fuerza sobre la muestra y el piezo comienza a moverse en sentido contrario (se contrae, aumentando así la distancia punta–muestra). La relajación del piezo continúa hasta el punto  $C$ , a partir del cual el contacto entre punta y muestra se mantiene gracias a la fuerza de adhesión. El punto  $D$  representa el momento en el que punta y muestra dejan de estar en contacto, y vuelve al punto  $E$ , donde el fleje está libre. La diferencia entre estos puntos es la fuerza de adhesión entre punta y muestra.

En la figura 1.3 se muestra una curva  $F(z)$  experimental. Esta figura se corresponde con un ciclo: la punta se aproxima a la muestra, entra en contacto y posteriormente se aleja de la muestra. Durante el régimen de acercamiento, (en general) la fuerza normal es aproximadamente constante hasta el punto de entrada en contacto  $A$ . En este punto, la segunda derivada del potencial es mayor que la constante del fleje y esta inestabilidad lleva a que la punta entre en contacto con la muestra. Después del punto de contacto, el fleje se deforma y la fuerza normal es proporcional a la deflexión del fleje  $F = c_f z$ , donde  $c_f$  es la constante elástica del fleje. La deflexión del fleje será igual al desplazamiento del piezo, asumiendo que la muestra no es deformada por la punta. En general, el fleje es mucho más blando que la muestra por lo que puede desprejarse la deformación

de la muestra. En el punto  $B$ , donde se aplica la máxima fuerza, la dirección del movimiento se revierte y la deformación del fleje es linealmente relajada hasta el punto  $C$ . Del punto  $C$  al  $D$ , el fleje se encuentra pegado a la muestra debido a la adhesión y las fuerzas capilares, por lo que se deforma en la dirección opuesta (la fuerza normal es negativa en este régimen). En el punto  $D$ , el fleje tiene la energía elástica suficiente para escapar de la superficie y, tras oscilar libremente (no se muestra) se relaja hasta su posición de equilibrio de fuerza normal nula. Por la curva mostrada el valor de la adhesión es el incremento de fuerza entre los puntos  $D$  y  $E$ , que en el caso general no se deberá a la adhesión atómica entre punta y muestra solamente, sino también a la adhesión capilar inducida por el menisco de agua que se forma entre punta y muestra (por lo que dependerá de la humedad relativa). Cuando punta y muestra se encuentran inmersas en un medio líquido, la interacción de Van der Waals entre punta y muestra es diferente con respecto a la interacción en aire. En particular, para el agua esta interacción se reduce. Por otro lado, la curva  $F(z)$  también cambia en líquidos, debido a la ausencia de fuerzas capilares no aparece un pico de adhesión. Por tanto, en líquidos la fuerza entre punta y muestra puede controlarse y minimizarse adecuadamente. Esta es una particularidad interesante al estudiar muestras blandas y frágiles de especímenes biológicos.

Una curva  $F(z)$  es sólo un tipo de medida de las que pueden realizarse en Microscopía de fuerzas (SFM). De hecho es posible realizar experimentos más generales siguiendo la línea de las curvas  $F(z)$  midiendo cualquier otra magnitud  $G$  del sistema en función de la distancia punta–muestra, estudiando así la dependencia  $G(z)$ . Esta magnitud  $G$  puede ser la amplitud de oscilación, el factor de calidad, etc. En general, estos experimentos entran dentro de lo que llamamos experimentos de espectroscopía.

El modo *jumping* puede considerarse una extensión del experimento por el que obtenemos las curvas  $F(z)$ . En el modo *jumping* se obtiene una curva  $F(z)$  en cada punto  $(x, y)$  de la muestra mientras que se registran otros valores. En este tipo de experimento, la punta se aproxima a la muestra sólo hasta que la fuerza normal alcanza cierto valor prefijado (el valor de *set – point*), de tal forma que la fuerza aplicada por la punta sobre la muestra siempre está limitada. Los datos medidos en cada ciclo de un experimento *jumping* son  $F = F(x_0, y_0, z_0)$  donde  $z_0$  queda prefijada por el usuario, y la adhesión (en función de cada punto  $(x, y)$  que se calcula en tiempo real por el procesador de la unidad digital de control (midiendo la distancia entre los puntos  $D$  y  $E$  de la curva  $F(z)$ ). Además de estos datos, se adquieren los datos  $z = z(x, y, F = \text{set – point})$  que permite reconstruir la topografía de la muestra. Por tanto, un experimento *jumping* permite obtener tres imágenes diferentes de la superficie: topografía, adhesión y un mapa de la fuerza normal a una distancia fija de la muestra. Al igual que comentábamos en el caso de las  $F(z)$ , el experimento no está restringido a las curvas  $F(z)$  y pueden realizarse imágenes en las que otra magnitud varíe con la distancia.

Las curvas  $F(z)$  (incluido el *modo jumping*) pueden igualmente aplicarse mientras el fleje oscila a una frecuencia fijada. Estos experimentos son semejantes a los que nos permiten obtener las curvas  $F(z)$  en el modo estático, salvo que en este caso el fleje oscila a su frecuencia de resonancia. Como veremos (capítulo 4), es posible obtener información importante de este tipo de experimentos.

La curva experimental mostrada 1.4 muestra una curva adquirida con el osciloscopio. En la región  $A$  la punta está lejos de la muestra y el fleje oscila libremente a su frecuencia de resonancia con la máxima amplitud posible. La región  $B$  es la zona de interacción; aquí, la punta está cerca de la superficie por lo que debido a la interacción punta–muestra la amplitud de oscilación se

reduce. En el punto  $C$  la punta entra en contacto con la superficie y cesa la oscilación;  $D$  es la zona de contacto. Al alejar la punta de la muestra, se observa que la zona de contacto es mayor que la de acercamiento y la fuerza normal tiene valores negativos. La explicación de este hecho yace en la adhesión. Cuando el fleje tiene la energía elástica suficiente, consigue soltarse de la superficie y vuelve a oscilar.

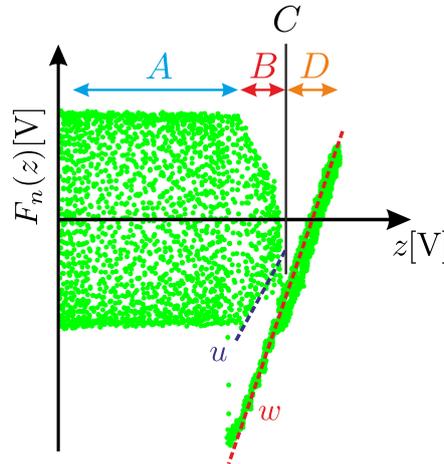


Figura 1.4: Representación de la curva  $F(z)$  cuando el fleje presenta oscilación.

Al adquirir imágenes en modos dinámicos, el sistema mantiene su estado oscilante gracias a un control de realimentación en la zona de interacción, donde, para un sistema general punta–muestra, existen dos situaciones estables. Una de ellas, donde la punta está en contacto intermitente con la muestra (*tapping*) en cada ciclo de las oscilaciones del fleje; en la otra situación, no existe contacto mecánico entre punta y muestra. Esto puede explicarse si se observan las dos líneas de la figura 1.4. La línea  $w$  representa el contacto con la superficie mientras que la línea  $u$  representa la línea a lo largo de la cual se reduce la amplitud de oscilación, pero sin entrar en contacto con la superficie.

### 1.5.3. Modos 3D ( $x, y$ )

En general, los experimentos en los que adquirimos la dependencia en  $z$  de una cierta magnitud en un punto  $(x, y)$  de la superficie, suelen recibir el nombre de modos 3D. Estos modos pueden extenderse para poder realizar una medida más completa de la magnitud de interés. Esta extensión la conocemos como modos 3D  $(x, y)$ . En el caso de la interacción punta–muestra, se obtiene una curva completa  $F(z)$  a lo largo de una línea en una dirección arbitraria del plano  $x - y$ . Como resultado de este experimento se obtiene una imagen  $x - z$  cuya escala de color representa la fuerza normal,  $F(x, z)$ . El procedimiento para obtener esta imagen es el siguiente. Primero, se adquiere la topografía de la muestra y se selecciona una línea para realizar el modo 3D  $(x, y)$ . Durante el modo 3D  $(x, y)$ , para cada punto a lo largo de la línea, la distancia punta–muestra se reduce y se incrementa, mientras se adquiere la fuerza normal (ver figura 1.5).

De nuevo, además de la fuerza normal, cualquier otra magnitud que depende de la distancia

puede adquirirse. Por otro lado, el experimento puede generalizarse, permitiendo que los parámetros  $x - z$  sean cualesquiera otros parámetros relevantes para el experimento (por ejemplo, el voltaje punta-muestra y  $z$ ). Como en el modo *jumping*, los modos 3D no están limitados al modo estático y pueden realizarse en modo dinámico.

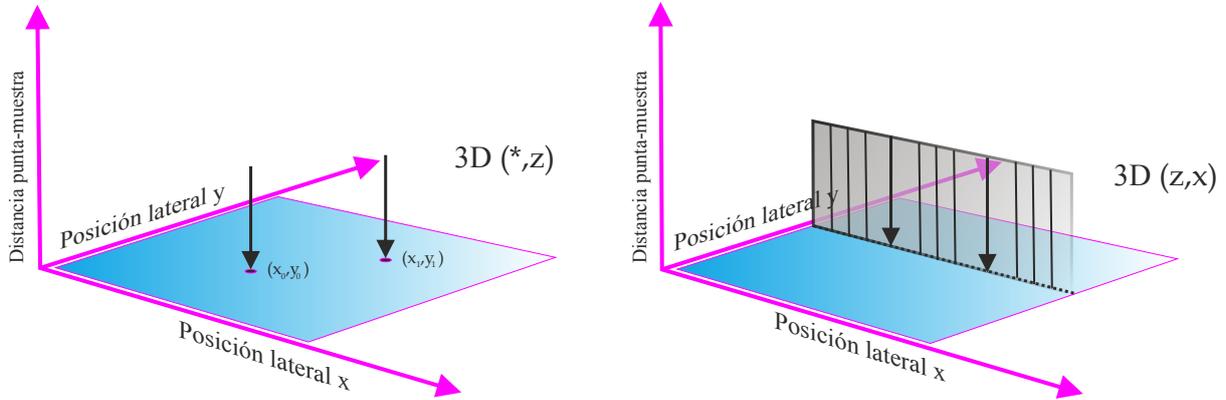


Figura 1.5: A la izquierda, representación de los modos 3D en cada punto. A la derecha, los modos 3D  $(x, y)$ ; observamos que al realizar modos 3D a lo largo de una línea, se obtiene el mapa  $F(x, z)$ .

#### 1.5.4. Técnica Kelvin

La interacción electrostática entre punta y muestra puede medirse dentro de los modos estáticos, a partir de la deflexión producida en el fleje. Sin embargo, en la deflexión del fleje también colaboran el resto de interacciones de largo alcance (Van der Waals, interacción magnética, etc.). Para mejorar la medida de las propiedades electrostáticas, se han desarrollado varios métodos. Todos ellos, sin embargo, comparten la misma idea: aplicar una tensión de polarización externa entre punta y muestra de tal forma que la contribución a la fuerza normal pueda diferenciarse del resto de contribuciones usando técnicas lock-in .

La fuerza producida por un potencial electrostático puede escribirse como,

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} U^2 \quad (1.15)$$

donde  $U$  es la diferencia de potencial entre punta y muestra y  $C$  la capacidad del sistema. En el término  $\partial C/\partial z$  se incluyen las propiedades dieléctricas y geométricas del sistema punta-muestra.

Esto debe tenerse en cuenta cuando se interpretan las imágenes de electrostática, es decir, un cambio local en las propiedades dieléctricas produce una variación en la señal de fuerza. Otro factor responsable del cambio en la señal de fuerza es la variación de la diferencia de tensión  $U$  entre punta y muestra. Estos cambios pueden inducirse a partir de una tensión  $DC$ , aunque a menudo se añade una tensión  $AC$  externa. Por tanto el potencial entre punta y muestra puede escribirse como  $U = U_{DC} + U_{AC} \sin(\omega t)$ . La fuerza electrostática será entonces,

$$F = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} (U_{DC} + U_{AC} \sin(\omega t))^2 = F_{DC} + F_{\omega} \sin(\omega t) + F_{2\omega} \sin(2\omega t) \quad (1.16)$$

donde:

$$F_{DC} = \frac{1}{2} \frac{\partial C}{\partial z} \left( U_{DC}^2 + \frac{1}{2} U_{AC}^2 \right); \quad F_{\omega} = \frac{\partial C}{\partial z} U_{AC} U_{DC}; \quad F_{2\omega} = -\frac{1}{4} \frac{\partial C}{\partial z} U_{ac}^2 \quad (1.17)$$

El tercer término no depende del potencial constante  $U_{DC}$ . El término  $F_{2\omega}$  es proporcional al cuadrado del potencial alterno  $U_{AC}$ , que está fijo durante el experimento, y a la derivada de la capacidad con respecto a la distancia. Esta derivada cambia en función de la topografía de la muestra, debido a las variaciones en la distancia punta–muestra, y en función de las propiedades dieléctricas de la muestra (cambios locales).

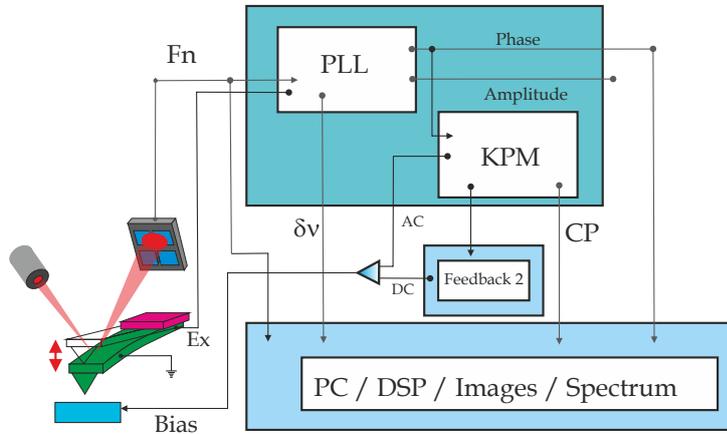


Figura 1.6: Esquema experimental para KPM.

El estudio de  $F_{2\omega}$  da información sobre las propiedades dieléctricas de la muestra siempre que la geometría punta–muestra se mantenga constante sobre la superficie. Por otro lado, el término  $F_{\omega}$  es también proporcional a la derivada de la capacidad y a los dos potenciales  $U_{DC}$  y  $U_{AC}$ . La tensión  $U_{DC}$ , a diferencia de  $U_{AC}$ , puede variar localmente debido a los cambios del potencial químico sobre la superficie. Por tanto, esta tensión es una magnitud a medir. Usando técnicas lock-in,  $F_{\omega}$  y  $F_{2\omega}$ , pueden medirse independientemente y, en función del modo usado, pueden extraerse diferentes propiedades de la muestra. Uno de las posibilidades que nos ofrece lo anteriormente descrito, es la medida de la diferencia de potencial entre punta y muestra. Esto es lo que se realiza en la microscopía de sonda Kelvin<sup>7</sup> (KPM, *Kelvin Probe Microscopy*). Para describir este método, asumiremos que la diferencia de potencial entre punta y muestra  $U_{DC}$  está constituida por dos términos,  $U_{DC} = U_{DC}^{\text{ext}} - \phi$ , donde  $U_{DC}^{\text{ext}}$  se corresponde con un potencial constante aplicado externamente y  $\phi$  es el potencial de superficie. De aquí,  $F_{\omega}$  es

$$F_{\omega} = \frac{\partial C}{\partial z} U_{AC} U_{DC} = \frac{\partial C}{\partial z} U_{AC} (U_{DC}^{\text{ext}} - \phi) \quad (1.18)$$

<sup>7</sup>Ver [23] para una interpretación de los resultados obtenidos mediante la técnica Kelvin, así como [20] y [24] para estudios de electrostática y Kelvin.

**KPM** se basa en un segundo ciclo de realimentación que aplica un potencial externo con el valor apropiado que satisface la condición  $F_\omega = 0$ . Esto implica que  $U_{DC}^{\text{ext}} = \phi$ . por lo que la salida del ciclo de realimentación de **KPM** es una medida del potencial de superficie independientemente de las propiedades dieléctricas de la muestra e, incluso, de la distancia punta–muestra.

Existen diferentes enfoques de la técnica **KPM**. En esta tesis, la distancia punta muestra era controlada por un ciclo de realimentación en el modo de no contacto, con el fleje oscilando a su frecuencia de resonancia,  $\omega_0$ . Para evitar acoples con la topografía, la oscilación de la tensión de polarización se aplicaba a una frecuencia menor (del orden de  $\omega_0/10$ ). Escoger esta frecuencia, lo suficientemente lejos de la frecuencia de resonancia del fleje, implica perder resolución en la señal de electrostática (puesto que la resonancia implica un factor de mejora de la sensibilidad proporcional al factor de calidad  $Q$ ). Un esquema típico para nuestras medidas combinadas de **DSFM**, **KPM** y ruido puede verse en la figura 1.6.



## 2 || El problema de la interacción punta–muestra

**RESUMEN:** El objetivo de este capítulo es comprender qué medimos en SFM. Para ello es necesario partir de un modelo que describa cómo interacciona el sistema de medida con la muestra. Desde el oscilador armónico a las vibraciones de varillas, presentaremos las ecuaciones básicas que caracterizan los modelos y las magnitudes que podemos determinar experimentalmente.

### 2.1. Introducción

#### 2.1.1. Modelo simple del SFM: interacción conservativa

El sistema de medida SFM es, en la aproximación más simple, un dinamómetro de alta resolución. De la misma forma que para obtener el peso de un cuerpo (fuerza gravitatoria) empleamos la elongación de un muelle, en el microscopio de fuerzas también realizamos una medida indirecta de la interacción entre punta y muestra, estimando esta última a partir de la deformación del fleje.

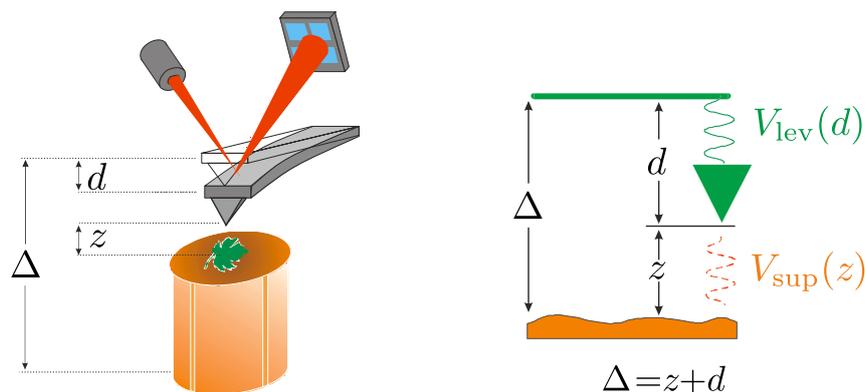


Figura 2.1: Modelo simple de la interacción punta–muestra y su correspondencia experimental [25].

El modelo estático del dinamómetro se basa en la ley de Hooke, donde las fuerzas son proporcionales a las deformaciones, es decir, es un modelo lineal,

$$F = c\delta \quad (2.1)$$

donde  $c$  es la constante elástica (en general, ligada a las propiedades físicas del material que se deforma elásticamente) y  $\delta$  es el desplazamiento respecto a la posición de equilibrio. Si consideramos que las fuerzas son conservativas, estas estarán ligadas a un potencial que sólo dependerá de la distancia  $\delta$ ,  $V(\delta) = c\delta^2/2$ . De aquí que tengamos las relaciones,

$$F = -\frac{dV(\delta)}{d\delta}; \quad c = \frac{d^2V(\delta)}{d\delta^2} \quad (2.2)$$

En el modelo que se propone de SFM (ver figura 2.1), la deflexión del fleje vendrá dada por  $d$ ,  $\Delta$  será el desplazamiento del piezo y  $z$  la distancia punta–muestra.

En SFM, no sólo existe una energía potencial elástica del fleje  $V_f(d) = c_f d^2$ , también es necesario considerar el potencial de interacción de la superficie  $V_{\text{sup}}(z)$ . De esta forma, la energía potencial efectiva (total, si consideramos el modo estático) del sistema viene dada por,

$$E_{\text{ef}}(z) = V_{\text{sup}}(z) + \frac{c_f}{2}d^2 = V_{\text{sup}}(z) + \frac{c_f}{2}(z - \Delta)^2 = E_{\text{ef}}(z, \Delta) \quad (2.3)$$

donde hemos usado la relación  $\Delta = d + z$  (ver figura 2.1). La condición de equilibrio implica que la fuerza asociada al potencial efectivo debe anularse para algún  $\Delta_0$ ,

$$F_{\text{ef}}(z, \Delta_0) = -\frac{\partial E_{\text{ef}}(z, \Delta_0)}{\partial z} = -\left(\frac{\partial V_{\text{sup}}(z, \Delta_0)}{\partial z} + c_f(z - \Delta_0)\right) = 0 \quad (2.4)$$

Hay que remarcar que  $\Delta_0$  (asociado a la posiciones de la piezo y el fleje) es una magnitud que se mantiene constante a través de la tensión  $V_z$  suministrada al piezo. Básicamente, esto implica que la punta *busca* ecuaciones de fuerzas del tipo (2.4), donde varían  $z$  y  $d$  de tal forma que,

$$F_f(z_{\text{eq}}(\Delta)) = -F_{\text{sup}} = \frac{\partial V_{\text{sup}}}{\partial z}(z_{\text{eq}}(\Delta)) \quad (2.5)$$

siendo  $\Delta = \Delta_0$ , la solución que verifica la igualdad.

En el caso de la interacción punta–muestra, la constante elástica efectiva del sistema estará representada por un  $c_{\text{ef}}$ . A partir de la relación (2.2) podemos obtener esta constante,

$$c_{\text{ef}}(z_0) = \frac{\partial^2 E_{\text{ef}}(z, \Delta_0)}{\partial z^2} \Big|_{z=z(\Delta_0)} = \frac{\partial^2 V_{\text{sup}}(z, \Delta_0)}{\partial z^2} \Big|_{z=z(\Delta_0)} + c_f > 0 \quad (2.6)$$

Donde hemos indicado que  $c_{\text{ef}} > 0$  al obtener un mínimo en la energía potencial (equilibrio estable). Para aquellos valores de  $(z(\Delta_0), \Delta_0)$  en los que  $c_{\text{ef}} < 0$  tendremos un equilibrio inestable, mientras que en el valor intermedio,  $c_{\text{ef}} = 0$  encontramos la distancia de entrada en contacto (*snap-in distance*). En definitiva, la energía potencial efectiva del sistema punta–muestra está descrita por una superficie con diferentes zonas de equilibrios estables e inestables (ver figura 2.2).

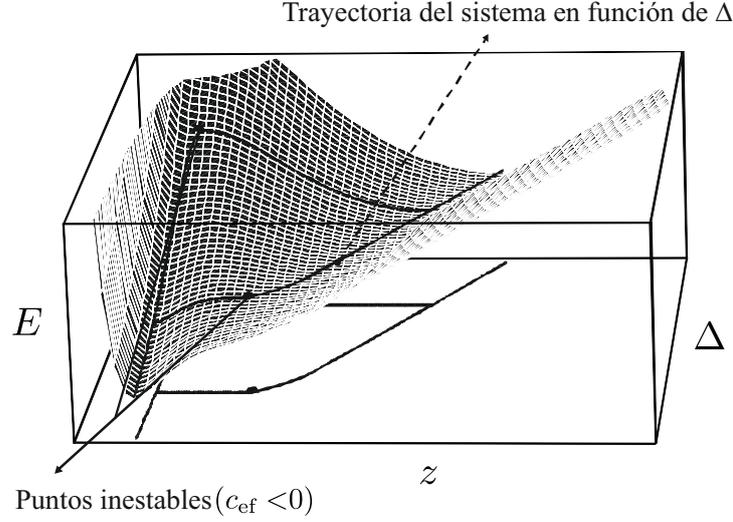


Figura 2.2: Superficie que muestra la energía en función de  $\Delta$  y  $z$ . Debido a la existencia de más de un valle, el sistema puede localizarse en más de un punto de equilibrio estable.

Las regiones de energía potencial efectivo con  $c_{ef} = c_f$ , se relacionan con el comportamiento estático del sistema. En ese caso, la interacción puede medirse directamente a partir de la ley de Hooke, ya que son fuerzas recuperadoras:  $F = c_f d$ . Aquellas regiones de energía potencial efectiva con  $c_{ef} > 0$  están relacionadas con el comportamiento dinámico del sistema. En este caso, la ley de Hooke no es suficiente para medir la interacción ya que la dinámica del sistema obliga a introducir la disipación en el modelo. A cambio, es posible acceder a la medida de la frecuencia de resonancia del sistema  $\omega_R$  y su factor de calidad,  $Q$ . Como ya hemos comentado, este es el caso de **DSFM**, donde la oscilación del fleje requiere considerar los términos de amortiguamiento (supuesto proporcional a la velocidad de la punta) y de excitación externa (necesaria para transmitir la oscilación al fleje):

$$m_f \frac{\partial^2 z}{\partial t^2} = -\frac{\partial V_{\text{sup}}}{\partial z} + c_f (\Delta - z) - \frac{m_f \omega_0}{Q} \frac{\partial z}{\partial t} + F_{\text{ext}}(t) \quad (2.7)$$

siendo  $F_{\text{ext}}(t) = F_0 \cos(\omega_0 t)$ . En ausencia de interacción entre punta y muestra y para amplitudes de oscilación suficientemente pequeñas la frecuencia de resonancia del fleje viene dada por:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{c_f}{m_{ef}}} \quad (2.8)$$

donde  $m_{ef} = 0.2427 m_f$  [26, 27] y  $m_f$  es la masa total del fleje. La solución de la anterior ecuación permite representar la amplitud de oscilación en función de la frecuencia como una función Lorentziana cuyo máximo se encuentra en  $\omega_0$ . Si consideramos un potencial de interacción armónico para modelar la interacción con la superficie  $V_{\text{sup}} = c_{\text{sup}} z^2$ , obtenemos, a partir de las relaciones (2.6) y (2.7),

$$\omega_0^{\text{ef}} = \sqrt{\frac{c_{ef}}{m_{ef}}} = \omega_0 \sqrt{1 + \frac{c_{\text{sup}}}{c_f}} \quad (2.9)$$

lo que implica que el pico de resonancia se desplaza (ver figura 2.3). Sin embargo, este potencial armónico no nos permite modelar interacciones reales (Van der Waals, electrostática, etc.).

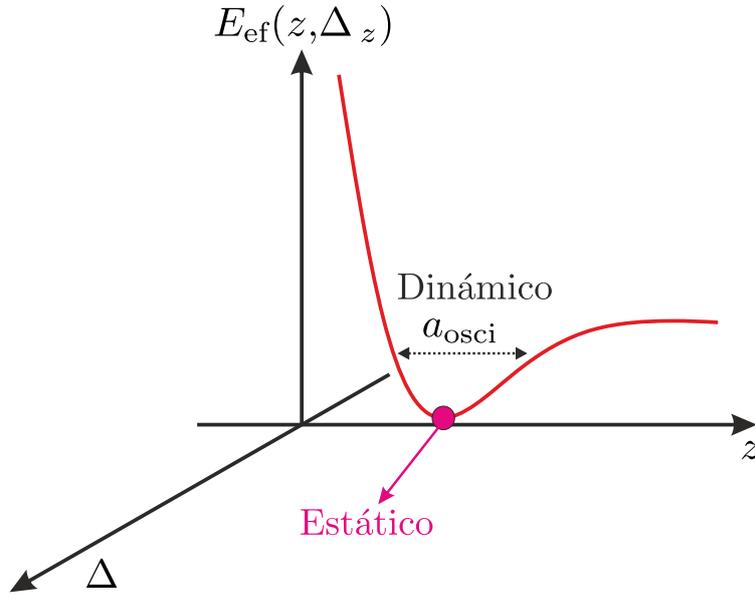


Figura 2.3: Curva de potencial en el espacio tridimensional determinado por  $(z, \Delta, E_{\text{ef}}(z, \Delta))$ . La oscilación se produce en torno a un valor de equilibrio,  $z_{\text{eq}}(\Delta)$ , del potencial efectivo con una curvatura dada por  $c_{\text{ef}} = c_f + d^2V(z(\Delta))/dz^2$ . La amplitud de dicha oscilación depende de la energía con que se excite el sistema y viene dada por  $a_{\text{osci}}$ .

Por otro lado, el factor de calidad, presente en la relación (2.7) no es constante sino una función de la distancia punta–muestra  $Q = Q(z)$ . Dado que  $Q$  está relacionado con la disipación de energía, también influirá en la forma de la amplitud de oscilación (en el capítulo 6 veremos una aproximación a este problema). Por otro lado, las amplitudes de oscilación no suelen ser pequeñas en la práctica lo que conlleva efectos como no linealidad o biestabilidad.

### 2.1.2. Detección de frecuencia en DSFM

Al analizar el problema del fleje, no debemos olvidar que éste se encuentra inmerso en un medio. En cualquiera de las fases en las que podamos encontrar el medio del que nuestro fleje sea parte, la energía no se conservará. El medio ofrecerá una fricción que determinará una magnitud necesaria en nuestro modelo: la disipación.

En general, para el problema que nos ocupa podemos considerar una fuerza de fricción proporcional a la velocidad del movimiento oscilante. Como veremos en un capítulo posterior, la existencia de disipación en el medio no implica que el fleje llegue a un estado cuya oscilación sea nula. La mecánica estadística, a través del Teorema de Equipartición, nos asegura que el movimiento oscilatorio promedio tendrá un valor finito, que será función de la temperatura y la constante elástica del fleje.

En cualquier caso, toda excitación externa que ejerzamos sobre el fleje desaparecerá si no se mantiene su constancia en el tiempo, en virtud de la disipación. Así pues, será necesario encontrar una aproximación más cercana a la realidad del problema añadiendo una fuerza externa que asegure la continuidad de la perturbación oscilante. Considerando la versión más simple del problema, el movimiento del fleje puede modelarse mediante un oscilador armónico amortiguado

y forzado.

Partiendo del modelo de oscilador armónico amortiguado, la ecuación diferencial que rige este problema viene dada por,

$$m\ddot{x}(t) + \gamma\dot{x}(t) + cx(t) = F(t) \quad (2.10)$$

donde  $m$  es la masa efectiva del fleje,  $\gamma$  es la constante de amortiguamiento,  $c$  es la constante elástica del sistema y  $F(t)$  es la fuerza externa de excitación. Con las definiciones:  $\omega_0 = (c/m)^{1/2}$ ,  $Q = c/(\omega_0\gamma) = m\omega_0/\gamma$ , y asumiendo una fuerza de excitación armónica  $F(t) = ma_0\omega_0^2 \cos(\omega t) = ma_0\omega_0^2 \operatorname{Re}(e^{i\omega t})$ , donde  $a_0$  es un desplazamiento determinado por la fuerza externa ( $a_0 = F(0)/c$ ), esta ecuación puede transformarse en

$$\ddot{x}(t) + (\omega_0/Q) \dot{x}(t) + \omega_0^2 x(t) = a_0\omega_0^2 \cos(\omega t) \quad (2.11)$$

Usando notación compleja, esta ecuación puede resolverse algebraicamente empleando el ansatz clásico  $x(t) = \operatorname{Re}(\alpha(\omega)e^{i\omega t})$  para el estado estacionario:

$$\operatorname{Re}(-\omega^2\alpha(\omega)e^{i\omega t}) + (\omega_0/Q) \operatorname{Re}(i\omega\alpha(\omega)e^{i\omega t}) + \omega_0^2 \operatorname{Re}(\alpha(\omega)e^{i\omega t}) = \operatorname{Re}(a_0\omega_0^2 e^{i\omega t}) \quad (2.12)$$

de donde la amplitud compleja queda determinada:

$$\alpha(\omega) = \frac{a_0}{1 - (\omega/\omega_0)^2 + i(\omega/\omega_0)/Q} \quad (2.13)$$

Y podemos definir una ganancia (adimensional) compleja:

$$G(\omega) = \frac{1}{1 - (\omega/\omega_0)^2 + i(\omega/\omega_0)/Q} \quad (2.14)$$

tal que  $\alpha(\omega) = a_0G(\omega)$ . Combinando las anteriores relaciones concluimos que el desplazamiento  $x(t)$  viene dado por,

$$x(t) = x_h(t) + A(\omega) \cos(\omega t + \varphi) \quad (2.15)$$

donde  $x_h(t) \propto e^{-t/(2Q/\omega_0)}$  es la solución homogénea y  $A(\omega) = |\alpha(\omega)|$ . Para tiempos  $t \gg 2Q/\omega_0$ , tenemos como solución estacionaria,

$$x(t) = A(\omega) \cos(\omega t + \varphi) \quad (2.16)$$

donde

$$\varphi(\omega) = -\tan^{-1} \left( \frac{(\omega/\omega_0)/Q}{1 - (\omega/\omega_0)^2} \right) = -\pi/2 + \tan^{-1} \left( \frac{1 - (\omega/\omega_0)^2}{(\omega/\omega_0)/Q} \right) \quad (2.17)$$

representa la fase que describe el retraso entre la fuente de excitación y la respuesta. Observemos que  $A(\omega)$  es una función de  $\omega$  que alcanza un máximo para un valor concreto de  $\omega$  (ver figura 2.4). Es el momento en el que la energía elástica se convierte por completo en cinética. Calculando el máximo de la función  $A(\omega)$ , encontramos que este valor es  $\omega_R = (\omega_0 Q)/\sqrt{Q^2 - 1}$ , que puede aproximarse convenientemente (siempre que  $Q^2 \gg 1$ ) a  $\omega_R \approx \omega_0$ . Para la discusión siguiente, es más conveniente escribir la amplitud compleja  $\alpha(\omega)$  en coordenadas cartesianas:

$$X(\omega) = a_0 \frac{1 - (\omega/\omega_0)^2}{(1 - (\omega/\omega_0)^2)^2 + ((\omega/\omega_0)/Q)^2} \quad (2.18)$$

$$Y(\omega) = a_0 \frac{(\omega/\omega_0)/Q}{(1 - (\omega/\omega_0)^2)^2 + ((\omega/\omega_0)/Q)^2} \quad (2.19)$$

donde  $X(\omega)$  e  $Y(\omega)$  son las componentes en fase y fuera de fase de la oscilación<sup>1</sup> (ver figura 2.4). Para la amplitud compleja se tiene entonces que  $\alpha(\omega) = X(\omega) - iY(\omega)$  y la respuesta a la fuente de excitación  $a_0\omega_0^2 \cos(\omega t)$  es  $a(t) = X(\omega) \cos(\omega t) + Y(\omega) \sin(\omega t) = A(\omega) \cos(\omega t + \varphi(\omega))$  siendo  $\varphi(\omega)$  la fase entre la fuerza de excitación y la respuesta. A la frecuencia natural  $\omega_0$  la fase es  $-\pi/2$ , la amplitud de oscilación (compleja) es  $\alpha(\omega_0) = -iY(\omega_0) = -ia_0Q$  y la componente en fase  $X(\omega_0)$  se anula.

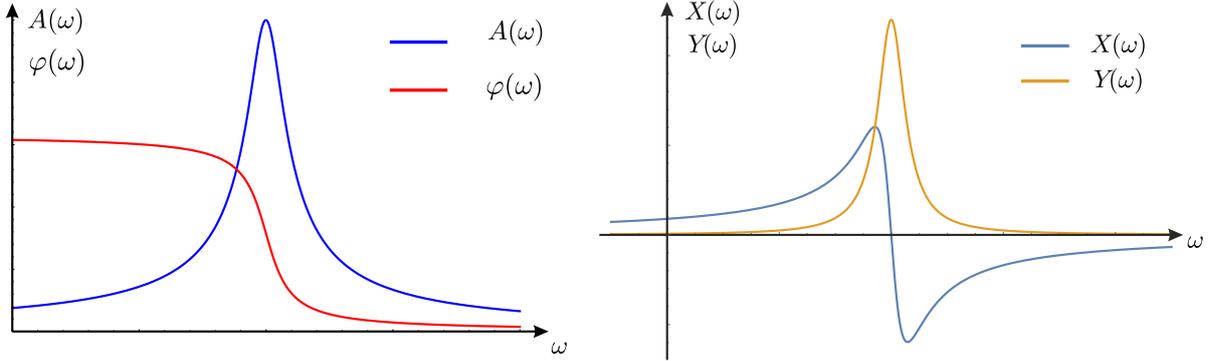


Figura 2.4: A la izquierda, representación de  $A(\omega)$  y  $\varphi(\omega)$ . A la derecha, gráfica de  $X(\omega)$  e  $Y(\omega)$ .

### 2.1.3. Modelo matemático de la electrónica de detección DSFM

En este apartado revisaremos los principios básicos del sistema de detección de la oscilación del fleje<sup>2</sup>, centrándonos en los conceptos físicos de la técnica<sup>3</sup>. La idea esencial es caracterizar el estado de oscilación de la micropalanca, en particular  $A(\omega)$  y  $\varphi(\omega)$ , o, equivalentemente,  $X(\omega)$  e  $Y(\omega)$ . En lo que sigue, se usarán indistintamente los símbolos  $\nu$  y  $\omega = 2\pi\nu$  para referirnos a la frecuencia (las funciones que dependen de estas variables se han construido de forma que no dependan de las unidades empleadas en frecuencia).

#### 2.1.3.1. De la teoría al experimento

Para determinar el estado del oscilador armónico, la deflexión medida  $a(t)$  se multiplica por dos señales de referencia  $\cos(\omega_r t)$  y  $\sin(\omega_r t)$  obteniendo dos señales en cuadratura

$$\begin{aligned} x_q(t) &= a(t) \cos(\omega_r t) = \frac{X(\omega)}{2} (\cos(\omega_\Delta t) + \cos(\omega_\Sigma t)) + \frac{Y(\omega)}{2} (\sin(\omega_\Sigma t) + \sin(\omega_\Delta t)) \\ y_q(t) &= a(t) \sin(\omega_r t) = \frac{X(\omega)}{2} (-\sin(\omega_\Delta t) + \sin(\omega_\Sigma t)) + \frac{Y(\omega)}{2} (\cos(\omega_\Delta t) - \cos(\omega_\Sigma t)) \end{aligned} \quad (2.20)$$

con  $\omega_\Delta = \omega - \omega_r$  and  $\omega_\Sigma = \omega + \omega_r$ . Con las definiciones,

$$\mathbf{M}_\Delta(t) = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} \cos(\omega_\Delta t) & \sin(\omega_\Sigma t) \\ -\sin(\omega_\Sigma t) & \cos(\omega_\Delta t) \end{pmatrix} \text{ y } \mathbf{M}_\Sigma(t) = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} \cos(\omega_\Sigma t) & \sin(\omega_\Sigma t) \\ \sin(\omega_\Sigma t) & -\cos(\omega_\Sigma t) \end{pmatrix} \quad (2.21)$$

<sup>1</sup>Lógicamente,  $A^2(\omega) = |\alpha(\omega)|^2 = X^2(\omega) + Y^2(\omega)$ .

<sup>2</sup>Para una discusión más detalla, ver los trabajos originales [28, 29] o alguna revisión reciente [30, 31].

<sup>3</sup>Remitimos al lector a la referencia [29] para una revisión de la física del problema desde el punto de vista de la mecánica estadística y a [32] para los detalles electrónicos de su implementación.

Las salidas de las dos etapas de multiplicación pueden escribirse en notación matricial como  $\{x_q(t), y_q(t)\} = (\mathbf{M}_\Delta(t) + \mathbf{M}_\Sigma(t)) \{X(\omega), Y(\omega)\}$ . La correspondiente evolución temporal puede entonces descomponerse en un vector de giro horario con frecuencia  $\omega_\Delta$  y otro vector de giro antihorario con frecuencia  $\omega_\Sigma$ . Tras las etapas de multiplicación las dos señales en cuadratura  $x_q(t)$  e  $y_q(t)$  son filtradas con un filtro pasa-baja en un rango de tiempos proporcional a la constante de tiempo  $\tau$  del filtro. Para un filtro simple de primer orden las señales correspondientes en el dominio del tiempo son:

$$\begin{aligned}
\langle x_q(t) \rangle_\tau &\equiv \frac{1}{\tau} \int_{-\infty}^0 d\xi x_q(t - \xi) e^{\xi/\tau} = \\
&= \frac{X(\omega)}{2} \frac{\cos(\omega_\Delta t) - \omega_\Delta \tau \sin(\omega_\Delta t)}{(1 + \omega_\Delta^2 \tau^2)} + \frac{Y(\omega)}{2} \frac{\sin(\omega_\Delta t) + \omega_\Delta \tau \cos(\omega_\Delta t)}{(1 + \omega_\Delta^2 \tau^2)} + \\
&+ \frac{X(\omega)}{2} \frac{\cos(\omega_\Sigma t) - \omega_\Sigma \tau \sin(\omega_\Sigma t)}{(1 + \omega_\Sigma^2 \tau^2)} + \frac{Y(\omega)}{2} \frac{\sin(\omega_\Sigma t) + \omega_\Sigma \tau \cos(\omega_\Sigma t)}{(1 + \omega_\Sigma^2 \tau^2)} \\
\langle y_q(t) \rangle_\tau &\equiv \frac{1}{\tau} \int_{-\infty}^0 d\xi y_q(t - \xi) e^{\xi/\tau} = \\
&= \frac{X(\omega)}{2} \frac{-\sin(\omega_\Delta t) - \omega_\Delta \tau \cos(\omega_\Delta t)}{(1 + \omega_\Delta^2 \tau^2)} + \frac{Y(\omega)}{2} \frac{\cos(\omega_\Delta t) - \omega_\Delta \tau \sin(\omega_\Delta t)}{(1 + \omega_\Delta^2 \tau^2)} + \\
&+ \frac{X(\omega)}{2} \frac{\sin(\omega_\Sigma t) + \omega_\Sigma \tau \cos(\omega_\Sigma t)}{(1 + \omega_\Sigma^2 \tau^2)} + \frac{Y(\omega)}{2} \frac{-\cos(\omega_\Sigma t) + \omega_\Sigma \tau \sin(\omega_\Sigma t)}{(1 + \omega_\Sigma^2 \tau^2)}
\end{aligned} \tag{2.22}$$

De nuevo, pueden definirse dos matrices,

$$\begin{aligned}
\mathbf{M}\boldsymbol{\phi}_\Delta(t) &= \frac{1}{2(1 + \tau^2 \omega_\Delta^2)} \begin{pmatrix} \cos(\omega_\Delta t) - \omega_\Delta \tau \sin(\omega_\Delta t) & \sin(\omega_\Delta t) + \omega_\Delta \tau \cos(\omega_\Delta t) \\ -\sin(\omega_\Delta t) - \omega_\Delta \tau \cos(\omega_\Delta t) & \cos(\omega_\Delta t) - \omega_\Delta \tau \sin(\omega_\Delta t) \end{pmatrix} \\
\mathbf{M}\boldsymbol{\phi}_\Sigma(t) &= \frac{1}{2(1 + \tau^2 \omega_\Sigma^2)} \begin{pmatrix} \cos(\omega_\Sigma t) - \omega_\Sigma \tau \sin(\omega_\Sigma t) & \sin(\omega_\Sigma t) + \omega_\Sigma \tau \cos(\omega_\Sigma t) \\ \sin(\omega_\Sigma t) + \omega_\Sigma \tau \cos(\omega_\Sigma t) & -\cos(\omega_\Sigma t) + \omega_\Sigma \tau \sin(\omega_\Sigma t) \end{pmatrix}
\end{aligned} \tag{2.23}$$

La primera matriz ( $\mathbf{M}\boldsymbol{\phi}_\Delta(t)$ ) se corresponde con un giro horario de frecuencia  $\omega_\Delta$  y ángulo de retraso  $\varphi_\Delta = -\tan(\omega_\Delta \tau)$  mientras que la segunda matriz ( $\mathbf{M}\boldsymbol{\phi}_\Sigma(t)$ ) se corresponde con una rotación anti-horaria de frecuencia  $\omega_\Sigma$  y ángulo de retraso  $\varphi_\Sigma = +\tan(\omega_\Sigma \tau)$ . Usualmente, en Microscopía dinámica de fuerzas (**DSFM**), el espectro de la señal que entra en la unidad de detección tiene la frecuencia natural  $\nu_0$  mientras que la señal de referencia tiene la misma frecuencia  $\nu_{\text{ref}} = \nu_0$ . Por lo tanto, el producto de las señales de entrada y referencia da como resultado un espectro con frecuencias  $\nu = 0$  y  $\nu = 2\nu_0$ . En este caso  $\mathbf{M}\boldsymbol{\phi}_\Delta(t) = \mathbb{I}/2$ , siendo  $\mathbb{I}$  la matriz identidad. Usando las relaciones (2.23), encontramos:

$$\begin{aligned}
\langle x_q(t) \rangle_\tau &= \frac{X(\nu)}{2} + \frac{X(\nu)(\cos(2\omega_0 t) - 2\omega_0 \tau \sin(2\omega_0 t))}{2(1 + 4\omega_0^2 \tau^2)} + \frac{Y(\nu)(\sin(2\omega_0 t) + 2\omega_0 \tau \cos(2\omega_0 t))}{2(1 + 4\omega_0^2 \tau^2)} \\
\langle y_q(t) \rangle_\tau &= \frac{Y(\nu)}{2} + \frac{X(\nu)(\sin(2\omega_0 t) + 2\omega_0 \tau \cos(2\omega_0 t))}{2(1 + 4\omega_0^2 \tau^2)} + \frac{Y(\nu)(-\cos(2\omega_0 t) + 2\omega_0 \tau \sin(2\omega_0 t))}{2(1 + 4\omega_0^2 \tau^2)}
\end{aligned} \tag{2.24}$$

Estas señales pueden representarse en el dominio de frecuencia (ver figura 2.5), donde el primer pico a  $\nu = 0$  es unilateral (no existen frecuencias negativas) y el segundo pico en  $\nu = 2\nu_0$  es bilateral. En las aplicaciones típicas de **DSFM**, el filtro se configura de forma que  $\nu_0 \gg 1/\tau$ , por

lo que la componente en  $2\nu_0$  desaparece y sólo se permite el paso de la señal cerca de DC (al menos, la mayor parte). El valor de  $\tau$  determina la velocidad y la “limpieza” de las señales. Si la constante de tiempo es grande (ancho de banda pequeño) el resultado es una respuesta limpia pero lenta, mientras que, por el contrario, si la constante de tiempo es pequeña la señal no será “tan limpia” – en particular, contendrá una parte significativa de la componente en  $2\nu_0$  – pero la respuesta será más rápida. En nuestro sistema hemos comprobado que, para constantes de tiempo entre  $3/\nu_0$  y  $10/\nu_0$ , se obtiene el compromiso óptimo entre velocidad y “limpieza”.

En el dominio de frecuencia, la transformada de Fourier de las señales  $x_q(t)$  e  $y_q(t)$  se multiplica por la ganancia (que depende de la frecuencia) del filtro. Dependiendo de la constante de tiempo del filtro, la cantidad total de señal puede decrecer. El cálculo de la señal total  $\Delta u_{bw}(\nu_c)$  medida alrededor de una frecuencia central  $\nu_c$  dentro de un cierto ancho de banda  $bw$  se realiza convenientemente en el espacio de frecuencias:

$$\Delta u_{bw}(\nu_c) = \sqrt{\int_{\nu_c-bw/2}^{\nu_c+bw/2} d\nu v^2(\nu)} \quad (2.25)$$

donde  $v(\nu)$  es la densidad (espectral) de la señal (unidades:  $V/\sqrt{\text{Hz}}$ ) y  $bw = 1/\tau$  es el ancho efectivo de la señal del filtro. Obsérvese que las densidades correspondientes a  $\langle x(t) \rangle_\tau$  e  $\langle y(t) \rangle_\tau$  en el dominio de frecuencia son  $X_q(\nu)G_{\text{fil}}(\nu)$  e  $Y_q(\nu)G_{\text{fil}}(\nu)$ , respectivamente, siendo  $X_q(\nu)$  e  $Y_q(\nu)$  las transformadas de Fourier de las señales en cuadratura  $x_q(t)$  e  $y_q(t)$ , y  $G_{\text{fil}}(\nu) = 1/(1 + i2\pi\nu\tau)$  la ganancia (compleja) del filtro (ver figura 2.5).

### 2.1.3.2. Descripción del PLL

Para algunas aplicaciones –en particular, si el factor de calidad  $Q$  es bajo como ocurre en aire y en líquidos – las señales  $\langle x(t) \rangle_\tau$  e  $\langle y(t) \rangle_\tau$  pueden usarse directamente en las medidas DSFM. Para  $Q$  bajos e interacciones punta–muestra débiles el desplazamiento en frecuencia  $\Delta\nu_{\text{int}}$  inducido por la interacción punta–muestra es menor que el ancho de la resonancia, ( $\Delta\nu_{\text{int}} < \nu_0/Q$ ). Asumiendo la validez de la aproximación armónico para la dinámica del fleje, la señal  $\langle x(t) \rangle_\tau$  es proporcional al desplazamiento de la frecuencia, y la señal  $\langle y(t) \rangle_\tau$  es proporcional a la amplitud de oscilación (el parámetro de control que usualmente se emplea en aire y líquidos). Sin embargo, para valores altos de  $Q$ , el ancho de la resonancia es menor que el desplazamiento en frecuencia inducido por la interacción punta–muestra. Más aún, estos valores de  $Q$  implican que la amplitud de oscilación requiere un tiempo mayor (del orden de  $Q/\nu_0$ ) para alcanzar el estado estacionario [28]. En estos casos es necesario seguir la resonancia <sup>4</sup> usando la técnica del bucle enganchado en fase (*Phase Locked Loop*, PLL) [28, 29, 32]. Para implementarla usamos un controlador Proporcional Integral (PI) que esencialmente realiza un ajuste del VCO o del NCO (ver figura 2.5) tal que la componente  $\langle x(t) \rangle_\tau$  desaparece; la fase de la oscilación se mantiene en  $-\pi/2$  y el sistema se encuentra siempre en resonancia. Por lo tanto, la salida del controlador PI es directamente proporcional al desplazamiento de la frecuencia (con respecto a la frecuencia de resonancia) y esta es la señal útil en las aplicaciones típicas de DSFM. El controlador PI representa, desde un punto de vista electrónico, un filtro con un ancho de banda y una ganancia bien definidas. La constante de tiempo de los filtros de las sucesivas etapas de multiplicación, el ancho de banda y la ganancia del controlador PI deben ajustarse de forma que el sistema del bucle cerrado

<sup>4</sup>O, al menos, el valor de frecuencia en torno a la resonancia mecánica [33], ya que el valor que en la práctica se sigue es el valor que anula  $X(\nu)$ .

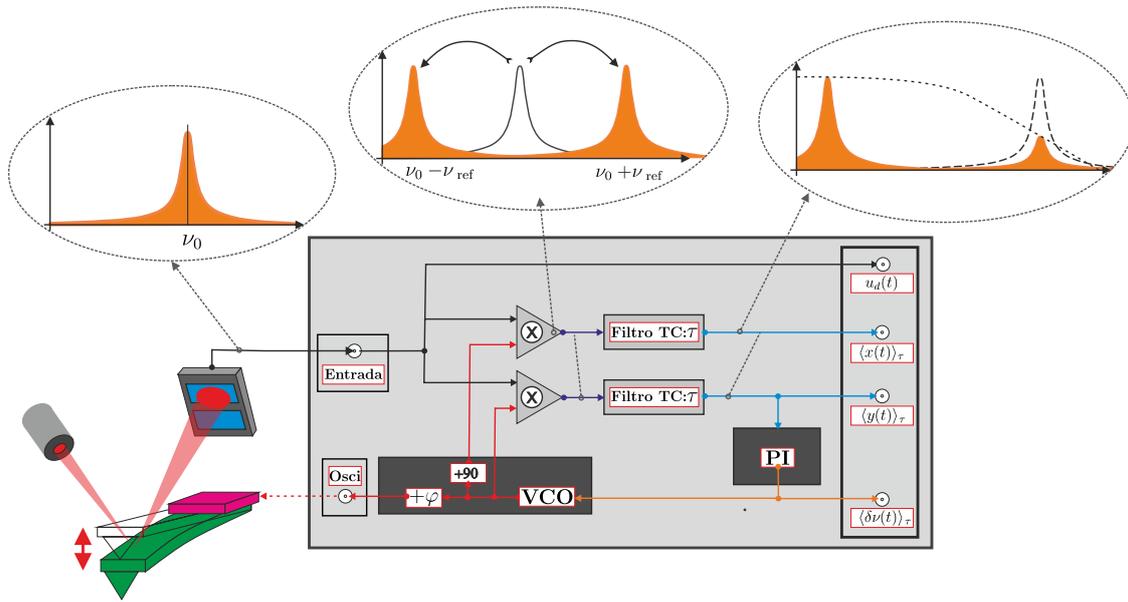


Figura 2.5: Descripción esquemática de una unidad típica lock-in en DSFM. La señal que debe ser analizada por el sistema de detección DSFM se asume centrada alrededor de alguna frecuencia  $\nu_0$ . Accede al sistema de detección por la “Entrada”, es amplificada usando un filtro pasa-banda (no se muestra en la figura) para posteriormente ser multiplicada por dos señales en cuadratura con frecuencia  $\nu_{\text{ref}}$ , desplazando la señal a las frecuencias  $\nu_0 - \nu_{\text{ref}}$  y  $\nu_0 + \nu_{\text{ref}}$ . Las señales resultantes son filtradas mediante un pasa-baja para eliminar la componente de alta frecuencia ( $\nu_0 + \nu_{\text{ref}}$ ), dando lugar a dos señales promediadas,  $\langle x(t) \rangle_\tau$  y  $\langle y(t) \rangle_\tau$ . Para interacciones suficientes pequeñas  $\langle x(t) \rangle_\tau$  es proporcional al desplazamiento en frecuencia y puede usarse para reajustar la frecuencia de excitación del VCO (o NCO) a través de un control de feedback (controlador PI que implementa la técnica del bucle enganchado en fase, PLL). La salida del controlador PI es, por tanto, proporcional al desplazamiento en frecuencia  $\delta\nu(t)$ .

sea estable [29]. Dado que el montaje del sistema no afecta a la física esencial del problema, se asumirá – para simplificar la discusión – un controlador ideal que transmite de forma instantánea las variaciones de  $\langle x(t) \rangle_\tau$  al Oscilador controlado por tensión (VCO). La constante de tiempo del sistema completo vendrá entonces determinada por la constante de tiempo de los filtros en la etapa multiplicativa, que introducirá un retraso de orden  $\tau$ .

La figura 2.5 muestra un montaje esquemático de los principales componentes de un sistema de detección DSFM. Las fases multiplicativas y los filtros son los responsables del cálculo de las dos componentes  $X(\nu)$  e  $Y(\nu)$  – relaciones (2.18) y (2.19)– a partir de la amplitud de oscilación del fleje  $u_d(t)$ . Cuando está activado, el controlador PLL de la unidad DSFM ajusta la frecuencia de excitación  $\nu$  de la señal de excitación de tal forma que  $X(\nu) = 0$ . Así, el sistema queda fijado en la frecuencia natural del fleje, sigue esta frecuencia al variar debido a la interacción punta–muestra y genera una salida proporcional al desplazamiento en frecuencia. Además de los componentes principales del DSFM, la figura 2.5 muestra las señales (en el dominio de frecuencia) a lo largo de las diferentes etapas que constituyen el proceso de detección DSFM. Uno de los componentes claves de cualquier unidad de detección DSFM es el oscilador controlado por tensión VCO o el

oscilador controlado numéricamente NCO, que genera las señales de excitación y referencia para el esquema de detección lock-in. En la mayoría de las aplicaciones, este oscilador excita el piezo e induce el movimiento del fleje. La deflexión correspondiente,  $u_d(t)$ , se analiza multiplicándola con dos señales en cuadratura.

### 2.1.3.3. Espacio de fases e interacción

En el espacio de fases la representación de las componentes  $X(\omega)$  e  $Y(\omega)$  permite una visión intuitiva de la interacción entre punta y muestra, así como de los diferentes modos dinámicos. En un barrido en frecuencia, la representación en el plano complejo de estas componentes es una circunferencia. Cuando ambas componentes se representan a una frecuencia fija, el gráfico es un punto (aproximadamente), al que llamaremos  $(X, Y)$ . Según el modo dinámico empleado en un experimento, este punto variará de una forma u otra. Estas variaciones, que pueden verse directamente con un osciloscopio, contienen información sobre cómo es la interacción punta–muestra.

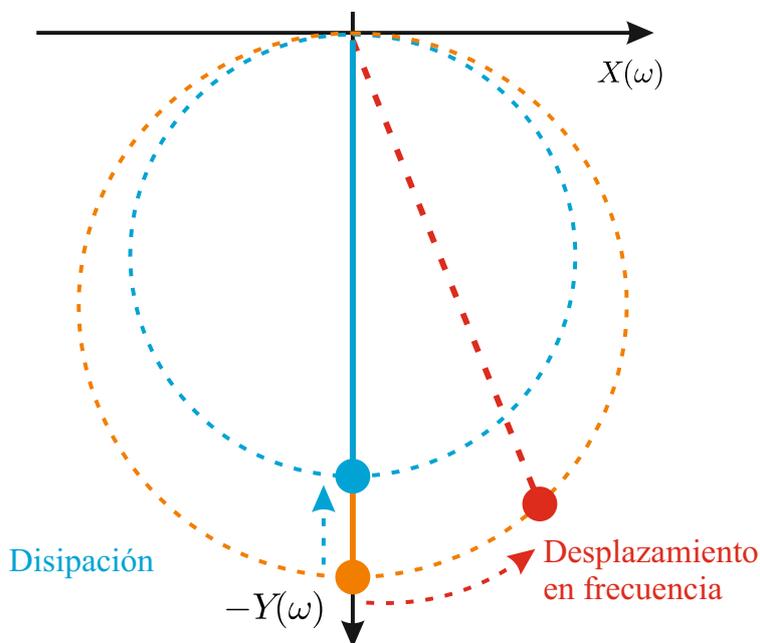


Figura 2.6: Representación de la amplitud  $\alpha(\omega) = X(\omega) - iY(\omega)$  en el plano complejo. El punto grueso representa lo que se observa en el osciloscopio en un experimento. Los diferentes colores muestran las variaciones que sufre en función de la interacción presente. Las trayectorias punteadas representan el camino que seguiría el punto grueso si realizáramos un barrido en frecuencia.

En resonancia, las interacciones conservativas y las no conservativas darán lugar a variaciones ortogonales en el espacio de fases (ver figura 2.6). En el caso de las conservativas, el gradiente de la fuerza da lugar a un desplazamiento en la frecuencia de resonancia (como en el caso para interacciones del tipo  $V_{\text{sup}} = c_f z^2$ ). Para las no conservativas, que producen disipación, esta se verá reflejada en una menor amplitud (en el gráfico, en una componente  $Y(\omega)$  menor). Estas

variaciones debidas a la interacción no están reflejadas en las ecuaciones obtenidas para  $X(\omega)$  e  $Y(\omega)$ , pero su desarrollo está ya estudiado en la literatura [33, 34].

#### 2.1.4. Modelo disipativo: una esfera enganchada a un muelle inmersa en un fluido viscoso

En esta sección analizaremos el problema de una esfera enganchada a un muelle (sin masa) cuyo movimiento está amortiguado al encontrarse en un medio viscoso. La física esencial de este problema ya se conoce para este sistema simple: está contenida en el problema del oscilador armónico.

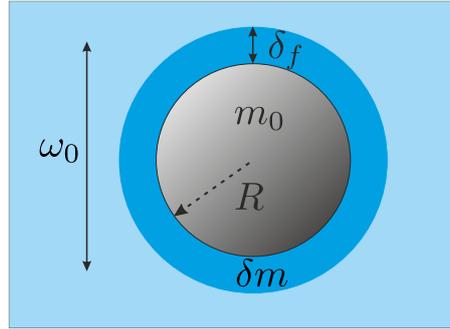


Figura 2.7: Oscilación de una esfera de radio  $R$  y masa  $m_0$  inmersa en un fluido. Alrededor de la esfera existe una capa de fluido de grosor  $\delta_f$ . Esta capa de fluido de masa  $\delta m$  se añade a la masa de la esfera, dando como resultado una masa efectiva  $m_{\text{ef}} = m_0 + \delta m$ .

La fuerza sobre una esfera que se oscila con frecuencia  $\omega_0$  en el seno de un fluido de viscosidad  $\eta$  y densidad  $\rho_f$  es [35],

$$F_s(t) = 6\pi\eta R \left(1 + \frac{R}{\delta_f}\right) \dot{x}(t) + 6\pi\rho_f R^2 \delta_f \left(\frac{1}{2} + \frac{R}{9\delta_f}\right) \ddot{x}(t) \quad (2.26)$$

donde  $\dot{x}(t)$  y  $\ddot{x}(t)$  son la velocidad y la aceleración de la esfera;  $\delta_f = \sqrt{2\eta/(\omega_0\rho_f)}$  es una longitud, que describe el grosor de la capa de fluido sobre la esfera (ver figura 2.7). Para frecuencias pequeñas, tenemos  $\delta_f \rightarrow \infty$ , además el segundo término de la relación (2.26) desaparece (porque  $\delta_f \ddot{x} \propto \delta_f \omega_0 \dot{x} \propto \sqrt{\omega_0} \dot{x}$ ), recuperando la relación clásica de Stokes  $F_{\text{vis}} = 6\pi\eta\omega R$ , que describe la fuerza de fricción viscosa sobre una esfera [36]. Usando la fuerza  $F_s(t)$  en la relación del oscilador armónico (2.11) hallamos que el primer término de la relación (2.26) (proporcional a la velocidad) se corresponde con una fuerza disipativa mientras que el segundo término (proporcional a la aceleración) puede interpretarse como una fuerza inercial adicional. Este segundo término pone de manifiesto un término de masa añadida  $\delta m$ ,

$$\delta m = 6\pi\rho_f R^2 \delta_f \left(\frac{1}{2} + \frac{R}{9\delta_f}\right) = 4\pi R^2 \delta_f \rho_f \left(\frac{3}{4} + \frac{R}{6\delta_f}\right) \quad (2.27)$$

debido a la capa de fluido de grosor  $\delta_f$  adherida a la superficie  $4\pi R^2$  de la esfera. Por lo tanto, el coeficiente de amortiguamiento es  $\gamma = 6\pi\eta R(1 + R/\delta_f)$  y usando las relaciones,

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{c}{m}}; \quad Q = \frac{m\omega_0}{\gamma} \quad (2.28)$$

con  $m = m_{\text{ef}}$  encontramos, para el factor de calidad,

$$Q = \frac{m_{\text{ef}}\omega_0}{\gamma} = \frac{m_{\text{ef}}\omega_0}{6\pi\eta R(1 + R/\delta_f)} = \frac{m_{\text{ef}}\omega_0^2}{6\pi\eta\omega_0 R(1 + R/\delta_f)} = \frac{c}{6\pi\eta\omega_0 R(1 + R/\delta_f)} \quad (2.29)$$

Por tanto el factor de calidad y la constante elástica del fleje son proporcionales, lo que representa la base teórica del método de calibración de Sader [37]. Esta relación es relativamente simple en el sentido de que el factor  $Q$  aparece como proporcional a la constante de fuerza e inversamente proporcional a la viscosidad. Sin embargo, dado que la frecuencia de resonancia depende a su vez de la viscosidad del medio, la relación precisa es más sutil: debido a la viscosidad, como describe la relación (2.26) la esfera mueve no sólo su propia masa, si no también la masa adicional  $\delta m$  del fluido adherida a la esfera [38, 39]. Esta masa adicional (2.27) cambia la frecuencia resonancia de acuerdo con:

$$\left(\frac{\omega_0^{\text{vac}}}{\omega_0^f}\right)^2 = \frac{m_0 + \delta m}{m_0} = m_0 \left(1 + \frac{\rho_f}{\rho_{\text{esf}}} \frac{\delta_f}{R} \left(\frac{9}{4} + \frac{1}{2} \frac{R}{\delta_f}\right)\right) \quad (2.30)$$

con  $m_0 = 4\pi R^3 \rho_{\text{esf}}/3$  la masa de la esfera; de esta obtenemos, junto con la relación (2.29),

$$\begin{aligned} Q &= \frac{m_{\text{ef}}\omega_0^f}{6\pi\eta R(1 + R/\delta_f)} = \frac{m_0\omega_0^f \left(\frac{\delta_f\rho_f}{R\rho_{\text{esf}}} \left(\frac{R}{2\delta_f} + \frac{9}{4}\right) + 1\right)}{6\pi\eta R(1 + R/\delta_f)} = \\ &= \frac{2\rho_{\text{esf}}}{9\eta\rho_f} \left(\frac{\rho R^2\omega_0^f}{1 + R/\delta_f}\right) \left(\frac{\delta_f\rho_f}{R\rho_{\text{esf}}} \left(\frac{R}{2\delta_f} + \frac{9}{4}\right) + 1\right) \end{aligned} \quad (2.31)$$

Por tanto, podemos interpretar que el factor  $Q$  tiene dos contribuciones fundamentales: una debida a la fricción debida a la viscosidad misma, y otra debida a la masa añadida de la capa de fluido adherida a la superficie de la esfera. Más aún, el factor de calidad depende de la razón  $\rho_{\text{esf}}/\rho_f$  (densidad de la esfera y del fluido, respectivamente), de la razón  $R/\delta_f$  y del número adimensional,

$$Re = \frac{R^2\rho_f\omega_0^f}{\eta} = 2 \left(\frac{R}{\delta_f}\right)^2 \quad (2.32)$$

Observemos que  $Re$  es el número de Reynolds [27, 35, 37, 40, 41], que esencialmente describe la relación existente entre las fuerzas inerciales y de fricción en un fluido:  $Re = \text{Fuerzas inerciales}/\text{Fuerzas de Fricción}$  (ver, por ejemplo, [42]). Más aún  $Re$  define el tipo de flujo usualmente laminar  $Re < 10^3$  [42], que está dentro del rango del SFM. Usando la definición de número de Reynolds finalmente obtenemos para el factor de calidad de una esfera sujeta a un muelle (sin masa) que se mueve armónicamente en un fluido,

$$Q = \frac{2}{9} \frac{Re}{1 + \sqrt{Re/2}} \frac{\rho_{\text{esf}}}{\rho_f} \left(1 + \frac{\rho_f}{\rho_{\text{esf}}} \frac{1}{\sqrt{Re/2}} \left(\frac{9}{4} + \frac{1}{2}\sqrt{Re/2}\right)\right) \quad (2.33)$$

Así pues, en el caso simple de la esfera, el factor de calidad  $Q$  está ligado al número de Reynolds y este, a su vez, a la geometría de la esfera, la frecuencia de resonancia y a la viscosidad cinemática ( $\eta/\rho_f$ ). Para los límites de números de Reynolds grandes y pequeños, tenemos,

$$Q_{Re \nearrow} \approx \frac{2}{9} \sqrt{2Re} \left(\frac{\rho_{\text{esf}}}{\rho_f} + \frac{1}{2}\right); \quad Q_{Re \searrow} \approx \sqrt{\frac{Re}{2}} \quad (2.34)$$

En la práctica, si consideramos el modelo simplificado de un fleje como una esfera oscilante en un fluido, obtendríamos que el valor de  $Q$  en líquidos es, a partir de (2.33)  $Q_{\text{liq}} \approx 3.96$  (considerando un fleje de ancho  $30 \mu\text{m}$ , y, por tanto  $R = 15 \mu\text{m}$ ,  $\nu_0 = 70 \text{ kHz}$ ; para el fluido consideramos agua con  $\rho_f = 1000 \text{ Kg/m}^3$  y  $\eta = 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ). Este valor, alrededor de 40 veces inferior al observado en aire, es muy cercano a lo que se obtiene experimentalmente.

## 2.2. El fleje como sistema continuo

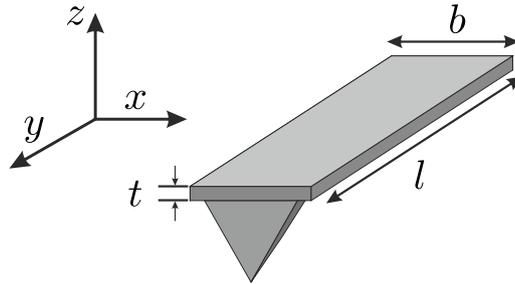


Figura 2.8: Representación gráfica del fleje y la punta situada en el extremo.

La dinámica del fleje considerado como una varilla delgada de longitud  $l$ , ancho  $b$  y grosor  $t$  (ver figura 2.8) tiene una dinámica más compleja que la del oscilador armónico forzado y amortiguado. El problema requiere, por tanto, una ecuación del movimiento más elaborada (ondas combantes en varillas delgadas). Consideremos que la oscilación del fleje se realiza en el eje  $z$ ; el ancho del fleje será paralelo a la dirección  $x$  y el largo, paralelo a la dirección  $y$ . Para una varilla levemente combada, sin tener en cuenta el rozamiento y considerando sólo las oscilaciones en la dirección solidaria con la longitud del fleje, la ecuación de movimiento viene dada entonces por la expresión [10, 43]):

$$\rho_c S \ddot{Y} = EI \frac{\partial^4 Y}{\partial z^4} \quad (2.35)$$

donde  $\rho_c$ ,  $S = bt$ ,  $E$  e  $I = bt^3/12$  son la densidad, la sección, el módulo de Young y el momento de inercia del fleje, respectivamente. La ecuación de cuarto orden<sup>5</sup> puede resolverse probando la solución  $Y = Ae^{i(kz - \omega t)}$ . Además, para resolver este problema necesitamos cuatro condiciones de contorno que agruparemos en dos conjuntos de condiciones:

- Un extremo sujeto y el otro libre:

$$\begin{aligned} Y(0) = 0 & \quad \frac{dY(0)}{dz} = 0 \\ \frac{d^2 Y(l)}{dz^2} = 0 & \quad \frac{d^3 Y(l)}{dz^3} = 0 \end{aligned} \quad (2.36)$$

<sup>5</sup>Como es evidente,  $\ddot{X} = \frac{d^2 X}{dt^2}$ .

- Un extremo sujeto y el otro apoyado:

$$\begin{aligned} Y(0) = 0 \quad \frac{dY(0)}{dz} = 0 \\ Y(l) = 0 \quad \frac{d^2Y(l)}{dz^2} = 0 \end{aligned} \quad (2.37)$$

En el primer caso, observemos que las condiciones de contorno son consecuencia de fijar el movimiento y la pendiente del fleje en  $z = 0$  (primer par de ecuaciones en (2.36)). La condición que fija la derivada de segundo orden está relacionada con el momento de las fuerzas sobre el fleje, que en el extremo libre se hace nulo. La derivada de tercer orden, relacionada con la fuerza externa sobre el fleje, también debe anularse en el extremo libre. Considerando estas condiciones, la solución es [44],

$$Y(z, t) = \psi(t) ((\sin kl + \sinh kl)(\cos kz - \cosh kz) - (\cos kl + \cosh kl)(\sin kz - \sinh kz)) \quad (2.38)$$

siendo  $\psi(t) = A \cos(\omega t + \phi)$ . Las constantes  $A$  y  $\phi$  podemos relacionarlas directamente con la amplitud y la fase del movimiento, respectivamente. Los valores de  $k$  podemos determinarlos resolviendo la ecuación característica (que surge de aplicar las condiciones de contorno (2.36)),

$$\cos k \cosh k + 1 = 0 \quad (2.39)$$

Los valores que se obtienen son  $k = 1.875, 4.694, 7.855, 10.996, \dots, (i - 1/2)\pi$ . Cada uno de estos valores representa un modo de vibración cuya frecuencia característica podemos obtener a partir de los  $k$  calculados<sup>6</sup>,

$$\omega_n = \frac{k_n^2}{l^2} \sqrt{\frac{EI}{\rho_c S}} \quad (2.40)$$

Para las discusiones que se presentarán en capítulos posteriores, es conveniente normalizar la ecuación (2.38) introduciendo las variables  $\xi = z/l$  y  $\kappa_n = kl$ . Con el objetivo de simplificar aún más la discusión, es conveniente operar con la parte espacial de la ecuación (2.38),

$$\phi_n(\xi) = (\sin \kappa_n + \sinh \kappa_n)(\cos \kappa_n \xi - \cosh \kappa_n \xi) - (\cos \kappa_n + \cosh \kappa_n)(\sin \kappa_n \xi - \sinh \kappa_n \xi) \quad (2.41)$$

que una vez normalizada puedes escribirse como,

$$\phi_n(\xi) = \cos \kappa_n \xi - \cosh \kappa_n \xi - \frac{\cos \kappa_n + \cosh \kappa_n}{\sin \kappa_n + \sinh \kappa_n} (\sin \kappa_n \xi - \sinh \kappa_n \xi) \quad (2.42)$$

Con las propiedades [44],

$$\int_0^1 \phi_n(x)^2 dx = 1; \quad \int_0^1 \phi_n(x) \phi_m(x) dx = 0; \quad \phi_n(1) = 2(-1)^n \quad (2.43)$$

Es decir, que la función que describe la forma del fleje a lo largo de la longitud del mismo es ortonormal<sup>7</sup> (con respecto a los diferentes modos). La característica interesante de  $\phi(\xi)$  expresada

<sup>6</sup>También podríamos emplear la velocidad del sonido.

<sup>7</sup>En [44] también se demuestra que la condición de ortogonalidad se verifica también para las derivadas segundas.

de esta forma, es que permite discutir el caso del fleje con un extremo sujeto y el otro apoyado (2.37), sin necesidad de cambiar de ecuación y manteniendo la normalización (ver figura 2.9).

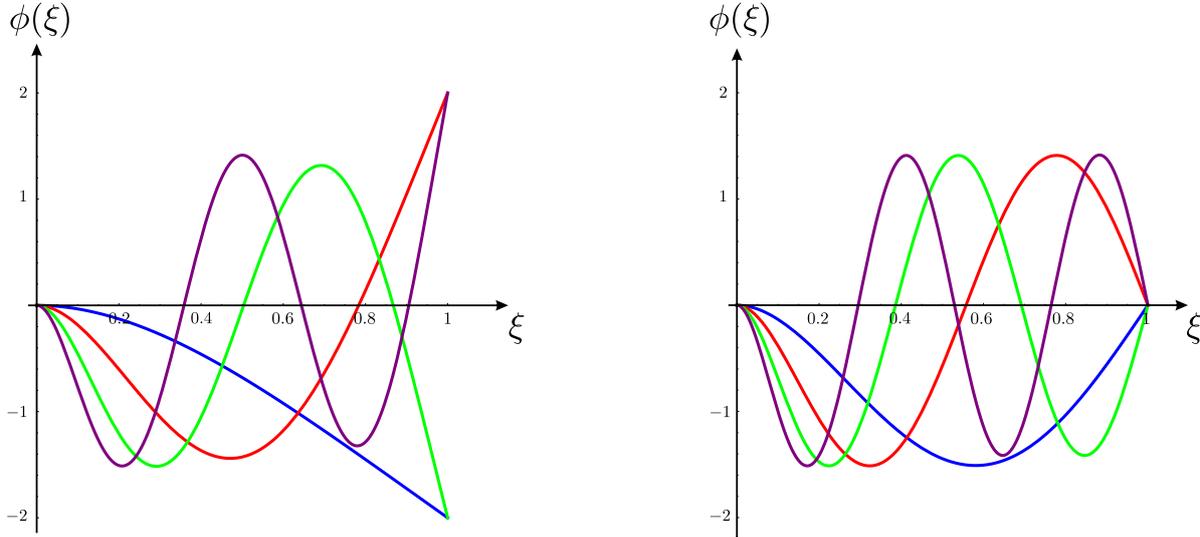


Figura 2.9: Primer (azul), segundo (rojo), tercer (verde) y cuarto (lila) modos para los flejes libre (izquierda) y apoyado (derecha).

El cambio que introducen las condiciones de contorno (2.37) da lugar a la nueva ecuación característica:

$$\cos k \cosh k (\tan k - \tanh k) = 0 \quad (2.44)$$

que nos da los valores siguientes:  $k = 3.927, 7.069, 10.210, 13.352, \dots, (i + 1/4)\pi$ .

### 2.2.1. Amortiguamiento y forzamiento

La ecuación de movimiento del fleje, una vez que introducimos el amortiguamiento y el forzamiento, viene dada por [41],

$$\rho_c \frac{\partial^2 u(y, t)}{\partial t^2} + \frac{EI}{S} \frac{\partial^4 u(y, t)}{\partial y^4} + \frac{\tilde{\gamma}_f}{S} \frac{\partial u(y, t)}{\partial t} + \beta_{\text{int}} \frac{\partial^4 u(y, t)}{\partial^3 y \partial t} = f_{\text{ext}}(t) \quad (2.45)$$

donde  $\rho_c$  es la densidad del fleje,  $E$  su módulo de Young,  $S$  el área de su sección,  $I$  su momento de inercia y  $\tilde{\gamma}_f$  un coeficiente de amortiguamiento (por unidad de longitud). El coeficiente  $\beta_{\text{int}}$  describe la fricción interna (amortiguamiento viscoso dentro del material del fleje). Para experimentos en aire o líquidos, este último término puede despreciarse ( $\beta_{\text{int}} \approx 0$ ), por lo que no se discutirá aquí (ver, por ejemplo, [41]). Obsérvese que las fuerzas son “fuerzas por unidad de longitud y área”, por tanto “fuerzas por unidad de volumen”, lo que se reconoce fácilmente en el primer término que describe las fuerzas inerciales por unidad de volumen.

Puesto que las funciones  $\phi_n(\xi)$  son ortonormales, cualquier movimiento  $u(z)$  y fuerza  $F(z)$  pueden descomponerse en la forma,

$$Y(\xi) = \sum a_i \phi_i(\xi); \quad F(\xi) = \sum F_i \phi_i(\xi) \quad (2.46)$$

donde los coeficientes  $a_i$  y  $F_i$  vienen dados por,

$$\begin{aligned} a_i &= \frac{1}{l} \int_0^l u(z) \phi_i(\xi) dz = \int_0^1 u(\xi l) \phi_i(\xi) d\xi; \\ F_i &= \frac{1}{l} \int_0^l F(z) \phi_i(\xi) dz = \int_0^1 F(\xi l) \phi_i(\xi) d\xi; \end{aligned} \quad (2.47)$$

Para una fuerza  $F_0$  puntual en el extremo libre, definimos la fuerza por unidad de volumen  $f(y) = F_0 \delta(y - l)/(lbt)$ , por lo que  $f_j = (-1)^j 2F_0/(lbt)$ . Para una fuerza arbitraria  $f(y)$  (por unidad de volumen), la ecuación del movimiento del fleje se transforma en

$$\sum a_i \phi_i(\xi) (-\omega^2 + i\omega_i \frac{\omega_i}{Q_i} + \omega_i^2) \Re [e^{i\omega t}] = \sum \frac{f_i}{\rho} \phi_i(\xi) \Re [e^{i\omega t}] \quad (2.48)$$

y aprovechando la “base ortonormal” formada por los modos,

$$a_i(\omega) = \frac{f_i}{\rho \omega_i^2} \frac{1}{1 - \nu^2 + i\nu/Q_i} \quad (2.49)$$

donde  $\nu = \omega/\omega_i$ . Cada modo característico puede interpretarse como un oscilador armónico con factor de calidad  $Q_i$  (tal que  $\omega_i/Q_i$  es constante para todos los modos). Para la fuerza puntual  $F_0$  tenemos, en resonancia,  $\omega = \omega_i$ ,

$$\begin{aligned} u_i(l) &= 2a_i(\omega_0) = 2 \frac{f_i Q_i}{\rho \omega_i^2} = (-1)^i 2Q_j \frac{2F_0/(lbt) \omega_0^2}{\rho \omega_0^2 \omega_j^2} = \\ &= (-1)^i \frac{12}{\kappa_0^4 c} \left( \frac{\kappa_0}{\kappa_i} \right)^4 Q_i F_0 = (-1)^i Q_i \beta_i \frac{F_0}{c} \end{aligned} \quad (2.50)$$

donde  $\beta_i = 12/\kappa_i^4$ . Por lo tanto, un fleje que se excite por una fuerza puntual en su extremo libre se excitará en sus diferentes modos. Cada modo  $u_i(l)$  puede interpretarse como un oscilador armónico excitado con una frecuencia  $\omega_i$ , factor de calidad  $Q_i$  y constante de fuerza efectiva  $c_i = c/\beta_i$ . Nótese que el primer modo se excita ya que  $\beta_0 \approx 0.9707$ , mientras que para modos superiores,  $\beta_1 \approx 0.2047$ ,  $\beta_2 \approx 0.0032, \dots \beta_n \approx (\kappa_0/(n + 1/2))^4 \approx (0.5969/(n + 1/2))^4$ .

### 2.2.2. Del fleje libre al fleje apoyado

La interacción en el extremo libre del fleje puede modelarse modificando las condiciones de contorno que se aplicaron para obtener las soluciones del fleje con un extremo apoyado y un extremo empotrado. Así pues, la idea básica es considerar que el fleje al sufrir una interacción en el extremo libre pasa a estar en cierta medida “apoyado”. De este modo, las condiciones de contorno en este extremo son una mezcla entre las del extremo libre y las del extremo apoyado,

$$\begin{aligned} Y(0) &= 0 & \frac{dY(0)}{dz} &= 0 \\ \frac{d^2 Y(l)}{dz^2} &= 0 & \frac{d^3 Y(l)}{dz^3} &= \alpha Y(l) \end{aligned} \quad (2.51)$$

Es decir, el extremo en el origen está empotrado y no cambia de dirección (primer par de ecuaciones); además, el momento en el extremo libre es nulo pero se encuentra sometido a una

fuerza (por unidad de volumen) de magnitud  $\alpha Y(l)$ , es decir, proporcional a la deformación (segundo par de ecuaciones). Si comparamos estas condiciones de contorno con las que hemos citado en (2.36), un extremo empotrado y el otro libre, y (2.37), un extremo empotrado y el otro apoyado, observamos que las nuevas condiciones (2.51) son una mezcla de las anteriores.

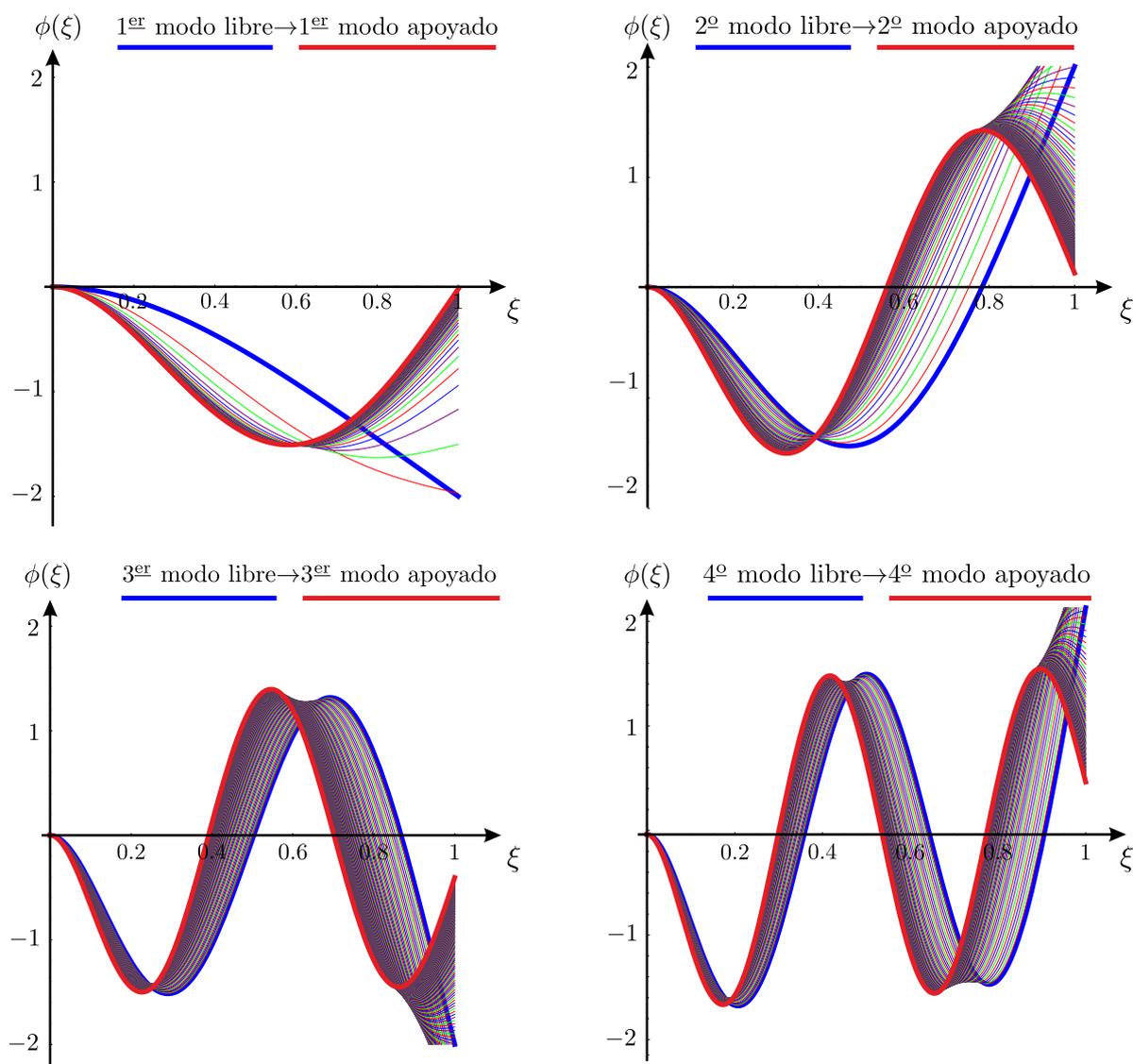


Figura 2.10: (Primera fila) El primer y segundo modo en su evolución de libre a apoyado. (Segunda fila) El tercer y cuarto modo en su evolución de libre a apoyado.

En la resolución de este problema, consideraremos la ecuación dinámica del fleje sin incluir la disipación. Así, a partir de las condiciones de contorno definidas, obtenemos la siguiente ecuación característica:

$$\kappa^3(1 + \cos \kappa \cosh \kappa) = -\alpha(\tan \kappa - \tanh \kappa) \cos \kappa \cosh \kappa \quad (2.52)$$

Lo interesante de esta ecuación característica (2.52) es que los valores  $\kappa$  dependen de los valores

de la interacción  $\alpha$ . Esto implica que si  $\alpha$  puede tomar un rango continuo de valores, de la misma forma  $\kappa$  tendrá un conjunto de valores continuos (ver figura 2.10).

Al calcular numéricamente los valores de  $\kappa$  en función de  $\alpha$  observamos una tendencia de “niveles” entre valores del fleje libre y apoyado. Es decir, si  $\alpha = 0$  (no hay interacción) el fleje se comporta como libre. A medida que  $\alpha$  se incrementa, la interacción crece y el modo  $\kappa$  libre evoluciona hasta el modo apoyado más cercano. Dado que  $\alpha$  no está restringido a valores positivos, el mismo razonamiento se aplica para valores negativos. El comportamiento descrito puede observarse en la figura 2.11.

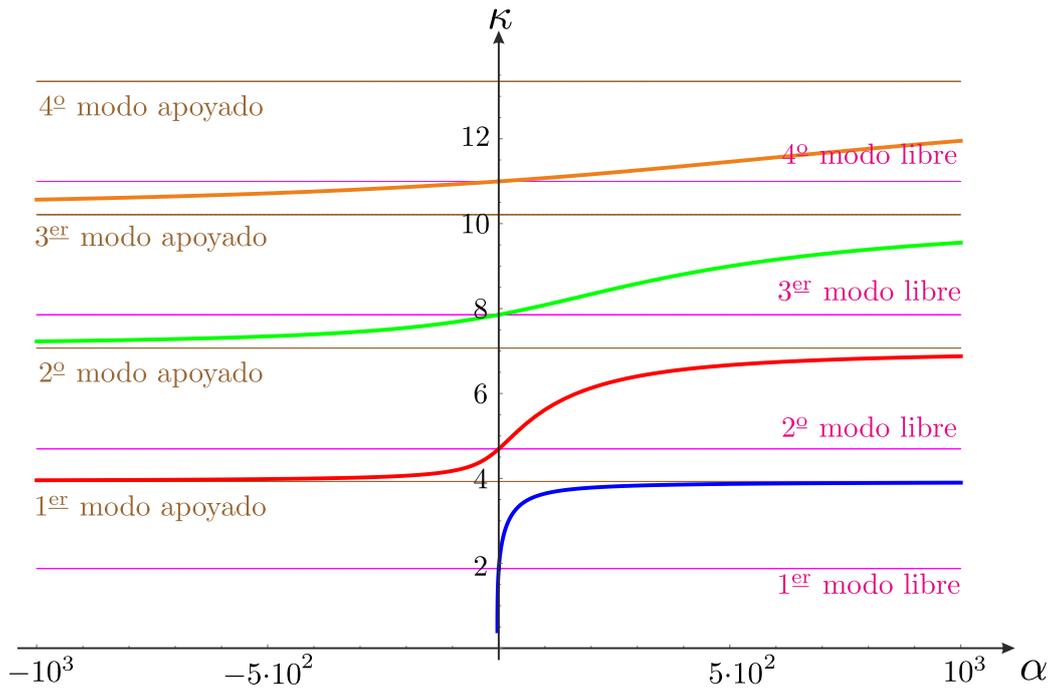


Figura 2.11: Evolución de los modos en función del valor  $\alpha$ . Observamos que cuando  $\alpha \nearrow$  el modo libre evoluciona hacia el modo apoyado correspondiente.

Esta misma figura nos permite observar un comportamiento muy similar en la transición entre modos superiores. Para observarla mejor, es conveniente comprimir el eje horizontal, representando los valores  $\kappa$  frente a  $\alpha/\kappa^3$ . Lo que observamos es que la forma en la que dicha transición se produce se asemeja al comportamiento de una arcotangente, tanto más cuando más lejos nos encontramos de los primeros modos (ver figura 2.11). En concreto, eso nos dice que la pendiente observada cuando  $\alpha$  es pequeño y  $\kappa$  grande, es 1 (ver figura 2.12). Analíticamente, partiendo de la ecuación característica y llamando  $x = \alpha/\kappa^3$  tenemos,

$$1 + \cos \kappa \cosh \kappa = -x(\tan \kappa - \tanh \kappa) \cos \kappa \cosh \kappa \quad (2.53)$$

Aplicando los límites de  $\kappa$  grandes, después de dividir por  $\cosh \kappa$ , tenemos,

$$f(\kappa, \alpha) = -\kappa + \arctan(1 - 1/x) \quad (2.54)$$

de donde deducimos que la pendiente de la curva, siempre que  $\alpha/\kappa^3 \ll 1/2$  es,

$$\frac{d\kappa}{dx} \approx 1 \quad (2.55)$$

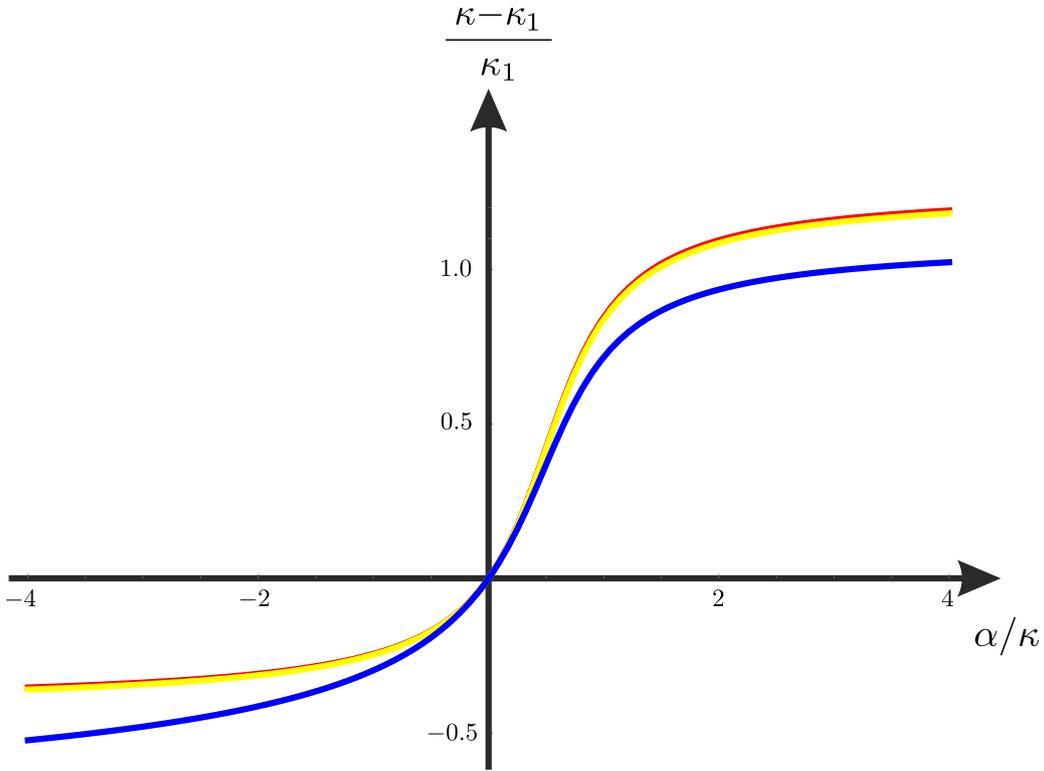


Figura 2.12: Cuando la curva de los modos se normaliza (es decir, dividiendo por  $\kappa_1$ ) y el eje horizontal se comprime (dividiendo por  $\kappa^3$ ) es posible observar un comportamiento similar para todas ellas, tanto más cuanto mayor es el modo. En particular observamos que la pendiente, para valores  $\alpha/\kappa^3 \ll 1$  la curva tiene pendiente aproximadamente  $1/\kappa_1$ , lo que implica que  $d\kappa/d\alpha \approx 1$ .

Aún cuando los modos han cambiado su expresión y pasan a ser función de la interacción  $\alpha$  la forma funcional del modo se mantiene casi intacta:

$$\phi_n(\kappa_{n,\alpha}, \xi) = C \left( \cos \kappa_{n,\alpha} \xi - \cosh \kappa_{n,\alpha} \xi - \frac{\cos \kappa_{n,\alpha} + \cosh \kappa_{n,\alpha}}{\sin \kappa_{n,\alpha} + \sinh \kappa_{n,\alpha}} (\sin \kappa_{n,\alpha} \xi - \sinh \kappa_{n,\alpha} \xi) \right) \quad (2.56)$$

donde el cambio introducido entre esta ecuación y (2.42) se encuentra en la constante de normalización. Si bien (2.42) ya estaba normalizada, en este caso, la mezcla de condiciones de contorno se refleja en la normalización:

$$C = \left( 1 - \frac{3(1 + \cos \kappa_{n,\alpha} \cosh \kappa_{n,\alpha})(\tan \kappa_{n,\alpha} - \tanh \kappa_{n,\alpha}) \cos \kappa_{n,\alpha} \cosh \kappa_{n,\alpha}}{\kappa_{n,\alpha} (\sin \kappa_{n,\alpha} + \sinh \kappa_{n,\alpha})^2} \right)^{-1/2} \quad (2.57)$$

Como vemos en el argumento de la raíz, esta “constante” de normalización varía entre dos casos extremos, pero en ambos su valor es 1. Sólo en el intervalo de interacciones  $\alpha$  que media entre

ambos extremos (es decir, en la conversión del extremo libre al extremo apoyado) la constante de normalización deja de tener valor 1. La función así definida, cumple las propiedades:

$$\int_0^1 \phi(\kappa_{n,\alpha}, x)^2 dx = 1; \quad \int_0^1 \phi(\kappa_{n,\alpha}, x) \phi_m(\kappa_{m,\alpha}, x) dx = 0; \quad (2.58)$$

Donde la ortonormalidad debe considerarse en el mismo valor  $\alpha$ .

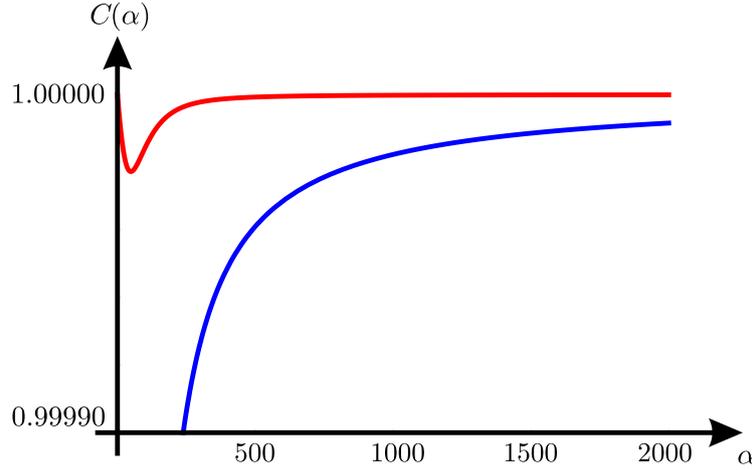


Figura 2.13: La constante de normalización para los diferentes modos en función de  $\alpha$ . Podemos observar que en el primer modo (curva azul), el valor de la constante de normalización pasa del valor 1 (primer modo libre) a un mínimo. Luego, de este mínimo pasa de nuevo al valor 1 (pero esta vez, del primer modo del fleje apoyado). En el segundo modo (curva roja), observamos el mismo comportamiento. Para el resto de modos, el comportamiento es pues, similar, salvo que el mínimo se desplaza en el eje horizontal. En el límite,  $\lim_{\kappa \rightarrow \infty} C(\kappa) = 1$ .

### 2.2.3. Ecuación general para el ruido térmico

Si siguiendo los pasos de Rayleigh y Butt [43, 44] podemos plantearnos cuál será el valor de la suma de los ceros de nuestra ecuación característica (2.53). A partir de dicha ecuación, podemos desarrollar en serie de Taylor ambos miembros,

$$-\kappa^3 \left( 2 - \frac{\kappa^4}{6} + \frac{\kappa^8}{2520} \pm \dots \right) = \alpha \left( \frac{2\kappa^3}{3} - \frac{\kappa^7}{315} + \frac{\kappa^{11}}{623700} - \pm \dots \right) \quad (2.59)$$

de donde deducimos la siguiente expresión para el polinomio cuyos ceros son los valores  $\kappa$ ,

$$f(\kappa) = \kappa^3 \left( \frac{6+2\alpha}{3} - \kappa^4 \left( \frac{1}{6} + \frac{\alpha}{315} \right) + \kappa^8 \left( \frac{1}{2650} + \frac{\alpha}{623700} \right) \pm \dots \right) \quad (2.60)$$

que podemos reescribir como,

$$f(\kappa) = \frac{(6+2\alpha)\kappa^3}{3} \left( 1 - \kappa^4 \frac{3}{6+2\alpha} \left( \frac{1}{6} + \frac{\alpha}{315} \right) + \kappa^8 \frac{3}{6+2\alpha} \left( \frac{1}{2650} + \frac{\alpha}{623700} \right) \pm \dots \right) \quad (2.61)$$

Ahora bien, todo polinomio puede descomponerse en un producto de factores que depende de sus raíces,

$$f(\kappa) = \frac{(6 + 2\alpha)\kappa^3}{3} \left( \left(1 - \left(\frac{\kappa}{\kappa_1}\right)^4\right) \left(1 - \left(\frac{\kappa}{\kappa_2}\right)^4\right) \left(1 - \left(\frac{\kappa}{\kappa_3}\right)^4\right) \dots \right) \quad (2.62)$$

Como ambos polinomios (2.61) y (2.62) son iguales, la suma de los inversos de las potencias cuartas de los modos  $\kappa$  viene dada por el coeficiente correspondiente a la cuarta potencia del polinomio (2.61). Por lo tanto,

$$\sum_{i=1}^{\infty} \frac{1}{\kappa_i^4} = \left(\frac{1}{6} + \frac{\alpha}{315}\right) \frac{3}{6 + 2\alpha} \quad (2.63)$$

Para el ruido térmico, la suma de todas las contribuciones de los modos es [44]:

$$\langle z^2 \rangle_{\alpha} = \frac{12k_B T}{c} \sum_{i=1}^{\infty} \frac{1}{\kappa_i^4} = \frac{12k_B T}{c} \left(\frac{1}{6} + \frac{\alpha}{315}\right) \frac{3}{6 + 2\alpha} \quad (2.64)$$

Si ahora consideramos los valores límite de  $\alpha$ , observamos que:

$$\lim_{\alpha \rightarrow 0} \langle z^2 \rangle_{\alpha} = \frac{k_B T}{c}; \quad \lim_{\alpha \rightarrow \infty} \langle z^2 \rangle_{\alpha} = \frac{2k_B T}{35c}; \quad (2.65)$$

en completo acuerdo con los límites libre y apoyado, respectivamente.

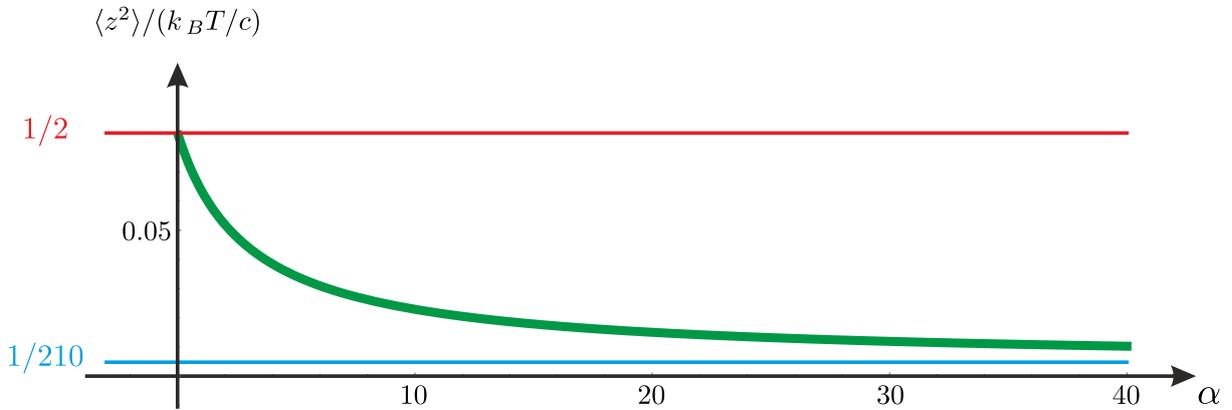


Figura 2.14: Suma de los valores de los inversos de las cuartas potencias de los modos, equivalente a  $\langle z^2 \rangle / (k_B T / c)$ , en función de  $\alpha$ . El límite superior es  $1/12$  mientras que el inferior es  $1/210$ .



# 3 || Ruido térmico en la frecuencia para pequeñas amplitudes de oscilación en DSFM

**RESUMEN:** Las fluctuaciones térmicas de la posición del fleje establecen un límite fundamental a la precisión de cualquier microscopio de fuerzas. En el siguiente capítulo analizaremos cómo estas fluctuaciones limitan la determinación de la frecuencia de resonancia del sistema. Se revisarán los principios básicos necesarios para hallar la frecuencia de resonancia en DSFM y se analizará en detalle la respuesta precisa de una unidad típica de detección de frecuencia a las fluctuaciones térmicas del fleje. En el desarrollo expondremos una relación para el ruido térmico en frecuencia en función del ancho de banda y de la amplitud de oscilación del fleje. Para amplitudes de oscilación grandes y anchos de banda pequeños, esta relación converge al resultado ya conocido en la literatura, mientras que para amplitudes de oscilación pequeñas y anchos de banda grandes, encontramos que el ruido térmico en frecuencia es igual al ancho de la curva de resonancia y, por tanto, se mantiene finito, en contra de la predicción clásica. Los resultados expuestos determinan los límites últimos en microscopía dinámica de fuerzas.

## 3.1. Introducción

La microscopía dinámica de fuerzas (DSFM) es una de las técnicas mejor establecidas dentro del campo de SFM en cuanto a resolución y sensibilidad. Aunque la resolución atómica fue alcanzada en modo de contacto en medios líquidos [45], actualmente es posible alcanzarla trabajando en DSFM con Ultra Alto Vacío (UHV) [46–48]. A pesar de estos impresionantes avances de SFM y DSFM, consideramos que los límites de estas técnicas constituyen una cuestión abierta. En la mayoría de las aplicaciones, los límites cuánticos son relevantes a partir de la temperatura  $T_Q = \hbar\omega_0/k \simeq 1 \mu\text{K}$ , cuyo valor está muy por debajo de los rangos de temperatura en SFM. Así pues, tanto las vibraciones térmicas del fleje [44, 49, 50] o los límites propios de detección de la técnica empleada [25, 51, 52]—relacionada con las “partículas” a detectar [25, 51, 52]—determinan la resolución en SFM y DSFM. En la mayoría de las aplicaciones prácticas, el límite fundamental para SFM y DSFM está fijado por el ruido térmico, cuyo origen lo encontramos en el Teorema de Equipartición. Este teorema relaciona la energía media de vibración del fleje con su energía térmica  $kT$ , donde  $k$  es la constante de

Boltzmann y  $T$  su temperatura. Para un modelo simple de SFM (fleje con muelle), tenemos:

$$\frac{1}{2}c\langle z_{th}^2(t) \rangle_{\text{rms}} = \frac{1}{2}kT \quad (3.1)$$

$c$  es la constante elástica del fleje, y  $z_{th}(t)$  es el desplazamiento cuadrático medio del extremo libre del fleje inducido por las fluctuaciones térmicas. Para medidas de alta resolución espacial punta–muestra, se necesitan [53, 54] flejes duros ( $\delta z \simeq z_{th} = \sqrt{kT/c}$ , donde  $\delta z$  es la fluctuación de la distancia punta–muestra), mientras que para medidas de alta resolución en fuerza se requieren [55] flejes blandos ( $\delta F_{th} = c \cdot z_{th} = \sqrt{ckT}$ ). Aunque las fluctuaciones del desplazamiento y la fuerza son magnitudes relevantes, en la mayor parte de las aplicaciones no determinan directamente la resolución, ya sea debido a que el filtrado reduce significativamente el ruido o porque la técnica SFM empleada – como es el caso de DSFM – no está directamente limitada por el desplazamiento o la fuerza.

En las aplicaciones DSFM típicas el fleje se excita cerca de su frecuencia natural y se registra la variación de sus propiedades en resonancia (amplitud de oscilación, frecuencia de resonancia o factor de calidad). Para la adquisición de imágenes en aire o líquidos la amplitud de oscilación se registra como parámetro de control, definiendo una “distancia/interacción constante” mientras que los desplazamientos de frecuencia se registran en otro canal. En las aplicaciones UHV, es el desplazamiento de frecuencia el parámetro de control y la amplitud –la disipación de energía– es el canal secundario. Hasta la fecha, DSFM es la técnica más sensible de SFM cuando es necesario medir la interacción punta–muestra, que es detectada como un desplazamiento de la frecuencia de resonancia del sistema. Por lo tanto, para fijar los límites últimos de SFM es necesario comprender detalladamente el efecto de las fluctuaciones térmicas en los esquemas de DSFM y, en particular, en la detección de frecuencia.

Hasta ahora, la relación clásica que determina la densidad de ruido térmico para una medida en frecuencia viene dada por [28, 29, 31],

$$\frac{\Delta\nu_{th}}{\nu_0} = \sqrt{\frac{kT}{\pi ca^2\nu_0 Q}} \sqrt{bw} \quad (3.2)$$

siendo  $Q$  el factor de calidad,  $\nu_0$  la frecuencia de resonancia,  $a$  la amplitud de oscilación y  $bw$  el ancho de banda de la medida. Obsérvese que esta relación diverge para amplitudes de oscilación lo suficientemente pequeñas y que es proporcional a la raíz cuadrada del ancho de banda.

En las secciones siguientes, se revisará cómo las fluctuaciones térmicas limitan la medida del desplazamiento en frecuencia. En particular, comprobaremos que la relación (3.2) no es adecuada para anchos de banda grandes y amplitudes de oscilación pequeñas y presentaremos una relación para estas situaciones que encaje, en el límite adecuado, con la ya conocida (3.2). Finalmente, se mostrarán los datos experimentales que avalan la validez de dicha relación.

### 3.2. Fluctuación térmica de la posición del fleje

Además de la señal “coherente”  $u_{\text{ex}}(t)$  inducida externamente al fleje, es importante tener en cuenta la contribución “incoherente”,  $u_{th}(t)$ , asociada al ruido térmico [29]. El movimiento total del fleje viene entonces dado por  $u_d(t) = u_{\text{ex}}(t) + u_{th}(t)$ . Cuando este movimiento se traduce en una señal eléctrica, el detector de posición añadirá cierto ruido instrumental  $e_n(t)$ .

Por lo tanto, la señal total que entra en la unidad de detección DSFM es entonces  $u_{\text{DSFM}}(t) = \varepsilon(u_{ex}(t) + u_{th}(t)) + e_n(t)$ , donde  $\varepsilon$  es una constante que describe la sensibilidad de la electrónica del fotodetector. La cuestión clave es: ¿cómo ésta señal pasa a través de la unidad de detección DSFM y cuál es el ruido en la frecuencia presente en la señal de salida?

El Teorema de Equipartición discutido anteriormente (3.1), relaciona el desplazamiento térmico total con la constante de fuerza del fleje y la temperatura del sistema. Sin embargo, dado que el sistema de detección DSFM realiza un procesamiento de la señal de entrada no trivial, es necesario el espectro térmico exacto para poder calcular el ruido en la frecuencia y, de ahí, el límite preciso de la técnica DSFM.

Desde un punto de vista simple<sup>1</sup>, la densidad de ruido del movimiento del fleje puede obtenerse observando que el Teorema de Equipartición (ver (3.1)) relaciona la energía media total del fleje con la energía térmica  $kT$ . Asumiendo que la “fuerza” asociada al ruido térmico que excita el fleje tiene una densidad espectral de ruido constante  $e_{th}$  (en  $\text{nm}/\sqrt{\text{Hz}}$ ), esta densidad y la ganancia mecánica  $G(\nu)$  del fleje (ver (2.14)) determinan la respuesta espectral del fleje  $z_{th}(\nu) = e_{th} G(\nu)$ . El Teorema de Equipartición (3.1) queda entonces:

$$\frac{1}{2}kT = \int_0^\infty d\nu \frac{c}{2} z_{th}^2(\nu) = \frac{c}{2} e_{th}^2 \int_0^\infty d\nu \frac{1}{\left(1 - \left(\frac{\nu}{\nu_0}\right)^2\right)^2 + \left(\frac{\nu}{\nu_0 Q}\right)^2} \quad (3.3)$$

La integral de  $G(\nu)$  tiene como resultado  $\nu_0 Q \pi/2$ , por lo que la densidad de ruido térmico  $e_{th}$  es

$$e_{th} = \sqrt{\frac{2kT}{\pi c \nu_0 Q}} \quad (3.4)$$

Esencialmente, la densidad de ruido térmico define el acople del baño térmico al sistema SFM. Esta densidad depende del factor de calidad y, por tanto, de las propiedades disipativas del sistema. Al aumentar el factor de calidad, las fluctuaciones térmicas inducen menos “fuerza térmica” sobre el sistema, es decir, el acople entre el baño térmico y el sistema punta–muestra se debilita.

La fluctuación térmica total de la posición del fleje se calcula a partir de la densidad de ruido en analogía con la relación (2.25),

$$\Delta z_{th}(\nu_c, bw) = e_{th} \sqrt{\int_{\nu_c - bw/2}^{\nu_c + bw/2} d\nu |G(\nu)|^2} \quad (3.5)$$

Para frecuencias bajas, es decir, para frecuencias muy por debajo de la frecuencia de resonancia,  $G(\nu) = e_{th}$  y la fluctuación térmica total dentro del ancho de banda  $bw$  es

$$\Delta z_{th}(\nu_c, bw) \simeq e_{th} \sqrt{bw} \quad (3.6)$$

Cuando el sistema se encuentra a la frecuencia de resonancia,  $G(\nu_0) = e_{th} Q$  y la fluctuación térmica total es

$$\Delta z_{th}(\nu_0, bw) = e_{th} \sqrt{\int_{\nu_0 - bw/2}^{\nu_0 + bw/2} d\nu |G(\nu)|^2} \simeq e_{th} Q \sqrt{bw} = \sqrt{\frac{2kTQ}{\pi c \nu_0}} \sqrt{bw} \quad (3.7)$$

<sup>1</sup>Para una discusión más detallada acudir, por ejemplo, a las referencias [29, 44, 50, 56].

relación bien conocida en la literatura [28, 29, 31]. Para la aproximación, se ha asumido que el ancho de banda es mucho menor que los rangos de frecuencia en los que cambia la Lorentziana, tal que sea posible sustituir  $G(\nu)$  por  $G(\nu_0)$  en la integral. En la figura 3.1 pueden apreciarse visualmente ambos límites. Mientras que la relación (3.6) es usualmente correcta para las aplicaciones estáticas de SFM, la relación (3.7) requiere que el ancho de banda de la medida sea menor que el ancho de la curva de resonancia:  $bw \simeq 1/\tau \ll \nu_0/Q$ . En general, esta afirmación no es correcta. De hecho, para las aplicaciones típicas de adquisición de imágenes (velocidad de barrido 1 línea/s, 250 puntos/línea) es necesario un ancho de banda mínimo de 250 Hz, ya que en cada punto de una imagen el sistema SFM “permanece” 1/250 s. Esto implica que, por ejemplo, para  $\nu_0 = 100$  kHz,  $Q \ll 400$  para poder cumplir la aproximación de “ancho de banda pequeño”. Sin embargo, en UHV se conocen valores de  $Q$  mucho mayores [57]. Obsérvese que la relación (3.7) sobreestima el ruido térmico para anchos de banda grandes. De hecho, para  $bw > \sqrt{\pi/2}\nu_0/Q$  el ruido térmico total según la relación (3.7) sería mayor que  $\sqrt{kT/c}$ , lo que carece de sentido físico pues contradice el Teorema de Equipartición (3.1). Como se discute más adelante, para anchos de banda suficientemente grandes, el ruido térmico total es  $\Delta z_{th} = \sqrt{kT/c}$  y es independiente del ancho de banda de la medida.

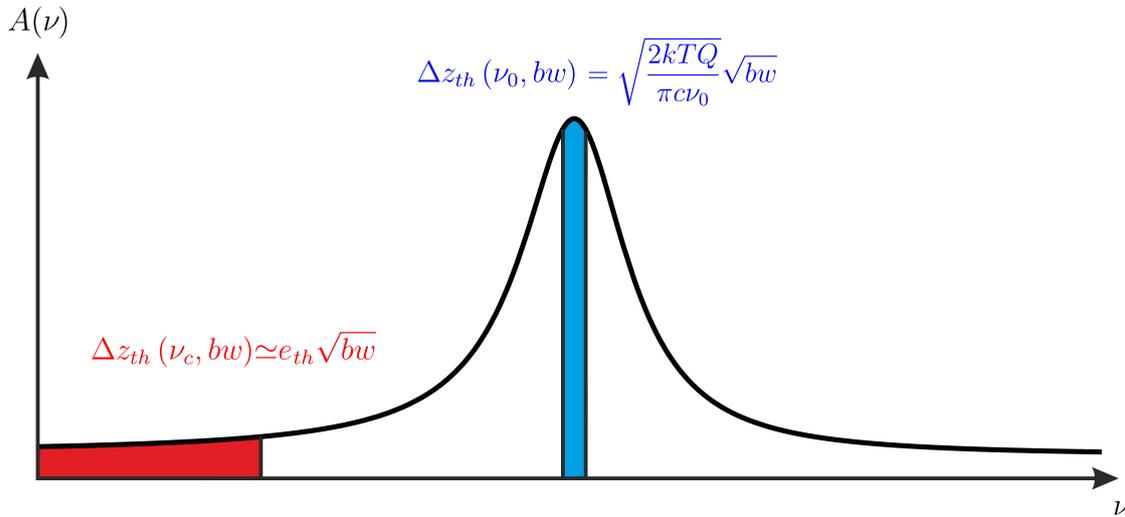


Figura 3.1: Visualización de la densidad de ruido para frecuencias  $\nu < \nu_0$  y para resonancia,  $\nu = \nu_0$ .

Una aproximación simple para la densidad espectral de ruido del sistema punta–muestra es

$$e_{appr}(\nu) = \left\{ \begin{array}{ll} \sqrt{\frac{Q}{Q+1}} e_{th} & \text{si } 0 \leq \nu < \nu_0(1-\delta) \text{ y } \nu_0(1+\delta) < \nu < \nu_0(1+2\delta) \\ \sqrt{\frac{Q}{Q+1}} Q e_{th} & \text{si } \nu_0(1-\delta) < \nu < \nu_0(1+\delta) \\ 0 & \text{si } \nu \geq \nu_0(1+2\delta) \end{array} \right\} \quad (3.8)$$

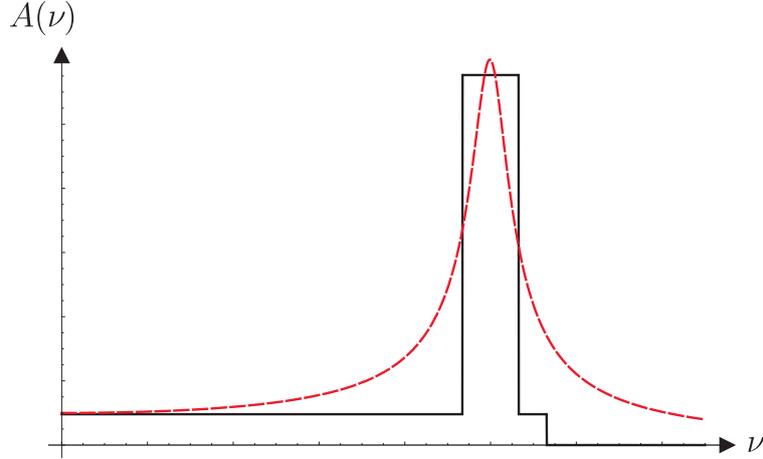


Figura 3.2: Aproximación simple de la densidad espectral (en negro, curva continua) para un fleje excitado térmicamente como se discute en el texto principal;(en rojo, curva discontinua) la densidad de ruido correcta . Para factores de calidad grandes, la mayor parte del ruido está dentro del pico principal localizado en la frecuencia de resonancia.

con  $\delta = \pi/(4Q)$ . Esta aproximación (ver figura 3.2) satisface, las relaciones:

- a.-  $e_{appr}(\nu_0) = Qe_{appr}(0)$ ,
- b.- ancho del pico del orden de  $\nu_0/Q$ ,
- c.- ruido total  $\Delta a = (\int d\nu e_{appr}^2(\nu))^{1/2} = \sqrt{kT/c}$  y, para  $Q$  grandes,  $e(0) = e_{th}$ .

La relación entre el ruido en el “pico” y la parte “plana” es  $\Delta a_{pico}/\Delta a_{plana} = Q$ . Para  $Q$  grandes la mayor parte del ruido se encuentra en el pico de la curva y  $\Delta a_{peak} \approx \Delta a_{total} = \sqrt{kT/c}$ . Por lo tanto, **DSFM** no reduce sino que incrementa el ruido térmico total en comparación con las técnicas estáticas **SFM**. Sin embargo, la razón señal/ruido no se modifica: a bajas frecuencias (**SFM** estático) una fuerza de excitación  $f_0$  inducirá el movimiento  $a_0 = f_0/c$ , y la razón señal/ruido será  $a_0/(e_{th}\sqrt{bw})$ ; sin embargo, si esta fuerza se aplica en resonancia inducirá una respuesta  $Qa_0$  y, para anchos de banda suficientemente pequeños, el ruido térmico será  $Qe_{th}\sqrt{bw}$ . El ruido y la señal son, por tanto, amplificados de la misma forma. Así pues, **DSFM** aumenta la sensibilidad en un factor  $Q$  al compararlo con las técnicas estáticas, pero la razón señal/ruido (teórica) no se altera.

Finalmente, hay que señalar que en las aplicaciones habituales las fluctuaciones térmicas de las componentes  $x$  e  $y$  no están correlacionadas, por lo que ambas tienen la misma cantidad de fluctuación (ver, sin embargo, [58]). Por lo tanto,

$$\begin{aligned} \langle z_{th}^2(t) \rangle_\tau &= \langle |x_{th}(t) + iy_{th}(t)|^2 \rangle_\tau = \langle x_{th}^2(t) + y_{th}^2(t) \rangle_\tau = \langle x_{th}^2(t) \rangle_\tau + \langle y_{th}^2(t) \rangle_\tau \Rightarrow \\ &\Rightarrow \langle x_{th}^2(t) \rangle_\tau = \langle y_{th}^2(t) \rangle_\tau = \langle z_{th}^2(t) \rangle_\tau / 2, \end{aligned} \quad (3.9)$$

y de aquí podemos deducir,

$$\Delta x_{th}(\nu_c, bw) = \Delta y_{th}(\nu_c, bw) = \Delta z_{th}(\nu_c, bw) / \sqrt{2} \quad (3.10)$$

Para la fluctuación térmica total de las componentes  $x$  e  $y$  se obtiene:  $\Delta x_{th} = \Delta y_{th} = z_{th}/\sqrt{2} = \sqrt{kT/(2c)}$ .

### 3.3. Respuesta en frecuencia a las fluctuaciones térmicas en DSFM

Para calcular el ruido en frecuencia, se usará la relación

$$\Delta\nu_{th} = \left| \frac{\partial\nu}{\partial\varphi} \right| \Delta\varphi_{th} = \left| \left( \frac{\partial\varphi}{\partial\nu} \right)^{-1} \right| \Delta\varphi_{th} \quad (3.11)$$

Con  $\partial\varphi(\nu_0)/\partial\nu = -2Q/\nu_0$  (ver relación (2.17)) la única incógnita es el ruido en la fase  $\Delta\varphi_{th}$ . La fase, según se define en (2.17) es  $\varphi(t) = -\pi/2 + \arctan(x(t)/y(t))$ . Asumiremos que en DSFM se opera con el PLL activo y, por tanto, el sistema siempre se encuentra en resonancia. Entonces,  $\langle x(t) \rangle_\tau = \langle z_{th}(t)/\sqrt{2} \rangle_\tau = 0$  y  $\langle y(t) \rangle_\tau = \langle Qa_0 + z_{th}(t)/\sqrt{2} \rangle_\tau = a_{os}$ , con  $a_{os} = Qa_0$  la amplitud de oscilación en resonancia. El cálculo correcto del ruido en la fase no es trivial, dado que la fase es una función no lineal de dos variables  $x(t)$  e  $y(t)$ , que no es regular en el origen por lo que las reglas usuales de propagación de errores hay que aplicarlas cuidadosamente.

#### 3.3.1. Cálculo del ruido en la fase: estadística

Para el cálculo de la variaciones en la fase, asumiremos que la variables  $x(t)$  e  $y(t)$  son Gaussianas. En resonancia, como ya se discutió,  $\langle x(t) \rangle_\tau = 0$  e  $\langle y(t) \rangle_\tau = Qa_{exc} = a_{os}$ , por lo que su distribución de probabilidad está descrita por,

$$p_x(x) = \sqrt{\frac{1}{\pi z_{th}^2}} e^{-(x/z_{th})^2}; \quad p_y(y) = \sqrt{\frac{1}{\pi z_{th}^2}} e^{-((y-a_{os})/z_{th})^2} \quad (3.12)$$

Estas distribuciones están normalizadas y tienen varianza  $\Delta x = \Delta y = z_{th}/\sqrt{2} = \sqrt{kT/(2c)}$ . Para calcular la distribución de las variaciones en la fase, es necesario calcular primero su función de probabilidad de acuerdo con la relación general (ver, por ejemplo, [59]),

$$p_\varphi(\varphi) = \iint dx dy p_x(x) p_y(y) \delta(\varphi - \arctan(x/y)) \quad (3.13)$$

que en nuestro caso, resolviendo la integral, nos lleva a

$$\begin{aligned}
p_\varphi(\varphi) &= \frac{1}{\pi z_{th}^2} \iint dx dy e^{-(x/z_{th})^2} e^{-((y-a_{os})/z_{th})^2} \delta(\varphi - \arctan(x/y)) = \\
&= \frac{1}{\pi z_{th}^2} \iint d\vartheta r dr e^{-(r \sin(\vartheta)/z_{th})^2} e^{-((r \cos(\vartheta)-a_{os})/z_{th})^2} \delta(\varphi - \arctan(r \sin(\vartheta)/r \cos(\vartheta))) = \\
&= \frac{1}{\pi z_{th}^2} \iint d\vartheta r dr e^{-(r^2-2r \cos(\vartheta)a_{os}+a_{os}^2)/z_{th}^2} \delta(\varphi - \vartheta) = \\
&= \frac{1}{\pi z_{th}^2} e^{-a_{os}^2 \sin^2(\varphi)/z_{th}^2} \int_0^\infty r dr e^{-(r-\cos(\varphi)a_{os})^2/z_{th}^2} = \\
&= \frac{1}{\pi z_{th}^2} e^{-a_{os}^2 \sin^2(\varphi)/z_{th}^2} \left( \frac{z_{th}^2}{2} e^{-\cos^2(\varphi)a_{os}^2/z_{th}^2} + \cos(\varphi) a_{os} \frac{\sqrt{\pi}}{2} z_{th} (1 + \text{Erf}[a_{os} \cos(\varphi)/z_{th}]) \right) = \\
&= \frac{1}{2\pi} \left( e^{-a_{os}^2/z_{th}^2} + \sqrt{\pi} \frac{a_{os}}{z_{th}} e^{-a_{os}^2 \sin^2(\varphi)/z_{th}^2} \cos(\varphi) \left( 1 + \text{Erf} \left[ \frac{a_{os}}{z_{th}} \cos(\varphi) \right] \right) \right)
\end{aligned} \tag{3.14}$$

donde  $\text{Erf}[x] = 2/\sqrt{\pi} \int dx e^{-x^2}$  es la función error normalizada ( $\text{Erf}[\infty] = 1$ ). Para grandes amplitudes de oscilación  $a_{os} \gg z_{th}$  el primer término puede despreciarse y, además, podemos asumir  $\text{Erf}[\dots] \simeq 1$ , por lo que sólo ángulos muy pequeños contribuyen a la amplitud de probabilidad ( $\sin(\varphi) \simeq \varphi$ ;  $\cos(\varphi) \simeq 1$ ). Por lo tanto, con  $\varphi_{th} \equiv z_{th}/a_{os}$ , encontramos

$$p_\varphi(\varphi) \simeq \frac{1}{\sqrt{\pi} \varphi_{th}} e^{-\varphi^2/\varphi_{th}^2} \tag{3.15}$$

que es una distribución de probabilidad Gaussiana normalizada del ángulo  $\varphi$  con varianza  $\Delta\varphi = \varphi_{th}/\sqrt{2} = z_{th}/(\sqrt{2}a_{os})$ , en completo acuerdo con el límite superior dado por la ecuación (3.18). Observemos que la razón  $\varphi_{th} \equiv z_{th}/a_{os}$  puede interpretarse como la fluctuación de la fase debido a la variación térmica  $z_{th}/\sqrt{2}$  de la componente  $x$  cuando la componente  $y$  de la oscilación está fija en  $a_{os}$  (para  $a_{os} \gg z_{th}$  las fluctuaciones térmicas de la componente  $y$  no ofrecen ninguna contribución relevante al ruido en la fase). Para pequeñas amplitudes de oscilación, el segundo término de (3.14) es pequeño, y, a primer orden en  $1/\varphi_{th}$ , encontramos

$$p_\varphi(\varphi) \simeq \frac{1}{2\pi} (1 + 2\sqrt{\pi} \cos(\varphi)/\varphi_{th}) \tag{3.16}$$

Esta distribución de probabilidad de ángulos deja de ser Gaussiana y se hace uniforme, como era de esperar cuando la amplitud de oscilación se anula. El valor medio de esta distribución angular (normalizada) es  $\bar{\varphi} = 0$ , y su varianza  $(\Delta\varphi)^2 = \pi^2/3 - 2\sqrt{\pi}\varphi_{th}$ . El error correcto en la fase  $\Delta\varphi(a_{os}/z_{th})$  calculado de la distribución de probabilidad (3.14) está representado en la figura 3.3, junto con las diferentes aproximaciones discutidas en este trabajo.

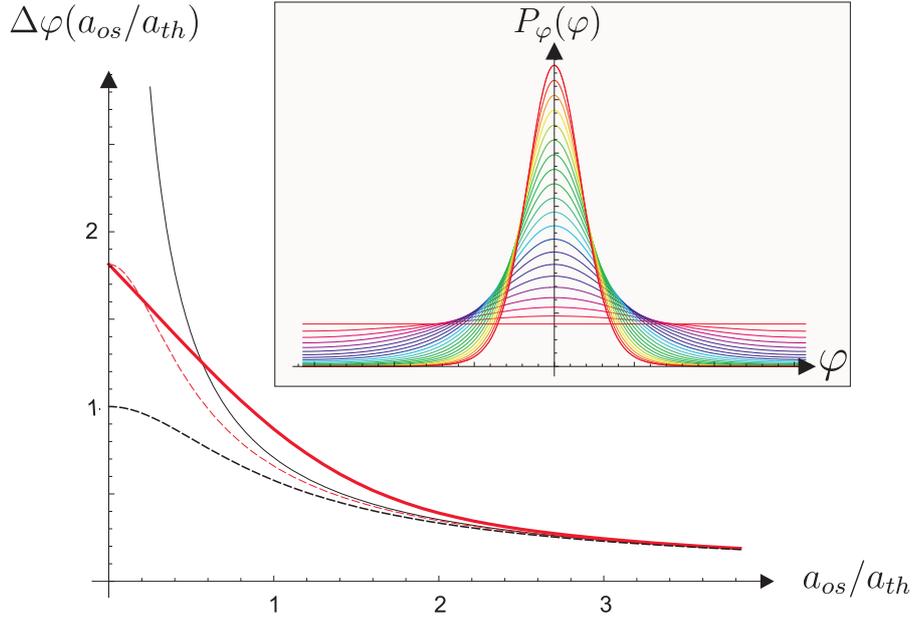


Figura 3.3: Gráfico principal: error de ruido térmico en la fase en función de la amplitud de oscilación “relativa”  $a_{os}/z_{th}$ . La curva sólida y delgada (color negro) se corresponde con el resultado clásico de la literatura, que diverge para pequeñas amplitudes de oscilación. La curva punteada (color negro) se corresponde con la relación  $\Delta\varphi_{th} = \sqrt{\langle \arctan^2(x/y) \rangle}$ , (3.17) que no es correcta en el punto singular  $(x, y) = (0, 0)$ . La línea sólida y delgada (color rojo) muestra la relación correcta calculada a partir de la distribución de probabilidad discutida la sección 3.3.1 (ver recuadro y la relación (3.14)). Finalmente, la línea delgada y punteada (color rojo) se corresponde con la aproximación  $\Delta\varphi_{th} = \sqrt{a_{th}^2/(2a_{os}^2 + 3a_{th}^2/\pi^2)}$ , (3.19), que describe el comportamiento correcto para los límites de pequeñas y grandes amplitudes. Recuadro: distribuciones de probabilidad  $p_\varphi(\varphi)$  para diferentes amplitudes de oscilación (relativas)  $a_{os}/z_{th} \in [0, 2]$ ). La distribución de probabilidad para  $a_{os}/z_{th} = 0$  es plana mientras que para  $a_{os}/z_{th} = 2$  es esencialmente una Gaussiana con el máximo en  $\varphi = 0$ .

### 3.3.2. Cálculo del ruido en la fase: aproximación

En lo que sigue, asumiremos que se aplica una oscilación finita al fleje para evitar que el sistema se encuentre cerca del origen del espacio de fases  $\{x(t), y(t)\}$ . Por lo tanto, la fase promedio es <sup>2</sup>  $\langle \varphi(t) \rangle_\tau = -\pi/2$  y la fluctuación de la fase es  $\Delta\varphi_{th} = \sqrt{\langle \varphi^2(t) \rangle_\tau - \langle \varphi(t) \rangle_\tau^2} = \sqrt{\langle (\tan^{-1}(x(t)/y(t)))^2 \rangle_\tau}$ . Usando la relación  $\langle f^2(z_0 + z) \rangle = f^2(z_0) + |f'(z_0)|^2 \langle z^2 \rangle$  tenemos,

<sup>2</sup>Esto debería ser evidente dado que asumimos que el sistema se encuentra en resonancia. Matemáticamente, es importante que una amplitud de oscilación finita defina el ángulo medio:  $\langle \varphi(t) \rangle_\tau \simeq -\pi/2 + \langle x(t)/y(t) \rangle_\tau \simeq -\pi/2 + \langle x(t) \rangle_\tau / \langle y(t) \rangle_\tau = -\pi/2 + 0/(Qa_{exc}) = -\pi/2$ , para  $a_{exc} \neq 0$ , mientras que para  $a_{exc} = 0$  esta relación y, por lo tanto, el ángulo medio, están indefinidos.

con  $f(z) = \tan^{-1}(z)$ ,  $z(t) = x(t)/y(t)$  y  $z_0 = \langle x(t)/y(t) \rangle = 0$ ,

$$\Delta\varphi_{th} = \sqrt{\frac{1}{1 + \langle x(t)/y(t) \rangle_\tau^2} \left\langle \left( \frac{x(t)}{y(t)} \right)^2 \right\rangle_\tau} = \sqrt{\frac{\langle x^2(t) \rangle_\tau}{\langle y^2(t) \rangle_\tau}} \quad (3.17)$$

Y, finalmente, con  $\langle y^2(t) \rangle_\tau = (a_{os}^2 + z_{th}^2/2)$  y la relación (3.10) encontramos para la fase medida alrededor de una frecuencia  $\nu_c$  con ancho de banda  $bw = 1/\tau$ :

$$\Delta\varphi_{th} = \sqrt{\frac{\Delta z_{th}^2(\nu_c, bw)/2}{a_{os}^2 + \Delta z_{th}^2(\nu_c, bw)/2}} \quad (3.18)$$

Para grandes amplitudes de oscilación, el ruido en la fase es, por tanto,  $\Delta z_{th}/(\sqrt{2}a_{os})$ , que puede interpretarse como la variación de la fase debido a fluctuaciones térmicas de magnitud  $z_{th}/\sqrt{2}$  de la componente  $x$  cuando la componente  $y$  tienen una amplitud de oscilación  $a_{os}$ . Para amplitudes de oscilación muy pequeñas, la relación (3.18) daría  $\Delta\varphi_{th} = 1$ . Sin embargo, como ya se discutió, en el origen del espacio de fases  $\{x(t), y(t)\}$  la fase no está bien definida matemáticamente, la relación (3.17) no puede aplicarse y la relación (3.18) no es correcta. Desde un punto de vista físico, se esperaría una distribución uniforme de la fase, es decir, una distribución de probabilidad (normalizada)  $p(\varphi) = 1/(2\pi)$ , con desviación media  $\Delta\varphi = \pi/\sqrt{3}$ . Como ya hemos visto en la sección 3.3.1 esto es correcto en el límite (donde la oscilación desaparece, ver recuadro de la figura 3.3). La ecuación que describe correctamente el ruido en la fase no tiene una relación funcional simple con la amplitud de oscilación, por lo que se propone,

$$\Delta\varphi_{th} = \sqrt{\frac{\Delta z_{th}^2(\nu_c, bw)}{2a_{os}^2 + 3\Delta z_{th}^2(\nu_c, bw)/\pi^2}} \quad (3.19)$$

como aproximación para describir la fluctuaciones en la fase. Esta aproximación capta el comportamiento correcto para grandes y pequeñas amplitudes de oscilación. La figura 3.3 muestra el ya conocido comportamiento para grandes amplitudes de oscilación, la relación correcta calculada en el apéndice y las relaciones (3.18) y (3.19).

Con la relación (3.11) finalmente obtenemos, para el ruido total en la frecuencia:

$$\Delta\nu_{th} = \frac{\nu_0}{2Q} \sqrt{\frac{\Delta z_{th}^2(\nu_c, bw)}{2a_{os}^2 + 3\Delta z_{th}^2(\nu_c, bw)/\pi^2}} \quad (3.20)$$

Para poder discutir esta relación, comparándola con los resultados previos de la literatura, consideraremos las diferentes aproximaciones para amplitudes de oscilación pequeñas y grandes, así como para los anchos de banda. Para anchos de banda (muy) pequeños y amplitudes de oscilación grandes, obtenemos, usando la relación (3.7)

$$\Delta\nu_{th} = \frac{\nu_0}{2Q} \sqrt{\frac{2kTQ}{\pi} \frac{1}{c\nu_0} \frac{1}{2a_{ex}^2}} \sqrt{bw} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{1}{\pi} \frac{kT}{ca_{ex}^2} \frac{\nu_0}{Q}} \sqrt{bw} \quad (3.21)$$

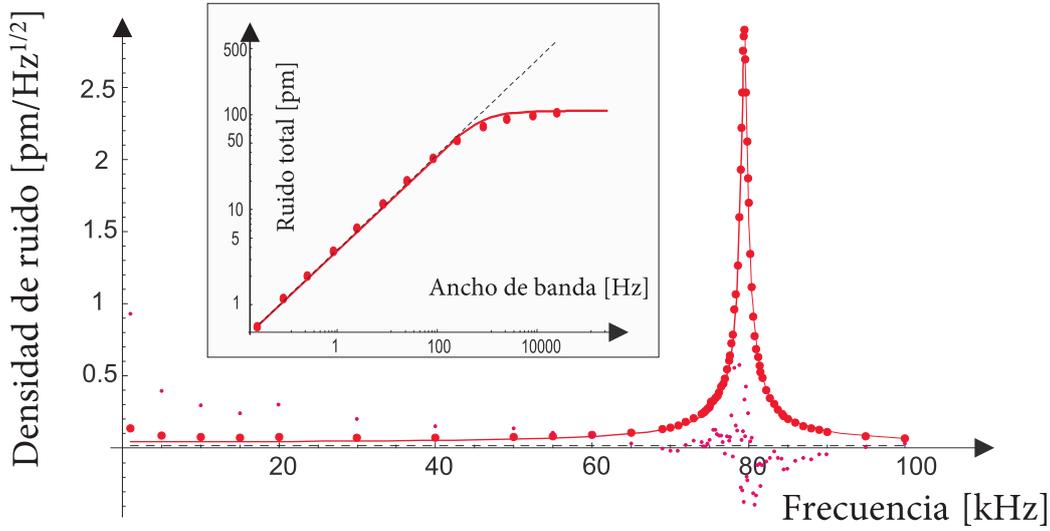


Figura 3.4: Gráfico principal: densidad espectral de ruido de un fleje con constante de fuerza  $c = 0.4 \text{ N/m}$  medida con amplificador lock-in. Para estas medidas de ruido no se ha aplicado ninguna excitación externa y el movimiento del fleje se adquirió mediante la técnica de deflexión (*beam-deflection*). Los puntos (rojos) más grandes se corresponden con los datos experimentales de ruido; la línea sólida es el ajuste realizado a una curva Lorentziana asumiendo un offset constante (ver el texto principal); los puntos (rosa) más pequeños muestran el error entre el ajuste realizado y los datos experimentales. Recuadro: gráfico logarítmico del ruido total como función del ancho de banda para una medida de ruido centrada en el pico de la curva (de ruido) principal. Para anchos de banda pequeños, el ruido muestra el típico comportamiento (pendiente 1/2 en la escala logarítmica). Sin embargo, para anchos de banda grandes ( $> \nu_0/Q$ ) el ruido total satura, en contradicción con la relación 2.25 comúnmente descrita en la bibliografía.

que es semejante al resultado ya conocido [28, 29, 31], relación (3.2). Como ya se ha discutido en el anterior apartado, la aproximación para anchos de banda (muy) pequeños no es, en general, válida. Por el contrario, la experiencia nos demuestra que en la mayor parte de las aplicaciones el ancho de banda es mayor que el ancho de la curva de resonancia. Así pues, siempre y cuando el ruido instrumental sea despreciable, la aproximación correcta sería una aproximación para “grandes anchos de banda” donde el sistema de detección DSFM “ve” todo el ruido térmico. En este caso, el ruido total en frecuencia es,

$$\Delta\nu_{th} = \frac{\nu_0}{2Q} \sqrt{\frac{1}{3/\pi^2 + 2a_{ex}^2/z_{th}^2}} \quad (3.22)$$

cuyos límites son  $\Delta\nu_{th} \simeq (\nu_0/Q)z_{th}/(2\sqrt{2}a_{ex})$  para grandes amplitudes y  $\pi/(2\sqrt{3})\nu_0/Q \simeq 0.9\nu_0/Q$  para pequeñas amplitudes. La característica que determina el ruido térmico en frecuencia es, por lo tanto, el ancho  $\nu_0/Q$  de la curva de resonancia. Para amplitudes de oscilación pequeñas, ( $a_{os} \ll z_{th}$ ), el ruido térmico en frecuencia viene dado esencialmente por el ancho de la curva de resonancia. En particular, esto implica que, como se ha demostrado recientemente para aplicaciones en espectroscopía [60], es posible usar DSFM

sin aplicar excitación externa al sistema punta–muestra. Más aún, es posible que una electrónica DSFM diseñada adecuadamente sea capaz de bloquear el ruido térmico del fleje.

### 3.4. Experimentos

Para confirmar la validez de las relaciones propuestas, se han realizado medidas de ruido en función del ancho de banda y de la amplitud de oscilación. Para medir el movimiento del fleje se usó un sistema comercial SFM (basado en la deflexión) y para el análisis de la oscilación del fleje se usó la electrónica DSFM [8] y un amplificador lock-in [22]. El montaje del sistema SFM y las características esenciales de la electrónica DSFM se muestran<sup>3</sup> en la figura 2.5.

En los experimentos se usó un fleje con constante de fuerza nominal  $c \simeq 0.4$  N/m<sup>4</sup>, manteniendo la punta lejos de la muestra ( $\sim 1$ mm), con el fin de evitar cualquier efecto hidrodinámico entre las superficies (ver capítulo 6). Para este tipo de fleje, la relación (3.1) da una fluctuación total (RMS) de 100 pm. La figura 3.4 muestra la medida del espectro de ruido del movimiento del fleje adquirido con el amplificador lock-in [22]. Para caracterizar la densidad espectral y discriminar el ruido térmico de cualquier otra fuente (técnica) de ruido, se realizó un ajuste de los datos a la función,

$$f(\nu) = \frac{e_{th}}{\sqrt{(1 - (\nu/\nu_0)^2)^2 + ((\nu/\nu_0)/Q)^2}} + e_n \quad (3.23)$$

La función Lorentziana que hemos usado, describe la densidad de ruido térmico del fleje y la constante  $e_n$  se introduce para describir cualquier fuente (técnica) de ruido adicional (ver [50, 62]). A partir del ajuste de los datos experimentales, se han obtenido los resultados: factor de calidad  $Q = 100 \pm 1$ , frecuencia natural  $\nu_0 = 79.440 \pm 0.002$  kHz, densidad de ruido térmico  $e_{th} = 26.4 \pm 0.2$  fm/ $\sqrt{\text{kHz}}$  y una constante de ruido adicional  $e_n = 17 \pm 2$  fm/ $\sqrt{\text{kHz}}$ .

El recuadro de la figura 3.4 muestra el ruido total en función del ancho de banda, con la frecuencia central de las medidas de ruido en el pico de resonancia. En este gráfico logarítmico, la dependencia con la raíz cuadrada del ruido total con respecto al ancho de banda, cuando este es pequeño ( $bw \lesssim \omega_0/Q$ ), se reconoce por la pendiente  $m = 1/2$ . Para anchos de banda mayores, el ruido total satura. Esta saturación sucede para anchos de banda del orden del ancho de la curva de resonancia  $\Delta\nu = \nu_0/Q \simeq 0.8$  kHz, en completo acuerdo con la discusión anterior (relaciones (3.18) y (3.22)) y los datos obtenidos para la densidad espectral de ruido. La saturación del ruido sólo se observará si cualquier otra fuente de ruido es despreciable, lo que claramente ocurre en nuestras medidas. Por lo tanto, mientras el ancho de banda se incrementa, sólo el ruido térmico en el pico de resonancia será “observable” por la unidad de detección DSFM. En el caso de que existan otras fuentes de ruido apreciables, al aumentar el ancho de banda de la unidad de detección DSFM ( $bw > \nu/Q$ ), ésta comenzará a “observar” este ruido adicional, por lo que el ruido total no saturará. En cambio, continuará aumentando, siguiendo la dependencia con la raíz

<sup>3</sup>Obsérvese, sin embargo, que el controlador opcional de la ganancia en amplitud, usualmente empleado en DSFM para medir disipación, no está incluido en la figura 2.5. Para las medidas del ruido en frecuencia que se discuten en este apartado el control de ganancia de la electrónica DSFM está desactivado y, por tanto, carece de importancia en este contexto.

<sup>4</sup>Olympus Optical Co. LDT, OMCL–RC series, longitud 100  $\mu\text{m}$ , ancho 20  $\mu\text{m}$ ). Para más información, ver [61].

cuadrada del ancho de banda, como ya conocemos por la literatura<sup>5</sup>. En este caso, se observaría ruido muy superior al valor teórico  $\Delta z_{th} = \sqrt{kT/c}$  pues se mide ruido térmico y técnico.

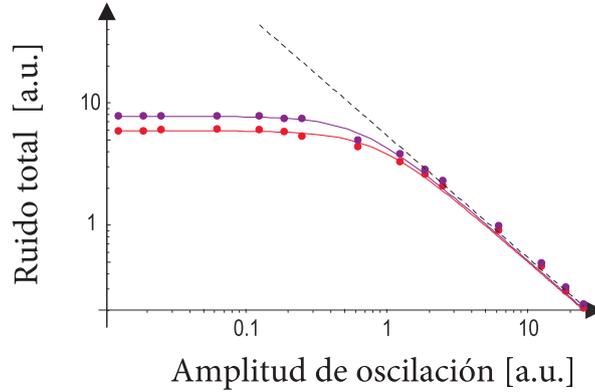


Figura 3.5: Ruido en frecuencia de la electrónica de detección DSFM en función de la amplitud de oscilación para dos anchos de banda diferentes (50 Hz y 100 Hz). Para estas medidas, se usó el mismo fleje que en el experimento anterior ( $c = 0.4$  N/m). El fleje se excitó a través de la electrónica DSFM con el PLL activado y la frecuencia de salida  $\delta\nu(t)$  se llevó a un amplificador lock-in para determinar el ruido total en la medida de frecuencia de la unidad de detección DSFM. Para pequeñas amplitudes de oscilación del fleje ( $a_{os} < z_{th}$ , ver texto), el ruido en frecuencia es independiente de la amplitud de oscilación y para amplitudes grandes el ruido decrece linealmente (pendiente 1 en el gráfico logarítmico).

Finalmente, la figura 3.5 muestra el ruido en frecuencia como función de la amplitud de oscilación. Pueden observarse dos regímenes diferentes: uno constante, para amplitudes de oscilación pequeñas, donde el ruido total es independiente de la amplitud de oscilación y un segundo régimen donde, como evidencia la pendiente  $m = -1$  en el gráfico logarítmico ( $\log(\text{noise})$  frente a  $\log(a_{os})$ ), el ruido decrece con la inversa de la amplitud de oscilación. El rango de transición de este gráfico se corresponde con una amplitud de oscilación de  $\sqrt{kT/c} \simeq 100$  pm, en completo acuerdo con el valor para la amplitud de oscilación térmica obtenida para las medidas de ruido de la figura 3.4 y la relación (3.19). En particular el ruido no diverge para  $a_{ex} \rightarrow 0$ .

### 3.5. Conclusiones

En el presente capítulo, hemos revisado el sistema de detección DSFM y hemos analizado cómo las fluctuaciones térmicas del fleje son procesadas por la electrónica DSFM. Hemos encontrado una relación general para el ruido en la frecuencia como función del ancho de banda y la amplitud de oscilación. Esta relación es correcta para todos los posibles valores de los

<sup>5</sup>Más precisamente: sólo para densidades de ruido constantes el incremento de ruido total tendrá una dependencia con la raíz cuadrada del ancho de banda. Si la densidad de ruido tiene dos rangos, uno donde el ruido térmico es dominante y otro donde una densidad de ruido técnico (constante) es relevante, aparecerán dos regiones en el gráfico logarítmico, ambas con pendiente 1/2 y, por tanto paralelas, pero con un offset ligeramente diferente inducido por la transición desde el rango de frecuencias dominado por el ruido térmico al rango dominado por el ruido técnico.

parámetros, mientras que la relación conocida hasta ahora en la literatura sólo era correcta para un rango particular. Además, hemos encontrado que para anchos de banda suficientemente grandes, es decir, para constantes de tiempo pequeñas en la electrónica de detección [DSFM](#), esencialmente, medimos todo el ruido térmico del fleje. En este caso el ancho del pico de resonancia es el ruido característico de una medida de frecuencia en [DSFM](#) si las amplitudes de oscilación son pequeñas. Para amplitudes de oscilación grandes, el ruido decrece linealmente con la amplitud de oscilación. En el límite de grandes amplitudes y anchos de banda (muy) pequeños, nuestra relación converge a un factor constante: la relación ya conocida en la literatura.

Consideramos que la relación presentada es relevante, pues detalla los límites últimos de [DSFM](#). En particular, nuestra relación muestra que para pequeñas amplitudes de oscilación el ruido en frecuencia no diverge, sino que converge a un valor finito. Sería posible considerar [DSFM](#) sin excitación térmica externa, es decir, excitada sólo por el ruido térmico, no sólo para medidas de interacción punta–muestra sino para adquisición de imágenes [\[63\]](#).



## 4 || Calibración de la amplitud de oscilación y de la fuerza normal en DSFM

**RESUMEN:** En el siguiente capítulo describiremos un método para la calibración de la amplitud de oscilación y de la fuerza normal en DSFM. La electrónica empleada para procesar el movimiento del fleje puede ajustarse para trasladar el ruido térmico del movimiento del fleje desde su frecuencia de resonancia a otra frecuencia mucho más baja, dentro del ancho de banda empleado para la adquisición de datos en un microscopio de fuerzas. A partir de esta idea, se proponen dos métodos para la calibración de la amplitud de oscilación: uno de ellos está basado en el cálculo de la Desviación Cuadrática Media (RMS) de la señal de salida de la electrónica, usada para procesar el movimiento del fleje; el segundo método se basa en el análisis del espectro de la señal correspondiente y en el cálculo del factor de calidad, la frecuencia de resonancia y la intensidad de la señal. Ambos métodos son también aplicables a la calibración de la fuerza normal, cuya señal puede adquirirse sin trasladar la frecuencia al ancho de banda específico del microscopio de fuerzas.

El esquema propuesto para la calibración de la amplitud de oscilación y la fuerza normal usando el ruido térmico es experimental y teóricamente robusto tanto con flejes “blandos” como “duros”. Más aún, el método relaciona la calibración con cantidades bien definidas como la constante de fuerza y la energía térmica, en contraste con la calibración usual empleando curvas de amplitud frente a distancia, que requiere asunciones a priori no triviales entre la amplitud de oscilación y la distancia.

### 4.1. Introducción

En DSFM la frecuencia (o la fase) del sistema punta–muestra y la amplitud de oscilación son las señales fundamentales y, por tanto, deben calibrarse adecuadamente para obtener medidas precisas. La calibración de la amplitud de oscilación es un problema que ha recibido poca atención o, al menos, no la que realmente requiere (ver, sin embargo, [64, 65]).

Existen dos razones fundamentales por las que la calibración de la amplitud de oscilación merece especial atención. Primera, la variación de la amplitud de oscilación está relacionada con la disipación del sistema punta–muestra. De ahí que, para medidas cuantitativas de la disipación es necesario conocer la calibración precisa de la amplitud de oscilación. Esto lo podemos observar más fácilmente si empleamos un PLL para mantener el sistema en resonancia; en ese caso la

amplitud de oscilación en resonancia es  $a(\nu_0) = Q_{\text{eff}} a_0$  donde  $Q_{\text{eff}}$  es el factor de calidad efectivo,  $\nu_0$  la frecuencia de resonancia y  $a_0$  la amplitud de excitación (efectiva) <sup>1</sup>. La segunda razón que marca la necesidad de la calibración de la amplitud de oscilación yace en su relación con la dinámica fundamental del sistema punta–muestra. Sólo para pequeñas amplitudes de oscilación el sistema SFM es un sistema armónico cuyo comportamiento –en particular, a la frecuencia de resonancia– es esencialmente independiente de la amplitud de oscilación. Si la aproximación armónica no se cumple, entonces la amplitud de oscilación se convierte en un parámetro crítico, dado que determina la no linealidad de la interacción punta–muestra [64, 66, 67], la aparición de biestabilidad y caos [68–70] así como el régimen de interacción (atractivo o repulsivo) empleado en la adquisición de datos [71]. Finalmente, como se ha demostrado en otro trabajo [72], si la amplitud de oscilación se calibra adecuadamente es posible obtener una imagen correcta de la “verdadera topografía” que es independiente de los parámetros de feedback y de la velocidad de barrido.

Como punto de partida para el análisis de la calibración de la amplitud de oscilación es necesario recordar que para las medidas estáticas en SFM, la calibración de la deflexión representa un problema similar. Se han propuesto diferentes esquemas para la calibración de fuerza [73–75], y dentro del contexto de este trabajo citaremos dos de ellos. El primer método se basa en la pendiente de la curva fuerza–distancia [76]. En general, la curva es adquirida a partir de una muestra rígida donde se asume que cuando punta y muestra están en contacto, la deflexión del fleje es igual al desplazamiento del piezo; en ese caso, la pendiente de la curva de la deflexión del fleje frente a la extensión del piezo es 1. El segundo método para la calibración de la deflexión está basado en el Teorema de Equipartición<sup>2</sup>, que determina la fluctuación térmica promedio del fleje [44, 50, 62, 73–75, 77]:

$$\frac{c}{2} \langle z_{th}^2(t) \rangle_{\text{rms}} = \frac{1}{2} kT \quad (4.1)$$

donde  $k$  es la constante de Boltzmann,  $c$  es la constante elástica del fleje,  $T$  su temperatura y  $z_{th}(t)$  es el desplazamiento del extremo libre del fleje. Obsérvese que la relación (4.1) tiene (implícitamente) dos incógnitas: la constante de fuerza  $c$  del fleje y la sensibilidad  $\beta$  (en nm/V) necesaria para poder convertir la señal medida  $u(t)$  (voltios) en unidades de longitud (nanómetros):  $z(t) = \beta u(t)$ . Si la constante de fuerza  $c$  del fleje es conocida, el ruido térmico puede usarse para determinar la sensibilidad  $\beta$ , y, por tanto, puede calibrarse la deflexión.

Con respecto a la calibración de la amplitud de oscilación, sólo la idea de la “pendiente de calibración” se mantiene en DSFM. Para implementar dicho procedimiento, se obtiene una curva de amplitud frente a la extensión del piezo y se considera que una pendiente de valor 1 marca la región donde la interacción es la correcta. Aunque este método tiene un uso bastante extendido, es interesante remarcar que su validez no ha sido discutida adecuadamente. Más aún, como se señala en [64] para el caso en el que se presenta interacción entre una punta oscilante y un potencial armónico repulsivo, la pendiente de la curva de la amplitud de oscilación frente a la extensión del piezo, puede calcularse analíticamente (ver la ecuación (11) en [64]) y no es, en general, igual a 1. Para el caso más general de un potencial armónico repulsivo y un potencial atractivo de Van der Waals, la pendiente no puede calcularse analíticamente, pero las simulaciones numéricas indican que considerar una pendiente igual a 1 no es siempre correcto.

<sup>1</sup>Estrictamente hablando, esto sólo es correcto en la aproximación armónica, pues en cualquier otro caso el análisis se complica por la aparición de no linealidad, ver, por ejemplo [64].

<sup>2</sup>Aunque ya habíamos citado el Teorema de Equipartición en el capítulo 3, volvemos a reescribirla para facilitar la lectura.

En [65] se pueden encontrar dos métodos adicionales para la calibración de la amplitud de oscilación; uno de ellos, emplea la señal túnel y el otro la relación de la frecuencia frente a la amplitud  $\Delta\nu \propto A^{-3/2}$  (ver, por ejemplo, [31]), relación ampliamente conocida en Modulación en Frecuencia en Microscopía Dinámica de Fuerzas (FM-DSFM). El primero de estos métodos sólo puede aplicarse en UHV, y el segundo está restringido al ámbito FM-DSFM. Este último suele presentar errores sistemáticos si no se aplica adecuadamente. En conclusión, la calibración de la amplitud de oscilación en DSFM es una cuestión necesaria y relevante.

En lo que sigue, demostraremos que es posible usar el teorema de equipartición – relación (4.1) – para calibrar la amplitud de oscilación y la fuerza normal. Analizando cómo la señal de ruido térmico es procesada por una unidad dinámica DSFM típica, probaremos que este método es teóricamente correcto y presentaremos las evidencias empíricas que demuestran que es experimentalmente robusto.

## 4.2. Procesado de la señal de ruido térmico a partir de una unidad dinámica DSFM

### 4.2.1. Modelado

Para analizar la respuesta del sistema al ruido térmico  $z_{th}(t)$  es necesario discutir la respuesta de la Unidad Dinámica de Microscopía Dinámica de Fuerzas (DSFM-DU) en el dominio de frecuencias. Sin embargo, la descripción del ruido térmico usando una superposición “coherente” de señales armónicas no es trivial, como se asume implícitamente en la transformada de Fourier,  $z(t) = \int d\nu z(\nu)e^{i2\pi\nu t}$ . La descripción correcta del ruido térmico en el dominio temporal debe involucrar las llamadas transformadas “wavelet” [78, 79], que están más allá del objetivo de este trabajo.

Al igual que en el análisis del ruido en frecuencia, desarrollado en el capítulo 3, se emplea la unidad DSFM-DU de forma especial, pues no se aplica ninguna oscilación para excitar el fleje y la frecuencia de referencia del oscilador  $\nu_r$  no es la frecuencia de resonancia  $\nu_0$  del fleje. En cambio, la unidad DSFM-DU se ajusta de forma que  $\nu_r \approx \nu_0 - bw/2$  donde  $bw = 1/\tau$  ( $\tau$ : constante de tiempo) es el ancho de banda de la unidad DSFM-DU. Como ya se discutió en la figura 2.5, el pico térmico del fleje está centrado dentro del espectro de salida de la unidad DSFM-DU. La razón de este desplazamiento de frecuencia se halla en cómo se trata la señal de fuerza normal. Ésta se multiplica internamente con otra señal con la frecuencia de referencia  $\nu_r$  de la unidad DSFM-DU, por lo que aparecen componentes de frecuencia  $\nu_0 - \nu_r$  y  $\nu_0 + \nu_r$ . Dado que, en general,  $\nu_0 = \nu_r$ , el ruido térmico se observa a muy bajas frecuencias  $\nu \approx 0$ , es decir, en DC. En este rango de bajas frecuencias, es muy difícil distinguir entre el ruido térmico y el ruido rosa (“pink noise”,  $1/\nu$ ) asociados a los componentes electrónicos. Cuando  $\nu_0 \neq \nu_r$ , el pico térmico se desplaza a una frecuencia diferente,  $\nu_0 - \nu_r$ , donde puede identificarse fácilmente.

Como ya se comentó en el capítulo 3, la electrónica que usualmente se emplea en las medidas de los procesos dinámicos del fleje puede implementarse usando un esquema de detección lock-in [28, 29, 80, 81]: la señal de entrada,  $u_d(t)$ , que se desea analizar se multiplica por dos señales de referencia en cuadratura ( $a_r \cos(2\pi\nu_r t)$  y  $a_r \sin(2\pi\nu_r t)$ ), siendo después filtrada con una constante de tiempo adecuada  $\tau$  (ver figura 2.5). Las salidas correspondientes de DSFM-DU son las señales en fase y fuera de fase (amplitud),  $u_x(t) = \langle x_q(t) \rangle_\tau$  y  $u_y(t) = \langle y_q(t) \rangle_\tau$ . En DSFM es habitual usar

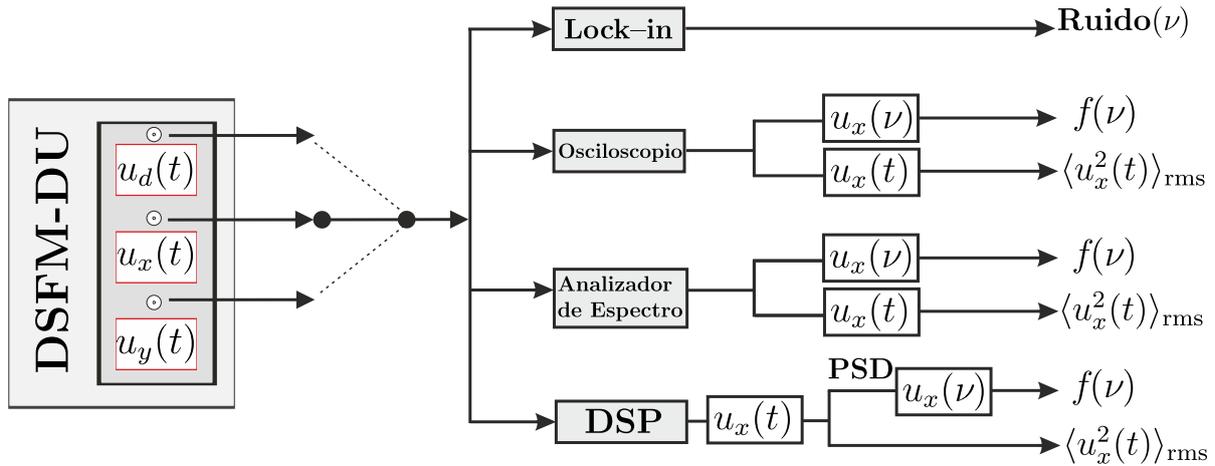


Figura 4.1: Descripción esquemática del procesamiento de las señales en el dominio de frecuencia. La parte electrónica, **DSFM-DU**, está ya representada en la figura 2.5. Como se discute en el texto principal, la señal de entrada es desplazada a las frecuencias  $(\nu_0 - \nu_{\text{ref}})$  y  $(\nu_0 + \nu_{\text{ref}})$ . Las señales resultantes son filtradas con un filtro paso-bajo para eliminar la componente de alta frecuencia  $(\nu_0 + \nu_{\text{ref}})$  y llevadas a las salidas  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ . Las señales así obtenidas pueden analizarse usando diferentes equipos: los datos en función del tiempo se pueden adquirir para su posterior procesamiento usando un osciloscopio digital, un analizador de espectro o directamente con la electrónica de nuestro sistema **SFM** (simbolizada por DSP en la figura). El espectro puede obtenerse directamente con el analizador de espectro y finalmente, las medidas de ruido pueden realizarse con un amplificador lock-in.

la señal  $a_r \cos(2\pi\nu_r t)$  para excitar el fleje en resonancia, dado que entonces  $u_x = 0$  y los cambios de  $u_x(t)$  son proporcionales a las variaciones de fase (y, por tanto, de frecuencia) de la oscilación del fleje siendo  $u_y(t)$  su amplitud de oscilación. En **FM-DSFM** un ciclo de realimentación (Phase Locked Loop, **PLL**) se emplea para seguir la frecuencia de resonancia del sistema punta-muestra, cambiando la frecuencia de excitación de tal forma que  $u_x(t) = 0$ . Al igual que en el capítulo 3, el ciclo **PLL** debe desactivarse y no es relevante para el objetivo final. En el capítulo 3 se ha analizado en detalle como la unidad **DSFM-DU** procesa las señales en presencia de ruido. En particular, se demostró que la unidad **DSFM-DU** desplaza el espectro de la señal de deflexión  $u_d(t)$  centrada en  $\nu_0$  a una frecuencia  $\nu_\Delta = \nu_0 - \nu_r$ .

#### 4.2.2. Medidas de ruido térmico con una unidad DSFM

En este apartado, describiremos cómo la unidad **DSFM-DU** “ve” ruido térmico en sus salidas (figura 4.1). Los datos de interés –la señal de deflexión  $u_d$ , o las señales  $u_x$  y/o  $u_y$ – pueden analizarse con un osciloscopio digital, con un amplificador Lock-in, con un analizador de espectro o con el módulo de adquisición de datos del propio sistema **SFM**.

La figura 4.2 muestra los datos experimentales para la señal de deflexión  $u_d(t)$  y la salida  $u_y(t)$  medidas cuando la unidad **DSFM-DU** se configura como se ha discutido anteriormente (con el **PLL** desactivado, sin amplitud de oscilación y  $\nu_{\text{ref}} \neq \nu_0$ ). El gráfico principal muestra el **PSD** y los recuadros, los datos en función del tiempo. En este caso, el espectro se ha adquirido usando

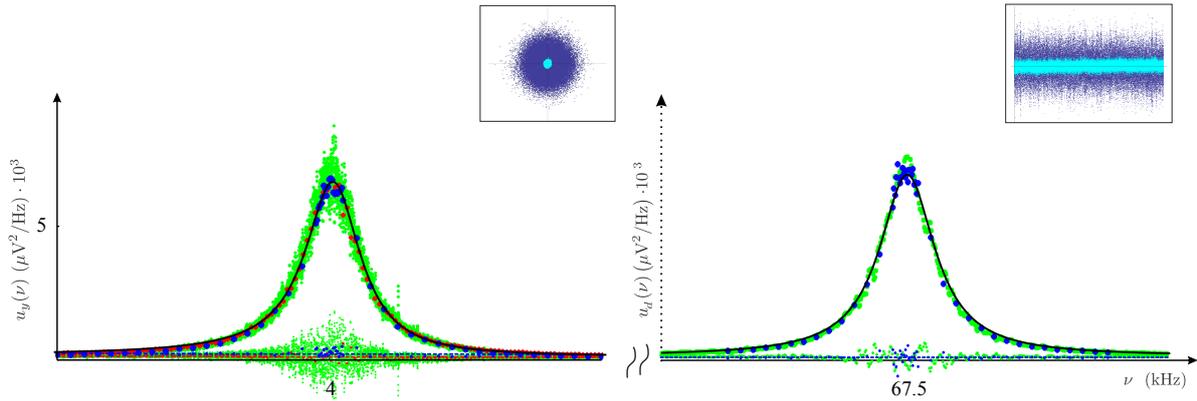


Figura 4.2: Espectros de ruido térmico obtenidos para un fleje relativamente blando ( $c = 1.6$  N/m). Los espectros de potencia (PSD) de la salida  $u_y(\nu)$  de la unidad DSFM-DU (curva de la izquierda) y de la señal de deflexión  $u_d(\nu)$  (curva de la derecha; esta curva está amplificada para que encaje con el rango vertical de los datos de amplitud). Los datos de “amplitud”, “fase” y deflexión se muestran en la misma gráfica. El pico de ruido térmico en amplitud y fase aparece a una frecuencia menor, alrededor de  $\nu_0 - \nu_{\text{ref}} = 4$  kHz, mientras que la señal de deflexión tiene el pico de ruido térmico alrededor de la frecuencia de resonancia  $\nu_0 = 67.5$  kHz. Los datos se han adquirido usando el analizador de espectro (color verde, puntos pequeños), directamente con los convertidores analógico-digitaes de nuestra electrónica de control (color rojo, puntos más grandes) y con un amplificador lock-in (color azul, los puntos más grandes). Recuadro izquierdo: fase frente amplitud ( $u_x(t), u_y(t)$ ), datos medidos con el analizador de espectro. Recuadro derecho: señal de deflexión frente al tiempo,  $u_d(t)$ . Para ambos recuadros: azul oscuro, señal con el láser encendido; azul claro, señales con el láser apagado.

un analizador de espectro [82] así como la función de ruido de un Lock-in comercial [22]. Las líneas continuas se corresponden con el ajuste a un modelo “Lorentziano+offset”  $f(\nu)$  [62, 81],

$$f(\nu) = \frac{e_{th}^2}{(1 - (\nu/\nu_0)^2)^2 + (\nu/(\nu_0 Q))^2} + e_n^2 = e_{th}^2 |G(\nu)|^2 + e_n^2 \quad (4.2)$$

donde  $G(\nu)$  es la ganancia mecánica del fleje (ver relación (2.14)). Los parámetros correspondientes para los diferentes ajustes se especifican en la tabla 4.1, y se discutirán con más detalle en lo que sigue. Los puntos dispersos alrededor de las líneas horizontales muestran el error del PSD experimental con respecto al modelo Lorentziano, sin tendencia evidente; de aquí concluimos que los modelos teóricos elegidos describen adecuadamente los datos experimentales. El espectro correspondiente de la señal de deflexión  $u_d(t)$ , y los pertenecientes a las señales de amplitud y fase,  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ , llevan esencialmente, al mismo resultado (en particular, para los valores de la frecuencia de resonancia  $\nu_0$  y el factor de calidad  $Q$ ). Dado que la unidad DSFM-DU amplifica internamente la señal de fuerza normal, la intensidad de la señal de deflexión  $u_d(t)$  es menor que la de las salidas  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ , lo que determina resultados diferentes para el ruido térmico  $e_{th}$  y para el ruido electrónico  $e_n$  en el espectro de deflexión  $u_d(\nu)$  en comparación con los espectros  $u_x(\nu)$  y  $u_y(\nu)$ . Concluimos que las salidas  $u_x(\nu)$  y  $u_y(\nu)$  de la unidad DSFM-DU reproducen esencialmente el espectro de ruido térmico de la señal de deflexión y que la unidad DSFM-DU es capaz de “ver” (amplificado

internamente) el ruido térmico desplazado a la frecuencia  $\nu_0 - \nu_r$ .

### 4.3. Métodos de calibración del ruido térmico

Por lo que hemos demostrado en el apartado anterior, es posible aplicar el conocido método de calibración térmica basado en el teorema de equipartición a la calibración de la amplitud de oscilación.

Para la calibración de la fuerza normal, discutida en la introducción, la relación que describe la desviación RMS

$$\langle z_{th}^2(t) \rangle_{\text{rms}} = \frac{kT}{c} \quad (4.3)$$

tiene, implícitas, dos incógnitas: la constante de fuerza  $c$  del fleje y la sensibilidad  $\beta$  (nm/V) necesaria para convertir la señal medida  $u(t)$  (voltios) en unidad de longitud (nanómetros):

$$z(t) = \beta u(t) \quad (4.4)$$

En esta parte de la tesis, asumiremos que la constante de fuerza es conocida o ha sido determinada de forma independiente (ver, por ejemplo [37, 74]), por lo que usaremos (4.3) para calibrar la sensibilidad  $\beta$  de la unidad DSFM-DU. Presentaremos y discutiremos dos procedimientos basados en dicha relación:

- un método simple, que sólo requiere la estimación del RMS del ruido en la salida de la unidad DSFM-DU,
- un segundo método, en el que tendremos en cuenta todo el espectro de respuesta de las salidas  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ .

#### 4.3.1. Calibración basada en la estimación RMS

El primer método de calibración se basa en adquirir las señales de salida  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$  durante un intervalo de tiempo, tanto con el láser encendido como apagado. Los datos con el láser apagado se obtienen para poder estimar y restar el ruido electrónico que no está relacionado con el ruido térmico del movimiento del fleje. En particular, para los flejes duros, donde el ruido térmico es muy pequeño, la calibración puede ser errónea si no se resta el ruido electrónico. Sin realizar esta diferencia, se asumiría, implícitamente, que todo el ruido medido (incluido el ruido electrónico) es ruido térmico. La potencia del ruido que está relacionada con el ruido térmico es,

$$\langle (u_{th})^2 \rangle = \langle u_{\text{on}}^2 \rangle_{\text{rms}} - \langle u_{\text{off}}^2 \rangle_{\text{rms}} \quad (4.5)$$

donde

$$\langle u_{\text{on/off}}^2 \rangle_{\text{rms}} = \frac{1}{T} \int_0^T u_{\text{on/off}}^2(t) dt \quad (4.6)$$

La señal de ruido  $\Delta u_{th}^x = \sqrt{\langle (u_{th}^x)^2 \rangle}$  de la salida  $u_x(t)$  está relacionada con el ruido en la fase, mientras que el ruido  $\Delta u_{th}^y = \sqrt{\langle (u_{th}^y)^2 \rangle}$  está relacionado con el ruido en la amplitud de oscilación. La relación (4.5) puede también aplicarse a las fluctuaciones medidas en la señal de

deflexión  $u_d(t)$ , por lo que  $\Delta u_{th}^d = \sqrt{\langle (u_{th}^d)^2 \rangle}$  es el ruido (en voltios) en la señal de deflexión del fleje. Recordemos que el ruido térmico se distribuye de igual forma entre las componentes en fase y fuera de fase. Por lo tanto, si la amplificación de las salidas  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ , así como de la deflexión  $u_d(t)$ , es la misma (esto último no es el caso general),

$$\Delta u_{th}^x = \Delta u_{th}^y = \Delta u_{th}^d / \sqrt{2} \quad (4.7)$$

dado que la señal total de deflexión y las señales en fase y fuera de fase están relacionadas por  $u_d^2(t) = u_x^2(t) + u_y^2(t)$  y, por tanto,  $\beta^x = \beta^y$  (ver, por ejemplo, capítulo 3). Los valores  $\Delta u_{th}^x$  y  $\Delta u_{th}^y$  pueden calcularse tanto a partir de las señales en función del tiempo  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$  (definidas por la relación (4.6)) o sumando (integrando) el espectro de ruido en el dominio de frecuencia. Debido a las diferentes normalizaciones que existen para la transformada de Fourier y para el PSD en la literatura (y en los paquetes de software), se ha considerado la primera opción como la más generalmente aceptada. Los factores de calibración se calculan directamente a partir de<sup>3</sup>,

$$\beta^x = \Delta z / \Delta u_{th}^x / \sqrt{2} = \beta^y = \Delta z / \Delta u_{th}^y / \sqrt{2}, \quad \beta^d = \Delta z / \Delta u_{th}^d \quad (4.8)$$

con  $\Delta z = \sqrt{kT/c}$  rms, ruido térmico en el movimiento (medido en nanómetros, a partir de la relación (4.1)).

### 4.3.2. Calibración usando el espectro de ruido térmico

El segundo método de calibración se basa en estimar el área bajo el espectro de ruido térmico, usando los valores obtenidos en el ajuste al modelo  $f(\nu)$  = “función Lorentziana + función de ruido electrónico”, con  $f(\nu)$  definida por la relación (4.2). En este contexto, recordemos que  $\int_0^\infty d\nu |G(\nu)|^2 = Q \nu_0 \pi/2$ , por lo que la “potencia del ruido térmico” medida a partir de los parámetros del ajuste es  $e_{th}^2 Q \nu_0 \pi/2$ , donde  $e_{th}^2$  es la intensidad de la señal térmica (unidades: V<sup>2</sup>/Hz). Como se ha discutido previamente, en el dominio de frecuencia la unidad DSFM-DU desplaza la señal de deflexión original  $u_d(\nu)$ , centrada en un entorno de la frecuencia de resonancia  $\nu_0$  a las señales  $u_x(\nu)$  y  $u_y(\nu)$  centradas en  $\nu_0 - \nu_r \approx bw/2$ , donde  $\nu_r$  es la frecuencia de referencia dada por la unidad DSFM-DU. Además, la señal original  $u_d(t)$  es amplificada por las ganancias internas de la unidad DSFM-DU. En principio, existen dos formas de procesar los datos obtenidos por la unidad DSFM-DU: los espectros  $|u_x(\nu)|^2$  y  $|u_y(\nu)|^2$  pueden ajustarse ya sea directamente a la función  $f(\nu)$  de la relación (4.2), dando un pico de resonancia cerca de  $bw/2$  (ver la figura 4.2) – o bien, es posible “deshacer” el desplazamiento de frecuencia inducido por la unidad DSFM-DU, añadiendo la frecuencia de referencia a la frecuencia de los espectros de potencia  $u_x(\nu)$  y  $u_y(\nu)$  para poder ajustar estos espectros transformados  $u_x(\nu + \nu_r)$  y  $u_y(\nu + \nu_r)$  (es decir, realizara una traslación de la función  $f(\nu)$ ),

- Opción 1:  $u_x(t) \rightarrow$  Transformada de Fourier y PSD  $\rightarrow |u_x(\nu)|^2 \rightarrow$  Ajuste  $\rightarrow \{e_{th}, Q, \nu_0, e_n\}$
- Opción 2:  $u_x(t) \rightarrow$  Transformada de Fourier y PSD  $\rightarrow |u_x(\nu)|^2 \rightarrow$  Desplazamiento de Frecuencia  $\rightarrow |u_x(\nu + \nu_r)|^2 \rightarrow$  Ajuste  $\rightarrow \{e_{th}, Q, \nu_0, e_n\}$

La segunda opción es la correcta, ya que la relación (4.1) es aplicable a la “verdadera” señal de deflexión con el pico de ruido térmico en la frecuencia de resonancia “correcta”  $\nu_0$ .

<sup>3</sup>ver la relación (4.7) para comprobar el origen del factor  $\sqrt{2}$ .

Por tanto, ajustamos el espectro desplazado en frecuencia  $|u_x(\nu + \nu_r)|^2$  al modelo  $f(\nu)$  de la relación (4.2), para poder obtener la densidad  $e_{th}$  de la función Lorentziana, el factor de calidad  $Q$ , la frecuencia de resonancia  $\nu_0$  y la densidad de ruido  $e_n$  no Lorentziano. Para el espectro experimental de  $u_d(t)$ , la relación (4.1) puede reescribirse como,

$$\begin{aligned} \frac{1}{2}kT &= \frac{c}{2}\langle z_{th}^2(t) \rangle_{\text{rms}} = \frac{c}{2} \int d\nu z_{th}^2 |G(\nu)|^2 = \frac{c}{2} \int d\nu \left( e_{th}^d \beta^d \right)^2 |G(\nu)|^2 = \\ &= \frac{c}{2} Q \nu_0 \frac{\pi}{2} \left( e_{th}^d \beta^d \right)^2 \Rightarrow \beta^d = \frac{1}{e_{th}^d} \sqrt{\frac{2kT}{\pi c Q \nu_0}} \end{aligned} \quad (4.9)$$

donde  $\beta^d$  (nm/V) es el factor que convierte la señal de deflexión  $u_d(t)$  (en voltios) a la amplitud física  $z(t)$  (en nanómetros):  $z(t) = \beta^d u_d(t)$ . De igual forma,  $\beta^x$  y  $\beta^y$  traducen las señales  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$  de las componentes en fase y fuera de fase de la deflexión del fleje. Para las salidas  $u_x(t)$  (y  $u_y(t)$ ) la relación (4.1) es

$$\begin{aligned} \frac{1}{2}kT &= \frac{c}{2} \int d\nu \left( (e_{th}^x \beta^x)^2 + (e_{th}^y \beta^y)^2 \right) |g(\nu + \nu_r)|^2 = 2 \frac{c}{2} Q \nu_0 \frac{\pi}{2} (e_{th}^x \beta^x)^2 \\ &\Rightarrow \beta^x = \frac{1}{\sqrt{2} e_{th}^x} \sqrt{\frac{2kT}{\pi c Q \nu_0}} = \frac{1}{\sqrt{2} e_{th}^y} \sqrt{\frac{2kT}{\pi c Q \nu_0}} = \beta^y \end{aligned} \quad (4.10)$$

La última relación en (4.10) se obtiene porque (en este trabajo) la amplificación de las salidas  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$  es la misma; por lo tanto, como se discutió previamente,  $\beta^x = \beta^y$ .

## 4.4. Resultados

### 4.4.1. Flejes “blandos”

En esta sección discutiremos los resultados experimentales obtenidos para un fleje relativamente blando (fleje de Silicio Olympus , longitud=240  $\mu\text{m}$ , constante de fuerza nominal  $c = 2$  N/m) cuya constante de fuerza se determinó de forma precisa ( $c = 1.6$  N/m) usando el método de Sader [37] con el factor de calidad  $Q$  y la frecuencia de resonancia  $\nu_0$  (obtenidos ambos con el segundo método, ver la sección siguiente y la tabla 4.1).

Primero, discutiremos los resultados de la calibración RMS, usando los datos que se muestran en los recuadros de la figura 4.2. Los datos adquiridos con el analizador de espectro se corresponden con las medidas en el dominio del tiempo. Los datos de la unidad DSFM-DU se muestran como un gráfico de dispersión ( $u_x(t), u_y(t)$ ), tal y como se observarían en un osciloscopio en el modo  $x - y$ . Los datos pertenecen a las medidas con el láser encendido y apagado. El diámetro del gráfico de dispersión es proporcional a las fluctuaciones en ambas direcciones. Los datos correspondientes a la señal de deflexión  $u_d(t)$  se muestran como un función del tiempo (tanto para el láser encendido como apagado). Los resultados obtenidos para el primer método se resumen en la columna izquierda de la tabla 4.1 (con el nombre “Primer procedimiento”).

Para comprobar el segundo método, se adquirieron datos usando las diferentes opciones experimentales mostradas en el esquema de la figura 4.1. Esencialmente, la idea es medir el espectro del ruido térmico: directamente usando la función de ruido del amplificador lock-in (o

el analizador de espectro) o bien adquiriendo los datos en función del tiempo usando el analizador de espectro, el osciloscopio digital o la electrónica de nuestro sistema SFM con el ancho de banda apropiado (calculando posteriormente el PSD tras la adquisición).

Los parámetros  $Q$ ,  $\nu_0$  y  $e_{th}$  se obtienen de los ajustes de los espectros mostrados en la figura 4.2. La columna de la derecha en la tabla 4.1 (bajo el nombre “Segundo procedimiento”) resumen los resultados del segundo procedimiento de calibración cuando se aplica a los datos de deflexión  $u_d(t)$  y a la señal fuera de fase  $u_y(t)$  de la unidad DSFM-DU.

Comentaremos ahora los diferentes campos de la tabla. El amplificador Lock-in se usa para medir la densidad de ruido, y, por tanto, no adquiere datos en el dominio del tiempo. El primer procedimiento no es aplicable y los campos correspondientes están vacíos. El analizador de espectro permite la medida simultánea de los datos en el dominio del tiempo y del espectro de potencia, por lo que ambos procedimientos pueden aplicarse. Para este fleje con ruido térmico relativamente elevado ( $\Delta z = \sqrt{kT/c} \simeq 50$  pm) ambos procedimientos de calibración ofrecen resultados semejantes, aunque el segundo procedimiento es más preciso. Para poder comparar los resultados obtenidos de la señal de deflexión con los de las salidas de la unidad DSFM-DU se ha introducido un factor de calibración normalizado  $\beta_N$  que tiene en cuenta la ganancia interna de la unidad DSFM-DU. Este factor debería ser el mismo para los datos de deflexión y para las salidas de la unidad DSFM-DU, y este es el caso que se encuentra experimentalmente dentro del error de las medidas.

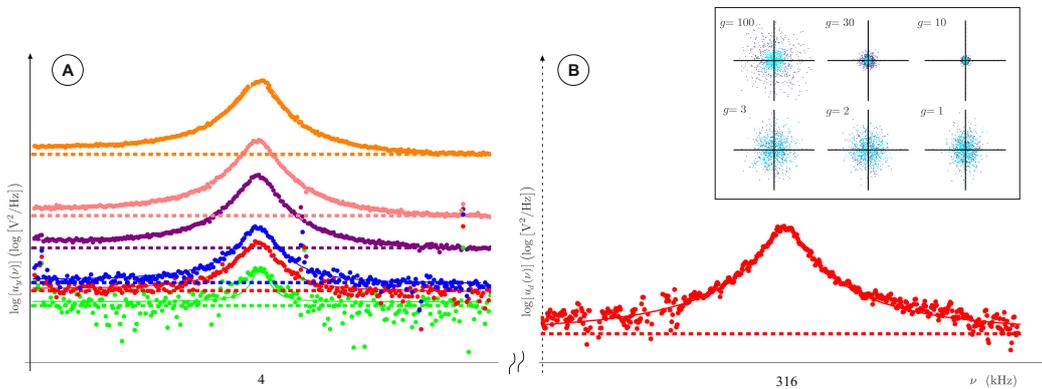


Figura 4.3: Datos de ruido térmico adquiridos para una fleje duro ( $c = 67$  N/m). Gráfica (A), izquierda: PSD de las salidas  $u_y(t)$  de la unidad DSFM-DU adquiridas para diferentes ganancias de entrada:  $g = 1, 2, 3, 10, 30$  y  $100$ . Nótese que en esta figura se ha escogido la representación logarítmica para poder comprimir la escala vertical, de forma que todos los espectros de las diferentes ganancias fueran visibles. Gráfico (B), gráfica inferior derecha: espectro de la señal de deflexión frente al tiempo,  $u_d(t)$ , medida con un osciloscopio digital. Recuadro: gráfico de dispersión para la fase frente a la amplitud ( $u_x(t), u_y(t)$ ) a partir de los datos que se usaron para calcular el espectro  $u_y(\nu)$  mostrado a la izquierda; en azul oscuro: señales con el láser encendido; en azul claro: señales con el láser apagado. Los tres gráficos de dispersión superiores de la figura se corresponden a los datos ( $u_x(t), u_y(t)$ ) para ganancias  $g = 100, 30$  y  $10$ ; los tres gráficos de dispersión inferiores se corresponden a los datos ( $u_x(t), u_y(t)$ ) con ganancias  $g = 3, 2$  y  $1$ .

#### 4.4.2. Fleje “duro”

La figura 4.3 muestra el espectro de deflexión y de las salidas de la unidad DSFM-DU para un fleje duro ( $c = 67 \text{ N/m}$ , según el método de Sader [37]), con una amplitud de ruido térmico pequeña ( $\Delta z = \sqrt{kT/c} \simeq 8 \text{ pm}$ ). En este caso, se muestran los datos para las diferentes ganancias de la unidad DSFM-DU y los espectros obtenidos a partir del PSD (calculado) de las señales en el dominio del tiempo adquiridas por la unidad de control SFM. Para ser más precisos: el PSD se calcula a partir de las imágenes  $u_y$  adquiridas con el fleje lejos de cualquier superficie a la máxima velocidad de adquisición, sin barrer en las direcciones  $x - y$  y sin que se aplique ninguna excitación al piezo del fleje. Para cada línea, se calcula el PSD y finalmente se promedian todos los espectros de las diferentes líneas de la imagen  $u_y$  para obtener una espectro promedio.

Nótese que, para flejes duros, la frecuencia de resonancia yace fuera del ancho de banda típico de los conversores analógico-digitales empleados en la electrónica de las unidades SFM (usualmente, 16 bits o más, y, por tanto, más lentos), por lo que el ruido térmico del movimiento del fleje no puede “verse” directamente en la señal de fuerza normal (señal de deflexión) digitalizada,  $u_d(t)$ . En contraste, el pico de ruido térmico puede trasladarse fácilmente al ancho de banda de los conversores analógico-digitales cuando se usan las señales  $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ , dado que este ruido aparece a una frecuencia mucho más baja que la frecuencia de resonancia. Para estos flejes duros, la señal de ruido térmico es, en general, significativamente más pequeña que el ruido electrónico y que otras fluctuaciones no térmicas. En nuestro montaje, este es el caso observado para la señal de deflexión directa así como para las salidas de la unidad DSFM-DU cuando su ganancia interna es más pequeña que  $g = 10$  (véanse los gráficos de dispersión en los recuadros de la figura 4.3). Por lo tanto, es fundamental “normalizar” la señal medida restando el ruido electrónico (láser apagado) del ruido total (láser encendido) como se discutió previamente (ver relación (4.5)). Aún así, para ganancias pequeñas, el primer procedimiento no ofrece resultados satisfactorios y sólo el segundo método es lo suficientemente preciso. De hecho, el segundo procedimiento aún funciona para ganancias tan pequeñas como  $g = 1$  así como para la señal de deflexión. Obsérvese que para estas ganancias tan bajas casi todo el ruido es electrónico. El ajuste a la función  $f(\nu) = e_{th}^2 |g(\nu)|^2 + e_n^2$  es pues, un filtro muy eficiente para descartar el ruido que no posee un origen térmico. En estos flejes “duros”, se observa que, para ganancias altas, los factores de calibración experimentales no son compatibles con los valores esperados, dentro del error de nuestras medidas. La explicación de esta diferencia parece hallarse no en los procedimientos de calibración, sino en la respuesta del fotodiodo empleado en las medidas (la respuesta no es lo suficientemente rápida para las frecuencias de resonancia de los flejes duros).

### 4.5. Calibración de la fuerza normal

El método que hemos desarrollado para la calibración de la amplitud de oscilación puede extenderse a la calibración de la señal de fuerza normal,  $u_d(t)$ . Concretamente, en esta sección aplicaremos el segundo método al espectro de la señal de deflexión. En un experimento fuerza frente a distancia ( $F$  vs.  $Z$ ), el osciloscopio nos permite combinar:

- Un experimento AC: para calibrar la amplitud en DSFM.
- Un experimento DC: la curva fuerza frente a distancia, de la que obtenemos la calibración

clásica.

Como se puede observar en la figura 4.4, las medidas en fuerza normal mantienen una relación unitaria: “ganancia dinámica (amplitud)” = “ganancia estática ( $F$  vs.  $Z$ )” = 1. Sin embargo, para la calibración térmica es necesario conocer las ganancias de nuestro sistema experimental (que, usualmente, pueden seleccionarse).

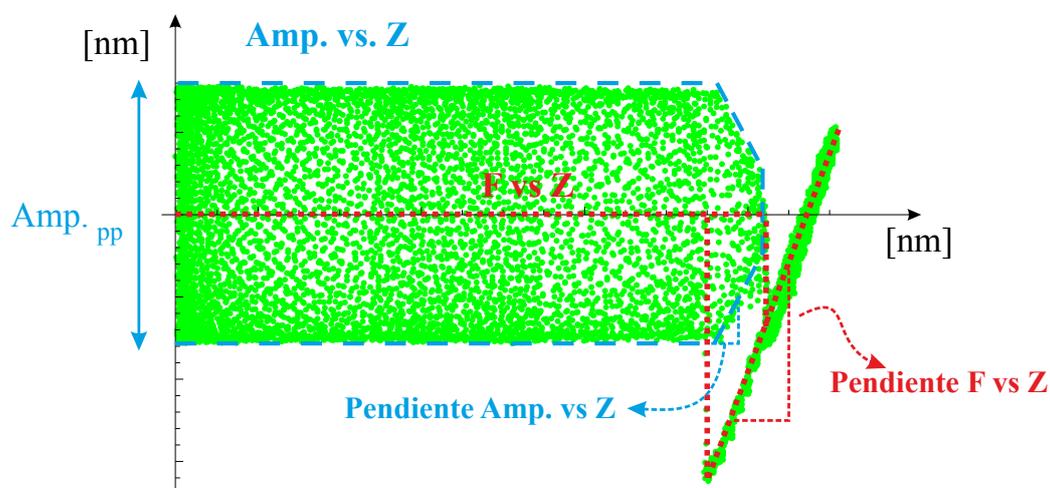


Figura 4.4: Señal de fuerza normal obtenida en el osciloscopio. La pendiente unitaria que se observa cuando ambos ejes están en nanómetros, implica que la amplitud y la fuerza normal están calibradas adecuadamente. Los datos de color verde, reflejan la señal de fuerza normal oscilante que en ganancia unitaria coincide con la amplitud de oscilación. La curva discontinua azul, es la envolvente de la amplitud pico a pico. La curva roja refleja el experimento clásico de fuerza frente a distancia.

La relación (4.1) nos permite obtener la calibración térmica de  $u_d(t)$  a partir de su espectro, de la misma forma que se desarrolló en el caso de la amplitud de oscilación<sup>4</sup>. Para comprobar que la calibración de  $u_d(t)$  mediante ruido térmico era compatible con la calibración clásica con curvas  $F$  vs.  $Z$ , se obtuvieron los datos que se muestran en la tabla 4.3. Los resultados de ambas calibraciones son compatibles por lo que la calibración de  $u_d(t)$  sin contacto entre punta y muestra es posible.

<sup>4</sup>Nótese que es posible una tercera vía de calibración, pues también sería posible usar el valor RMS de la señal de salida de  $u_d(t)$ , al igual que en el caso de la amplitud de oscilación.

	$c$ (N/m)	Cal. térmica (nm/V)	Cal. $F$ vs. $Z$ (nm/V)
Silicio	2.27	$\beta_G = 6.9 \pm 0.1$ $\beta_N = 123 \pm 2$	$\beta_G = 7.7 \pm 0.8$ $\beta_N = 136 \pm 16$
Nitruro de Silicio	0.60	$\beta_G = 3.0 \pm 0.1$ $\beta_N = 53 \pm 1$	$\beta_G = 2.5 \pm 0.7$ $\beta_N = 44 \pm 8$

Tabla 4.3: Resultados experimentales para la calibración de la fuerza normal mediante ruido térmico y usando la pendiente de la curva fuerza frente a distancia. Además de la calibración de  $u_d(t)$  dada por  $\beta_N$ , hemos obtenido la calibración de la amplitud de oscilación  $\beta_G$  (para ganancia  $g = 30$ ).

La señal  $u_d(t)$  es independiente de la ganancia seleccionada en nuestro sistema. Al obtenerla mediante un osciloscopio estaremos en disposición de calibrarla. Esto implica (ver figura 4.4) que podemos obtener directamente la calibración de la amplitud de oscilación a partir de la calibración de  $u_d(t)$ , siempre que estemos en ganancia unitaria. Dado que la amplitud de oscilación depende de las ganancias de nuestro sistema, en cualquier otra ganancia no unitaria necesitaremos aplicar la relación concreta que conecte la calibración de  $u_d(t)$  con la calibración de la amplitud de oscilación. En última instancia, esta relación depende de qué ganancias han sido definidas como unitarias en el sistema de medida<sup>5</sup>.

## 4.6. Conclusión

Hemos presentado dos métodos de calibración de la amplitud de oscilación en DSFM, uno basado en un cálculo simple del valor RMS de las señales de salida  $u_x(t)$  y/o  $u_y(t)$  de la unidad DSFM-DU, y el otro basado en el análisis del espectro correspondiente  $u_x(\nu)$  y/o  $u_y(\nu)$  y el cálculo de los parámetros  $Q$ ,  $\nu_0$ ,  $e_{th}$  y  $e_n$ . A partir del resumen de los resultados presentado en las tablas 4.1 y 4.2, concluimos que ambos métodos ofrecen resultados consistentes, siendo el segundo método considerablemente más preciso y robusto. Esto lo observamos, en particular, para el caso de los flejes duros donde el ruido térmico tiene una amplitud muy pequeña y la relación señal/ruido del ruido térmico (que en nuestro caso es la señal “buena”) frente a otras fuentes de ruido es considerablemente menor que en el caso de los flejes blandos. El segundo método además, tiene diversas ventajas: primero, “filtra” explícitamente el ruido térmico del resto de fuentes de ruido, ya que sólo considera señales cuyo espectro tiene una forma Lorentziana; las señales que no son compatibles con esta forma se llevan al factor constante  $e_n$  y la potencia de la señal correspondientes se descarta en el cálculo de la sensibilidad de la amplitud.

Por otra parte, ajustar el PSD de la señal para obtener cuatro parámetros  $Q$ ,  $\nu_0$ ,  $e_{th}$  y  $e_n$  conduce a un promedio muy efectivo de los datos, y, por tanto, se realiza una mejora adicional de la estimación de la potencia del ruido térmico. Finalmente, desde un punto de vista puramente teórico, el primer método no es del todo correcto pues es sólo una aproximación válida para

<sup>5</sup>En esta tesis, el sistema electrónico empleado definía la ganancia  $g = 2$  como ganancia unitaria.

factores de calidad  $Q$  altos. De hecho, el primer método sólo “ve” ruido térmico en el ancho de banda  $1/\tau \ll \nu_0$  alrededor del pico de resonancia, pero no el resto del ruido presente en la función Lorentziana ni tampoco el ruido de baja frecuencia (desde DC hasta  $\nu_0 - bw/2$ , ver el capítulo 3 para una discusión más detallada). Cuando se usa el primer método este ruido es filtrado por la unidad DSFM-DU y, por tanto, se pierde; de esta forma, el primer método subestima el ruido y sobreestima la sensibilidad de la amplitud. Dado que la relación entre el ruido térmico en el pico de resonancia y el ruido térmico en la zona de baja frecuencia (la cola de la Lorentziana) es  $Q : 1$  (ver la sección 3.2 del capítulo 3) este error es despreciable para experimentos en aire y vacío, pero significativamente grande en medios líquidos (debido a la reducción del factor  $Q$ ). Cuando se emplea el segundo método, el ruido de baja frecuencia no se ignora, puesto que el ajuste al espectro experimental (desplazado en frecuencia) describe el espectro completo del ruido; por lo tanto, la relación (4.10) “recupera” el ruido térmico completo, incluso el filtrado por la unidad DSFM-DU. Finalmente, la determinación de los parámetros  $e_{th}$ ,  $Q$  y  $\nu_0$  usando las salidas de la unidad DSFM-DU implica una mejora significativa de la señal ya que pueden usarse las ganancias de la unidad DSFM-DU y el principio de detección lock-in, que implica una reducción importante del ancho de banda.

Siguiendo los pasos de la calibración de la amplitud de oscilación, hemos desarrollado un método para la calibración de la fuerza normal. La técnica desarrollada evita el contacto entre punta y muestra manteniendo un resultado compatible con el método usual de curvas fuerza frente a distancia. Al mismo tiempo, conocida las ganancias del sistema de medida es posible obtener la calibración de la amplitud de oscilación a partir de la calibración de la fuerza normal y viceversa.

Hemos presentado pues, un esquema para la calibración de la amplitud de oscilación y para la fuerza normal basado en la medida del ruido térmico tras su procesado por una unidad típica DSFM-DU. Este esquema de calibración depende sólo del conocimiento de la constante de fuerza y de la temperatura del fleje, pero no implica hipótesis a priori sobre la interacción específica entre punta y muestra, sobre la relación entre la amplitud y el desplazamiento del piezo ni sobre la relación entre la frecuencia y la amplitud. Más aún, el método es conceptual y experimentalmente simple: sólo es necesario adquirir los datos de amplitud y/o fase ( $u_x(t)$  y  $u_y(t)$ ). Es experimentalmente robusto, reproducible y puede aplicarse en diferentes medios (UHV, aire, líquidos).

		Primer Procedimiento				Segundo Procedimiento					
	Unidades →	$u_{on}^{rms}$ mV	$u_{off}^{rms}$ mV	$u_{th}^{rms}$ mV	$\beta_{rms}$ nm/V	$\nu$ Hz	$Q$	$\epsilon_{th}$ V/ $\sqrt{\text{Hz}} \cdot 10^{-6}$	$\epsilon_n$ V/ $\sqrt{\text{Hz}} \cdot 10^{-6}$	$\beta_{10}^{PSD}$ nm/V	$\beta_N^{PSD}$ nm/V
DSP	$\langle u_g(t) \rangle$	5.38	0.72	5.33	9.68	67438.0(±1.4ppm)	138.6(±0.6%)	1.3(±0.5%)	30(±1.9%)	10.39(±0.8%)	36.7(±0.8%)
	$u_d(t)$	—	—	—	—	67440(±40ppm)	137(±2.4%)	0.35(±2.4%)	3(±66%)	—	38.7(±3.6%)
LI	$\langle u_g(t) \rangle$	—	—	—	—	67440(±30ppm)	139(±1.6%)	1.3(±1.6%)	20(±13%)	10.35(±1.1%)	36.6(±2.4%)
	$u_d(t)$	1.77	0.39	1.72	29.9	67441(±160ppm)	140(±6.3%)	0.30(±5%)	5(±12%)	—	39(±8%)
AA	$u_d(t)$	—	—	—	—	67440(±5ppm)	137.8(±0.22%)	1.33(±0.2%)	20(±1.5%)	10.12(±0.3%)	35.8(±0.3%)
	$\langle u_g(t) \rangle$	5.40	0.56	5.37	9.61	67440(±5ppm)	137.8(±0.22%)	1.33(±0.2%)	20(±1.5%)	10.12(±0.3%)	35.8(±0.3%)

Tabla 4.1: Resultados obtenidos con los dos procedimientos de calibración aplicados a la medida de la deflexión y amplitud de ruido térmico de un feje *blando* con constante de fuerza,  $c = 1.6 \text{ N/m}$ .

		Primer Procedimiento					Segundo Procedimiento				
Unidades $\rightarrow$	$u_{on}^{rms}$	$u_{off}^{rms}$	$u_{th}^{rms}$	$\beta^{rms}$	$\beta_N^{rms}$	$\nu$	$Q$	$\epsilon_{th}$	$\beta_G^{PSD}$	$\beta_N^{PSD}$	
	mV	mV	mV	nm/V	nm/V	Hz		$V/\sqrt{Hz} \cdot 10^{-9}$	nm/V	nm/V	
<b>Osci</b>											
$\langle u_d(t) \rangle$	0.77	0.68	0.36	-	20	316066( $\pm 7$ ppm)	588( $\pm 1.3$ %)	8.6( $\pm 8$ %)	-	53( $\pm 9$ %)	
$\langle u_y(t) \rangle_{G=1}$	0.314	0.299	0.095	80	30	316060( $\pm 120$ ppm)	580( $\pm 22$ %)	3.2( $\pm 18$ %)	140( $\pm 29$ %)	51( $\pm 29$ %)	
$\langle u_y(t) \rangle_{G=2}$	0.33	0.29	0.16	50	40	316050( $\pm 73$ ppm)	570( $\pm 13$ %)	6.5( $\pm 11$ %)	72( $\pm 18$ %)	50( $\pm 18$ %)	
$\langle u_y(t) \rangle_{G=3}$	0.36	0.30	0.21	40	40	316050( $\pm 59$ ppm)	570( $\pm 13$ %)	9.4( $\pm 9$ %)	50( $\pm 14$ %)	51( $\pm 14$ %)	
$\langle u_y(t) \rangle_{G=10}$	0.73	0.38	0.63	13	44	316054( $\pm 6$ ppm)	570( $\pm 1.3$ %)	33( $\pm 1$ %)	14.1( $\pm 1.7$ %)	50.1( $\pm 1.7$ %)	
$\langle u_y(t) \rangle_{G=30}$	1.53	0.60	1.41	5.6	48	316053( $\pm 0.4$ ppm)	576( $\pm 0.67$ %)	74.8( $\pm 0.56$ %)	6.21( $\pm 0.9$ %)	53.2( $\pm 0.9$ %)	
$\langle u_y(t) \rangle_{G=100}$	6.24	2.02	5.91	1.33	53	316055( $\pm 0.3$ ppm)	563( $\pm 0.6$ %)	316.2( $\pm 0.51$ %)	1.49( $\pm 0.8$ %)	52.9( $\pm 0.8$ %)	

Tabla 4.2: Resultados obtenidos a partir de los dos procedimientos de calibración para un fleje *duro* (constante de fuerza,  $c = 67$  N/m).



# 5 || Ruido en la interacción punta–muestra

**RESUMEN:** En este capítulo, se estudiará el ruido asociado a la interacción punta–muestra en [DSFM](#). En el capítulo anterior analizamos el ruido térmico como la contribución más importante al ruido detectable en frecuencia. Si existe interacción punta–muestra, los experimentos demuestran que existe una fuente adicional de ruido, muy superior al ruido térmico, que contiene información sobre la naturaleza química de la muestra. A través de diferentes técnicas (espectroscopía de fuerzas, modos 3D  $(x, y)$ , Microscopía Kelvin ([KPM](#)), etc.), se analiza y caracteriza este ruido. La muestra estudiada es grafito donde se ha crecido una capa de una sustancia anfífila.

## 5.1. Introducción

En el desarrollo de este capítulo, seguiremos centrándonos en la técnica [DSFM](#), puesto que en ella la interacción entre punta y muestra es mínima. Como ya se ha discutido en los capítulos precedentes, en [DSFM](#), se produce una oscilación forzada del fleje mientras se mide y controla la respuesta dinámica del sistema a través de otras magnitudes como son: la amplitud de oscilación, la frecuencia de resonancia o el desfase entre la señal de salida y entrada. A partir de esta técnica surgen diferentes variaciones: modo de no contacto, contacto intermitente (*tapping*), modulación en frecuencia ([FM-DSFM](#)) y modulación en amplitud ([AM-DSFM](#))<sup>1</sup>. Independientemente de la técnica usada, el microscopio de fuerzas, como instrumento científico, ve mermada su precisión ya que el ruido limita su resolución.

### 5.1.1. Fuentes de ruido

En esta sección, vamos a introducir los diferentes componentes que contribuyen al ruido. Cada elemento que constituye el [SFM](#) genera una señal de ruido: el fleje, la punta, los amplificadores de señal, el láser, etc. Seleccionando las principales fuentes de ruido del sistema, podemos realizar la siguiente clasificación:

---

<sup>1</sup>Ver, por ejemplo, la referencia [\[83\]](#) para algunas aplicaciones y [\[84\]](#) para un estudio de la interacción punta–muestra en modo de no contacto. Para un enfoque general de las técnicas, ver [\[31\]](#). En el caso de [DSFM](#), en particular, ver [\[63\]](#), [\[85\]](#) y [\[86\]](#).

- Ruidos intrínsecos del sistema físico: la mayor parte de ellos pueden caracterizarse a través del parámetro  $RIN^2$  (*relative intensity noise*), que es aditivo, y, por tanto, más sencillo de manipular en cálculos.
  - *Shot noise*: aparece debido a las fluctuaciones estadísticas del fotodetector. Esto es, si consideramos un haz formado por  $n$  fotones, tendremos una fluctuación de  $\Delta n = \sqrt{n}$  fotones.
  - Intensidad del láser: un problema muy común en los diodos láser es la emisión espontánea. Es interesante el hecho de que el propio diodo láser, como fuente térmica, es un amplificador de ruido.
  - Inestabilidades mecánicas: éstas pueden ser inherentes al sistema, o bien, pueden producirse por un mal ajuste de éste (fijación del fleje, soportes, etc.).
- Ruido térmico: de todas las fuentes de ruido mencionadas anteriormente, en general, el ruido térmico establece el límite fundamental de las técnicas en SFM. Este límite es una consecuencia directa del Teorema de Equipartición (relación (3.1)). Como se discutió en el capítulo 3, la interacción punta–muestra puede registrarse como un desplazamiento de la frecuencia de resonancia, pero el ruido térmico limitaba la magnitud de dichos desplazamientos que es posible registrar (relación (3.20)).

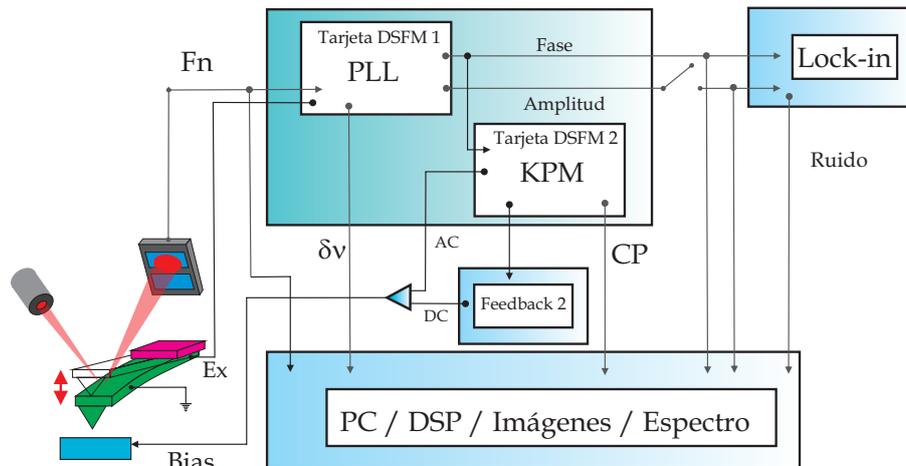


Figura 5.1: Esquema de detección de ruido.

## 5.2. Experimentos

En los experimentos de este capítulo hemos aplicado las técnicas ya descritas en la introducción: DSFM, KPM y Modos 3D ( $x, y$ ). En lo que sigue, se detalla la preparación de las muestras y los instrumentos de medida.

<sup>2</sup>El RIN suele tratarse como una definición del ruido. Si  $P$  es la potencia óptica del láser, tenemos que  $RIN \equiv \langle \Delta P^2 \rangle / \langle P^2 \rangle$ . Dado que al incidir en el fotodetector se genera una corriente, dada por  $i = \eta P$ , siendo  $\eta$  un factor de conversión, tenemos que  $RIN \equiv \langle \Delta i^2 \rangle / \langle i^2 \rangle$ . Para más detalles, consultar [87].

### 5.2.1. Esquema experimental

El esquema experimental se puede desglosar en los siguientes puntos:

- **Preparación inicial del experimento.** Es importante colocar la punta con antelación y permitir que el sistema se estabilice mecánica y térmicamente. Hemos usado flejes de Silicio, con una constante de fuerza de 2 N/m y una frecuencia de resonancia en torno a los 80 KHz. El microscopio que hemos usado es un modelo de Nanotec (Cervantes AFM system), acompañado de una unidad DSP (Dulcinea) y el software para tratamiento de datos (WSxM<sup>®</sup> [88]). El láser usado es de fibra óptica, cuyo ruido es menor que el correspondiente al láser de diodo. Para la adquisición de los datos de ruido, hemos empleado el DSP Amplificador lock-in de Stanford Research Systems, modelo SR830 [22] (ver figura 5.2).

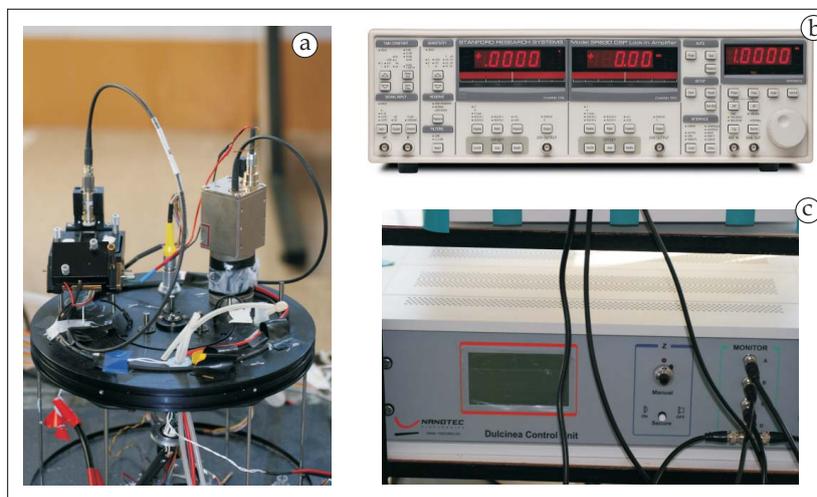


Figura 5.2: Instrumentos empleados en las medidas: (a) Microscopío SFM, (b) lock-in y (c) Dulcinea DSP.

- **Preparación de la muestra.** Como veremos en los resultados, hemos elegido un sustrato de Grafito Pirofítico Altamente Ordenado (HOPG) de entre un conjunto de superficies posibles. Esta muestra requiere ser exfoliada, con el fin de obtener una superficie lo más limpia posible. Sobre dicha superficie procedemos a depositar las moléculas que nos permitirán realizar nuestro experimento. La muestra así preparada se fija sobre un porta metálico mediante pintura de plata, por lo que es necesario esperar a su secado (con el fin de evitar inestabilidades).
- **Aplicación de las diferentes técnicas.** Se toman imágenes simultáneas de topografía, ruido, fuerza normal, fase, Kelvin, frecuencia y amplitud. En este paso, también englobamos la preparación del lock-in, seleccionando la frecuencia a partir de la inspección de los datos obtenidos en la fuerza normal. Los modos 3D, se aplican al final de cada proceso, ya que es en estos donde es posible que la punta sufra más daños por entrar en contacto con la superficie.

- **Medición de ruido.** Para medir experimentalmente el ruido de la interacción punta–muestra, usaremos un lock–in externo, al que alimentaremos con la señal de fase. El lock–in externo, operando para medir ruido, se ajusta con una señal de referencia  $\nu_{\text{ref}} \sim 2.5 - 4$  KHz, y un ancho de banda  $\Delta\nu_{\text{bw}} \sim 0.5 - 2$  KHz. Estos valores se obtienen analizando la fuerza normal, como puede verse en la figura 5.3. Para poder obtener la resolución adecuada es necesario que el experimento sea lento, pues la medida de ruido es intrínsecamente lenta. Las medidas que hemos realizado tenían una duración media en torno a las 30 horas. El SFM empleado en las medidas se mantuvo estable en dichos períodos de tiempo, no mostrando un *drift* que “estropease” las imágenes.

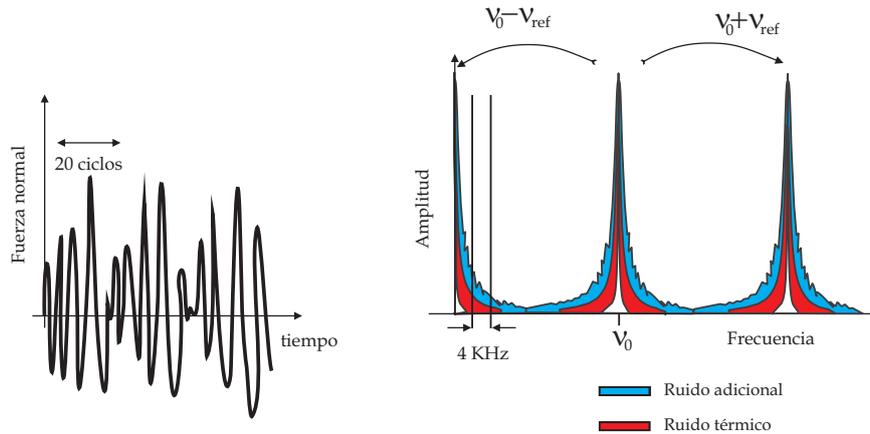


Figura 5.3: Inspección de la fuerza normal en el osciloscopio y selección de fase en el lock–in, respectivamente.

Hay que señalar aquí, que se ha escogido como señal de referencia en el lock–in DSFM, la fase en lugar de la amplitud, pese a que podría haberse escogido esta última (ver figura 5.1). Esto se debe a que la amplitud es una señal que está en torno a los 2–3 V de continua, un valor lo suficientemente grande como para saturar el lock–in. Por ello, es difícil medir las pequeñas variaciones asociadas al ruido, ya que están sobreimpuestas a un valor continuo muy grande. Lo más conveniente es emplear la fase, puesto que el PLL nos asegurará que el valor de la misma estará en torno al 0 y las posibles variaciones no saturarán al lock–in. Por otro lado, sería posible emplear la señal de amplitud si usáramos un filtro paso–alto, con lo que eliminaríamos la señal de continua y sólo nos quedaríamos con las variaciones rápidas del ruido.

### 5.2.2. Selección de muestras

Elegir la superficie que ponga de manifiesto la naturaleza del ruido en la interacción punta–muestra no es trivial. Para evitar que exista ruido adicional asociado a la topografía, se escogió un sustrato cuya superficie estuviera, esencialmente, formada por planos y fuese sencilla de preparar para cada experimento. En este caso, el sustrato elegido fue grafito ya que, de esta forma, se consigue:

- evitar que las irregularidades de la superficie afectaran a la señal de ruido (morfología

rugosa, demasiados desniveles, etc),

- una superficie regular sobre la que crecer una capa de moléculas, con propiedades químicas diferentes a las del sustrato,
- un sustrato fácil de preparar, ya que el grafito sólo requiere ser exfoliado y este proceso es sencillo. Además, el grafito es comúnmente empleado en los experimentos de SFM y sus propiedades son conocidas.

Si sólo hubiera grafito, la interacción no variaría y se obtendrían imágenes homogéneas (salvo por los conocidos escalones o imperfecciones que pudieran estar presentes). Sobre esta superficie se decidió preparar un material químicamente diferente. En la bibliografía pueden encontrarse diversos experimentos con materiales de diversa hidrofobicidad (o hidrofiliidad) [89]. Como sabemos, el grafito es un material hidrófobo<sup>3</sup>. Así pues, podríamos obtener una variación en la interacción introduciendo un material que formara estructuras hidrófilas. En nuestro caso, hemos elegido el Dodecilsulfato sódico (SDS), ( $C_{12}H_{25}SO_4Na$ ), que es un compuesto anfifílico, cuya estructura molecular le permite crear estructuras con propiedades hidrófilas[90] fácilmente reconocibles en topografía: micelas, capas de compuesto y estructuras tubulares. La hipótesis que guió este capítulo se basó en la posible formación de estructuras de diferente hidrofiliidad en la superficie del grafito, de tal forma que los datos reflejasen la existencia de diferencias de interacción. Como se detallará, dicha interacción generó una señal que pudo registrarse en los datos de fase y frecuencia<sup>4</sup>.

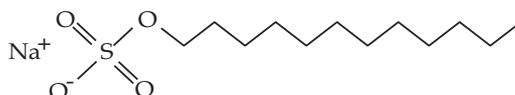


Figura 5.4: Molécula de SDS, con la cabeza polar (hidrófila) y el extremo apolar (hidrófobo). La longitud de la molécula es de 1.65 nm.

Se ha calculado la concentración necesaria para crecer una monocapa de SDS mediante un modelo simple<sup>5</sup>. Para ello, el volumen efectivo de una molécula de SDS viene dado por,

$$V_{\text{eff}} = \frac{Mm}{\rho N_A} \approx 1\text{nm}^3 \quad (5.1)$$

siendo  $Mm$ , la masa molecular del SDS (288.38 g/mol),  $\rho$  su densidad (1.01 g/mL) y  $N_A$  el número de Avogadro. Supongamos, además, que sobre la monocapa de SDS tenemos el disolvente formando una película de 100  $\mu\text{m}$  de espesor. Las moléculas de SDS se esparcirán por el disolvente, de tal forma que tendremos un molécula de SDS por cada  $10^5$  de disolvente. Por lo tanto, para obtener la monocapa será necesaria una concentración de  $10^{-5}$  g/L. La preparación del SDS se realiza a partir de una muestra más concentrada que se diluye convenientemente con agua

<sup>3</sup>Algo que puede comprobarse midiendo el ángulo de contacto de la superficie.

<sup>4</sup>La relación entre las propiedades físicoquímicas de la muestra y los datos de fase y frecuencia es estándar en DSFM.

<sup>5</sup>En este modelo no se ha tenido en cuenta el tipo de superficie (hidrófoba o hidrófila, lo que determina si es posible formar gota) sobre la que se crece la película, ni tampoco cómo desaparece el disolvente. Por ello, en los experimentos no aparecerá sólo una monocapa, sino que estarán también presentes bicapas e islas de diferentes espesores.

ultrapura. La deposición sobre la superficie de grafito se realiza mediante *drop casting*, que es el método que mejores resultados ha ofrecido<sup>6</sup>. Parte del agua se retiraba con posterioridad, empleando para ello papel absorbente.

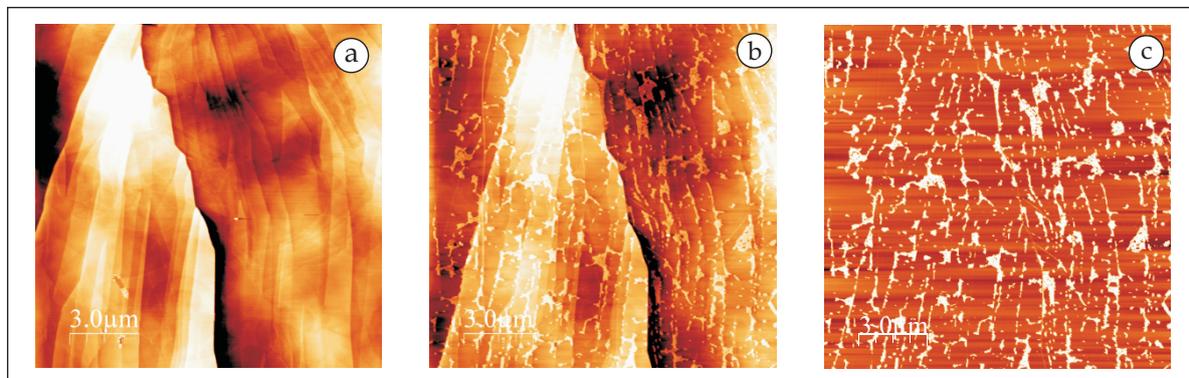


Figura 5.5: Imágenes topográficas: (a) muestra de HOPG recién exfoliada ( $\Delta z = 24$  nm), (b) después de depositar SDS ( $\Delta z = 24$  nm); (c) imagen de frecuencia de (b) ( $\Delta z = 657$  Hz) donde se observa el contraste entre zonas de diferente material. La imagen correspondiente de (a) no se muestra ya que es completamente plana. Obsérvese que tanto en (a) como en (b) estamos en la misma zona de la muestra.

En la figura 5.5 puede observarse la topografía de la misma zona antes y después de formar la película de SDS sobre la superficie de grafito<sup>7</sup>. El SDS tiende a formar micelas, que pueden tener geometría esférica y cilíndrica. El SDS también puede agruparse en forma de bicapas y, en ese caso, asumimos que los extremos hidrófilos quedan orientados hacia el exterior, en contacto con el grafito que es hidrófobo. Los extremos apolares, hidrófobos, del SDS quedan orientados hacia el interior de las estructuras. En la figura 5.5b se observan algunas de las estructuras posibles. La altura de estas estructuras se sitúa en torno a los 2 nm (altura típica para este compuesto [91]), aunque también es posible encontrar otras mayores, al superponerse varias capas.

### 5.2.3. Imágenes de ruido

Vamos a analizar las imágenes obtenidas a partir del ruido. En las figuras 5.6 y 5.7 se observa la correlación que existe entre topografía y ruido. Destacamos que en topografía es posible distinguir la altura de los escalones típicos del grafito (cuya altura es de 0.34 nm). En la imagen correspondiente de ruido, se observan los escalones, pero los diferentes niveles de las capas de grafito dan el mismo contraste. En cambio, en la imagen de ruido, las estructuras que asociamos al SDS, tanto las estructuras pequeñas como la isla grande en la parte superior izquierda, se distinguen mejor que los escalones. La imagen de frecuencia nos da más información al respecto, pues este canal se asocia a las propiedades físico–químicas de la superficie. Puesto que observamos contraste en frecuencia, podemos afirmar que tenemos propiedades químicas diferentes sobre nuestra superficie, asociadas a diferentes zonas. Por tanto, el ruido adicional está asociado a la existencia de zonas con química diferente.

<sup>6</sup>Deposiciones realizadas con *spin coating* no cubrían la superficie adecuadamente.

<sup>7</sup>El proceso de situarnos en la misma zona aún tras realizar procesos ex–situ, se explicará en el capítulo 7.

Curiosamente, mientras las estructuras pequeñas resultan en un ruido menor, las estructuras más altas sobre la isla dan un contraste muy alto, tanto en la imagen de ruido como en la de frecuencia.

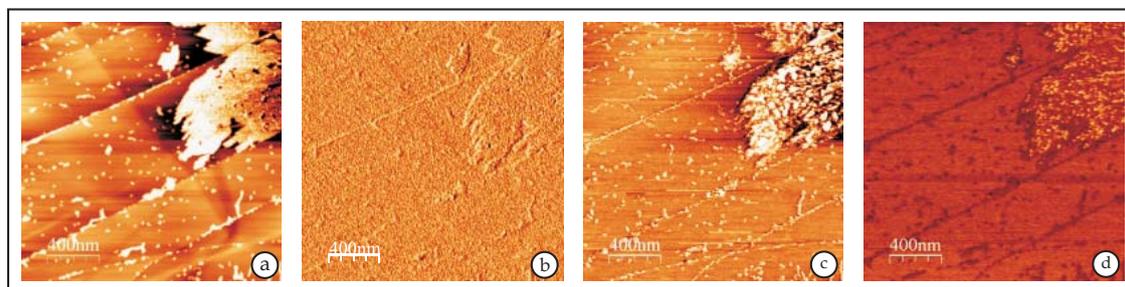


Figura 5.6: Imágenes de (a) topografía ( $\Delta z = 2$  nm), (b) amplitud ( $\Delta z = 0.9$  mV), (c) frecuencia ( $\Delta z = 13$  Hz) y (d) ruido ( $\Delta z = 38$  mV), respectivamente.

En la imagen de ruido de la figura 5.7, encontramos que es posible una situación tal que la señal de ruido sea lo suficientemente pequeña como para que no podamos encontrar una correlación entre topografía y ruido como ocurría en la figura 5.6. Desde un punto de vista experimental, esta sería una situación conveniente, al poder medir, “aparentemente”, sin ruido adicional al ruido térmico.

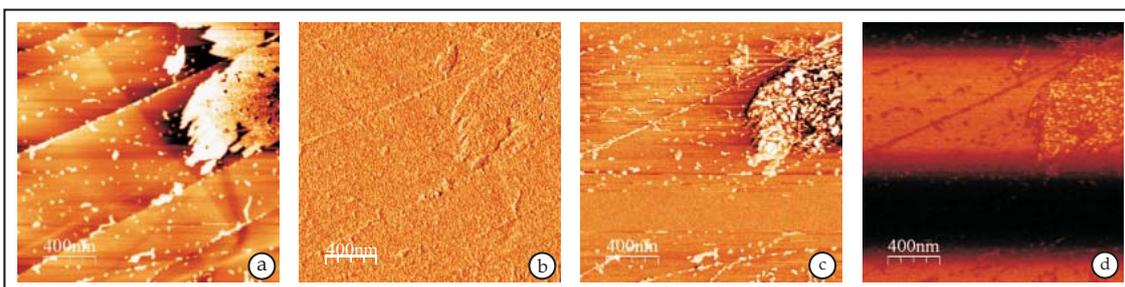


Figura 5.7: Imágenes de (a) topografía ( $\Delta z = 2$  nm), (b) amplitud ( $\Delta z = 0.8$  mV), (c) frecuencia ( $\Delta z = 11$  Hz) y (d) ruido ( $\Delta z = 49$  mV), respectivamente.

En ambas figuras, 5.6 y 5.7, se observa como en las imágenes de ruido aparecen zonas de gran contraste sobre la superficie ocupada por SDS. Nuestra interpretación para este hecho es que estas zonas de mayor contraste se correspondan con la formación de cuellos líquidos entre punta y muestra<sup>8</sup>.

#### 5.2.4. Imágenes de espectroscopía de fuerza

Con el fin de analizar en profundidad la interacción punta–muestra y el ruido asociado a ella, se ha usado la espectroscopía de fuerzas. Esta técnica se ha aplicado a dos puntos diferentes de la muestra, uno con SDS y otro sin SDS, lo que permite encontrar los contrastes de las diferentes propiedades químicas. Para aplicar este método, se elige la zona, se aproxima la punta hasta que

<sup>8</sup>Ver [83], para un estudio de formación de cuellos usando SFM.

entra en contacto con la superficie y después, se aleja. Simultáneamente, se obtienen datos de fuerza normal, amplitud, frecuencia y ruido. El procesado de las imágenes se halla realizando un promedio<sup>9</sup>, por lo que se consigue mayor resolución. En el caso de la fuerza normal es posible obtener una curva fuerza–distancia, mientras que en los casos de amplitud, frecuencia y ruido, se obtiene su comportamiento al variar la distancia entre punta y muestra. Si se agrupa toda la información descrita, como se ve en las figuras 5.8a y 5.8b, puede constatararse la interrelación entre las diferentes magnitudes.

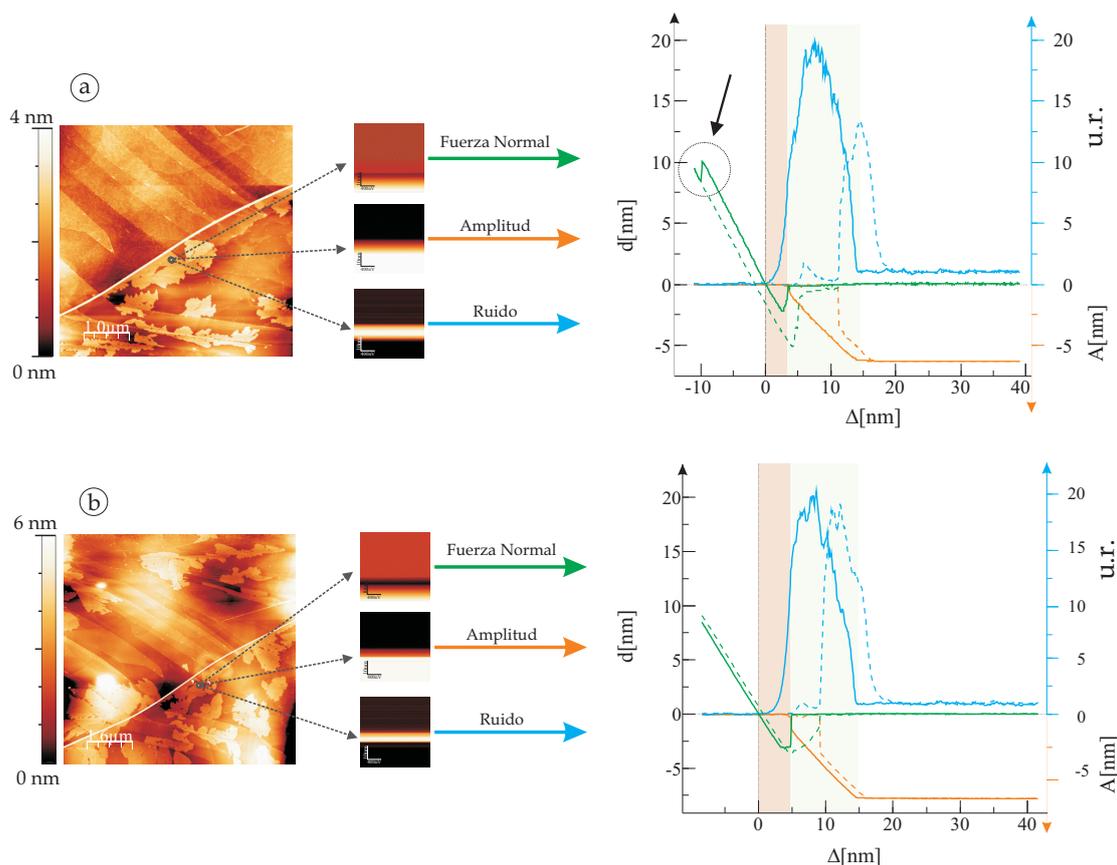


Figura 5.8: Para los gráficos de las curvas, las líneas continuas indican que se acercan punta y muestra mientras que las discontinuas, que se alejan. En la curva se ha señalado con marrón (gris) la zona correspondiente al salto al contacto para la curva fuerza–distancia, mientras que la zona de verde claro (gris claro) se corresponde con la zona de reducción de amplitud. El eje vertical izquierdo representará la deflexión del fleje en nanómetros ( $d$ ), mientras el horizontal será el desplazamiento del piezo ( $\Delta$ ). La curva de fuerza–distancia (color verde) se asocia al eje vertical izquierdo. El eje vertical superior derecho se asocia a la curva de ruido (color azul). El eje vertical inferior derecho se asocia a la curva de amplitud (color naranja). (a) Curvas de espectroscopía para la penetración en la capa de SDS. (b) Curvas de espectroscopía para la zona de SDS, sin penetración.

<sup>9</sup>Para cada línea de las imágenes de fuerza normal, amplitud y ruido mostradas en miniatura en las figuras 5.8a Y 5.8b se obtienen curvas para un punto fijo ( $x_0, y_0$ ) que podemos promediar.

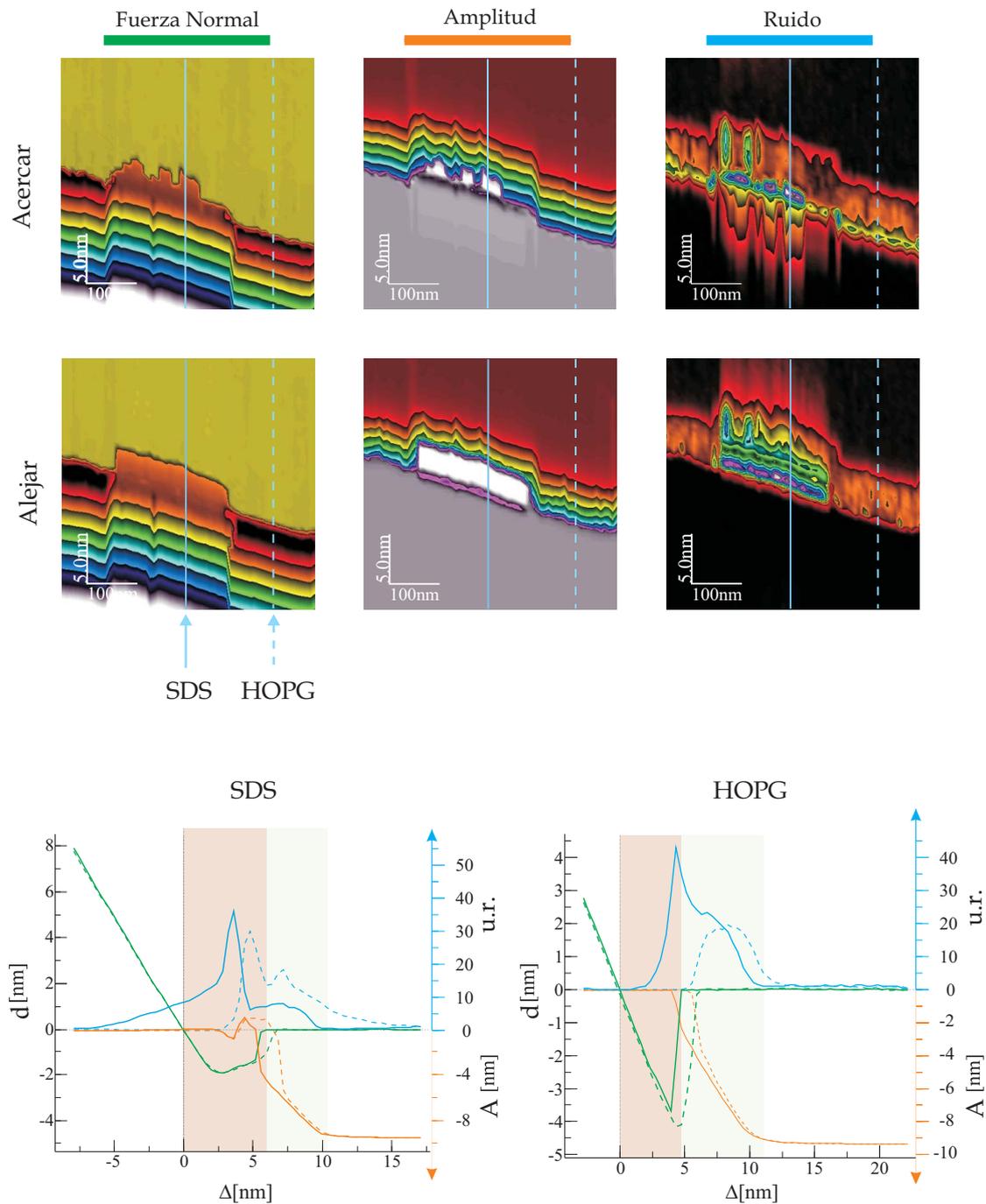


Figura 5.9: Modos 3D (x,y). En el gráfico de las curvas hemos señalado con marrón (gris) la zona correspondiente al salto al contacto (según la curva fuerza-distancia), mientras que la zona de verde claro (gris claro) se corresponde con la zona de reducción de amplitud. Las curvas **HOPG** y **SDS** representan la zona de grafito y la zona con **SDS**, respectivamente, que pueden verse en las imágenes superiores. Las líneas continuas indican que se acercan punta y muestra mientras que las discontinuas, que se alejan. El eje vertical izquierdo representa la deflexión del fleje en nanómetros ( $d$ ), mientras el horizontal es el desplazamiento del piezo ( $\Delta$ ), para todas las curvas. La curva de fuerza-distancia (color verde) se asocia al eje vertical izquierdo. El eje vertical superior derecho se asocia a la curva de ruido (color azul). El eje vertical inferior derecho se asocia a la curva de amplitud (color naranja).

Los datos obtenidos pertenecen a los procesos de aproximación y alejamiento de punta y muestra. Para mostrar los resultados, hemos seguido el siguiente criterio: las líneas continuas se corresponden con el proceso de aproximación, mientras que las discontinuas pertenecen al alejamiento. Además, se han marcado mediante diferentes sombreados las interacciones: en marrón claro, (gris) la zona definida por la curva fuerza–distancia que se corresponde con el salto al contacto, es decir, la zona delimitada por el punto donde la fuerza normal se anula en la parte del contacto de la curva fuerza–distancia y el último punto donde la fuerza es nula en la parte de no contacto de dicha curva. En verde claro (gris claro), se ha marcado la zona definida por la curva de amplitud frente a distancia que se corresponde con la zona de reducción de la amplitud de oscilación. Los resultados son:

- **Fuerza normal.** En lo que sigue, se considera que la fuerza normal se ha calibrado en nanómetros, para que pueda compararse con la amplitud. En la figura 5.8a, se observa cómo se produce un salto entre las curvas fuerza–distancia debido a que la punta se ha indentado en la muestra. Se observa que el salto entre ambas curvas es de, aproximadamente, 2 nm, que coincide con el espesor tabulado para las capas formadas por SDS [91]. En la figura 5.8b las curvas fuerza–distancia se comportan de forma más suave tanto al acercar como al retraer. En este caso, se ha producido el contacto sobre la capa de SDS, pero no se ha penetrado. Esto explica el comportamiento de las curvas fuerza distancia. En el caso de la figura 5.8a, donde se produce indentación, el salto al contacto es de 3.6 nm mientras que la fuerza de adhesión es 10.4 nN<sup>10</sup>. Para la figura 5.8b el salto al contacto es de 4.6 nm, mientras que la fuerza de adhesión es de 7 nN.
- **Amplitud.** En las figuras 5.8a y 5.8b, la amplitud sigue el comportamiento estándar. Es decir, al disminuir la distancia punta–muestra se reduce la amplitud hasta que se produce el contacto, momento en el que amplitud se anula. Al salir del contacto, se produce el proceso inverso. En el primer caso (figura 5.8a), la amplitud libre ( $A_{\text{free}}$ ) toma un valor de, aproximadamente, 6.3 nm, pero el salto al contacto ( $A_{\text{jump}}$ ) toma un valor menor que 1 nm, algo atípico y que podría estar relacionado con el proceso de indentación (analizada en detalle, la curva muestra un salto al contacto suave). En el segundo caso (figura 5.8b),  $A_{\text{free}} \approx 6.3$  nm, como antes, y  $A_{\text{jump}} \approx 1.5$  nm, que sí es un valor estándar.
- **Ruido.** Para poder analizar mejor las señales, se han normalizado los datos de ruido a la señal de ruido térmico, por lo que se emplearán *unidades de ruido térmico* (u.r.) en las figuras. De esta forma, el ruido toma el valor de 1 u.r. a grandes distancias. Cuando nos acercamos, el ruido, que para distancias grandes sólo tiene una componente térmica, aumenta, indicando que existen contribuciones adicionales al ruido térmico. Al entrar en contacto el ruido se reduce a 0, mientras que al salir este comienza a aumentar, volviendo a recuperar, lejos de la muestra, el valor del ruido térmico. Obsérvese que la señal de ruido es mayor antes de entrar en contacto que al salir y que es sólo cerca de las zonas de contacto donde el ruido sufre mayor variación. En las curvas de la figura 5.8, cerca del contacto, el ruido alcanza valores de 20 u.r., muy por encima del valor del ruido térmico. Estos valores justificarían el contraste obtenido en las imágenes de ruido de la figura 5.6 y 5.7. Posiblemente, este aumento del ruido es debido a la rotura de cuellos líquidos durante el proceso de oscilación de la palanca. Hay que destacar, además, que la amplitud y el ruido

<sup>10</sup>Recordemos que el cálculo de la fuerza de adhesión puede hacerse mediante  $F_{\text{ad}} = c_{\text{fleje}} \Delta d$ , siendo  $c_{\text{fleje}}$  la constante de fuerza del fleje y  $\Delta d$  la deflexión del fleje al alejarnos.

muestran una relación que se hace patente al analizar las curvas de la figura 5.8: la zona de reducción de amplitud se corresponde con el aumento del ruido. En todos los experimentos realizados en este capítulo se ha observado este comportamiento.

### 5.2.5. Modos 3D $(x, y)$

Los resultados de espectroscopía de fuerza descritos en el apartado anterior han confirmado que la interacción es una función de la distancia punta–muestra y de las propiedades químicas de la superficie. Ahora bien, con lo anterior sólo se ha analizado lo que ocurría en dos puntos diferentes, pero fijos, de la muestra. Sin embargo, por la naturaleza de la interacción, es útil analizar cómo varía la interacción en la superficie a lo largo de zonas diferentes no sólo topográficamente, sino también químicamente. Pero esto sólo es posible si usamos otra técnica: los modos 3D  $(x, y)$ . En este método, se selecciona previamente en topografía una línea horizontal que pase por zonas de diferente composición química (en nuestro caso, grafito y SDS)<sup>11</sup>. Después, a lo largo de esa línea, se realiza en cada punto de la misma un análisis de espectroscopía. Con ello, es posible disponer de los datos de fuerza normal, amplitud, frecuencia y ruido no sólo en función de la distancia punta–muestra<sup>12</sup>, sino en función de cada punto  $(x, y)$  a lo largo de la línea de nuestra superficie.

En las imágenes mostradas en la figura 5.9 se han representado con diferentes colores las distintas zonas de interacción. Aunque los modos 3D se realizan en alguna dirección  $(x, y)$ , asumiremos que ésta viene dada por la variable  $x$ , por simplicidad. De esta forma, el resultado es un mapa de contorno que muestra la interacción como una función del tipo  $I = I(x, z(x))$ . Como puede observarse, las alturas de las zonas donde la interacción es constante tanto en fuerza normal como en amplitud coincide con el grosor tabulado para la sustancia anfífila aquí tratada (2 nm).

Si se recorre la imagen de la parte superior a la inferior, se reconstruirán las curvas de fuerza normal, amplitud y ruido en el sentido siguiente: según se desciende por la imagen, la distancia punta–muestra disminuye. De esto se concluye que el código de colores nos muestra las alturas sobre la muestra: la zona más clara indica el lugar más alto, mientras que los tonos oscuros indican zonas más bajas. Para obtener la información de estas imágenes, basta con recuperar las curvas almacenadas en cada línea. El resultado final son las curvas para SDS y HOPG de la figura 5.9. Ya antes habíamos obtenido unas curvas semejantes<sup>13</sup>. Sin embargo, esta técnica aporta dos mejoras: conocer exactamente la posición topográfica y obtener información de la química según nos movemos lateralmente por la superficie. En la figura 5.9 se han considerado dos posiciones diferentes, una con SDS y otra con HOPG (simbolizadas con estas siglas en la figura). De la misma forma, se han considerado los procesos de acercamiento y alejamiento de la muestra<sup>14</sup>. Así pues, analizadas las curvas, se tiene,

- **Fuerza normal.** Para las curvas en la zona de HOPG, puede observarse un comportamiento parecido al de la figura 5.8a, aunque al ser la zona con grafito no se

<sup>11</sup>Obsérvese que en los datos de la figura 5.9, las imágenes aparecen rotadas un ángulo de 90°.

<sup>12</sup>No obstante, la técnica no es infalible y existe la posibilidad de que se produzca una determinación errónea de la altura o bien, una inversión de contraste. Ver [92] para un estudio detallado.

<sup>13</sup>Los datos de espectroscopía de fuerza hallados anteriormente se obtienen de modos 3D tipo  $(z, V)$  en los que, esencialmente, la variación de voltaje es nula ( $\pm 1$  mV).

<sup>14</sup>Para representar estas curvas de aproximación y alejamiento se sigue el mismo criterio de la sección anterior, a saber, línea continua para la curva de acercamiento y línea discontinua para la curva de alejamiento.

espera nada singular. En cambio, para las zonas con **SDS**, las curvas fuerza–distancia se deforman, haciéndose más suaves y se observa cómo varía la adhesión. La ausencia de salto entre las curvas fuerza–distancia, muestra que no se ha penetrado en la capa de **SDS**. Para el **HOPG**, el salto al contacto es de 4.8 nm mientras que la fuerza de adhesión es 8.2 nN. Para el **SDS** el salto al contacto es de 5.9 nm, mientras que la fuerza de adhesión es de 4 nN.

- **Amplitud.** En las curvas de **HOPG** la amplitud sigue el comportamiento estándar. Sin embargo, para **SDS** se ha encontrado un comportamiento diferente, en el que la amplitud es positiva en vez de negativa antes de anularse tras haber llegado al contacto. En el caso del **SDS**,  $A_{\text{free}} \approx 9.3$  nm, y  $A_{\text{jump}} \approx 4$  nm. En el caso del **HOPG**, tenemos que  $A_{\text{free}} = 9.3$  nm y  $A_{\text{jump}} = 2.2$  nm. De nuevo, como en la figura 5.8, la zona con grafito muestra un salto al contacto suave, mientras que en la zona con **SDS**, la amplitud sufre un salto brusco.
- **Ruido.** El ruido sigue un comportamiento semejante al de la figura 5.8. Sin embargo, obsérvese que el ruido es más intenso en estos casos (tomando valores de 40 u.r.). Conviene también destacar que el ruido no sigue un comportamiento simple en **SDS**: la curva correspondiente al acercamiento debería anularse al entrar en contacto, pero esto no ha ocurrido.

Una posible explicación del comportamiento atípico de la amplitud y de la aparición del ruido adicional cerca de la zona de contacto vendría dada por la interacción del **SDS** (químicamente diferente del grafito) y la presencia de cuellos líquidos entre punta y muestra. Así pues, se han obtenido resultados semejantes a los de la sección anterior, pero con un añadido: puede verse cómo varían fuerza normal, amplitud y ruido en función de la propiedades químicas de la superficie, con la certeza de saber donde estamos situados en la muestra.

### 5.2.6. La técnica Kelvin y el ruido

Las imágenes de las figuras 5.10 y 5.11 muestran una selección de los datos obtenidos en los que también se ha empleado la técnica Kelvin. Se han escogido las señales para topografía, Kelvin, frecuencia y ruido, que son las que mayor contraste e información ofrecían. La imagen de amplitud (no mostrada) es completamente plana, demostrando que el *feedback* para topografía es esencialmente perfecto. En las imágenes correspondientes a topografía podemos ver las islas que el **SDS** forma sobre la superficie de grafito. En la señal de frecuencia, que se relaciona con las propiedades químicas de la superficie, puede observarse que las zonas ocupadas por **SDS** se diferencian con claridad del grafito. La señal de ruido, como se ha mostrado en este trabajo, también está relacionada con la química de la superficie, y por ese motivo se observan las zonas formadas por **SDS** en la imagen de ruido. Estas señales, no se ven afectadas por los cambios en topografía: el grafito está formado por escalones y en las imágenes de Kelvin, frecuencia y ruido no se observa ningún contraste asociado al cambio de escalón.

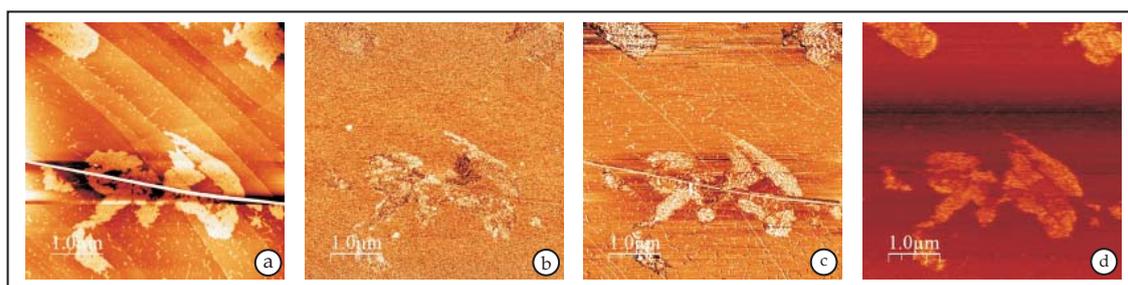


Figura 5.10: Imágenes de (a) topografía ( $\Delta z = 5$  nm), (b) Kelvin ( $\Delta z = 274$  mV), (c) frecuencia ( $\Delta z = 16$  Hz) y (d) ruido ( $\Delta z = 51$  mV), respectivamente. Aquí, ruido y frecuencia ofrecen información semejante sobre la imagen.

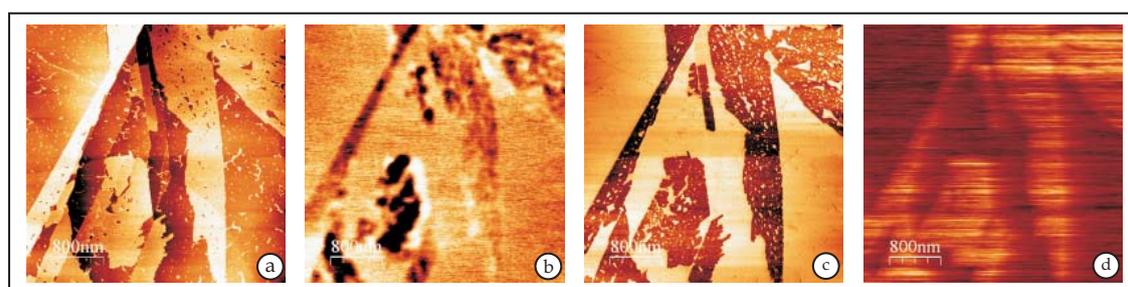


Figura 5.11: Imagen de (a) topografía ( $\Delta z = 3$  nm), (b) Kelvin ( $\Delta z = 129$  mV), (c) frecuencia ( $\Delta z = 70$  Hz) y (d) ruido ( $\Delta z = 40$  mV). La imagen de Kelvin muestra contraste dentro de la propia zona de SDS.

No todas estas técnicas presentan la misma sensibilidad con respecto a las propiedades químicas de la superficie. La técnica Kelvin permite obtener información de los potenciales de contacto asociados a las diferentes zonas de la muestra. Por tanto, sería de esperar que zonas cubiertas por SDS mostrarán el mismo comportamiento, puesto que se trata del mismo material. Ahora bien, el SDS es una sustancia anfifílica y aunque la tendencia de ésta es formar micelas o bicapas (figura 5.12a), existe la posibilidad de que el extremo apolar quede expuesto (figuras 5.12b y 5.12c). La técnica Kelvin, sensible a los cambios de carga, detectaría esta situación y la mostraría como un cambio de contraste en la imagen aún cuando se tratase de una zona cubierta por el mismo material. Esto explicaría cómo hemos podido obtener la imagen de Kelvin mostrada en la figura 5.11, donde las islas de SDS no tienen un contraste homogéneo detectando así, diferentes potenciales de superficie. Sin embargo, en las imágenes de frecuencia y ruido, no se detecta ningún cambio: sólo nos muestran el cambio del SDS al grafito. Este comportamiento ya se ha observado en otros sistemas [24].

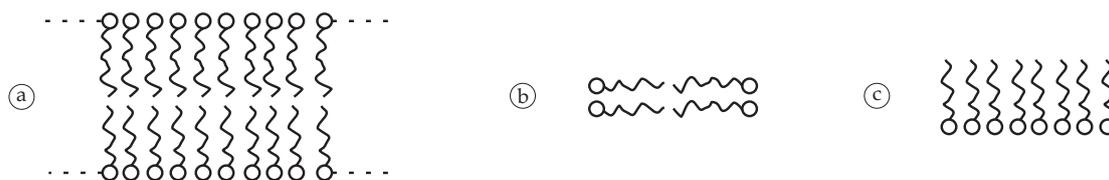


Figura 5.12: (a) Capas de SDS con los extremos polares encerrando los extremos hidrófobos, (b) capas con extremos polares al descubierto y (c) semi-micelas.

### 5.3. Conclusiones

A partir de los experimentos realizados se concluye que,

- La señal de ruido contiene la información necesaria como para considerarla un nuevo canal de información. El ruido térmico no es suficiente para explicar la procedencia de esta señal, que permite obtener imágenes que se pueden correlacionar con la topografía (en el sentido de que es posible localizar las zonas químicamente diferentes).
- El ruido adicional depende de la química de la muestra, pero no tanto de la topografía. Pueden obtenerse imágenes con contraste si existen sustancias con propiedades químicas diferentes, pero dichas imágenes no ofrecen información sobre la topografía (por ejemplo, altura de escalones).
- Las imágenes de ruido requieren un día (o más) y para ello es necesario un microscopio que reúna las condiciones adecuadas de estabilidad mecánica y térmica.
- La señal de ruido aumenta cerca de la zona de contacto entre punta y muestra, justo en el rango donde también se produce la reducción de la amplitud de oscilación.
- La señal de ruido adicional condiciona la resolución en el modo de Modulación en Frecuencia en Microscopía Dinámica de Fuerzas (**AM-DSFM**) (modulación en amplitud, donde la amplitud es el canal a mantener constante en topografía). Tanto para las imágenes de topografía, como para medidas electrostáticas y magnéticas el límite teórico que se presupone para esta técnica viene determinado por el ruido térmico. Si existe una fuente de ruido adicional, como experimentalmente demostramos, los límites de detección de estas técnicas serán mayores (es decir, la técnica será peor).
- Por lo discutido antes, el modo de amplitud modulada y la existencia de ruido van unidos. Sin embargo, para **FM-DSFM** (modulación en frecuencia), las medidas **DSFM** son mejores ya que hemos visto que es posible tener señal en frecuencia sin que exista todavía ruido (adicional al ruido térmico). Por tanto, la modulación en frecuencia estaría limitada sólo por el ruido térmico y no por el ruido adicional que vemos, y sería una técnica mucho más competitiva.
- Aunque no se ha demostrado de forma unívoca, proponemos que la formación de cuellos líquidos que se condensan de forma espontánea y caótica entre punta y muestra durante la oscilación (cuando la distancia entre punta y muestra es mínima) son la fuente del ruido adicional. Con el fin de demostrar esta hipótesis, proponemos estudios del ruido donde se controle la humedad.

## 6 || El factor de calidad en función de la distancia

**RESUMEN:** En este capítulo trataremos de estudiar el problema de la disipación punta–muestra desde el punto de vista hidrodinámico. Con ello obtendremos una ecuación que relacionará el factor de calidad con la distancia punta–muestra y algunas de las magnitudes fundamentales del sistema (geometría del fleje y de la punta). Para poder comenzar con el análisis, el primer paso clave es descomponer el sistema en un conjunto de subsistemas más fáciles de tratar: el fleje microscópico, la punta mesoscópica y el vértice nanométrico de la punta,

$$\text{Sistema punta–fleje} = \text{Fleje} \oplus \text{Punta cónica} \oplus \text{Vértice de la punta}$$

En el caso de la interacción electrostática la literatura confirma que este modelo funciona adecuadamente. Para estos subsistemas simples se pueden desarrollar aproximaciones que permiten resolver el problema analíticamente. Cada una de estas partes contribuye a la disipación total de forma bien definida (pues son partes aditivas). El factor de calidad efectivo total es una relación no trivial que depende de la longitud de la punta, el ancho y largo del fleje y de la distancia punta–muestra. Además, nuestro modelo permite predecir el factor de calidad durante las medidas del SFM, allí donde el sistema fleje–punta debe estar muy próximo a la muestra a analizar. Conocer de forma precisa cómo el factor de calidad se ve afectado por los diferentes parámetros experimentales y operacionales, permitiría la optimización de la geometría del sistema fleje–punta para conseguir la máxima sensibilidad posible.

### 6.1. Introducción

Para oscilaciones suficientemente pequeñas el SFM puede considerarse como un oscilador armónico amortiguado cuyo comportamiento viene descrito por la ecuación (2.11). Dicha relación pone de manifiesto de forma explícita que el sistema puede ser descrito por dos parámetros fundamentales<sup>1</sup>: la frecuencia natural  $\omega_0 = 2\pi\nu_0$  y el factor de calidad (adimensional)  $Q$ ,

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{c}{m}}; \quad Q = \frac{m\omega_0}{\gamma} \quad (6.1)$$

---

<sup>1</sup>Aunque estas relaciones ya se han presentado en el capítulo 2 volvemos a escribirlas para que la lectura sea más cómoda.

El factor da calidad expresa la relación entre las fuerzas de fricción y las fuerzas conservativas presentes en el sistema. Además,  $Q$  describe como la energía se disipa exponencialmente en el tiempo con un tiempo característico  $T_{\text{dis}} = Q/\omega_0 = QT_0/(2\pi)$ . A diferencia de los modos estáticos (de contacto) donde la relación básica es  $F = cd$  ( $c$  y  $d$ , la constante de fuerza y el desplazamiento del fleje, respectivamente), en DSFM toda la ecuación del movimiento es importante.

Como ya hemos visto en el anterior capítulo, en la mayor parte de los casos prácticos la resolución última del sistema SFM está determinada por las fluctuaciones térmicas y viene dada por las relaciones (3.7) y (3.20). En los modos estáticos y dinámicos la resolución viene pues, determinada por los factores  $(k_B T / (Q\omega_0))^{1/2}$  y, por tanto, por la energía térmica  $k_B T$  y el factor de calidad  $Q$ . Los modos dinámicos, como hemos visto, incrementan la razón señal/ruido comparados con los modos dinámicos pero no la resolución. La generación de ruido puede comprenderse sobre la base del teorema de fluctuación–disipación, que, esencialmente, establece que las fluctuaciones térmicas presentes en toda medida vienen determinadas por la disipación del sistema físico. La energía perdida por el sistema (finito) termina difuminándose en el baño térmico (infinito). Sin embargo, dado que el baño térmico también actúa sobre el sistema (el intercambio de energía es bidireccional), esta acción induce fluctuaciones y, por tanto, ruido en el sistema SFM. Dentro de este esquema, el factor de calidad describe el acople entre el baño térmico y el sistema. Un factor de calidad bajo, implica una acople fuerte con el baño térmico, es decir, grandes fluctuaciones.

Por lo expuesto, el factor de calidad puede considerarse un parámetro fundamental para SFM, no sólo para los modos dinámicos. En casi todas las situaciones práctica el factor de calidad determina la resolución última para muchas técnicas de SFM, en particular magnéticas (Microscopía de fuerzas magnéticas (MSFM)) y electrostáticas (Microscopía de fuerzas electrostáticas (ESFM)). Además,  $Q$  determina la disipación de la energía. A diferencia de los modos estático, en DSFM no sólo se mide la fuerza (la interacción conservativa en el sentido de que esta se deriva de un potencial), si no que tenemos acceso a las interacciones no conservativas. El factor de calidad de una medida permite determinar la disipación y las fuerzas de fricción en los modos DSFM. Para experimentos en medios fluidos (aire y líquidos) las fuerzas de fricción debidas a la viscosidad del fluido que interactúan con el fleje son la principal fuente de disipación [38, 39]. Para un fleje lo suficientemente lejos de cualquier superficie, Sader ha descrito de forma precisa cómo las fuerzas de fricción debidas a la viscosidad del fluido amortiguan la oscilación del fleje [38, 93]. Estos trabajos son especialmente relevantes porque las relaciones en ellos deducidas permiten relacionar el factor de calidad con la constante elástica del fleje, dando lugar a un método simple y preciso para calibrar la constante elástica [37]. Cuando el fleje se acerca a una superficie, las fuerzas de arrastre (debidas a la viscosidad del fluido) alrededor del propio fleje inducen una disipación y el factor de calidad comienza a depender de la distancia, disminuyendo al reducir la distancia punta–muestra. En la literatura, se han propuesto diferentes relaciones para explicar esta dependencia con la distancia, tanto empíricas como fenomenológicas,

$$F_{\text{lev}}(d) \sim \frac{l}{d^3} \quad \text{y} \quad F_{\text{tip}}(d) \sim R \frac{R}{d} \quad (6.2)$$

La primera relación para  $F_{\text{vec}}$  se ha propuesto para describir la fricción sobre el fleje [28, 94, 95]; la segunda expresión para  $F_{\text{tip}}$  describe el amortiguamiento inducido por la punta [96–99] (en el extremo libre del fleje). Sin embargo, ninguna de estas relaciones describe de forma precisa los resultados experimentales. Por tanto, es necesario desarrollar una relación que describa adecuadamente el amortiguamiento.

## 6.2. La aproximación de la capa límite para geometrías planas y cilíndricas

Los campos de velocidad  $\vec{v}(\vec{x}, t)$  y de la presión  $\vec{p}(\vec{x}, t)$  alrededor del fleje están determinados por la ecuación de Navier–Stokes

$$\frac{d}{dt}(\rho\vec{v}(\vec{x}, t)) = \rho \left( \frac{\partial\vec{v}(\vec{x}, t)}{\partial t} + (\vec{v}(\vec{x}, t) \cdot \vec{\nabla}) \vec{v}(\vec{x}, t) \right) = -\vec{\nabla}\vec{p}(\vec{x}, t) + \vec{\nabla}^2\vec{v}(\vec{x}, t) \quad (6.3)$$

La solución de la ecuación de Navier–Stokes es una tarea ardua y difícilmente resoluble por vía analítica. En este trabajo realizaremos las aproximaciones adecuadas para poder resolverla. Concretamente, asumiremos las siguientes hipótesis para reducir la complejidad y dimensionalidad del problema:

- a.- El problema es o bien simétrico alrededor de un eje, o bien tiene simetría rotacional. Esta simetría permite reducir la dimensionalidad del problema. En particular, para el fleje rectangular asumiremos que éste es (suficientemente) largo y ancho:  $l \gg w$  (obsérvese, sin embargo, que esta simetría está “rota” cerca del final del fleje).
- b.- El fluido se supone incompresible. Para ser más específico, cuando el fleje oscila se moverá hacia una región del espacio llena de fluido. Dado que el fleje no se puede comprimir en un volumen (local) más pequeño, el volumen del fluido debe desplazarse hacia regiones “libres”. Por tanto, durante la oscilación el fluido en el espacio entre el fleje y la muestra será desplazado periódicamente fuera de este espacio (más específicamente, será expulsado hacia la parte superior del fleje). Intuitivamente, el fluido usará el camino más corto para salir del espacio entre el fleje y la muestra. Este camino define la dirección del flujo, que, de momento, asumiremos en la dirección  $x$ , mientras que  $z$  se asume en la dirección perpendicular de la muestra (para un fleje plano, la dirección  $z$  es perpendicular al fleje). Finalmente, asumiremos que, dado que el fluido no puede penetrar la muestra, la mayor contribución a la velocidad se produce en la componente paralela a la muestra.

Si asumimos una columna (infinitesimal) de fluido de altura  $h$  con volumen  $dV = hdx dy$ , al moverse el fleje con velocidad  $\dot{u}$  la razón con la que el volumen es creado en un lado y destruido en otro es:  $dV/dt = (dh/dt)dx dy = \dot{u}dx dy$ . Si nos centramos en una columna de líquido en el espacio entre el fleje y la muestra, entonces, en cada posición del fleje parte del fluido saldrá y entrará en estas columnas a través de los laterales  $dy dz$ . La diferencia entre estos flujos debe ser igual al volumen creado (o destruido) en esa posición del fleje:

$$\begin{aligned} \frac{dV}{dt} &= \dot{u}dx dy = \left( \int (v_x(x + dx, y, z) - v_x(x, y, z)) dz \right) dy = \\ &= \left( \int \frac{\partial v_x(x, y, z)}{\partial x} dx dz \right) dy = \left( \frac{\partial v_x(x, y, z)}{\partial x} \right) dz dx dy \end{aligned} \quad (6.4)$$

donde la integral se realiza en la altura de la columna;  $v_x$  es el flujo paralelo a la muestra en la dirección del camino más corto, que se asume en la dirección  $x$ . Concluimos entonces que,

$$\dot{u}(x, y) = \int \frac{\partial v_x(x, y, z)}{\partial x} dz \quad (6.5)$$

Obsérvese que si la velocidad no varía a lo largo de la dirección  $x$  ( $\dot{u}(x, y) = \dot{u}(y)$ ), como es el caso del fleje rectangular, entonces,

$$\frac{\partial}{\partial x} \dot{u}(y) = 0 = \frac{\partial}{\partial x} \left( \int \frac{\partial v_x(x, y, z)}{\partial x} dz \right) = \int \frac{\partial^2 v_x(x, y, z)}{\partial x^2} dz \quad (6.6)$$

### 6.2.1. Geometría plana

En el caso del fleje rectangular, se asume la simetría alrededor del eje  $y$  como una buena aproximación. Por tanto, la velocidad  $\vec{v}(x, y, z)$  de la capa de fluido no depende, esencialmente, de la dirección  $y$ ,  $\vec{v}(x, y, z) = \vec{v}(x, z)$ , y además  $v_y = 0$ . Si el fleje es más largo que ancho ( $l \gg w$ ), el camino más corto para salir del espacio entre el fleje y la muestra es el borde del fleje, que se asume en el eje  $x$ . Dado que el fluido no puede penetrar el fleje, la velocidad tiene una componente no nula en la dirección  $x$ :  $\vec{v} = (v_x(x, z), 0, 0)$ . Si finalmente asumimos que los términos inerciales son despreciables, la ecuación de Navier–Stokes se reduce a  $\partial_x p(\vec{r}) + \eta \Delta v_x(\vec{r})$ , y finalmente, dado que  $\partial^2 v_x(x, z)/\partial x^2 = 0$ , de acuerdo con la relación (6.6), obtenemos,

$$\frac{\partial p(x, z)}{\partial x} + \eta \frac{\partial^2 v_x(x, z)}{\partial z^2} = 0 \quad (6.7)$$

que es la llamada aproximación de la capa límite (o aproximación de Reynolds) para el movimiento del fluido como una capa delgada. En esta aproximación la distribución de presión  $p(x, z)$  y el perfil de velocidades  $v_x(x, z)$  están desacopladas: según (6.3), dado que  $v_z = 0$ , cuando los términos inerciales son despreciables tenemos  $\partial p(x, z)/\partial z = \eta \Delta v_z(x, z) = 0$ . Por tanto,  $p(x, z) = p(x) = \text{constante}$  a lo largo de la dirección  $z$ . El perfil de velocidades es, entonces, parabólico en  $z$ . Asumiendo que las superficies del fleje y de la muestra están en las posiciones  $z = \pm h/2$ , y tomando en cuenta las condiciones de contorno  $u_x(\pm h/2) = 0$ , el perfil de velocidades es,

$$v_x(x, z) = \frac{1}{2\eta} \frac{\partial p(x)}{\partial x} \left( \frac{h^2}{4} - z^2 \right) \quad (6.8)$$

El flujo total  $\phi$  por unidad de longitud (unidades:  $[m^2/s]$ ) que lleva el campo de velocidades se obtiene integrando este perfil de velocidades,

$$\phi(x) = \int_{-h/2}^{h/2} v_x(z) dz = \frac{h^3}{12\eta} \frac{\partial p(x)}{\partial x} \quad (6.9)$$

De acuerdo con las relaciones (6.6) y (6.7), cuando la velocidad no varía a lo largo de la dirección  $x$   $\partial^3 p(x, z)/\partial x^3 \propto \partial^2 v_x(x, z)/\partial x^2 = 0$ . Entonces, el perfil de presión (y velocidad) a lo largo de la dirección  $x$  es (en su mayor parte) cuadrático. A partir de las relaciones (6.5) y (6.9) obtenemos,

$$\dot{u} = \frac{\partial \phi(x)}{\partial x} = \int_{-h/2}^{h/2} \frac{\partial v_x(z)}{\partial x} dz = \frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{h^3}{12\eta} \frac{\partial p(x)}{\partial x} \right) \quad (6.10)$$

Para un espaciado cuya altura varía armónicamente como  $h(t) = h_0 - ae^{-i\omega t}$  con amplitud  $a$  que es pequeña comparada con la altura del espaciado, y si la distribución de presión se asume tal que  $p(\pm w/2) = 0$ , entonces,

$$p(x) = \frac{i6\eta a \omega}{h_0^3} \left( x^2 - \frac{w^2}{4} \right) \quad (6.11)$$

La fuerza (o, más precisamente, la fuerza de fricción por unidad de longitud), ejercida por esta distribución de presión es,

$$f(y) = - \int_{-w/2}^{+w/2} p_x(x) dx = \frac{i a \eta \omega}{4} \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \quad (6.12)$$

La dependencia con  $y$  está implícitamente definida en  $a = a(y)$ .

### 6.2.2. Geometría cilíndrica

Para describir la capa de fluido alrededor del vértice de la punta así como la parte cónica, asumiremos que el espaciado entre la punta y la muestra tiene simetría rotacional y está descrito por la distancia punta–muestra  $h(\rho)$ . La distribución de velocidades ( $v_\rho(\rho, z)$ ) y presiones ( $p(\rho, z)$ ) tienen también simetría rotacional. Asumiremos además, que existe una relación semejante a (6.7) pero en coordenadas cilíndricas,

$$\frac{\partial p(\rho)}{\partial \rho} + \eta \frac{\partial^2 v_\rho(\rho, z)}{\partial z^2} = 0 \quad (6.13)$$

lo que nos lleva a un perfil de velocidades análogo a (6.8),

$$v_\rho(\rho, z) = \frac{1}{2\eta} \frac{\partial p(\rho)}{\partial \rho} \left( z^2 - \frac{h^2}{4} \right) \quad (6.14)$$

donde la integral se toma sobre la altura de la columna;  $v_\rho$  es el flujo paralelo a la muestra en la dirección radial. Debido a la simetría radial, la ecuación (6.9) cambia. El flujo total (unidades:  $[m^3/s]$ ) que fluye a través de las paredes de un cilindro de radio  $\rho$  es,

$$\Phi(\rho) = \pi \rho^2 \dot{u} = 2\pi \rho \phi(\rho) = 2\pi \rho \frac{h^3}{12\eta} \frac{\partial p(\rho)}{\partial \rho} \quad (6.15)$$

donde  $\phi(\rho)$  es el flujo por unidad de longitud (unidades:  $[m^2/s]$ ) en la dirección radial. Siguiendo la misma línea argumental que en el caso rectangular,

$$\frac{\partial \Phi(\rho)}{\partial \rho} = 2\pi \rho \dot{u} = 2\pi \frac{\partial}{\partial \rho} \left( \rho \frac{h^3}{12\eta} \frac{\partial p(\rho)}{\partial \rho} \right) \quad (6.16)$$

De donde obtenemos, integrando,

$$\frac{\partial p(\rho)}{\partial \rho} = 6\eta \dot{u} \frac{\rho}{h^3} \quad (6.17)$$

Donde hemos puesto la condición de contorno  $\lim_{r \rightarrow 0}$  debe ser finito. Para la última integración debe usarse la condición de contorno  $p(R) = 0$ . Sin embargo, dado que depende del valor de  $h$  y, en general,  $h = h(\rho)$  (para el paraboloides y el cono, los modelos que trataremos), dejaremos esta última integración para las secciones posteriores.

## 6.3. Ancho efectivo del fleje en un medio viscoso

Como ya hemos visto en 2.2.1 el modelo del oscilador armónico simple discutido anteriormente es demasiado sencillo y no tiene en cuenta muchos de los fenómenos presentes en SFM, en

particular, las múltiples resonancias del fleje. Para oscilaciones lo suficientemente pequeñas, la ecuación diferencial de los desplazamientos (perpendiculares) del fleje a lo largo del eje  $y$  vienen dados por la ecuación (2.45), que reescribimos aquí,

$$\rho_c \frac{\partial^2 u(y, t)}{\partial t^2} + \frac{EI}{S} \frac{\partial^4 u(y, t)}{\partial y^4} + \frac{\tilde{\gamma}_f}{S} \frac{\partial u(y, t)}{\partial t} + \beta_{\text{int}} \frac{\partial^4 u(y, t)}{\partial^3 y \partial t} = f_{\text{ext}}(t) \quad (6.18)$$

con las definiciones usuales, y donde volvemos a considerar, en el caso que nos ocupa,  $\beta_{\text{int}} \approx 0$ . Asumiendo que  $f_{\text{ext}}$  es armónica,  $f_{\text{ext}}(y, t) = f(y) \Re [e^{i\omega t}]$ . De la misma forma, pueden descomponerse los desplazamientos locales del fleje:  $u(y, t) = u(y) \Re [e^{i\omega t}]$ . La ecuación del fleje se transforma entonces en

$$\left( -\omega^2 u(y) + i\omega \frac{\tilde{\gamma}_f}{\rho_c S} u(y) + \lambda u^{(4)}(y) \right) \Re [e^{i\omega t}] = \Re [e^{i\omega t}] f(y) \rho_c \quad (6.19)$$

con  $\lambda = EI/(\rho_c S) = v_s^2 I/S$  y  $v_s = \sqrt{E/\rho_c}$  la velocidad del sonido del material. Para flejes con sección uniforme la parte armónica puede resolverse con los modos principales  $u_i(k_i, y) = u_0 \varphi(y/l)/2$ , que tienen una frecuencia bien definida  $\omega_i = v_s(\kappa_i/l)^2 I/S$  ( $\omega_i = v_s \kappa_i^2 t/l^2$ , para un fleje rectangular, donde  $t$  es su grosor). Además, para una fuerza viscosa proporcional a la velocidad  $f_{\text{vis}} \propto \dot{u}(t)$ , se mantiene la “estructura de modos” por lo que puede definirse un factor de calidad efectivo,

$$Q_i = \frac{A \rho_c \omega_i}{\tilde{\gamma}_f} \quad (6.20)$$

Cada modo principal es entonces un oscilador armónico y la densidad de energía  $e_i(y, t) = c_i u_i^2(y, t)/2$  almacenada en cada punto  $y$  a lo largo del fleje se amortigua exponencialmente [100] en el tiempo con una constante de tiempo  $\tau_i = \rho_c / \tilde{\gamma}_f$ .

La solución de la ecuación (6.19) para un fleje arbitrario es un problema muy complejo. Hasta ahora, sólo se conocen soluciones analíticas para flejes cilíndricos [101]. Esta solución ha sido extendido –con gran precisión– como aproximación a los flejes de geometría rectangular [38]. Incluso se han investigado otras geometrías cuyos resultados llevan a las mismas leyes de escala [102, 103]. En lo que sigue, usaremos estos resultados como punto de partida para la discusión sobre cómo el factor de calidad varía con la distancia punta–muestra. Como primer paso, citaremos los principales fenómenos físicos que deben tenerse en cuenta en el movimiento de un fleje en el seno de un fluido. Primero, estudiaremos el efecto del fluido sobre la fuerza inercial  $\rho \ddot{u}(x)$ , el término relacionado con la energía cinética. Al igual que en el caso de una esfera, parte del fluido se adherirá a la superficie del fleje puesto que el campo de velocidades del fluido alrededor del fleje debe ser continuo, lo que implica que el líquido que está directamente sobre la superficie del fleje debe moverse con la misma velocidad que éste (por lo que el movimiento relativo del fluido será  $\delta \dot{u} = 0$ ), y sólo cuando el fleje está lo suficientemente lejos de la muestra, el campo de velocidad se anula. Esto implica que existe una región del fluido donde la velocidad decae del valor  $\dot{u}_j(s_c(x, y, z))$  sobre la superficie  $s_c(x, y, z)$  del fleje, al valor  $\dot{u}_j(x, y, z) = 0$  a una distancia localizada lo suficientemente lejos de la superficie. El ancho efectivo de esta región alrededor del fleje viene definido por la relación (2.32). Para un fleje rectangular el ancho de masa es del orden de  $\delta m/m_0 \approx \rho_f \tilde{w}_{\text{ef}} l_{\text{ef}} \delta_f / (\rho_c b l t)$  con  $\tilde{w}_{\text{ef}}$  y  $l_{\text{ef}}$  el ancho y largo efectivo de la capa de fluido que describiremos más adelante. El valor exacto de  $\delta_f$  requeriría conocer el campo total de velocidades alrededor del fleje, es decir, resolver la ecuación de Navier–Stokes. Este esfuerzo no entra dentro de los límites de este trabajo y ha sido considerado en detalle en la literatura [102]. Para poder incorporar los resultados más precisos por un lado y, por otro, la interpretación

simple relacionada con el modelo del fleje como un oscilador armónico (para cada modo), vamos a introducir el ancho efectivo  $\tilde{w}_{\text{ef}}$  del fleje que tiene en cuenta el campo de velocidades correcto alrededor del fleje, es decir, la solución correcta de la ecuación de Navier–Stokes para la velocidad alrededor del fleje. Entonces, la masa añadida al fleje es:

$$\frac{\delta m}{m_0} = \frac{\rho_f \tilde{w}_{\text{ef}} l_{\text{ef}}}{\rho_c w l} \frac{\delta_f}{t} = \frac{\rho_f l_{\text{ef}}}{\rho_c l} \frac{\tilde{w}_{\text{ef}}}{w} \frac{X \sqrt{2/Re}}{t} = \frac{\rho_f l_{\text{ef}}}{\rho_c l} \frac{\tilde{w}_{\text{ef}}}{w} \left( \frac{\tilde{w}_{\text{ef}}}{2w} \right) \sqrt{\frac{2}{Re}} \quad (6.21)$$

donde hemos usado la relación (2.32) para  $\delta_f$  realizando la sustitución  $R = \tilde{w}_{\text{ef}}/2$ . La descripción precisa del campo de velocidades alrededor del fleje puede volcarse en el factor adimensional  $\tilde{w}_{\text{ef}}/w$ . Además, hemos asumido que  $l_{\text{ef}} = l$ , es decir, que el efecto de  $l_{\text{ef}}$  se ha volcado también en  $\tilde{w}_{\text{ef}}/w$ . Este factor de corrección puede determinarse comparando la relación (6.21) con la ecuación correspondiente de la literatura obtenida a partir de la solución correcta para el campo de velocidades alrededor del fleje [37, 38],

$$\frac{\delta m}{m_0} = \frac{\pi \rho_f w}{4 \rho_c t} \Gamma_r[Re] \quad (6.22)$$

donde la función  $\Gamma_r[Re]$  es la parte real de la llamada función hidrodinámica [38]. Para evitar el factor  $(\tilde{w}_{\text{ef}}/w)^2$  definimos una nueva anchura efectiva  $w_{\text{ef}}$  y un nuevo factor no dimensional  $\beta_{\text{real}}$  tales que,

$$\beta_{\text{real}} = \left( \frac{\tilde{w}_{\text{ef}}}{w} \right)^2 = \frac{\pi}{4} \Gamma_r[Re] \sqrt{2Re} \quad (6.23)$$

El número de Reynolds depende de la frecuencia  $\omega_f$  (en el fluido, ver relación (2.32)) y, por tanto, del modo  $\omega_i$ , por lo que  $\beta_{\text{real}}$ ,  $\tilde{w}_{\text{ef}}$  y  $\Gamma_r$  son funciones implícitas de la frecuencia y también del modo:  $\beta_{\text{real}} = \beta_{\text{real}}[Re(\omega_f)]$ ,  $\tilde{w}_{\text{ef}} = \tilde{w}_{\text{ef}}[Re(\omega_f)]$  y  $\Gamma_r = \Gamma_r[Re(\omega_f)]$ .

Ahora, estudiaremos el efecto del fluido en la descripción precisa de la fuerza de fricción, es decir, el segundo término del miembro derecho de la ecuación (6.19). De nuevo, para calcular la fuerza de arrastre en cada punto  $y$  del fleje sería necesaria la solución completa de Navier–Stokes para conocer el campo total de velocidad alrededor del fleje. Como en el anterior párrafo, asumiremos que las autofunciones  $u_i(k_i y) = u_0 \varphi(y/l)/2$  que resuelven la ecuación (6.19) describen correctamente el movimiento del fleje en sus diferentes modos y, por tanto, volcarán el conocimiento completo de la solución de Navier–Stokes en un ancho efectivo. Dado que, a priori, este ancho efectivo no necesita ser el mismo que el factor  $w_{\text{ef}}/w$  empleado para describir la masa añadida, se usará el factor  $b_{\text{ef}}/b$ . La fuerza de fricción (por unidad de volumen) actuando en cada punto del fleje es, entonces,

$$f_{\text{fric}} = \frac{\tilde{\gamma}_f}{S} \dot{u}(y) = \frac{6\pi\eta_f b_{\text{ef}}/b}{S} \dot{u}(y) = 6\pi\eta_f \frac{1}{tb} \left( \frac{b_{\text{ef}}}{b} \right) \dot{u}(y) \quad (6.24)$$

Obsérvese que (6.24) es dimensionalmente correcta:  $6\pi\eta_f \dot{u} b_{\text{ef}}$  sería la fuerza sobre un objeto extenso de ancho  $b_{\text{ef}}$  (ver (2.26)), por lo que  $6\pi\eta_f \dot{u} b_{\text{ef}}/b$  es una fuerza de fricción normalizada al ancho del fleje y  $6\pi\eta_f \dot{u} b_{\text{ef}}/(tb^2)$  es una fuerza por unidad de volumen. Teniendo en cuenta la relación (2.30), la fuerza de fricción (6.24) y  $\dot{u}(x, t) = u(y) \Re [i\omega e^{i\omega t}]$ , obtenemos de la ecuación (6.19) la ecuación del movimiento del fleje en un medio viscoso:

$$\left( -\omega^2 + i\omega 6\pi \frac{\eta_f}{\rho_c} \frac{1}{tb} \left( \frac{b_{\text{ef}}}{b} \right) \frac{1}{1 + \delta m/m_0} + \frac{\lambda k_i^4}{1 + \delta m/m_0} \right) u_j(x) = \frac{f(y)}{\rho_c} \frac{1}{1 + \delta m/m_0} \quad (6.25)$$

Esta ecuación de movimiento puede ahora compararse con la ecuación , que describe el movimiento de un fleje con una fricción proporcional a la velocidad, pero sin masa añadida debida al arrastre (por ejemplo, un fleje en vacío, donde la fricción es interna). Comparando los coeficientes similares en (6.19) y (6.25), encontramos que el efecto del medio viscoso tiene de dos vertientes. Por una parte, como la esfera está sujeta al muelle (en la sección que ya vimos previamente), la frecuencia de resonancia se reduce en comparación con la solución en vacío, debido a la masa añadida (6.21),

$$\left(\frac{\omega_0^{\text{vac}}}{\omega_0^f}\right) = 1 + \frac{\delta m}{m_0} = 1 + \frac{\rho_f w}{\rho_c t} \left(\frac{w_{\text{ef}}}{w}\right) \frac{1}{\sqrt{2Re}} \quad (6.26)$$

y, por otro lado, el fleje tiene un factor de calidad efectivo definido por el segundo término (imaginario) del primer miembro de la relación (6.25):

$$\frac{\omega_j^f}{Q_j} = 6\pi \frac{\eta_f}{\rho_c} \frac{1}{tb} \left(\frac{b_{\text{ef}}}{b}\right) \frac{1}{1 + \delta m/m_0} \quad (6.27)$$

lo que nos lleva a,

$$Q_j = \frac{\omega_j^f \rho_c b^2}{6\pi \eta_f} \left(1 + \frac{\delta m}{m_0}\right) \frac{t}{b} \frac{b}{b_{\text{ef}}} = \frac{4Re_j \rho_c t}{6\pi \rho_f b} \frac{b}{b_{\text{ef}}} \left(1 + \frac{\rho_f w_{\text{ef}}}{\rho_c w} \frac{1}{\sqrt{2Re}}\right) \quad (6.28)$$

donde se han usado las relaciones (6.26) y  $Re_j = \rho_f \omega_j^f b^2 / (4\eta)$  (el número de Reynolds para el modo  $j$ -ésimo) en el último paso. Para el factor de calidad efectivo encontramos en la literatura (relación 9 en [102]),

$$Q = \frac{4 \rho_c t}{\pi \rho_f b} \frac{1}{\Gamma_i[Re]} \left(1 + \frac{\pi \rho_f b}{4 \rho_c t} \Gamma_r[Re]\right) = \frac{4 \rho_c t}{\pi \rho_f b} \frac{1}{\Gamma_i[Re]} + \frac{\Gamma_r[Re]}{\Gamma_i[Re]} \quad (6.29)$$

donde  $\Gamma_i[Re]$  es la parte imaginaria de la función hidrodinámica. Comparando esta relación con la relación (6.28), obtenemos la expresión correcta para el factor  $\beta_{\text{im}}$  como función del número de Reynolds,

$$\beta_{\text{im}} = \frac{b_{\text{ef}}}{b} = \frac{Re \Gamma_i[Re]}{6} \quad (6.30)$$

La figura 6.1 muestra el factor  $\beta_{\text{real}}$  y la parte real de  $\Gamma_r[Re]$  y la figura 6.2 el factor  $\beta_{\text{im}}$  y la parte imaginaria de  $\Gamma_i[Re]$ , todas como funciones del número de Reynolds. En la figura se han añadido los valores teóricos calculados a partir de las propiedades de algunos flejes comerciales (ver figura 6.2).

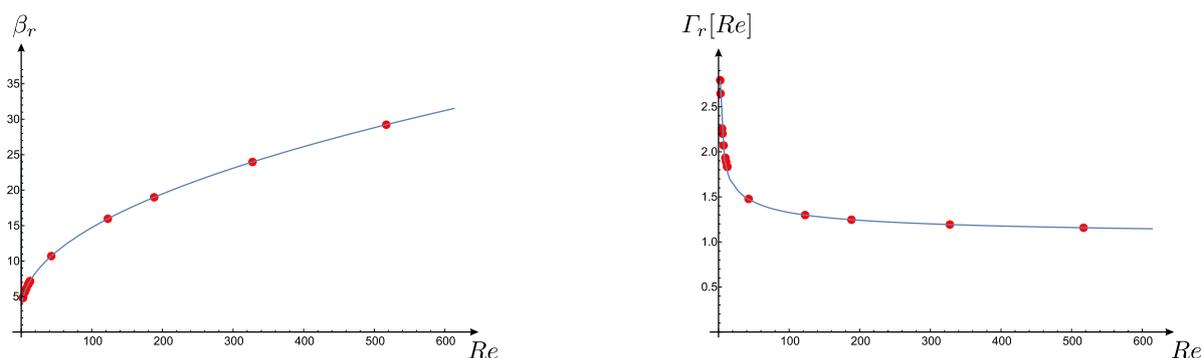


Figura 6.1: Parte real de  $\beta$  y  $\Gamma$ . Los puntos de la gráfica hacen referencia a los datos obtenidos para diferentes flejes comerciales.

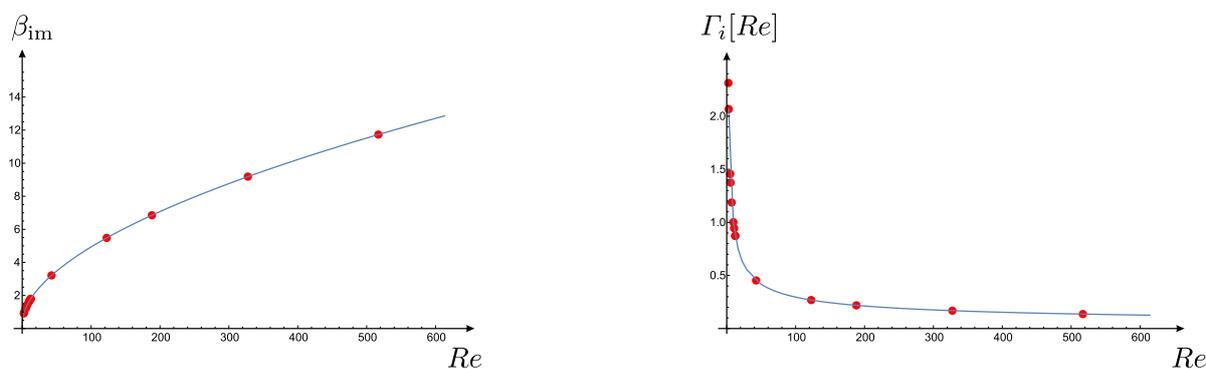


Figura 6.2: Parte imaginaria de  $\beta$  y  $\Gamma$ . Los puntos de la gráfica hacen referencia a los datos obtenidos para diferentes flejes comerciales.

## 6.4. El sistema complejo punta–fleje

### 6.4.1. El fleje plano

Analizaremos primero la parte del fleje paralela a la muestra, localizada a una distancia  $h_0 = d + h_{tip}$ . En este caso, la fuerza de fricción inducida en cada punto  $y$  del fleje debida al amortiguamiento por compresión del fluido sobre la superficie (“squeeze damping”) es proporcional a la deflexión  $f_{plano} \propto \dot{u}(y) \propto i\omega u(y)$ , por lo que la estructura de modos se mantiene. Para cada modo normal la fuerza de fricción actúa sólo en ese modo. De forma equivalente, esto puede deducirse de la ecuación de movimiento (6.25). Cuando el amortiguamiento del fleje debido a la compresión de la capa de fluido entre fleje y muestra se

toma en cuenta, esta ecuación de movimiento es,

$$\left( -\omega^2 + i \frac{\omega}{tb} \frac{\eta_f}{\rho_c} \left( 6\pi\beta_{\text{im}} + \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \right) \frac{1}{1 + \delta m/m_0} + \lambda k_i^4 \frac{1}{1 + \delta m/m_0} \right) u_j(x) = \frac{f(x)}{\rho_c} \frac{1}{1 + \delta m/m_0} \quad (6.31)$$

y el factor de calidad correspondiente,

$$Q_j = \frac{2Re_j}{3\pi} \frac{\rho_c}{\rho_f} \frac{t}{b} \frac{1}{\beta_{\text{im}}} \left( \frac{1}{1 + w^3/(6\pi\beta_{\text{im}}h_0^3)} \right) \left( 1 + \frac{\rho_f}{\rho_c} \frac{t}{b} \left( \frac{e_{\text{ef}}}{w} \right) \frac{1}{\sqrt{2Re_j}} \right) \quad (6.32)$$

Para los flejes típicos,  $\beta_{\text{im}} \in [1, 4]$  (ver figura 6.2), por lo que la fuerza de amortiguamiento ( $\propto w^3/h_0^3$ ) se hace comparable a la de fuerza de fricción de Stokes ( $\propto \beta_{\text{im}}$ ) para  $h_0 \approx w/2$

#### 6.4.1.1. El fleje plano: detalle

En general, los flejes que se usan para realizar las medidas no suelen ser rectángulos perfectos. En el extremo final, donde se localiza la punta, el fleje deja de tener forma rectangular y, por tanto, esto afecta a la fuerza hidrodinámica. Para ver, de form sencilla, cómo afecta este detalle en función de los modos, vamos a realizar la siguiente simplificación: suponer que la parte final tiene forma semicircular. De este forma, podremos restar el aporte de las partes no rectangulares. Al aumentar los modos, podremos comparar con el primero y calcular cómo afecta la irregularidad del extremo final del fleje.

Como indicamos en los párrafos precedentes, la fuerza hidrodinámica del fleje plano puede escribirse como,

$$f^{\text{plano}}(y) = i\eta\omega u(y) \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \quad (6.33)$$

La fuerza total, por unidad de longitud, vendrá dada por

$$f^{\text{plano}} = \int_0^l f^{\text{plano}}(y) \varphi_i(y/l) dl \quad (6.34)$$

Sin embargo, en este caso, consideraremos sólo el aporte hasta un cierto valor, al que llamaremos  $v = w/2$ , donde  $w$  representa el ancho del fleje. Por tanto,

$$f^{\text{plano}} = \int_0^{l-v} f^{\text{plano}}(y) \varphi_i(y/l) dl = i\eta \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \omega \frac{u_i^0}{2} \int_0^{1-v/l} \varphi_i^2(\xi) d\xi \quad (6.35)$$

Una vez que ya tenemos el fleje sin el semicírculo final, pasamos a determinar cuál es el aporte de un círculo. Para ello usaremos la aproximación de Reynolds en coordenadas cilíndricas y con la condición de contorno (simplificada)  $p(v) = 0$ ,

$$p(\rho) = 6\eta\dot{u} \int \frac{\rho}{h_0^3} d\rho = 3\eta\dot{u} \frac{\rho^2}{h_0^3} \Rightarrow p(\rho) = \frac{i3\eta\dot{u}}{h_0^3} (\rho^2 - v^2) \quad (6.36)$$

Calculamos la fuerza hidrodinámica para medio disco en cada modo:

$$f_i^{\text{disco}}(y) = \int_0^\pi \int_0^v 3\eta\dot{u} (\rho^2 - v^2) \rho d\rho d\theta = \frac{i3\pi\eta\omega\eta v^4}{4h_0^3} \varphi_i(\xi) \delta \left( \xi - \left( l - v + \frac{4v}{3\pi} \right) / l \right) \quad (6.37)$$

donde asumimos que  $\dot{u}$  es independiente de  $(\rho, \theta)$ . La función  $\delta$ –Dirac determina explícitamente que se trata de una fuerza por unidad de longitud. Calculando la proyección,

$$f_i^{\text{disco}} = \int_0^1 f_i^{\text{disco}}(y) \varphi_i(\xi) d\xi = \frac{i3\pi\eta\omega u_i^0 v^4}{8lh_0^3} \varphi_i^2 \left( 1 - \frac{v}{l} \left( 1 - \frac{4}{3\pi} \right) \right) \quad (6.38)$$

La fuerza hidrodinámica final para el fleje (recortado) y el semicírculo será entonces,

$$f_i = i\eta \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{3\pi w}{64l} \varphi_i^2 \left( 1 - \frac{v}{l} \left( 1 - \frac{4}{3\pi} \right) \right) + \int_0^{1-v/l} \varphi_i^2(\xi) d\xi \right) \quad (6.39)$$

En el caso del fleje completo, al realizar el mismo proceso, la fuerza hidrodinámica venía dada por,

$$f_i^{\text{comp}} = i\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \quad (6.40)$$

Por tanto, si hacemos la comparación  $f_i/f_i^{\text{comp}}$  y la escribimos en términos del ancho del fleje,

$$f_i/f_i^{\text{comp}} = \frac{3\pi w}{64} \varphi_i^2 \left( 1 - \frac{w}{2} \left( 1 - \frac{4}{3\pi} \right) \right) + \int_0^{1-w/(2l)} \varphi_i(\xi) d\xi \quad (6.41)$$

Realizando una comprobación numérica para varios modos y un fleje con las características  $w = 30 \mu\text{m}$ ,  $l = 240 \mu\text{m}$ , obtenemos los valores de la tabla. Observamos, por tanto, que a medida que los modos son superiores, la irregularidad del fleje se hace menos importante. No obstante el error de considerarlo regular para los primeros modos es aproximadamente el 16 %, según este modelo.

Modos	$\kappa_1$	$\kappa_2$	$\kappa_3$	$\kappa_4$	$\kappa_5$
$f_i/f_i^{\text{comp}}$	0.84	0.87	0.89	0.91	0.92

Tabla 6.1: La razón  $f_i/f_i^{\text{comp}}$  calculada para diferentes modos. A medida que los modos son superiores, la irregularidad del fleje se hace menos relevante.

### 6.4.2. El fleje inclinado

Cuando el fleje está inclinado,  $h(y) = h_0 + y \tan \alpha$  donde  $\alpha$  es el ángulo entre el fleje y la superficie. Entonces, para pequeños ángulos de inclinación (es decir, para  $h_0/l \ll \tan \alpha \simeq \alpha$ ) la fuerza de fricción a lo largo del fleje es,

$$f^{\text{inc}}(y) = \eta \dot{u}(y) \left( \frac{w}{h_0 + y + \tan \alpha} \right)^3 \approx i\eta\omega u(y) \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \left( 1 - 3 \tan \alpha \frac{y}{h_0} \right) \quad (6.42)$$

En este caso concreto, vamos a calcular la fuerza total por unidad de longitud en cada modo,  $f_i^{\text{inc}}(y)$ ,

$$f_i^{\text{inc}} = \int_0^1 f^{\text{inc}}(y) \varphi_i(\xi) d\xi = i\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \int_0^1 \left( 1 - 3 \tan \alpha \frac{y}{h_0} \right) \varphi_i^2(\xi) d\xi \quad (6.43)$$

Donde considerando la integral,

$$\int_0^1 \xi \varphi_i^2(\xi) d\xi = \frac{1}{2} + \frac{2}{\kappa_i^2} \left( \frac{\cos \kappa_i + \cosh \kappa_i}{\sin \kappa_i + \sinh \kappa_i} \right)^2 \quad (6.44)$$

Obtenemos,

$$f_i^{\text{inc}} = i\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \left( 1 - \frac{3l \tan \alpha}{h_0} \left( \frac{1}{2} + \frac{2}{\kappa_i^2} \left( \frac{\cos \kappa_i + \cosh \kappa_i}{\sin \kappa_i + \sinh \kappa_i} \right)^2 \right) \right) \quad (6.45)$$

A partir de aquí es fácil ver que para  $\kappa_i$  lo suficientemente grandes ( $i \geq 6$ ),

$$f_i^{\text{inc}} \approx i\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{w}{h_0} \right)^3 \left( 1 - \frac{3l \tan \alpha}{2h_0} \right) \quad (6.46)$$

### 6.4.3. La punta parabólica

En este apartado, vamos a calcular el aporte a la fuerza de fricción que realiza la punta parabólica, considerando válido el modelo “squeeze damping” que hemos considerado hasta ahora. Para los cálculos emplearemos coordenadas cilíndricas, por lo que  $h(\rho) = d + \rho^2/(2R)$

Con respecto al anterior apartado, modificamos la geometría, que pasa de ser un plano a un paraboloide, pero seguimos manteniendo las condiciones de contorno, concretamente,

$$p(\rho_0) = 0 \Leftrightarrow p(\sqrt{2h_p R}) = 0 \quad (6.47)$$

donde  $h_p$  es la altura de la punta y  $R$ , es el radio de la base de la punta. Es decir, la presión será nula en el exterior del paraboloide. Al resolver la ecuación diferencial correspondiente, en este caso, en coordenadas cilíndricas<sup>2</sup>,

$$p(\rho) = i6\eta\dot{u} \int \frac{\rho}{h^3} d\rho \quad (6.48)$$

Para este caso,  $h = d + \rho^2/(2R)$ , define la distancia entre el vértice de la punta parabólica y la muestra. Resolviendo la integral e imponiendo la condición de contorno,

$$p(\rho) = -i12\eta\dot{u}R^3 \left( \frac{1}{(2Rd + \rho^2)^2} - \frac{1}{(2R(d + h_p))^2} \right) \quad (6.49)$$

A partir de esta presión, podemos calcular la fuerza integrando la expresión (6.49) sobre toda la superficie. Esta fuerza representa la fuerza de fricción total sobre la punta parabólica

$$F_p(y) = i6\pi\eta\dot{u}(y)R \frac{R}{d} \left( 1 - \frac{1}{1 + h_p/d} - \frac{h_p d}{(d + h_p)^2} \right) \quad (6.50)$$

Y, en el límite  $h_p \gg d$ ,

$$F_p(y) \approx i6\pi\eta\dot{u}(y)R \frac{R}{d} \quad (6.51)$$

<sup>2</sup>Conviene señalar que al realizar la integral hemos considerado que  $\dot{u}(y) = \dot{u}$  la consideraremos “constante” con respecto a la integración en la coordenada cilíndrica  $\rho$ .

A partir de (6.50) podemos definir la fuerza por unidad de longitud como,

$$f_p(y) = i6\pi\omega\eta \frac{u_i^0}{2} \varphi_i(y/l) \delta(y - l_p) \frac{R^2}{d} = i6\pi\omega\eta \frac{u_i^0}{2l} \varphi_i(\xi) \delta(\xi - l_p/l) \frac{R^2}{d} \quad (6.52)$$

donde hemos empleado la función  $\delta$ -Dirac para indicar dónde se ejerce la fuerza (en el extremo final del fleje, pero localizada justo en el centro de la base de la punta parabólica  $l_p$ ).

#### 6.4.4. La punta cónica

Para una punta cónica, en coordenadas cilíndricas,  $h(\rho) = d + \rho \cot(\theta_p/2)$ , donde  $\cot(\theta_p/2) = h_p/\rho_p$  es el ángulo de apertura de la punta y  $\rho_p$  es el radio de la base del cono que modela la punta. Partiendo de la aproximación de Reynolds, calculamos la presión para este problema,

$$p(\rho) = i6\eta\dot{u} \int \frac{\rho}{h^3(\rho)} d\rho \quad (6.53)$$

Resolviendo la integral,

$$p(\rho) = \frac{i6\eta\dot{u}}{\cot^2(\theta_p/2)} \left( \frac{-1}{d + \rho \cot(\theta_p/2)} + \frac{d}{2(d + \rho \cot(\theta_p/2))^2} \right) + C \quad (6.54)$$

donde  $C$  es una constante de integración que es posible determinar imponiendo las condiciones de contorno usuales,

$$p(\rho_p) = 0; \quad \lim_{\rho \rightarrow \infty} p(\rho) = 0 \quad (6.55)$$

Por lo tanto,

$$p(\rho) = \frac{i6\eta\dot{u}}{\cot^2(\theta_p/2)} \left( \frac{-1}{d + \rho \cot(\theta_p/2)} + \frac{d}{2(d + \rho \cot(\theta_p/2))^2} + \frac{2h_p + d}{2(d + h_p)^2} \right) \quad (6.56)$$

A partir de la presión, la fuerza de fricción (total) que aporta la punta cónica podemos calcularla usando la integral de superficie,

$$f_{\text{cono}}(y) = -i6\eta\dot{u} \int_0^{2\pi} \int_0^{\rho_p} p(\rho) \rho d\rho d\theta \quad (6.57)$$

Cuyo resultado es,

$$f_{\text{cono}}(y) = i6\eta \tan^4(\theta_p/2) h_p \left( 2 + \frac{3d}{h_p} \log \left[ \frac{d}{d + h_p} \right] + \frac{d}{d + h_p} - \frac{h_p(2h_p + d)}{2(d + h_p)^2} \right) \dot{u} \quad (6.58)$$

En las aplicaciones en las que trabajaremos emplearemos el límite  $h_p \gg d$ , por lo que en este caso nuestra expresión se reduce a,

$$f_{\text{cono}}(y) \approx i6\pi\eta h_p \tan^4(\theta_p/2) \dot{u} \quad (6.59)$$

De esta expresión, podemos determinar cuál será la fuerza por unidad de longitud debida a la punta cónica, sólo en la posición en la que ésta afecta. Al igual que hacíamos con la punta parabólica, usando la función  $\delta$ -Dirac

$$f_{\text{cono}} = i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \varphi_i(y/l) \delta(y - l_p) h_p \tan^4(\theta_p/2) = i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2l} \varphi_i(\xi) \delta(\xi - l_p/l) h_p \tan^4(\theta_p/2) \quad (6.60)$$

### 6.4.5. Vértice parabólico y cono

En lo que sigue, asumiremos que la punta tiene dos unidades básicas: un punta mesoscópica con forma de cono truncado, de altura  $h$  y ángulo de apertura  $\theta_p$ ; un vértice parabólico de radio  $R$ . La transición entre la punta parabólica y cónica se asume suave (igualdad de primeras derivadas). Este modelo de punta viene descrito por la siguiente expresión:

$$h(\rho) = \begin{cases} d + \rho^2/(2R) & \rho \leq R \cot(\theta_p/2) \\ \cot(d + \rho\theta_p - \delta/2) & \rho > R \cot(\theta_p/2) \end{cases} \quad (6.61)$$

Como puede observarse en la figura, la altura del cono (completo) es  $h + \delta/2$ , donde  $\delta = R \cot^2(\theta_p/2)$ .

Siguiendo con la aproximación de Reynolds, y emplearemos las condiciones de contorno,

$$p(h + R \cot^2(\theta_p) \tan(\theta_p/2)) = 0; \quad \lim_{\rho \rightarrow \infty} P(\rho) = 0 \quad (6.62)$$

De nuevo, aplicando el modelo de Reynolds podemos determinar la presión,

$$p(\rho) = \begin{cases} p_1(\rho) & \rho \leq R \cot(\theta_p/2) \\ p_2(\rho) & \rho > R \cot(\theta_p/2) \end{cases} \quad (6.63)$$

donde  $p_1(\rho)$  viene dado por,

$$p_1(\rho) = -i3i\eta R \left( \frac{-1}{(r^2/(2R) + d)^2} + \frac{1}{(R \cot^2(\theta_p/2) + d)^2} + \frac{1}{\cot^2(\theta_p/2)} \left( \frac{-d - 3R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(d + R \cot^2(\theta_p/2)/2)^2} + \frac{2h + d + R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(h + d)^2} \right) \right) \quad (6.64)$$

y  $p_2(\rho)$ ,

$$p_2(\rho) = \frac{i6i\eta}{\cot^2(\theta_p/2)} \left( \frac{-1}{d + r \cot(\theta_p/2) - R \cot^2(\theta_p/2)/2} + \frac{d - R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(2(r \cot(\theta_p/2) + d - R \cot^2(\theta_p/2)/2))^2} + \frac{2h + d + R \cot^2(\theta_p/2)/2}{2(h + d)^2} \right) \quad (6.65)$$

Finalmente, podemos calcular la fuerza hidrodinámica,

$$\begin{aligned}
f_{pc}(y) &= \int_0^{h+R \cot^2(\theta_p) \tan(\theta_p/2)} 2\pi p(\rho) \rho d\rho = \\
&= 6\pi\eta\dot{u} \left( \frac{R^2}{d} - \frac{3R^2}{2(R \cot^2(\theta_p/2) + 2d)} - \right. \\
&\quad - \frac{R^2}{2} \left( \frac{-d - 3R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(d + R \cot^2(\theta_p/2)/2)^2} + \frac{2h + d + R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(h + d)^2} \right) - \\
&\quad - \frac{1}{\cot^4(\theta_p/2)} \left( R \cot^2(\theta_p/2) - 2h - 3(d - R \cot^2(\theta_p/2)) \log \left[ \frac{R \cot^2(\theta_p/2)/2 + d}{h + d} \right] + \right. \\
&\quad + (d - R \cot^2(\theta_p/2)/2)^2 \left( \frac{-1}{R \cot^2(\theta_p/2)/2 + d} + \frac{1}{h + d} \right) + \\
&\quad \left. + \frac{2h + d + R \cot^2(\theta_p/2)/2}{4(h + d)^2} (h^2 + 2hR \cot^2(\theta_p/2)) \right)
\end{aligned} \tag{6.66}$$

Expresión que puede reescribirse como la suma de dos contribuciones, una de la parte cónica  $f_c$  y otra del vértice parabólico  $f_v$ ,

$$\begin{aligned}
f_v(y) &= 6\pi\eta\dot{u} \left( \frac{R^2}{d} - \frac{3R^2}{2(R \cot^2(\theta_p/2) + 2d)} - \right. \\
&\quad \left. - \frac{R^2}{2} \left( \frac{-d - 3R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(d + R \cot^2(\theta_p/2)/2)^2} + \frac{2h + d + R \cot^2(\theta_p/2)/2}{(h + d)^2} \right) \right) \\
f_c(y) &= -\frac{6\pi\eta\dot{u}}{\cot^4(\theta_p/2)} \left( R \cot^2(\theta_p/2) - 2h - 3(d - R \cot^2(\theta_p/2)) \log \left[ \frac{R \cot^2(\theta_p/2)/2 + d}{h + d} \right] + \right. \\
&\quad + (d - R \cot^2(\theta_p/2)/2)^2 \left( \frac{-1}{R \cot^2(\theta_p/2)/2 + d} + \frac{1}{h + d} \right) + \\
&\quad \left. + \frac{2h + d + R \cot^2(\theta_p/2)/2}{4(h + d)^2} (h^2 + 2hR \cot^2(\theta_p/2)) \right)
\end{aligned} \tag{6.67}$$

A primer orden, cuando  $d \rightarrow 0$  y  $\theta_p \ll 1$  la parte del vértice de la punta puede aproximarse por,

$$f_v(y) \approx 6\pi\eta\dot{u} \frac{R^2}{d} \tag{6.68}$$

relación ya discutida previamente [98]. Para la parte cónica, cuando  $R \cot^2(\theta_p/2)/2 < d < h$ , es decir, cuando  $d\delta > 2$ , la aproximación es,

$$f_c(y) \approx \frac{9\pi\eta\dot{u}}{\cot^4(\theta_p/2)} h \tag{6.69}$$

y usando que  $\theta_p \ll 1$

$$f_c(y) \approx \frac{9\pi\eta\dot{u}}{16} \theta_p^4 h \tag{6.70}$$

Obsérvese que en cada unos de estos términos la estructura es parecida: la fuerza de fricción es proporcional a una longitud característica de la parte correspondiente del fleje y la fuerza decrece en función de la razón de dicha longitud característica a la distancia  $d$ . Este escalado de la fuerza con la longitud característica de la estructura es muy general en SFM, y constituye una de las bases de la bien conocida aproximación de Derjaguin [11].

## 6.5. Fuerza hidrodinámica total

La fuerza de fricción total sobre el fleje, incluyendo el término de arrastre a grandes distancias, podemos calcularla a partir de las expresiones del apartado anterior,

$$\begin{aligned}
 f_i^{\text{tot}} &= i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \varphi_i(\xi) \frac{b_{\text{ef}}}{l} + \frac{\varphi_i(\xi)}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \left( 1 - 3 \tan(\alpha) \frac{y}{d+h_p} \right) + \right. \\
 &\quad \left. + \frac{\varphi_i(\xi)}{l} \delta(\xi - l_p/l) \left( R \frac{R}{d} + \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) \right) = \\
 &= i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \varphi_i(\xi) \left( \frac{b_{\text{ef}}}{l} + \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \right) + \right. \\
 &\quad \left. + \frac{\varphi_i(\xi)}{l} \delta(\xi - l_p/l) \left( R \frac{R}{d} + \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) - \right. \\
 &\quad \left. - \frac{3l}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \tan(\alpha) \frac{\xi \varphi_i(\xi)}{d+h_p} \right)
 \end{aligned} \tag{6.71}$$

De aquí podemos calcular la proyección,

$$f_i = \int_0^1 f_i^{\text{tot}}(\xi) \varphi_i(\xi) d\xi \tag{6.72}$$

Lo que nos lleva al cálculo de tres términos,

$$\int_0^1 \varphi_i^2(\xi) \left( \frac{b_{\text{ef}}}{l} + \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \right) d\xi = \frac{b_{\text{ef}}}{l} + \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \tag{6.73}$$

$$\int_0^1 \frac{1}{l} \varphi_i^2(\xi) \delta(\xi - l_p/l) \left( R \frac{R}{d} \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) = \frac{1}{l} \varphi_i^2(l_p/l) \left( R \frac{R}{d} \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) \tag{6.74}$$

$$\int_0^1 \xi \varphi_i^2(\xi) d\xi = \frac{3l \tan(\alpha)}{d+h_p} \left( \frac{1}{2} + \frac{2}{\kappa_i^2} \left( \frac{\cos \kappa_i + \cosh \kappa_i}{\sin \kappa_i + \sinh \kappa_i} \right)^2 \right) \tag{6.75}$$

Agrupando, obtenemos para la fuerza total hidrodinámica (proyectada),

$$\begin{aligned}
 f_i^{\text{tot}} &= i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{b_{\text{ef}}}{l} + \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 + \right. \\
 &\quad \left. + \frac{\varphi_i^2(l_p)}{l} \left( R \frac{R}{d} + \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) - \right. \\
 &\quad \left. - \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \frac{3l \tan(\alpha)}{d+h_p} \left( \frac{1}{2} + \frac{2}{\kappa_i^2} \left( \frac{\cos \kappa_i + \cosh \kappa_i}{\sin \kappa_i + \sinh \kappa_i} \right)^2 \right) \right)
 \end{aligned} \tag{6.76}$$

Para  $i \gg 1$  tenemos,

$$\begin{aligned}
 f_i^{\text{tot}} = & i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( \frac{b_{\text{ef}}}{l} + \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 + \right. \\
 & \left. + \frac{\varphi_i^2(l_p)}{l} \left( R \frac{R}{d} + \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) - \right. \\
 & \left. - \frac{1}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \frac{3l \tan(\alpha)}{2(d+h_p)} \right)
 \end{aligned} \tag{6.77}$$

Y si hacemos una integración sobre la longitud,

$$F_i^{\text{tot}} = i6\pi\eta\omega \frac{u_i^0}{2} \left( b_{\text{ef}} + \frac{l}{6\pi} \left( \frac{w}{d+h_p} \right)^3 \left( 1 - \frac{3l \tan(\alpha)}{2(d+h_p)} \right) + \varphi_i^2(l_p/l) \left( R \frac{R}{d} + \tan^4(\theta_{p/2}) h_p \right) \right) \tag{6.78}$$

## 6.6. Parte experimental

Para comprobar los modelos antes expuestos, realizamos una serie de experimentos (tanto en aire como en líquidos) en los que obtenemos el factor de calidad. Con ese fin, seguimos dos caminos experimentalmente equivalentes:

- Modos 3D: se obtienen imágenes sobre un punto de la muestra, mientras se varía la distancia. El fleje permanece sin excitación, por lo que se obtiene ruido térmico en las señales de amplitud ( $Y(\omega)$ ) y fase ( $X(\omega)$ ). Posteriormente, procesamos para obtener las curvas de densidad de ruido térmico y ajustamos a una curva Lorentziana (ver capítulo 4) cada línea de la imagen. De esta forma obtenemos el factor de calidad en función de la distancia. Este método permite disminuir el drift, pero es menos estable.
- Analizador de espectros: empleando un analizador de espectros, obtenemos directamente la densidad de ruido térmico para un rango determinado de distancias punta-muestra. Posteriormente, ajustamos a una lorentziana cada medida. Este método es más estable, pues cada medida se toma promediando espectros de ruido térmico para cada distancia punta-muestra.

Los dos procedimientos dan medidas semejantes, y los datos obtenidos se referirán a ambos indistintamente.

### 6.6.1. Celda líquida

Siguiendo la bibliografía preparamos el fleje para poder sumergirlo en los distintos fluidos en los que realizaremos el experimento. Concretamente, sobre el piezo adjunto al porta-flejes se adhiere una pieza rectangular de vidrio, que hará las veces de soporte del fleje. Esto nos permite por una parte, asegurarnos que el fleje se sumerge en el fluido, y, por otra, evitar que el piezo que lo excita entre en contacto con el líquido. El líquido problema se deposita sobre un cavidad cilíndrica, en cuyo centro se coloca la superficie a la que nuestro fleje se acercará.

### 6.6.2. Materiales

Además del sistema SFM, en este experimento se han usado:

- Agua pura,  $\rho = 1000 \text{ Kg/m}^3$ ,  $\eta = 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ .
- Acetona,  $\rho = 791 \text{ Kg/m}^3$ ,  $\eta = 3.6 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ .
- Etanol,  $\rho = 789 \text{ Kg/m}^3$ ,  $\eta = 1.1 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ .
- Tolueno,  $\rho = 870 \text{ Kg/m}^3$ ,  $\eta = 5.9 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ .

Todos ellos de Sigma–Aldrich y con una pureza de, aproximadamente, el 99.9%. La estimación de la densidad y la viscosidad se realiza a partir de las indicaciones de los productos, considerando que los experimentos se realizaron en condiciones estándar. En cuanto a la selección de los flejes, hemos escogido:

- Flejes de nitruro de silicio: dada su mayor sensibilidad al ruido térmico. Estos flejes de la marca Olympus [104], tienen cuatro variantes en el mismo chip. Se trata de cuatro flejes de longitudes entre 100 y 200  $\mu\text{m}$ , y anchos entre 20  $\mu\text{m}$  y 40  $\mu\text{m}$ . Para cada uno de ellos se ha realizado el experimento.
- Flejes de silicio: de dos tipos, con largos entre 240 y 160  $\mu\text{m}$  y anchos entre 30 y 55  $\mu\text{m}$ , respectivamente.

### 6.6.3. Resultados

Las figuras muestran que el comportamiento del factor de calidad en función de la distancia puede modelarse adecuadamente mediante el modelo propuesto. La figura 6.3 muestra el comportamiento de los diferentes modos para un fleje de nitruro de silicio ( $L = 200 \mu\text{m}$  y  $b = 20 \mu\text{m}$ ). Como puede observarse, el decaimiento de  $Q$  es mucho más severo cuanto menor es el modo.

Al representar el comportamiento de  $Q(d)$  para los diferentes flejes en aire (figura 6.4) y en agua (figura 6.5) se observa que los factores geométricos modifican la forma de  $Q(d)$ . También se puede observar en la figura 6.6 que la forma de  $Q$  depende del medio (a través de  $\rho$  y  $\eta$ ). Es interesante remarcar aquí que comparando el factor de calidad para los medios líquidos,  $Q$  es mayor en acetona, el medio de menor viscosidad.

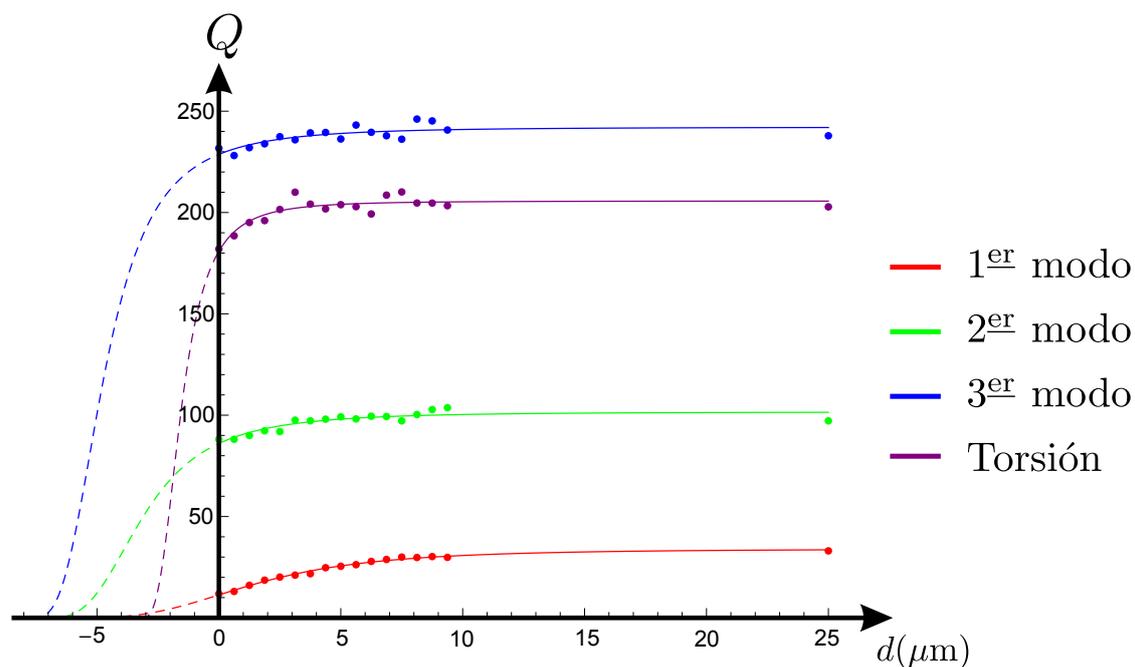


Figura 6.3: Curvas del factor de calidad en función de la distancia para los tres primeros modos y el modo de torsión usando el fleje de nitruro de silicio ( $l = 200 \mu\text{m}$ ,  $b = 20 \mu\text{m}$ ).

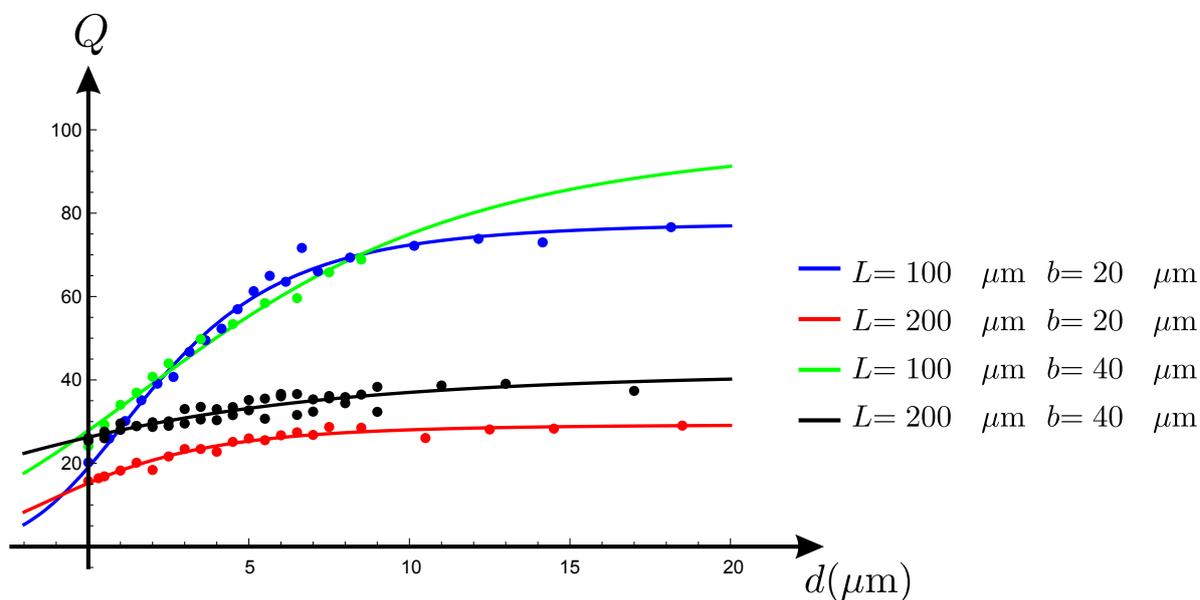


Figura 6.4: Curvas del factor de calidad en función de la distancia para diferentes flejes en aire.

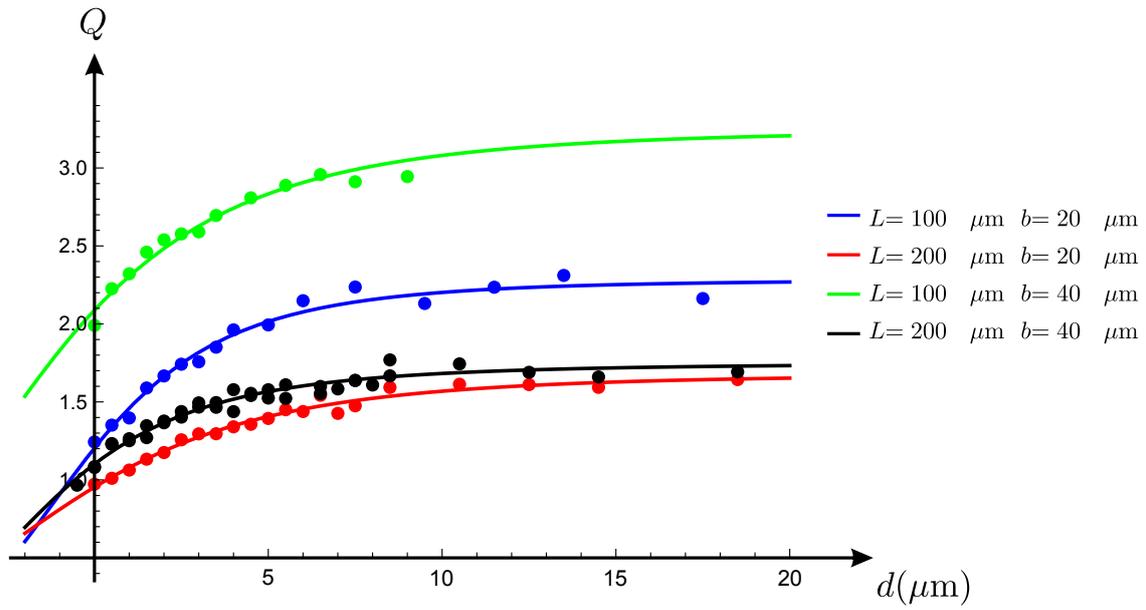


Figura 6.5: Curvas del factor de calidad en función de la distancia para diferentes flejes en agua.

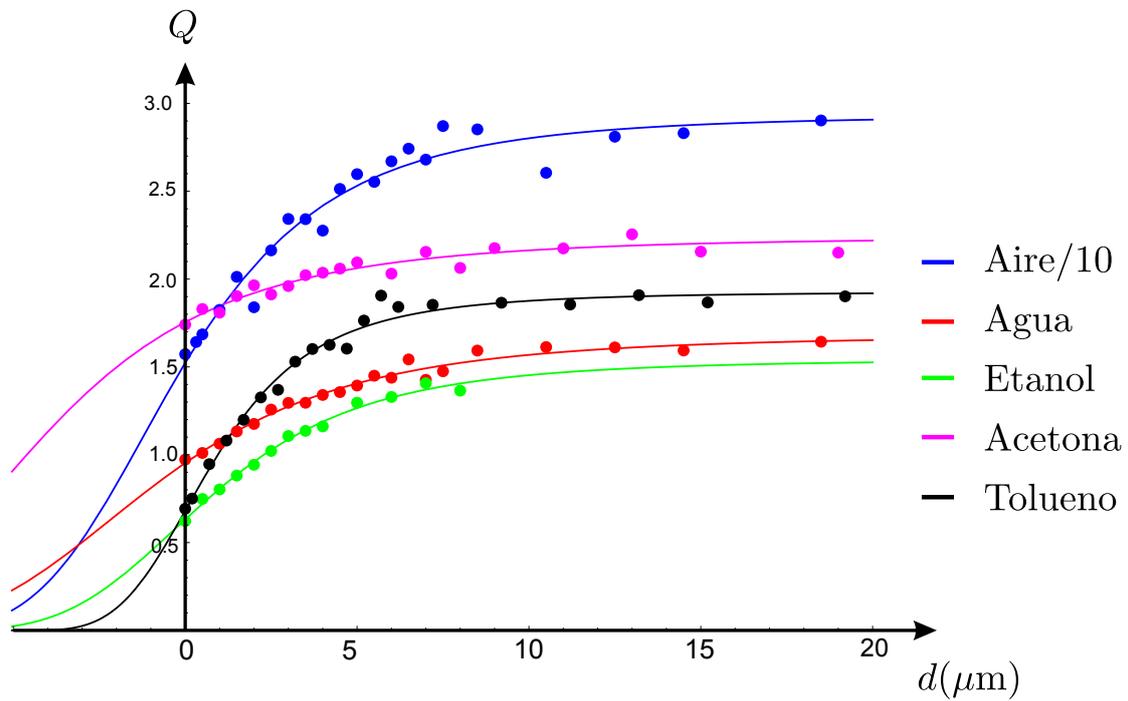


Figura 6.6: Curvas del factor de calidad para un fleje de nitruro de silicio ( $l = 200 \mu\text{m}$ ,  $b = 20 \mu\text{m}$ ) en diferentes medios.

## 6.7. Conclusiones

La existencia de un modelo más preciso para explicar el comportamiento del factor de calidad en función de la distancia, nos permite saber cuáles son los parámetros que explícitamente afectan al experimento. El modelo propuesto, divide las contribuciones disipativas entre los elementos que componen el fleje y relaciona el factor de calidad directamente con las dimensiones características de dichas partes y las propiedades del fluido problema. Así pues, este modelo permite, fijadas unas características, conocer cómo será el comportamiento del factor de calidad en el rango de distancias punta–muestra que necesitamos.

Tipo	Nombre	$\omega_0$ (kHz)	$\omega_{liq}$ (kHz)	$c$ (N/m)	$l$ ( $\mu$ m)	$b$ ( $\mu$ m)	$t$ ( $\mu$ m)	$l_p$ ( $\mu$ m)	Material	$R_p$ ( $\mu$ m)	$\theta_p$	$Re_{liq}$	$Re_{aire}$	$Q_{liq}$	$Q_{aire}$
A	OMCL AC240TSW2	75	30.2	2	240	30	2.7	15	Si	0.007	35	42.6	6.73	3.85	185.4
B	OMCL AC160BNA2	300	131.9	42	160	50	4.6	11	Si	0.008	23	517	74.7	58.2	681
C	OMCL AC160TSR3	300	130.6	26	160	40	3.7	14	Si	0.007	18	328	47.8	8.72	548
D	OMCL HA100WS1	160	48	15	108	50	2	12	Si	0.015	26	188	40	6.25	218
E	OMCL AC200TNC3	150	49	9	200	40	2	12	Si	0.015	26	123	24	5.39	208
F	BLAC10DSA2	1500	888	0.1	9	2	0.8	1.2	Si	0.024	20	5.57	0.60	2.47	174
G	Bio BLRC150VBC1 A	37	3.58	0.03	60	30	0.13	7	Si	0.03	45	5.05	3.32	1.56	7.15
H	Bio BLRC150VBC1 B	13	1.68	0.006	100	30	0.13	7	Si	0.03	45	2.37	1.17	1.21	3.93
I	OMCL RC800PB1 WS	66	15.4	0.82	100	20	0.8	2.9	SIN	0.04	70	9.64	2.63	2.1	64.9
J	OMCL RC800PB1 WL	17	19.67	0.11	200	20	0.8	2.9	SIN	0.04	70	12.3	0.68	2.29	26.76
K	OMCL RC800PB1 NS	64	4.27	0.42	100	40	0.8	2.9	SIN	0.04	70	10.7	10.2	2.1	73.1
L	OMCL RC800PB1 NL	17	4.93	0.06	200	40	0.8	2.9	SIN	0.04	70	12.4	2.71	2.2	33.7
M	BLAC40TSC2	110	17.8	0.09	38	16	0.2	7	SIN	0.008	35	7.16	2.81	1.79	22
N	BLAC10FSA2	1500	453	0.1	9	2	0.13	1.2	SIN	0.007	20	2.84	0.60	1.4	39.4

Tabla 6.2: Propiedades de los flejes empleados en este capítulo (tanto teórica como experimentalmente). En la tabla, SIN se refiere a los flejes de nitruro de silicio.

# 7 || Porta muestras de precisión nanométrica

**RESUMEN:** En el siguiente capítulo describiremos el diseño y desarrollo de porta-muestras de precisión nanométrica, que pueden integrarse fácilmente en un sistema **SFM**. El diseño se basa en el montaje cinemático tradicional y en un auto-ajuste de los porta-muestras y de la pieza superior del piezo. Estos porta-muestras permiten recuperar la posición original con un error del orden de 100 nm. Además, el montaje permite la manipulación ex-situ de las muestras y el reposicionamiento preciso en el sistema **SFM** sin ayuda de un microscopio óptico, marcas de posición o procesos de realineación.

## 7.1. Introducción

En **SFM**, el acceso a la escala atómica conlleva una limitación en el área que es posible adquirir experimentalmente. La alta resolución de las medidas restringe la capacidad representativa de los datos en comparación con la superficie total de la muestra. Este problema es aún más grave si se estudia la evolución de las características de la superficie al ser sometida a procesos ex-situ, es decir, si es necesario extraer la muestra del sistema de medida para aplicarle una serie de procesos. Sin la certeza de localizar la misma zona antes y después del tratamiento de la muestra, las diferencias observadas pueden ser causadas por variaciones locales de las propiedades de la superficie (y, por tanto, sin relación con los tratamientos aplicados), o bien, debidas a variaciones inducidas por el tratamiento (lo que se busca experimentalmente). El ejemplo por excelencia de esta situación lo encontramos en Nanotomografía [105, 106], donde la muestra es decapada y cada nueva superficie se mide topográficamente con el objetivo de realizar una caracterización tridimensional de la muestra. Esta reconstrucción sólo tiene sentido si la zona de interés no varía al aplicar los diferentes decapados.

Localizar la misma zona tras una extracción y reposición de la muestra es una tarea tediosa en **SFM**. Para evitar errores introducidos por las variaciones locales de las propiedades de la superficie es necesario encontrar la misma zona inicial o bien, realizar el estudio de diferentes zonas de la muestra. Esto último implica el consumo de tiempo necesario para que el conjunto de medidas sea estadísticamente significativo.

La zona original donde comenzó el experimento puede recuperarse aún cuando la muestra ha sido extraída. El método más habitual consiste en usar un porta-muestras adecuado y un sistema óptico (combinado con el microscopio de fuerzas) que permita localizar y fijar una determinada

región de la superficie que se desea medir. La muestra o el porta-muestras requieren ser marcados (rayados, por ejemplo) de forma que dicha señal sea localizable mediante el sistema óptico y pueda modificarse la posición punta-muestra con una precisión que debería superar el rango del sistema piezoeléctrico empleado en el sistema SFM. Tras sucesivas adquisiciones de datos y desplazamientos, sería posible encontrar la marca del porta-muestras, lo que permitiría realinear el sistema SFM; realizando más medidas de menor tamaño (es decir, un ajuste “fino”), podría localizarse la ubicación original. Este método es lento y requiere la fabricación de sustratos con marcas ópticas. Aunque dichos sustratos están disponibles comercialmente [107, 108], no siempre se adecúan a un experimento en particular. Para reducir la duración del experimento y evitar la necesidad de sustratos especiales, así como de un microscopio óptico, el siguiente capítulo muestra el desarrollo de un porta-muestras de precisión sub-micrométrica fácilmente integrable en un sistema SFM comercial. De esta forma, la configuración que se presenta permite la manipulación ex-situ de la muestra y la adquisición de datos en la misma zona.

## 7.2. Descripción del sistema de reposicionamiento

Se diseñaron dos tipos de porta-muestras, uno basado en la tradicional montura cinemática y el otro basado en un auto-ajuste del porta-muestras y la pieza superior del escáner piezoeléctrico (es decir, el ajuste final de las piezas recayó en el pegamento empleado). Mientras que el primer tipo de porta-muestras es, esencialmente un acople Kelvin (*Kelvin Coupling*) – y, por tanto, una montura cinemática (ver figura 7.1)– el segundo tipo de porta-muestras sobredetermina la posición de la muestra con respecto al piezo y, por tanto, no es una montura cinemática.

La montura cinemática [109–111] tradicional se caracteriza por fijar los 6 grados de libertad de una pieza mecánica con respecto a otra: las tres coordenadas del centro de masas, las dos coordenadas del vector normal con respecto a algún plano y el ángulo de rotación alrededor de este vector normal. El montaje cinemático más usado es el acople Kelvin [112, 113] (llamado así por Lord Kelvin). La figura 7.2 (E) (parte izquierda) muestra el porta-muestras cuyo diseño está basado en el acople Kelvin y la figura 7.2 (E) (parte derecha) el soporte “maestro” (la parte unida al piezo) que se ajusta a este porta-muestras. Nótese que el soporte maestro es multifuncional, es decir, además de acoplarse con el porta-muestras Kelvin es posible usar el porta-muestras cuyo diseño discutiremos más adelante.

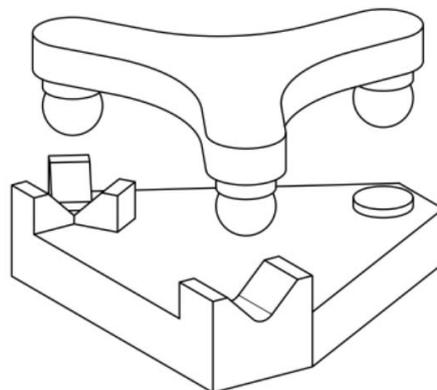


Figura 7.1: Montaje cinemático clásico (Kelvin) [109].

Para el posicionamiento del porta-muestras Kelvin sólo se necesitan las tres bolas del soporte maestro. En el acople Kelvin las tres bolas que están fijas en la superficie del soporte maestro encajarán con un cono (idealmente un tetraedro cóncavo), una estría semicilíndrica y una superficie plana, situadas en el porta-muestras. La bola que encaja con el cono ( $c$  en la figura 7.2 (E)) fijará tres coordenadas (una posición relativa  $\{x, y, z\}$  de las piezas quedará fijada, pero las superficies aún serán capaces de rotar); la estría semicilíndrica,  $g$  en la figura 7.2 (E), fijará dos ángulos de rotación mientras que la superficie plana,  $p$  en la figura 7.2 (E), fijará la última (es decir, la rotación alrededor del eje que une las otras dos bolas). El concepto que guía el diseño del segundo porta-muestras es simple: se basa en sobredeterminar la posición de un porta-muestras especial con respecto al piezo del sistema SFM y en un auto-ajuste de los elementos durante el ensamblaje del conjunto (fijación de las piezas mediante pegamento). De forma más precisa: primero construimos el soporte maestro, que consiste en un disco de 12 mm de diámetro con tres pares de cilindros fijados en su superficie. Los pares de cilindros se colocan radialmente, formando un ángulo de  $120^\circ$  entre ellos, como se muestra en las figuras 7.2 (A) y (D). La segunda parte de nuestro sistema de alineamiento consiste en lo que denominaremos porta-muestras secundario, y constituye el porta-muestras mismo (es decir, es la pieza móvil). Para poder ensamblar este porta-muestras secundario, se le colocan tres nuevos cilindros de forma que encajen con los ya adheridos en el soporte maestro. Estos nuevos cilindros se fijan en el porta-muestras secundario aplicando pegamento y, posteriormente, se deja reposar la pieza sobre el soporte maestro, de forma que el porta-muestras secundario y el soporte maestro se mantienen en contacto mientras los nuevos cilindros se ajustan (por el secado del pegamento) en las posiciones correctas. Al secarse el pegamento, las fuerzas magnética y gravitatoria que soportan las piezas alinearán los cilindros del porta-muestras secundario con respecto al conjunto de pares de cilindros del soporte maestro en una posición de ajuste sobredeterminado y mecánico perfecto. Una pieza fabricada de este modo puede observarse en la figura 7.2 (B). Nótese que, dado que la posición relativa de las dos piezas principales está sobredeterminada, sólo será posible ensamblarlas correctamente cuando encajen en la posición original en la que fueron fabricadas. Por tanto, sólo una de las tres posiciones posibles que pueden obtenerse por la rotación de  $120^\circ$  del porta-muestras será la correcta. Las dos piezas pueden marcarse para encontrar fácilmente el alineamiento perfecto. Una vez que el soporte maestro ha sido fabricado, pueden construirse diferentes porta-muestras secundarios compatibles. En particular, como se muestra en la figura 7.2 (C), se ha ensamblado un porta-muestras compatible con un equipo de Ultra Alto Vacío (UHV), para poder combinar las técnicas ex-situ de UHV con los experimentos de SFM. Finalmente, para mejorar la precisión de la pieza maestra del sistema de reposicionamiento, esta se ha integrado en la parte superior del piezo (ver figura 7.2 (D) y (E)). El soporte maestro de la figura 7.2 (E) es multifuncional, es decir, puede emplearse con el porta-muestras Kelvin, con el porta-muestras secundario y con porta-muestras convencionales. En este último caso, la posición no está bien definida y se observa un movimiento inercial inducido por el piezo.

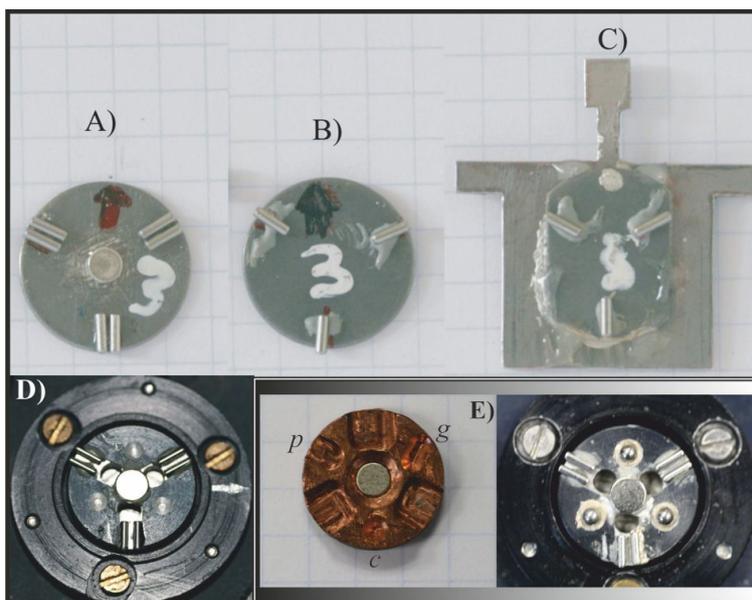


Figura 7.2: (A) Soporte maestro casero; (B) porta-muestras secundario de (A); (C) porta-muestras secundario para UHV de (A). (D) Soporte maestro ajustado a la parte superior del piezo mostrando los pares de cilindros pegados en la parte superior del piezo. (E) (Izquierda) Porta-muestras con montura cinemática. Las letras *g*, *c* y *p* indican “groove” (estría), “cono” (cono) y “flat surface” (plano), respectivamente. (E) (Derecha) Soporte maestro multifuncional.

### 7.3. Aplicaciones del sistema de reposicionamiento

Para mostrar la utilidad del porta-muestras se han analizado tres tipos de sustratos: cubres de vidrio, grafito (HOPG) y aluminio (de un DVD). Los cubres de vidrio se usaron para preparar películas delgadas de polímeros conductores (cuyo estudio es tradicional en el grupo de investigación donde se ha desarrollado la tesis [114]). Para preparar estas muestras se adquirió Poli-3-Octiltiofeno (P3OT), con un acople de cabeza a cola del 98.5 %, índice de polidispersidad  $D = 2.6$  y masa molecular  $M_n = 54000$ . El P3OT se preparó en tolueno con una concentración de 20 g/l, para ser depositado posteriormente mediante spin-coating. El segundo sustrato, HOPG, se empleó como sustrato para la deposición y formación de pequeñas islas de SDS, ( $C_{12}H_{25}NaO_4S$ ), con masa molecular  $M_n = 288.38$ . Estas muestras se prepararon con una disolución a 10  $\mu\text{g}/\text{l}$  de SDS en agua ultrapura. Los solutos y disolventes empleados se adquirieron de Sigma-Aldrich.

La morfología de las muestras se estudió a temperatura ambiente en el sistema SFM de Nanotec Electrónica (que cuenta con un sistema PLL [8]) y con flejes Olympus OMCL-AC (constante elástica: 2 N/m; frecuencia de resonancia: 70 kHz). Las imágenes se adquirieron mediante la técnica Microscopía dinámica de fuerzas de no contacto (NC-SFM). Las amplitud de oscilación (pico a pico) era de 10 nm, y se escogió una reducción de la amplitud de oscilación libre en el intervalo del 5% al 10%, para mantener el sistema punta-muestra en la parte atractiva de la interacción, evitando el contacto entre punta y muestra. Como se discutirá más adelante en detalle, para el análisis de los datos se empleó el software WSxM [8, 88].

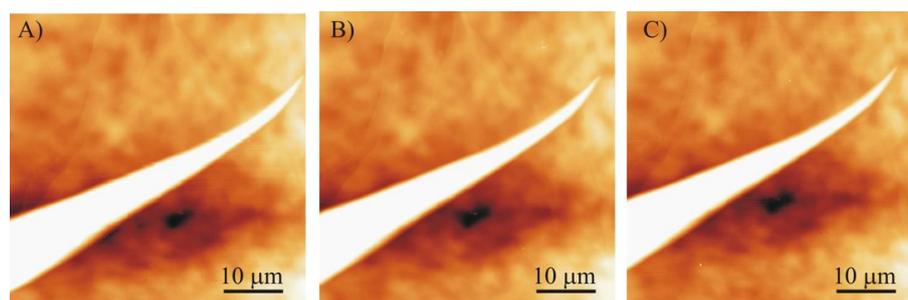


Figura 7.3: Imágenes SFM de HOPG recién cribado adquiridas en la misma zona: (A) primera imagen adquirida; (B) tras quitar la muestra y volver a ponerla; (C) tras quitar el porta flejes y volver a colocarlo. En todas las imágenes  $Z = 200$  nm.

En estos ejemplos, hemos empleado el porta-muestras maestro (A) y los porta-muestras secundarios (B) y (C) de la figura 7.2.

### 7.3.1. Superficie HOPG

Para ilustrar la capacidad de nuestro sistema de alineamiento, se ha escogido una superficie de HOPG como sustrato. La muestra se ha preparado mediante el cribado usual para exponer una superficie nueva. La figura 7.3 (A) muestra una estructura de aguja en la superficie del grafito. Tras la adquisición de esta imagen la cabeza del microscopio se levantó, se quitó la muestra del sistema SFM y se volvió a colocar (ver figura 7.3 B). Se encontró un desplazamiento de la imagen de  $\delta = 2 \mu\text{m}$  donde  $\delta$  es el módulo del vector desplazamiento total, es decir,  $\delta = \sqrt{\delta_x^2 + \delta_y^2}$ , con  $\delta_x$  y  $\delta_y$  los desplazamientos en las direcciones  $x$  (horizontal) e  $y$  (vertical). Tras la adquisición de la imagen 7.3 (B) la cabeza del microscopio se levantó de nuevo, se quitó el porta flejes de la cabeza del microscopio y se volvió a colocar. La imagen obtenida tras este proceso se muestra en la figura 7.3 (C), donde se halló un desplazamiento respecto a la posición original  $\delta = 2.5 \mu\text{m}$ . De estos resultados concluimos que la punta del SFM se reposiciona en la misma región de la superficie en ambos casos, es decir, tanto si extraemos y reponemos la superficie, figura 7.3 (B), como si extraemos y reponemos el porta flejes, figura 7.3 (C).

El reposicionamiento exacto del porta flejes en la cabeza del SFM usando la tradicional montura cinemática es una capacidad de la cabeza SFM comercial que se emplea en los experimentos [8]. Es posible pues, limpiar la punta del fleje usando tratamientos UV/Ozono, evaporar metales o depositar moléculas en la punta, sin perder la región de estudio. Esta región se pierde si se ha de cambiar la punta. En el futuro, la intención es usar chips de alineamiento [115], para permitir el reemplazamiento de las puntas sin que se pierda la posición punta-muestra del sistema.

### 7.3.2. SDS sobre HOPG

En un segundo experimento, el sistema de alineamiento se aplicó a una muestra de HOPG sobre la que se formaron islas de SDS. Este experimento muestra que dicho sistema puede aplicarse para estudiar la adsorción de materiales en diferentes sustratos. Las islas de SDS se depositaron usando

la técnica *drop casting* con una disolución de SDS preparada en agua ultrapura (concentración  $10^{-5}$  g/L). Las figuras 7.4 (A) y (C) muestran la superficie limpia de HOPG, mientras que las figuras 7.4 (B) y (D) muestran las islas de SDS sobre el sustrato HOPG. En este experimento se encontró un desplazamiento entre las imágenes 7.4 (A) y (B) de  $3.5 \mu\text{m}$ . Como puede apreciarse en las figuras 7.4 (C) y (D) con el reposicionamiento adicional usando el offset del alto voltaje aplicado al piezo, las imágenes pueden alinearse con una precisión de unos pocos nanómetros.

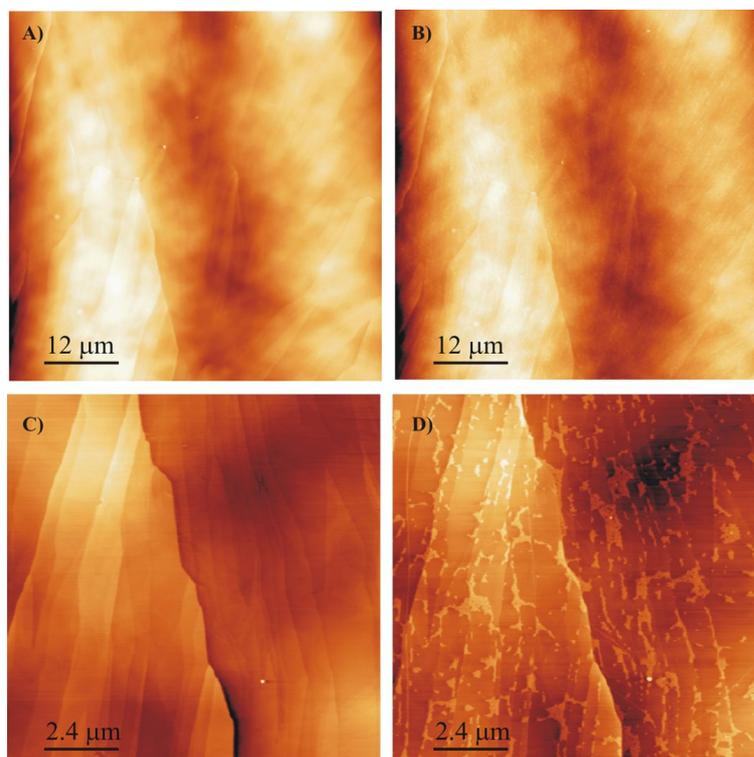


Figura 7.4: Imágenes topográficas de SFM: (A) HOPG recién cribado; (B) Tras la formación de islas de SDS; (C) y (D) son imágenes de mayor resolución, donde se han usado los voltajes de desplazamiento para encontrar la posición original. La escala en las imágenes (A) y (B) es  $Z = 200 \text{ nm}$ , y en las imágenes (C) y (D) es  $Z = 50 \text{ nm}$ .

### 7.3.3. P3OT sobre vidrio

El siguiente experimento se llevó a cabo usando películas delgadas del polímero P3OT sobre un sustrato de vidrio, adecuadamente pegado con pintura de plata sobre el porta-muestras compatible con UHV. En este experimento, el máximo tamaño que permitía barrer el piezo era de  $60 \mu\text{m}$ . Los detalles sobre la formación y morfología de las películas delgadas de P3OT pueden encontrarse en la bibliografía [114]. La figura 7.5 (A) muestra la morfología típica de estas películas donde pueden diferenciarse claramente dos regiones: una región más baja, que usualmente cubre la mayor parte de la muestra y una segunda región, más alta, con una característica estructura laminada. Las estructuras de las regiones altas tienen, típicamente, entre una y dos capas con una altura de, aproximadamente,  $4.5 \text{ nm}$ . La figura 7.5 (B) muestra

la misma región tras 10 minutos de exposición a un bombardeo de iones de Argón en una cámara UHV. Entre las imágenes se aprecia un desplazamiento de  $8\ \mu\text{m}$ . El desplazamiento se ha calculado con respecto a la marca blanca (señalada con una flecha) de la figura 7.5 (A).

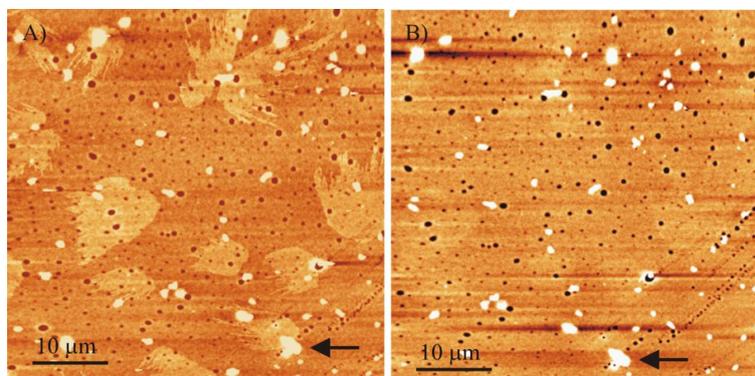


Figura 7.5: Imágenes SFM de películas delgadas de P3OT thin film: A) muestra original; B) tras 10 minutos de bombardeo con iones Argón. En ambas imágenes  $Z = 25\ \text{nm}$ .

#### 7.3.4. P3OT e isopropanol

Para este experimento, se depositó isopropanol mediante *drop casting* sobre una película delgada de P3OT (semejante a la citada anteriormente). En este experimento el piezo tenía un barrido máximo de  $12\ \mu\text{m}$ , y, por tanto, mayor resolución. La figura 7.6 (A) muestra la superficie inicial de la película delgada de P3OT, donde pueden apreciarse de nuevo las estructuras laminadas [114]. Tras la modificación química de la superficie con isopropanol estas estructuras laminadas desaparecen, observándose la figura 7.6 (B). Aún pueden apreciarse algunas rayas delgadas donde antes se encontraba las estructuras laminadas de la superficie original. Las flechas indican las características comunes entre ambas imágenes. Entre la imagen de la superficie original y la tratada químicamente existe un desplazamiento de  $4\ \mu\text{m}$ .

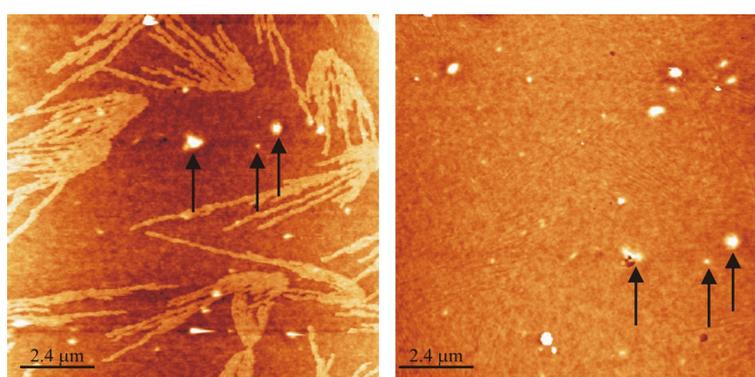


Figura 7.6: Imágenes topográficas de SFM: A) muestra original de P3OT, B) tras el tratamiento con isopropanol. La escala de ambas imágenes es  $Z = 20\ \text{nm}$ . Las flechas marcan las mismas características en ambas imágenes.

## 7.4. Calibración del sistema de reposicionamiento

Los ejemplos mostrados anteriormente demuestran el principio de funcionamiento del sistema de alineamiento. Estos ejemplos son sólo una muestra del amplio abanico de experimentos que pueden realizarse en un sistema de estas características. Sin embargo, la precisión obtenida es de unos pocos micrómetros y queda fuera del rango submicrométrico deseado. Dos problemas básicos limitan la precisión de estos experimentos. Por una parte, el porta-muestras maestro mostrado en la figura 7.2 (A), está fabricado de forma casera y se fija magnéticamente al piezo en el sistema SFM. Aunque el imán está fijado firmemente, no se puede evitar el pequeño movimiento relativo entre las dos piezas (el movimiento entre el porta-muestras y el piezo). Por otra parte, todas las imágenes de SFM mostradas hasta ahora han sido adquiridas con una cabeza SFM en un montaje  $x - y$  que permite mover la punta con respecto a la muestra. Desafortunadamente, este sistema de alineamiento tiene cierta holgura que impide el preciso reposicionamiento de la posición punta-muestra. Para resolver estos dos problemas, se propuso la siguiente solución que consta de dos partes:

- El porta-muestras maestro se mecanizó para que fuera posible fijarlo directamente al piezo. De esta forma, el porta-muestras maestro y el piezo constituyen una sola pieza como puede observarse en la figura 7.2 (D).
- La montura  $x - y$  para el movimiento lateral se sustituyó por un acople Kelvin donde descansa la cabeza del microscopio con la punta y el sistema de detección (ver figura 7.7). A pesar de que esta montura cinemática ya no permite el cambio de la posición relativa punta-muestra (es decir, una vez que la muestra está fijada al porta-muestras sólo es posible adquirir la misma región de la muestra) el resultado es un alineamiento mucho más estable y reproducible de la punta con respecto a la muestra, como se mostrará más adelante.



Figura 7.7: Montura cinemática para la cabeza del microscopio SFM.

Con estas modificaciones, el error de alineamiento en el sistema SFM sólo puede ser causado por:

- a.- Desviaciones típicas (térmicas, deformaciones, etc.).
- b.- Desalineamiento debido al movimiento de aproximación al usar el tornillo micrométrico del sistema SFM.

c.- Desalineamiento debido al mover la cabeza del microscopio.

d.- Desalineamiento al mover la muestra.

Cuando el microscopio se estabiliza y la temperatura ambiente se mantiene lo suficientemente estable, las desviaciones térmicas son despreciables al compararlas con el resto de factores: 350 nm en una película de 34 horas con 480 imágenes, con una desviación promedio de 0.2 nm/min.

Desafortunadamente, la muestra no puede extraerse de nuestro sistema sin que exista un alejamiento de la punta y sin levantar la cabeza del microscopio. Por tanto, extraer la muestra requiere tres acciones diferentes, cada una de ellas introduciendo un error de alineamiento. En lo que sigue, analizaremos los errores de reposicionamiento de estas acciones, es decir:

I.- Alejar la punta de la muestra y volver a acercarla.

II.- Alejar la punta, quitar la cabeza y volver a colocarla, para finalmente acercar la punta.

III.- Alejar la punta, quitar la cabeza, quitar y reponer la muestra, volver a colocar la cabeza y, por último, acercar de nuevo la punta a la muestra.

Asumiendo que los errores de reposicionamiento introducidos por cada acción son estadísticamente independientes, los errores observados deben sumarse cuadráticamente. Por tanto,

$$d_I^2 = d_{\text{acercar-alejar}}^2 \quad (7.1)$$

$$d_{II}^2 = d_{\text{cabeza}}^2 + d_I^2 \quad (7.2)$$

$$d_{III}^2 = d_I^2 + d_{\text{cabeza}}^2 + d_{\text{muestra}}^2 = d_{II}^2 + d_{\text{muestra}}^2 \quad (7.3)$$

Por tanto, se deduce que los errores de reposicionamiento  $d_{\text{cabeza}}$  y  $d_{\text{muestra}}$  determinados por las expresiones anteriores son,

$$d_{\text{cabeza}} = \sqrt{d_{II}^2 - d_I^2} \quad (7.4)$$

$$d_{\text{muestra}} = \sqrt{d_{III}^2 - d_{II}^2} \quad (7.5)$$

Otra forma de calcular la precisión en el reposicionamiento es asumir un camino aleatorio para los datos de las posiciones en el plano y definir la precisión del sistema como la desviación cuadrática media de los datos medidos con respecto a la posición media.

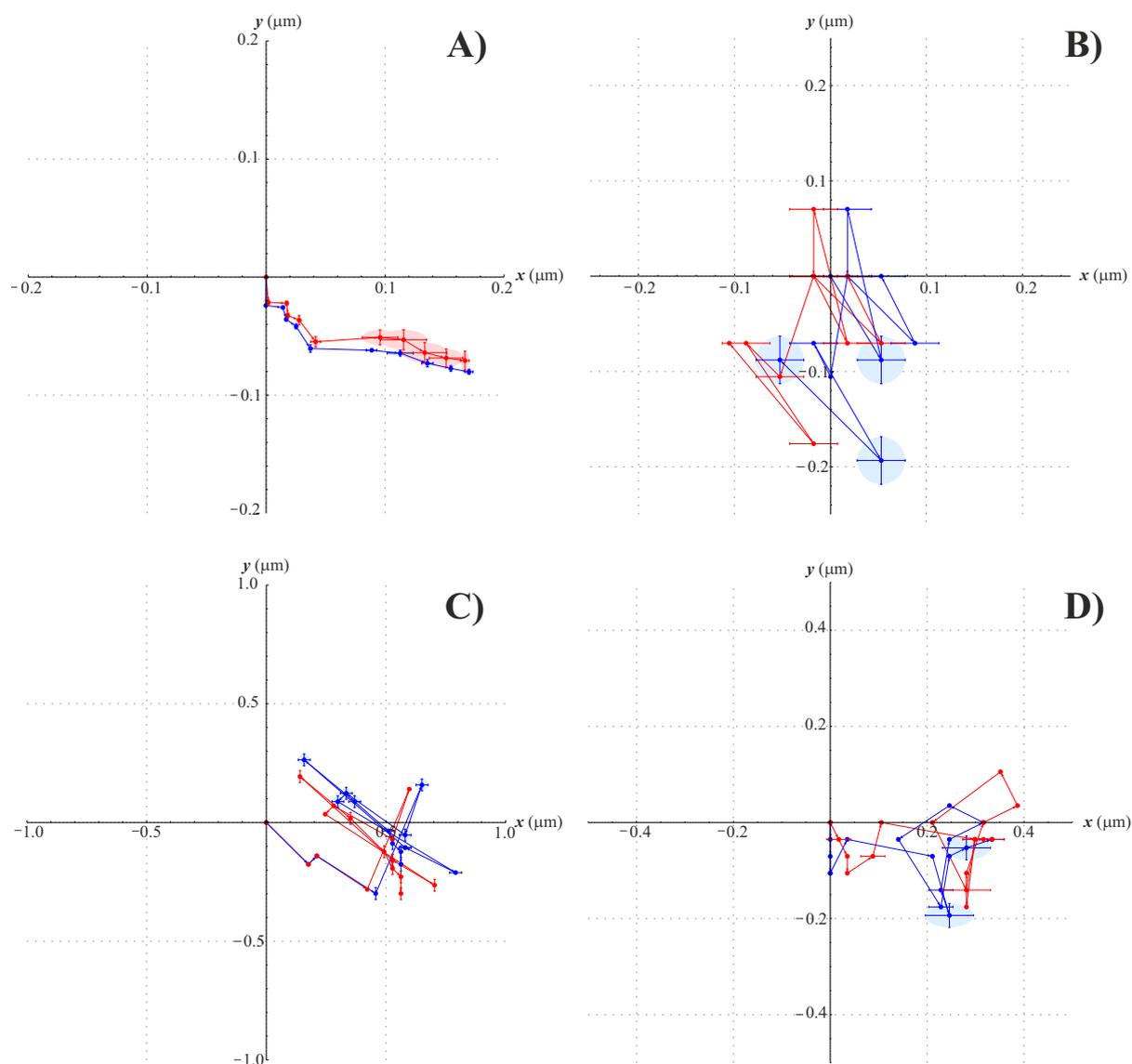


Figura 7.8: Trayectorias de la posición relativa punta–muestra en los experimentos realizados. En color rojo se muestra la trayectoria a partir de los datos de amplitud y en azul los datos de topografía. Las elipses alrededor de los puntos muestran el error de cada punto promedio. Experimentos de cada curva: A) tipo I, b) tipo II, C) tipo III<sub>KC</sub>, D) tipo III<sub>NK</sub>.

Se han realizado tres tipos de experimentos para estudiar el error de alineamiento correspondiente a las acciones I, II y III. Para obtener una cantidad de datos estadísticamente significativa cada experimento se ha repetido varias veces (entre 10 y 16 veces). Las imágenes correspondientes de SFM se procesaron de la siguiente forma: primero, todas las imágenes del mismo conjunto de datos se combinaron para obtener una película con el software gratuito WSxM [8, 88]. Este software permite una corrección de las desviaciones producidas entre las imágenes, calculando la correlación cruzada entre las imágenes y hallando la posición del

máximo de la correlación, que se corresponde directamente con la desviación entre las imágenes de la película [116]. Con esta información se calcula una película con las desviaciones corregidas así como la trayectoria de las posiciones y los vectores de desviación. En nuestro caso, los vectores de desviación se corresponden con los errores de reposicionamiento tras las sucesivas iteraciones de realineamiento, y constituyen la información esencial para evaluar el funcionamiento de nuestro sistema de reposicionamiento.

La figura muestra la trayectoria calculada para las imágenes de topografía (*forward*) para un experimento tipo I, donde la punta se aleja de la superficie y después se acerca usando el tornillo micrométrico. La figura 7.8 muestra las curvas obtenidas a partir de los datos de topografía y amplitud (en ambos casos, se adquirieron las imágenes *forward* y *backward*) y de todas las curvas obtenidas de las imágenes correspondientes al experimento tipo I. Los errores estadísticos se muestran como elipses alrededor de los puntos promedios.

En la figura 7.8 (b) se encuentran los datos para el experimento tipo II (topografía y amplitud) en el que repetimos el proceso del experimento tipo I, pero moviendo la cabeza del microscopio (quitándola y colocándola de nuevo). Para el experimento tipo III, donde añadimos al tipo II el movimiento de la muestra (extrayéndola y colocándola de nuevo) distinguimos: tipo III<sub>KC</sub> con el montaje cinemático, las trayectorias obtenidas pueden observarse en las figuras 7.8 (c); tipo III<sub>NK</sub>, con el montaje no cinemático, figura 7.8 (d). En la tabla 7.1 está consignados los datos de cada trayectoria. Las películas para cada experimento pueden encontrarse en el suplemento [116].

La figura 7.9 muestra todas las imágenes de topografía ordenadas, así como la trayectoria correspondiente al movimiento relativo punta–muestra para un experimento de tipo III, es decir: alejar la punta, quitar la cabeza, extraer la muestra, colocar la muestra de nuevo, poner la cabeza y acercar la punta. El gráfico muestra el movimiento relativo punta–muestra inducido por todo el proceso. La columna III<sub>NK</sub> de la tabla 7.1, ofrece una lista de los vectores desplazamiento calculados para cada ciclo. Nótese que para cada ciclo se han adquirido las imágenes de topografía y amplitud para los barridos *forward* y *backward* lo que permite calcular cuatro trayectorias. De la variación relativa de estas cuatro trayectorias puede estimarse el error estadístico en la determinación del movimiento punta–muestra tras cada paso de realineamiento.

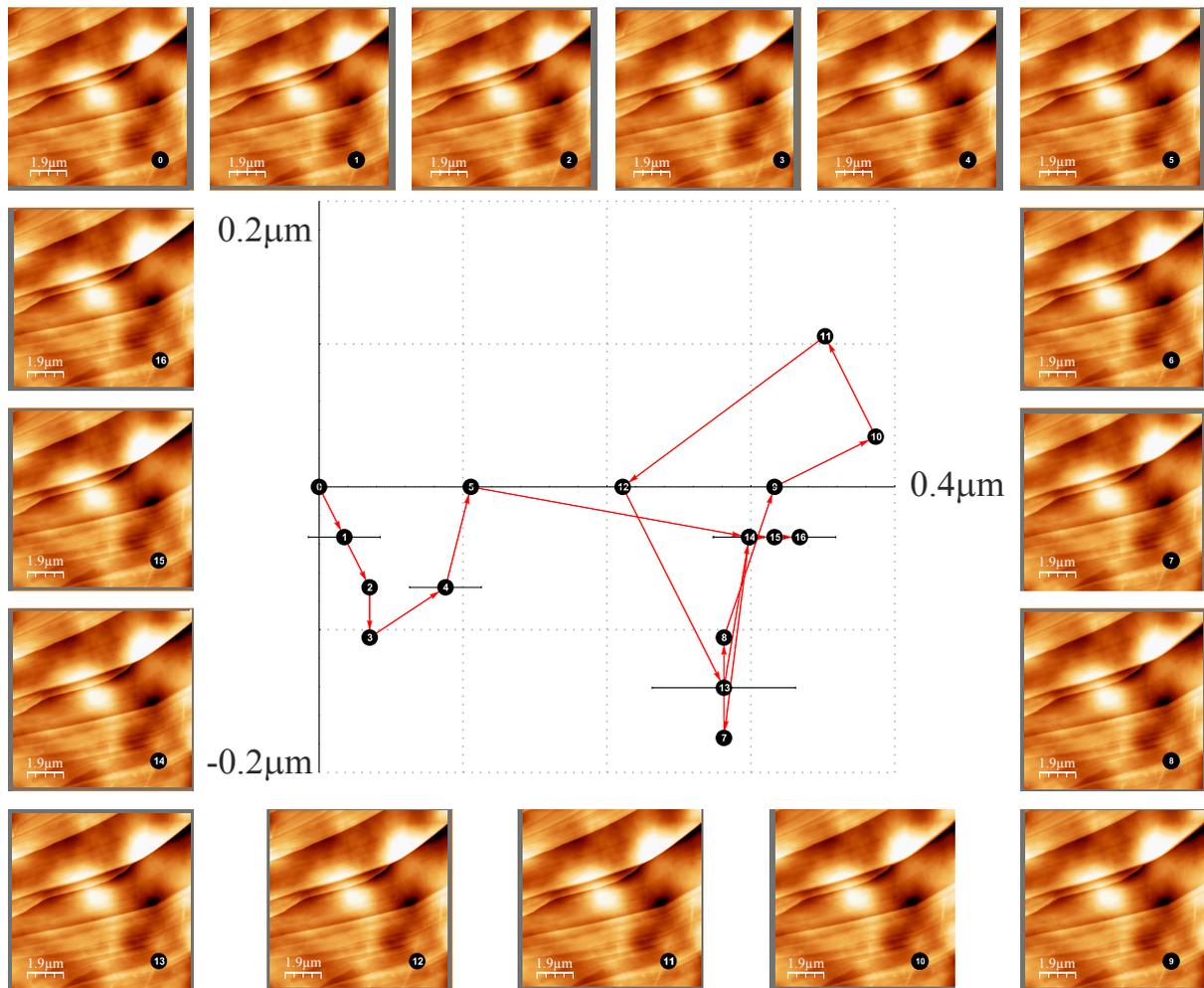


Figura 7.9: Imágenes topográficas para un ciclo de experimentos de reposicionamiento usando el porta-muestras sin montura cinemática. En total, se muestran 16 ciclos (en cada ciclo: alejar la punta, quitar la cabeza, quitar y volver a poner la muestra, poner la cabeza y acercar la punta). El gráfico central de la figura muestra la posición relativa punta-muestra tras cada ciclo. El rango de posiciones mostrado se corresponde con  $\pm 200$  nm.

I (nm)		II (nm)		III <sub>NK</sub> (nm)		III <sub>KC</sub> (nm)	
$r_i$	$r_i - r_j$	$r_i$	$r_i - r_j$	$r_i$	$r_i - r_j$	$r_i$	$r_i - r_j$
(0,0)	-	(0,0)	-	(0,0)	-	(0,0)	-
(1,-22)	(-1,22)	(44,-79)	(-44,79)	(9,-35)	(-9,35)	(175,-176)	(142,230)
(15,-24)	(-14,1)	(9,70)	(35,-149)	(18,-70)	(-9,35)	(211,-141)	(28,29)
(17,-34)	(-2,10)	(9,0)	(0,70)	(18,-105)	(0,35)	(439,-281)	(136,233)
(27,-38)	(-10,5)	(79,-70)	(-70,70)	(44,-88)	(-26,-18)	(615,158)	(307,237)
(39,-57)	(-12,18)	(44,0)	(35,-70)	(70,-18)	(-26,-70)	(545,-53)	(184,219)
(91,-56)	(-52,0)	(9,0)	(35,0)	(255,-53)	(-185,35)	(299,105)	(279,173)
(110,-58)	(-20,2)	(-18,-105)	(26,105)	(264,-185)	(-9,132)	(264,70)	(46,46)
(133,-67)	(-23,10)	(-44,-70)	(26,-35)	(255,-123)	(9,-62)	(738,-237)	(296,499)
(153,-72)	(-20,5)	(26,-185)	(-70,114)	(281,-18)	(-26,-105)	(545,-132)	(214,135)
(170,-75)	(-17,3)	(-70,-79)	(97,-105)	(352,18)	(-70,-35)	(545,-132)	(0,0)
-	-	-	-	(299,70)	(53,-53)	(141,237)	(510,308)
-	-	-	-	(176,-18)	(123,88)	(352,62)	(153,250)
-	-	-	-	(255,-158)	(-79,141)	(492,-79)	(114,184)
-	-	-	-	(272,-53)	(-18,-105)	(527,-149)	(50,77)
-	-	-	-	(299,-44)	(-26,-9)	(563,-185)	(28,77)
-	-	-	-	(334,-35)	(-35,-9)	(563,-255)	(53,46)

Tabla 7.1: Datos para los diferentes tipos de experimentos (I, II, III<sub>KC</sub> y III<sub>NK</sub>).

Si el error de posicionamiento no estuviera correlacionado, es decir, si el realineamiento preciso fuera completamente independiente del anterior ciclo de colocación y recolocación, entonces se esperaría el típico “paseo del borracho” para la trayectoria seguida por las posiciones relativas punta–muestra en cualquiera de los experimentos (tipo I, II y III). De los datos obtenidos, se observa que este no es el caso general, dado que los datos tienen una clara direccionalidad (en particular, para los experimentos tipo I, ver figura 7.10 A). En este tipo de experimentos, la direccionalidad puede atribuirse al movimiento inducido por el tornillo micrométrico que mueve la cabeza del SFM (para acercar y alejar la punta). De hecho, cuando

el tornillo se mueve, también rota, lo que induce un torque en el punto de contacto entre la cabeza y el tornillo. Este torque tiende a desplazar la cabeza de su posición ideal de forma no estadística, causando la direccionalidad observada. No hemos encontrado ninguna causa directa para la direccionalidad en los otros tipos de experimentos (II y III). Sin embargo, dado que los experimentos II y III también necesitan acercar y alejar la punta (tipo I), la direccionalidad de los experimentos del tipo I siempre estará presente en el resto de los casos. Para poder restar esta direccionalidad a los datos, calculamos las trayectorias correctas donde esta direccionalidad ha sido eliminada. Matemáticamente, esto se consigue encontrando las líneas  $l_x[i]$  y  $l_y[i]$  que mejor se ajustan a los datos  $(i, x[i])$  e  $(i, y[i])$ , donde  $i$  es el número de pasos y  $x[i]$  e  $y[i]$  son las posiciones horizontales y verticales medidas tras cada paso del ciclo. Las trayectorias corregidas  $p_c = \{(x_c[1], y_c[1]), \dots, (x_c[n], y_c[n])\}$  se calculan a partir de las distancias de las líneas de los datos correspondientes:  $x_c[i] = l_x[i] - x[i]$  e  $y_c[i] = l_y[i] - y[i]$ . Como veremos, estas trayectorias corregidas muestran un comportamiento más similar al “paseo del borracho” que los datos originales (con las curvas de desplazamiento sin procesar).

Para comparar el funcionamiento de los dos porta-muestras, el experimento del tipo III fue realizado dos veces, uno para cada porta-muestras. Los experimentos del tipo I y del tipo II, sólo se realizaron una vez, ya que no requieren mover la muestra, y, por tanto, las propiedades estadísticas de las correspondientes trayectorias no deberían variar si se usara un porta-muestras diferente.

Las curvas procesadas se muestran en la figura 7.10. Los gráficos superiores de esta figura muestran los datos originales sin procesar correspondientes a los experimentos tipo I y II (izquierda, figura 7.10 A) y a los experimentos del tipo III con los dos porta-muestras diferentes (derecha, figura 7.10 B). Los gráficos inferiores muestran los datos correspondientes a los cuatro experimentos; el gráfico de la izquierda muestra las trayectorias originales mientras que el de la derecha muestra las trayectorias corregidas según lo discutido anteriormente. Se observa claramente que los errores de posicionamiento son aditivos, es decir, cada acción adicional (alejar la punta y acercarla, quitar y poner la cabeza, extraer y poner la muestra) lleva a pasos más largos en las correspondientes trayectorias. Esto implica que cada acción añade incertidumbres que no son despreciables en el comportamiento total. Para ser más específicos, el paso promedio  $s$ ,

$$s = \left( \sum_i^N |\mathbf{r}_{i+1} - \mathbf{r}_i|^2 / N \right)^{1/2}, \quad (7.6)$$

posición media  $\mathbf{p}$ ,

$$\mathbf{p} = \sum_i^N \mathbf{r}_i / N, \quad (7.7)$$

y la desviación cuadrática media,

$$\sigma = \left( \left( \sum_i^N |r_{i,x} - p_x|^2 / (N - 1) \right)^{1/2}, \left( \sum_i^N |r_{i,y} - p_y|^2 / (N - 1) \right)^{1/2} \right) \quad (7.8)$$

se han calculado para los diferentes tipos de experimentos:

I Sólo alejar y acercar la punta.

II Alejar y acercar la punta, quitando y poniendo la cabeza:

$III_{KC}$  Para el porta-muestras con montura cinemática: alejar la punta, quitar la cabeza y la muestra, volver a colocar la muestra y la cabeza, y acercar la punta.

$III_{NK}$  Para el porta-muestras sin montura cinemática: alejar la punta, quitar la cabeza y la muestra; volver a poner la muestra y la cabeza, y acercar la punta.

De estos experimentos hemos obteniendo los resultados de la tabla 7.2.

	$s$ (nm)	$\mathbf{p}$ (nm)	$\boldsymbol{\sigma}$ (nm)	$\sigma =  \boldsymbol{\sigma} $ (nm)
$I$	$13 \pm 13$	(80, 50)	(60, 20)	65
$II$	$90 \pm 40$	(10, -50)	(40, 70)	80
$III_{KC}$	$230 \pm 170$	(440, -70)	(180, 160)	240
$III_{NK}$	$90 \pm 50$	(200, -60)	(120, 60)	125

Tabla 7.2: Resultados experimentales para la precisión del reposicionamiento en los experimentos  $I$ ,  $II$ ,  $III_{KC}$  y  $III_{NK}$ , citados en el texto.

A partir de estos datos, estimamos, de acuerdo con las relaciones (7.4) y (7.5), los valores para la precisión del reposicionamiento de la cabeza, del porta-muestras con montura cinemática y del porta-muestras (sobredeterminado) sin montura cinemática (ver tabla 7.3)

	$s$ (nm)	$\sigma$ (nm)
Cabeza	$90 \pm 40$	50
$KC$	$210 \pm 200$	225
$NK$	$0 \pm 60$	95

Tabla 7.3: Resultados experimentales para la precisión del reposicionamiento de la cabeza del microscopio, del porta-muestras con montura cinemática ( $KC$ ) y del porta-muestras (sobredeterminado) sin montura cinemática ( $NK$ ).

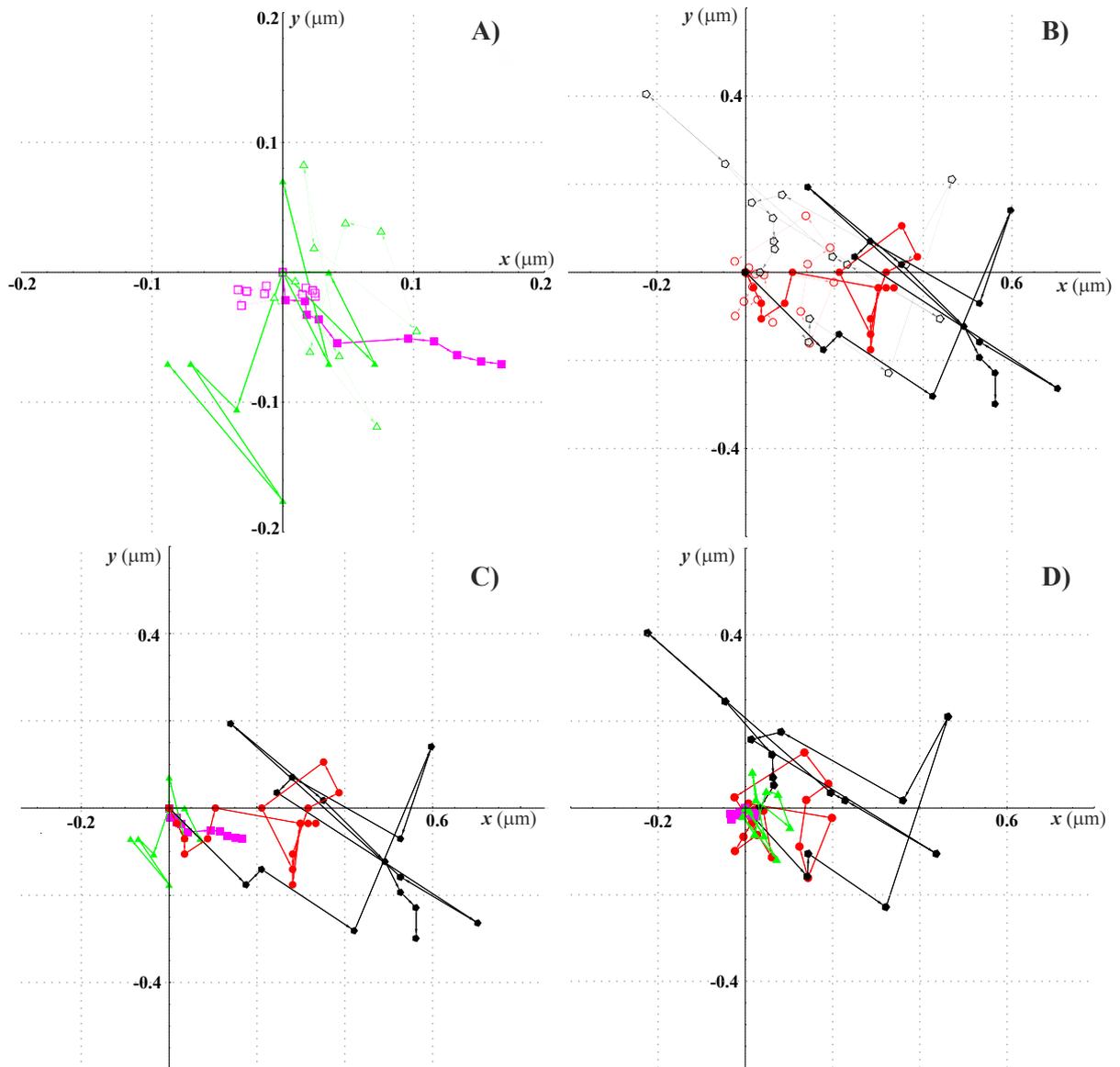


Figura 7.10: Estos gráficos resumen los diferentes experimentos de reposicionamiento discutidos en el texto principal: experimentos de tipo I (alejar y acercar la punta), tipo II (alejar la punta, quitar y poner la cabeza, acercar la punta) y tipo III (alejar la punta, quitar la cabeza, quitar y volver a poner la muestra, poner la cabeza y acercar la punta). El gráfico (A) muestra los datos correspondientes al experimento tipo I (color verde y forma triangular) y tipo II (color magenta y forma cuadrada), mientras que el gráfico (B) muestra los experimentos del tipo III para los dos tipos de porta-muestras, la montura cinemática (tipo  $\text{III}_{KC}$ , color negro y forma pentagonal) y el porta muestras sin montura cinemática (tipo  $\text{III}_{NK}$ , color rojo y forma circular). En los gráficos (A) y (B), el color más fuerte se corresponde con los datos originales sin procesar, mientras que las trayectorias corregidas han sido dibujadas con un tono suave y formas vacías. Los gráficos (C) y (D) muestran los datos correspondientes a los cuatro experimentos, para poder comparar más fácilmente. El gráfico (C) muestra los datos originales sin procesar y el (D) muestra las trayectorias corregidas, tal y como se discute en el texto principal. El color y las formas que codifican estos gráficos son los mismos que en las gráficas (A) y (B): color verde y forma triangular para el tipo I; color magenta y forma cuadrada para el tipo II; color negro y forma pentagonal para el tipo  $\text{III}_{KC}$  y color rojo y forma circular para el tipo  $\text{III}_{NK}$ .

A partir de los resultados obtenidos, concluimos que en la mayoría de las acciones, y, en particular, alejando y acercando la punta, se observa una clara direccionalidad, lo que determina que las trayectorias no sean caminos aleatorios. Si esta direccionalidad se resta, como se ha discutido previamente, las trayectorias mostradas en la figura 7.10 (D) tienen un comportamiento más aleatorio en comparación con la curvas originales sin procesar. Para los dos tipos de porta-muestras analizados, obtenemos un error promedio de posicionamiento (“precisión cuadrática media”) de  $s_{KC} = 225$  nm en el caso del montaje cinemático y  $s_{NK} = 95$  nm en el caso del diseño sin montura cinemática, teniendo en cuenta el proceso total de reposicionamiento. Esto demuestra que a partir del diseño propuesto es posible entrar en el rango submicrométrico. Es interesante señalar que el porta-muestras sin montura cinemática descrito en este trabajo es el doble de preciso ( $|\sigma_{NK}| \approx 125$  nm vs.  $|\sigma_{KC}| = 240$  nm) en comparación con el tradicional montaje cinemático. Para la precisión del reposicionamiento de la muestra, estimamos un valor de  $\sigma_{KC0} \approx 225$  nm para el montaje cinemático y  $\sigma_{NK0} \approx 95$  nm para el montaje sin montura cinemática.

## 7.5. Conclusiones

En este trabajo se ha expuesto el diseño de un porta-muestras para un reposicionamiento preciso, rápido y reproducible de la muestra respecto de la punta. Este montaje por tanto, permite estudiar una muestra y modificarla ex-situ para su posterior reposicionamiento en el sistema SFM sin la necesidad de microscopio óptico o marcas de posición. Se han fabricado y probado diferentes prototipos de porta-muestras, analizando, en particular, dos de ellos en detalle: uno basado en la montura cinemática clásica y otro basado en una montura no cinemática. Además, hemos comprobado que esta última montura tiene una mejor precisión. Para ambos porta-muestras se ha obtenido un reposicionamiento del orden de cientos de nanómetros. Por las aplicaciones expuestas, creemos que el porta-muestras diseñado aquí permite una gran variedad de experimentos, desde la Nanotomografía a estudios de evolución de propiedades de superficies a escala nanométrica al ser aplicados procesos ex-situ a la muestra.



## 8 || Conclusiones generales

El modelo simple del fleje como oscilador armónico no tiene cabida dentro de los modelos que requieran una comprensión profunda del comportamiento dinámico del sistema. En su lugar, es necesario considerar el fleje como un sistema continuo de osciladores y analizar las limitaciones de este sistema. En concreto, las limitaciones impuestas por el ruido térmico.

La descripción de los límites precisos de la microscopía dinámica de fuerzas se ha revisado y se ha encontrado una relación general para el ruido en la frecuencia como función del ancho de banda y la amplitud de oscilación. Esta relación es correcta para todos los posibles valores de los parámetros (manteniéndose finita), mientras que la relación conocida hasta ahora en la literatura sólo era correcta para un rango particular.

En cuanto a las señales de amplitud de oscilación y fuerza normal, esenciales en microscopía de fuerzas, se han presentado dos métodos de calibración de la amplitud de oscilación en [DSFM](#), uno basado en un cálculo simple del valor [RMS](#) de las señales de salida  $u_x(t)$  y/o  $u_y(t)$  de la unidad [DSFM-DU](#), y el otro basado en el análisis del espectro correspondiente  $u_x(\nu)$  y/o  $u_y(\nu)$  y el cálculo de los parámetros  $Q$ ,  $\nu_0$ ,  $e_{th}$  y  $e_n$ , siendo el segundo método considerablemente más preciso y robusto. Siguiendo los pasos de la calibración de la amplitud de oscilación, hemos desarrollado un método para la calibración de la fuerza normal. La técnica desarrollada evita el contacto entre punta y muestra manteniendo un resultado compatible con el método usual de curvas fuerza frente a distancia. El método además, puede aplicarse en aire, [UHV](#) y líquidos.

La investigación del ruido en la interacción punta–muestra ha permitido encontrar una fuente adicional de ruido independiente del ruido térmico, con información relevante sobre la naturaleza química de la muestra.

A su vez, la interacción punta–muestra ha requerido la existencia de un modelo más preciso para explicar el comportamiento del factor de calidad en función de la distancia. Este modelo nos permite saber cuáles son los parámetros que explícitamente afectan al experimento. El modelo propuesto, divide las contribuciones disipativas entre los elementos que componen el fleje y relaciona el factor de calidad directamente con las dimensiones características de dichas partes y las propiedades del fluido problema.

De forma paralela, se ha desarrollado un porta–muestras para un reposicionamiento preciso, rápido y reproducible de la muestra respecto de la punta. Este sistema permite estudiar una muestra y modificarla ex–situ para su posterior reposicionamiento en el sistema [SFM](#) sin la necesidad de microscopio óptico o marcas de posición.



# Bibliografía

*It is not enough to be in the right place  
at the right time.  
You should also have an open mind  
at the right time.*

Paul Erdős

- [1] Richard P Feynman. There's plenty of room at the bottom. *Engineering and science*, 23(5):22–36, 1960.
- [2] Binnig G., Rohrer H. “Scanning tunneling microscopy”. *Helvetica Physica Acta*, **55**:726–735, 1982.
- [3] Binnig G., Quate C.F. and Gerber Ch. “Atomic Force Microscope”. *Phys. Rev. Letter*, **56**:930–933, 1986.
- [4] Gerd Binnig y Heinrich Rohrer. Scanning tunneling microscopy-from birth to adolescence (nobel lecture). *Angewandte Chemie International Edition in English*, 26(7):606–614, 1987.
- [5] E. Meyer et al. “*Scanning Probe Microscopy: The Lab on a Tip*”. Springer, Berlin, 2004.
- [6] Ernst Abbe. Beiträge zur theorie des mikroskops und der mikroskopischen wahrnehmung. *Archiv für mikroskopische Anatomie*, 9(1):413–418, 1873.
- [7] Marcel A Lauterbach. Finding, defining and breaking the diffraction barrier in microscopy—a historical perspective. *Optical Nanoscopy*, 1(1):8, 2012.
- [8] WSxM-solutions. Para más información ver [www.wsxmsolutions.com](http://www.wsxmsolutions.com).
- [9] Heinrich Hertz. On the contact of elastic solids. *J. reine angew. Math*, 92(156-171):110, 1881.
- [10] L.D. Landau y E.M. Lifshits. *Teoría de la Elasticidad*, volumen 7. Reverté, 1969.
- [11] J.N. Israelachvili. *Intermolecular and surface forces (segunda edición)*. Academic press, 1998.
- [12] EM Lifshitz. The theory of molecular attractive forces between solids. *Soviet Physics JETP*, 2, 1956.

- [13] U Hartmann. Magnetic force microscopy. *Annual review of materials science*, 29(1):53–87, 1999.
- [14] Herbert Hopster y Hans Peter Oepen. *Magnetic microscopy of nanostructures*. Springer Science & Business Media, 2006.
- [15] Th Göddenhenrich, U Hartmann, M Anders, y C Heiden. Investigation of bloch wall fine structures by magnetic force microscopy. *The Monthly Microscopical Journal*, 3(3):527–536, 1988.
- [16] Th Göddenhenrich, H Lemke, M Mück, U Hartmann, y C Heiden. Probe calibration in magnetic force microscopy. *Applied physics letters*, 57(24):2612–2614, 1990.
- [17] A Moser, HJ Hug, I Parashikov, B Stiefel, O Fritz, H Thomas, A Baratoff, H-J Güntherodt, y P Chaudhari. Observation of single vortices condensed into a vortex-glass phase by magnetic force microscopy. *Physical review letters*, 74(10):1847, 1995.
- [18] Steffen Porthun, Leon Abelmann, y Cock Lodder. Magnetic force microscopy of thin film media for high density magnetic recording. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 182(1):238–273, 1998.
- [19] Boris V Derjaguin, Vladimir M Muller, y Yu P Toporov. Effect of contact deformations on the adhesion of particles. *Journal of Colloid and interface science*, 53(2):314–326, 1975.
- [20] A. Gil, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, y A. M. Baró. Electrostatic force gradient signal: resolution enhancement in electrostatic force microscopy and improved kelvin probe microscopy. *Nanotechnology*, 14(2):332, 2003.
- [21] Walter C Michels y Norma L Curtis. A pentode lock-in amplifier of high frequency selectivity. *Review of Scientific Instruments*, 12(9):444–447, 1941.
- [22] Standford Research. Lock-in. *SR830 dual channel 102 kHz digital Lock-In amplifier*, 2009.
- [23] L. Nony, A. S. Foster, F. Bocquet, y C. Loppacher. Understanding the atomic-scale contrast in kelvin probe force microscopy. *Physical review letters*, 103(3):036802, 2009.
- [24] B Perez-Garcia, J Abad, A Urbina, J Colchero, y E Palacios-Lidon. Surface potential domains on lamellar p3ot structures. *Nanotechnology*, 19(6):065709, 2008.
- [25] J. Colchero. Reibungsmikroskopie (scanning force and friction microscopy), reihe konstanzer dissertationen, hartung.
- [26] J.P. Cleveland, S. Manne, D. Bocek, y P.K. Hansma. A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy. *Review of Scientific Instruments*, 64(2):403–405, 1993.
- [27] J.E. Sader, I. Larson, P. Mulvaney, y L.R. White. Method for the calibration of atomic force microscope cantilevers. *Review of Scientific Instruments*, 66(7):3789–3798, 1995.
- [28] T.R. Albrecht, P. Grutter, D. Horne, y D. Rugar. Frequency-modulation detection using high-q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity. *Journal Of Applied Physics*, 69(2):668–673, 15 de Enero, 1991.

- [29] U. Dürig, O. Züger, y A. Stalder. Interaction Force Detection In Scanning Probe Microscopy - Methods And Applications. *Journal Of Applied Physics*, 72(5):1778–1798, 1 de Septiembre, 1992.
- [30] R García y R Pérez. Dynamic atomic force microscopy methods. *Surface Science Reports*, 47(6-8):197–301, 2002.
- [31] F.J. Giessibl. Advances in atomic force microscopy. *Review of Modern Physics*, 75:949–983, Julio 2003.
- [32] U. Dürig, H.R. Steinauer, y N. Blanc. Dynamic force microscopy by means of the phase-controlled oscillator method. *Journal of Applied Physics*, 82(8), 1997.
- [33] Pablo Contreras Vélez. *Por publicar*. Trabajo Fin de Grado, Universidad de Murcia, 2015.
- [34] Álvaro San Paulo Hernando. *Dinámica de la microscopía de fuerzas con modulación de amplitud descripción teórica e implicaciones experimentales*. Tesis Doctoral, Universidad Autónoma de Madrid, 2002.
- [35] L.D. Landau y E.M. Lifshits. *Mecánica de Fluidos*, volumen 6. Reverté, 1969.
- [36] G.G. Stokes. *On the effect of the internal friction of fluids on the motion of pendulums*, volumen 9. Pitt Press, 1851.
- [37] J.E. Sader, J.W.M. Chon, y P. Mulvaney. Calibration of rectangular atomic force microscope cantilevers. *Review Of Scientific Instruments*, 70(10):3967–3969, Octubre 1999.
- [38] J.E. Sader. Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids with applications to the atomic force microscope. *Journal of applied physics*, 84(1):64–76, 1998.
- [39] A. Maali, C. Hurth, R. Boisgard, C. Jai, T. Cohen-Bouhacina, y Jean-Pierre Aimé. Hydrodynamics of oscillating atomic force microscopy cantilevers in viscous fluids. *Journal of Applied Physics*, 97(7):074907, 2005.
- [40] G.K. Batchelor. *An introduction to fluid dynamics*. Cambridge university press, 2000.
- [41] F. Zypman. Intrinsic dissipation in atomic force microscopy cantilevers. *Ultramicroscopy*, 111(8):1014–1017, 2011.
- [42] R.P. Feynman, R.B. Leighton, y M. Sands. *The Feynman Lectures on Physics, Mainly Electromagnetism and Matter, Radiations and Heat*. Addison Wesley Longman, 1998.
- [43] Lord Rayleigh. *The theory of sound*. Dover, New York, 1945.
- [44] H.J. Butt y M. Jaschke. Calculation of thermal noise in atomic-force microscopy. *Nanotechnology*, 6(1):1–7, Enero 1995.
- [45] F. Ohnesorge y G. Binnig. True atomic resolution by atomic force microscopy through repulsive and attractive forces. *Science*, 260(5113):1451–1456, 1993.
- [46] F.J. Giessibl. Atomic resolution of the silicon (111)-(7x7) surface by atomic force microscopy. *Science*, 267(5194):68–71, 1995.

- [47] Y. Sugawara, M. Ohta, H. Ueyama, y S. Morita. Defect motion on an  $\text{InP}(110)$  surface observed with noncontact atomic force microscopy. *Science*, 270(5242):1646–1648, 1995.
- [48] Y. Sugimoto, P. Pou, M. Abe, P. Jelinek, R. Pérez, S. Morita, y O. Custance. Chemical identification of individual surface atoms by atomic force microscopy. *Nature*, 446(7131):64–67, 2007.
- [49] U. Dürig, J.K. Gimzewski, y D.W. Pohl. Experimental observation of forces acting during scanning tunneling microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 57:2403–2406, Noviembre 1986.
- [50] J.L. Hutter y J. Bechhoefer. Calibration of atomic-force microscope tips. *Review Of Scientific Instruments*, 64(7):1868–1873, Julio 1993.
- [51] M.G.L. Gustafsson y J. Clarke. Scanning force microscope springs optimized for optical-beam deflection and with tips made by controlled fracture. *Journal of Applied Physics*, 76(1):172–181, 1994.
- [52] J. Colchero. *Procedures in Scanning Probe Microscopy*, chapter 1.3.3.1: *Bouncing Beam Deflection*, páginas 122–128. In Engel et al. [117], 1998.
- [53] S. Hembacher, F.J. Giessibl, y J. Mannhart. Evaluation of a force sensor based on a quartz tuning fork for operation at low temperatures and ultrahigh vacuum. *Applied Surface Science*, 188(3-4):445 – 449, 2002. Proceedings of the 4th International Conference on Noncontact Atomic Microscopy.
- [54] F.J. Giessibl, H. Bielefeldt, S. Hembacher, y J. Mannhart. Calculation of the optimal imaging parameters for frequency modulation atomic force microscopy. *Applied Surface Science*, 140(3-4):352 – 357, 1999.
- [55] D. Rugar, R. Budakian, H.J. Mamin, y B.W. Chui. Single spin detection by magnetic resonance force microscopy. *Nature*, 430(6997):329–332, 2004.
- [56] S. Rast, C. Wattering, U. Gysin, y E. Meyer. The noise of cantilevers. *Nanotechnology*, 11(3):169, 2000.
- [57] S. Rast, U. Gysin, P. Ruff, Ch. Gerber, E. Meyer, y D.W. Lee. Force microscopy experiments with ultrasensitive cantilevers. *Nanotechnology*, 17(7):S189, 2006.
- [58] D. Rugar y P. Grütter. Mechanical parametric amplification and thermomechanical noise squeezing. *Phys. Rev. Lett.*, 67:699–702, Agosto 1991.
- [59] Franz Schwabl. *Statistical Mechanics*. Springer, Berlin ; New York, 2nd edition edition, Julio 2006.
- [60] A. Gannepalli, A. Sebastian, J. Cleveland, y M. Salapaka. Thermally driven non-contact atomic force microscopy. *Applied Physics Letters*, 87(11):111901, 2005.
- [61] Olympus Optical Co. LDT. Olympus cantilevers. Fleje largo (largo  $240\mu\text{m}$ , ancho  $30\mu\text{m}$ , OMCL-RC series AC240TS). Para más información <http://probe.olympus-global.com/en/>. Último acceso: 15-4-2015.

- [62] J. Colchero. *Procedures in Scanning Probe Microscopy*, chapter 1.3.3.12: *Force Calibration*, páginas 133–138. In Engel et al. [117], 1998.
- [63] E. Palacios-Lidón, B. Pérez-García, y J. Colchero. Enhancing dynamic scanning force microscopy in air: as close as possible. *Nanotechnology*, 20(8):085707, 2009.
- [64] L. Nony, R. Boisgard, y J.P. Aime. Nonlinear dynamical properties of an oscillating tip-cantilever system in the tapping mode. *Journal of Chemical Physics*, 111(4):1615–1627, 22 de Julio, 1999.
- [65] G.H. Simon, M. Heyde, y H.P. Rust. Recipes for cantilever parameter determination in dynamic force spectroscopy: spring constant and amplitude. *Nanotechnology*, 18(25), 27 de Junio, 2007.
- [66] J.P. Aime, R. Boisgard, L. Nony, y G. Couturier. Nonlinear dynamic behavior of an oscillating tip-microlever system and contrast at the atomic scale. *Physical Review Letters*, 82(17):3388–3391, 26 de Abril, 1999.
- [67] H. Cho, M.F. Yu, A.F. Vakakis, L.A. Bergman, y D.M. McFarland. Dynamics of microcantilever integrated with geometric nonlinearity for stable and broadband nonlinear atomic force microscopy. *Surface Science*, 606(17-18):L74–L78, Septiembre 2012.
- [68] S.Q. Hu y A. Raman. Chaos in atomic force microscopy. *Physical Review Letters*, 96(3), 27 de Enero, 2006.
- [69] R.W. Stark. Bistability, higher harmonics, and chaos in AFM. *Materials Today*, 13(9):24–32, Septiembre 2010.
- [70] F. Jamitzky, M. Stark, W. Bunk, W.M. Heckl, y R.W. Stark. Chaos in dynamic atomic force microscopy. *Nanotechnology*, 17(7, SI):S213–S220, 14 de Abril, 2006. 8th International Conference on Non-Contact Atomic Force Microscopy, Bad Essen, Alemania, 15 de Agosto, 2005.
- [71] Álvaro San Paulo y R. García. Unifying theory of tapping-mode atomic-force microscopy. *Physical Review B*, 66:041406, Julio 2002.
- [72] J.F. González Martínez, I. Nieto Carvajal, J. Abad, y J. Colchero. Nanoscale measurement of the power spectral density of surface roughness: how to solve a difficult experimental challenge. *Nanoscale Research Letters*, 7(1):174, 2012.
- [73] R.S. Gates, M.G. Reitsma, J.A. Kramar, y J.R. Pratt. Atomic force microscope cantilever flexural stiffness calibration: Toward a standard traceable method. *Journal Of Research Of The National Institute Of Standards And Technology*, 116(4):703–727, Julio-Agosto 2011.
- [74] J. te Riet, A.J. Katan, C. Rankl, S.W. Stahl, A.M. van Buul, I.Y. Phang, A. Gomez-Casado, P. Schon, J.W. Gerritsen, A. Cambi, A.E. Rowan, G.J. Vancso, P. Jonkheijm, J. Huskens, T.H. Oosterkamp, H. Gaub, P. Hinterdorfer, C.G. Figdor, y S. Speller. Inter laboratory round robin on cantilever calibration for AFM force spectroscopy. *Ultramicroscopy*, 111(12):1659–1669, Diciembre 2011.

- [75] N.A. Burnham, X. Chen, C.S. Hodges, G.A. Matei, E.J. Thoreson, C.J. Roberts, M.C. Davies, y S.J.B. Tendler. Comparison of calibration methods for atomic-force microscopy cantilevers. *Nanotechnology*, 14(1):1–6, Enero 2003.
- [76] Al Weisenhorn, P.K. Hansma, T.R. Albrecht, y C.F. Quate. Forces in atomic force microscopy in air and water. *Applied Physics Letters*, 54(26):2651–2653, 26 de Junio, 1989.
- [77] R.W. Stark, T. Drobek, y W.M. Heckl. Thermomechanical noise of a free v-shaped cantilever for atomic-force microscopy. *Ultramicroscopy*, 86(1-2):207–215, Enero 2001. 2nd International Conference on Scanning Probe Microscopy, Sensors, and Nanostructures, Heidelberg, Alemania, 28-31 de Mayo, 2000.
- [78] G. Malegori y G. Ferrini. Wavelet transforms to probe long- and short-range forces by thermally excited dynamic force spectroscopy. *Nanotechnology*, 22(19), 13 de Mayo, 2011.
- [79] G. Malegori y G. Ferrini. *Atomic Force Microscopy—Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale, Chapter 5: Wavelet Transforms in Dynamic Atomic Force Spectroscopy*. InTech, 2012.
- [80] U. Dürig, H.R. Steinauer, y N. Blanc. Dynamic force microscopy by means of the phase-controlled oscillator method. *Journal of Applied Physics*, 82(8):3641–3651, 15 de Octubre, 1997.
- [81] J. Colchero, M. Cuenca, J.F. González Martínez, J. Abad, B. Perez García, E. Palacios-Lidón, y J. Abellán. Thermal frequency noise in dynamic scanning force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 109(2), Enero 15 2011.
- [82] Standford Research. Audio analyzer. *SR1 200 kHz dual-domain audio analyzer*, 2010.
- [83] J. Colchero, A. Storch, M. Luna, J. Gomez Herrero, y A. M. Baró. Observation of liquid neck formation with scanning force microscopy techniques. *Langmuir*, 14(9):2230–2234, 1998.
- [84] M. Luna, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, y A. M. Baró. Study of tip–sample interaction in scanning force microscopy. *Applied surface science*, 157(4):285–289, 2000.
- [85] B. Pignataro, L. Sardone, y G. Marletta. Dynamic scanning force microscopy investigation of nanostructured spiral-like domains in langmuir–blodgett monolayers. *Nanotechnology*, 14(2):245, 2003.
- [86] U Dürig. Interaction sensing in dynamic force microscopy. *New Journal of Physics*, 2:5, 2000.
- [87] D. Sarid. *Scanning force microscopy: with applications to electric, magnetic, and atomic forces*. Oxford University Press, 1994.
- [88] I. Horcas, R. Fernández, J.M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, y A.M. Baró. “WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology”. *Review of Scientific Instruments*, 78(1), Enero 2007.

- [89] M. Luna, J. Colchero, A. Gil, J. Gómez-Herrero, y A. M. Baró. Application of non-contact scanning force microscopy to the study of water adsorption on graphite, gold and mica. *Applied Surface Science*, 157(4):393–397, 2000.
- [90] Charles Tanford. *The Hydrophobic Effect: Formation of Micelles and Biological Membranes*, 2d Ed. J. Wiley., 1980.
- [91] M. Almgren y S. Swarup. Size of sodium dodecyl sulfate micelles in the presence of additives. 2. aromatic and saturated hydrocarbons. *The Journal of Physical Chemistry*, 86(21):4212–4216, 1982.
- [92] Palacios-Lidon, E. and Munuera, C. and Ocal, C. and Colchero, J. “Contrast inversion in non-contact Dynamic Scanning Force Microscopy: What is high and what is low?”. *Ultramicroscopy*, 110(7):789–800, Junio 2010.
- [93] C.P. Green y J.E. Sader. Frequency response of cantilever beams immersed in viscous fluids near a solid surface with applications to the atomic force microscope. *Journal of Applied Physics*, 98(11):114913, 2005.
- [94] M.H. Korayem, H.J. Sharahi, y A.H. Korayem. Comparison of frequency response of atomic force microscopy cantilevers under tip-sample interaction in air and liquids. *Scientia Iranica*, 19(1):106–112, 2012.
- [95] H. Hosaka, K. Itao, y S. Kuroda. Damping characteristics of beam-shaped micro-oscillators. *Sensors and Actuators A: Physical*, 49(1):87–95, 1995.
- [96] I. Nnebe y J.W. Schneider. Characterization of distance-dependent damping in tapping-mode atomic force microscopy force measurements in liquid. *Langmuir*, 20(8):3195–3201, 2004.
- [97] J. Alcaraz, L. Buscemi, M. Puig-de Morales, J. Colchero, A. Baro, y D. Navajas. Correction of microrheological measurements of soft samples with atomic force microscopy for the hydrodynamic drag on the cantilever. *Langmuir*, 18(3):716–721, 2002.
- [98] H. Ma, J. Jimenez, y R. Rajagopalan. Brownian fluctuation spectroscopy using atomic force microscopes. *Langmuir*, 16(5):2254–2261, 2000.
- [99] Vincent SJ Craig y Chiara Neto. In situ calibration of colloid probe cantilevers in force microscopy: Hydrodynamic drag on a sphere approaching a wall. *Langmuir*, 17(19):6018–6022, 2001.
- [100] L.D. Landau y E.M. Lifshits. *Mecánica*, volumen 1. Reverté, 1978.
- [101] F. Jia-rang y D. Ke-wei. The exact solution for thick laminated cantilever cylindrical shell. *Applied Mathematics and Mechanics*, 16(2):143–159, 1995.
- [102] C.P. Green y J.E. Sader. Small amplitude oscillations of a thin beam immersed in a viscous fluid near a solid surface. *Physics of Fluids*, 17(7), Julio 2005.
- [103] J.E. Sader, J.A. Sanelli, B.D. Adamson, J.P. Monty, X. Wei, S.A. Crawford, J.R. Friend, I. Marusic, P. Mulvaney, y E.J. Bieske. Spring constant calibration of atomic force microscope cantilevers of arbitrary shape. *Review of Scientific Instruments*, 83(10):103705, 2012.

- [104] Olympus Optical Co. LDT. Olympus cantilevers. Flejes de nitruro de silicio, OMCL-RC800). Para más información [http://probe.olympus-global.com/en/product/omcl\\_tr400psa\\_hw/](http://probe.olympus-global.com/en/product/omcl_tr400psa_hw/). Último acceso: 15-4-2015.
- [105] R. Magerle. Nanotomography. *Phys. Rev. Lett.*, 85(13):2749–2752, Septiembre 2000. 00120.
- [106] Denys Usov, Viacheslav Gruzdev, Mirko Nitschke, Manfred Stamm, Olha Hoy, Igor Luzinov, Ihor Tokarev, y Sergiy Minko. Three-Dimensional Analysis of Switching Mechanism of Mixed Polymer Brushes. *Macromolecules*, 40(24):8774–8783, Noviembre 2007. 00051.
- [107] Ibérica | SCHOTT AG. <http://www.schott.com/iberica/>. Último acceso: 15-4-2015.
- [108] AMO GmbH Aachen - Experts in Nanofabrication. <http://www.amo.de/>. Último acceso: 15-4-2015.
- [109] A.H. Slocum. Kinematic couplings: A review of design principles and applications. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 50(4):310–327, Abril 2010. 00023.
- [110] A.H. Slocum. Design of three-groove kinematic couplings. *Precision Engineering*, 14(2):67–76, Abril 1992. 00077.
- [111] L.C. Hale y A.H. Slocum. Optimal design techniques for kinematic couplings. *Precision Engineering*, 25(2):114–127, Abril 2001. 00071.
- [112] James Clerk Maxwell. *The Scientific Papers of James Clerk Maxwell*. Cambridge University Press, Cambridge, 2011.
- [113] Chris Evans. *Precision engineering: an evolutionary view*. Cranfield Press, 1989. 00116.
- [114] J. Abad, B. Pérez-García, A. Urbina, J. Colchero, y E. Palacios-Lidón. Layered self-organized structures on poly(3-octylthiophene) thin films studied by scanning probe microscopy. *European Polymer Journal*, 44(8):2506–2515, Agosto 2008. 00011.
- [115] Alignment chip technology | Nanosurf. <http://www.nanosurf.com/?content=04040101>. Último acceso: 15-4-2015.
- [116] En el material suplementario <http://dx.doi.org/10.1063/1.4801460> pueden encontrarse las películas obtenidas en los experimentos.
- [117] A. Engel, J. Frommer, H. Gaub, A. Gewirth, R. Guckenberger, M.H. Hara, y W. Heckel, editors. *Procedures in Scanning Probe Microscopy*. John Wiley & Sons, 1998.

# Acrónimos

<b>DSFM-DU</b>	Unidad Dinámica de Microscopía Dinámica de Fuerzas, <i>Dynamic Scanning Force Microscopy - Dynamic Unit</i>
<b>FM-DSFM</b>	Modulación en Frecuencia en Microscopía Dinámica de Fuerzas, <i>Frequency Modulation Dynamic Scanning Force Microscopy</i>
<b>NC-SFM</b>	Microscopía dinámica de fuerzas de no contacto, <i>Non-Contact Scanning Force Microscopy</i>
<b>AM-DSFM</b>	Modulación en Frecuencia en Microscopía Dinámica de Fuerzas, <i>Frequency Modulation Dynamic Scanning Force Microscopy</i>
<b>DSFM</b>	Microscopía dinámica de fuerzas, <i>Dynamic Scanning Force Microscopy</i>
<b>ESFM</b>	Microscopía de fuerzas electrostáticas, <i>Electrostatic Scanning Force Microscopy</i>
<b>MSFM</b>	Microscopía de fuerzas magnéticas, <i>Magnetic Scanning Force Microscopy</i>
<b>HOPG</b>	Grafito Pirolítico Altamente Ordenado, <i>High Ordered Pyrolytic Graphite</i>
<b>P3OT</b>	Poli-3-Octiltiofeno
<b>PSD</b>	Densidad espectral de potencia, <i>Power Spectral Density</i>
<b>DSP</b>	Procesador digital de señales, <i>Digital Signal Processor</i>
<b>SFM</b>	Microscopía de fuerzas, <i>Scanning Force Microscopy</i>
<b>SFA</b>	Aparato de fuerzas de superficie, <i>Surface Forces Apparatus</i>
<b>STM</b>	Microscopía de efecto túnel, <i>Scanning Tunneling Microscopy</i>
<b>EFM</b>	Microscopía de fuerzas electrostáticas, <i>Electrostatic Force Microscopy</i>
<b>MFM</b>	Microscopía de fuerzas magnéticas, <i>Magnetic Force Microscopy</i>
<b>PLL</b>	Bucle cerrado en fase, <i>Phase Locked Loop</i>
<b>KPM</b>	Microscopía Kelvin, <i>Kelvin Probe Microscopy</i>
<b>UHV</b>	Ultra Alto Vacío, <i>Ultra High Vacuum</i>
<b>VCO</b>	Oscilador controlado por tensión, <i>Voltage Controlled Oscillator</i>

<b>NCO</b>	Oscilador controlado numéricamente, <i>Numeric Controlled Oscillator</i>
<b>RMS</b>	Desviación Cuadrática Media, <i>Root Mean Square</i>
<b>SDS</b>	Dodecilsulfato sódico, <i>Sodium Dodecyl Sulfate</i> , <i>Dynamic Unit</i>
<b>PI</b>	Proporcional Integral

# Publicaciones

*When kings go a-building,  
wagoners have more work.*

W. Heisenberg (Physics and Beyond)

En el desarrollo de esta tesis no hemos podido evitar los efectos de la curiosidad. Las consecuencias de los mismos se presentan a continuación,

- Publicaciones, hasta la fecha,
  - *Thermal frequency noise in Dynamic Scanning Force Microscopy*. J. Colchero, M. Cuenca, J.F. González Martínez, J. Abad, B. Perez García, E. Palacios-Lidón, y J. Abellán. *Journal of Applied Physics*, **109**(2), 2011.
  - *Nanoscale measurement of the power spectral density of surface roughness: how to solve a difficult experimental challenge*. Juan Francisco González Martínez, Inés Nieto Carvajal, José Abad, y Jaime Colchero. *Nanoscale Research Letters*, **7**(1):174, 2012.
  - *Submicrometer-precision sample holder for accurate re-positioning of samples in scanning force microscopy*. José Abad, Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero. *Rev. Sci. Instrum.* **84**, 046101 (2013).
  - *Calibration of oscillation amplitude in Dynamic Scanning Force Microscopy*. Juan Francisco González Martínez, Inés Nieto-Carvajal y Jaime Colchero. *Nanotechnology*, **24**(18), 185701 (2013).
  - *Nanoscale characterisation of limestone degradation using Scanning Force Microscopy and its correlation to optical appearance*. María Fernández Orihuela, José Abad, Juan Francisco González Martínez, F. J. Fernández y Jaime Colchero. *Engineering Geology*, **179**, 158–166 (2014).
- Pósteres
  - *Characterization of marble using Scanning Force Microscopy*. Congreso Fuerzas y Túnel, Tarragona, 2010. María Fernández Orihuela, Jaime Colchero, Javier Abellán, Juan Francisco González Martínez.
  - *Calibration of oscillation amplitude in Dynamic Scanning Force Microscopy*. Fuerzas y Túnel, San Lorenzo del Escorial (Madrid), 2012. Juan Francisco González Martínez, Inés Nieto-Carvajal and Jaime Colchero.

- *Modelling dissipation in Dynamic Scanning Force Microscopy as a function of tip-sample distance.* Congreso Fuerzas y Túnel, San Sebastián (País Vasco), 2014. Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
  - *Noise imaging in non-contact Dynamic Scanning Force Microscopy.* Summer School Nicolás Cabrera XXI, La Cristalera (Madrid), 2014. Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
  - *Calibration of normal force in Dynamic Force Microscopy: a non-destructive tip method.* Congreso Fuerzas y Túnel, San Sebastián (País Vasco), 2014. Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
  - *Boron-and Nitrogen-doped multiwall carbon nanotubes studied by Kelvin Probe Microscopy.* Congreso Fuerzas y Túnel, San Sebastián (País Vasco), 2014. Juan Francisco González Martínez, José Abad, J. S. Park, J. M. Lee, S. O. Kim, J. S. Kim, Antonio Urbina y Jaime Colchero.
- Charlas
    - *Noise and dissipation in non-contact Dynamic Scanning Force Microscopy performed in ambient conditions.* Congreso Fuerzas y Túnel, Tarragona (Cataluña), 2010. Jaime Colchero y Juan Francisco González Martínez.
    - *Noise in AM-Dynamic Scanning Force Microscopy.* International Scanning Probe Microscopy Conference, Toronto (Canadá), 2012. Jaime Colchero y Juan Francisco González Martínez.
    - *Noise in AM-Dynamic Scanning Force Microscopy.* MRS Spring Meeting, San Francisco (Estados Unidos), 2012. Jaime Colchero y Juan Francisco González Martínez.
- Publicaciones en preparación,
    - *Modelling the Quality factor of a Scanning Force Tip-Cantilever probe near a surface.* Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
    - *Circles: a new scheme to visualize and interpret linear and non-linear interactions in Dynamic Force Microscopy.* Pablo Contreras Vélez, Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
    - *Interaction Noise in Dynamic Scanning Force Microscopy when operated in ambient air.* Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
    - *Simultaneous calibration of amplitude and force sensitivity using thermal noise in Dynamic Scanning Force Microscopy.* Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.
    - *Exploring the limits of multifrequency in Dynamic Scanning Force Microscopy.* Juan Francisco González Martínez y Jaime Colchero.