



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

---

Facultad de Ciencias Físico Matemáticas

---

Desarrollo de Microscopia de Piezorespuesta de Fuerza Atómica en Modo Curvas de Fuerza para el Estudio a Nanoescala de Materiales Ferroeléctricos

Tesis presentada al

**Colegio de Física**

como requisito parcial para la obtención del grado de

**LICENCIADA EN FÍSICA APLICADA**

presenta

Sandra Tzitzlalli Hernández Marín

Asesores de tesis:

Dr. José Juan Gervacio Arciniega

y

Dr. Vicente Vargas García.

Puebla Pue.  
Agosto de 2025





Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

---

Facultad de Ciencias Físico Matemáticas

---

Desarrollo de Microscopia de Piezorespuesta de Fuerza Atómica en Modo Curvas de Fuerza para el Estudio a Nanoescala de Materiales Ferroeléctricos

Tesis presentada al

**Colegio de Física**

como requisito parcial para la obtención del grado de

**LICENCIADA EN FÍSICA APLICADA**

presenta

Sandra Tzitzilli Hernández Marín

Asesores de tesis:

Dr. José Juan Gervacio Arciniega

y

Dr. Vicente Vargas García.

Puebla Pue.  
Agosto de 2025



**Título:** Desarrollo de Microscopia de Piezorespuesta de Fuerza Atómica en Modo Curvas de Fuerza para el Estudio a Nanoescala de Materiales Ferroeléctricos

**Estudiante:** SANDRA TZITLALLI HERNÁNDEZ MARÍN

COMITÉ

---

Dr. Omar Soriano Romero  
Presidente

---

Dr. Cristian Heber Zepeda Fernández  
Secretario

---

Dra. Patricia Mendoza Méndez  
Vocal

---

Dr. José Juan Gervacio Arciniega  
Asesor

---

Dr. Vicente Vargas García.  
Asesor



# Resumen.

La caracterización de materiales ha sido un área de interés muy importante, puesto que conforme avanza el desarrollo tecnológico, se requiere conocer y comprender las propiedades de los materiales. Sin embargo, parte del desarrollo de nuevas tecnologías se ha enfocado en la nanotecnología, por lo que estudiar las propiedades de los materiales a escalas nanométricas se ha vuelto fundamental, tanto como desarrollar tecnología que nos permita interactuar con el mundo microscópico. En este sentido, la microscopía de fuerza atómica es en la actualidad una herramienta esencial para la nanotecnología, que permite caracterizar a nivel local, las propiedades físicas, eléctricas, químicas y mecánicas, de diversos tipos de materiales.

Con base en este contexto, en este trabajo se desarrolló un código en lenguaje Python, que permite analizar de manera independiente la información que genera el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), mediante la técnica de Piezorrespuesta de Fuerza Atómica (PFM), cuando analiza muestras ferroeléctricas; puesto que conocer sus características a escalas nanométricas se ha vuelto de gran interés, por sus diversas aplicaciones en las áreas de medicina, óptica, entre otras. Normalmente, la técnica de PFM se realiza en modo contacto, pero para muestras con módulos de Young bajos (materiales suaves), el barrido en contacto mediante AFM puede dañar la superficie de la muestra o arrastrar el material, por lo que las mediciones mediante PFM se verán severamente afectadas.

Existe un modo en el cual se evita el barrido en contacto directo con la superficie de la muestra, el cual está basado en la medición de curvas de fuerza pixel por pixel. Este modo, en el caso del AFM XE-7 de Park Systems, es llamado Pinpoint; el cual permitirá obtener datos de PFM sin artefactos por cambios topográficos, y se podrá realizar el análisis más detallado de las señales de amplitud y fase PFM. Por lo que el código se enfoca en reconstruir las imágenes de ambas señales por medio de los datos sin procesar del AFM y el análisis de otros datos que ofrece el AFM como lo son de los canales de Frame, Pixel y Line. Esto permitirá tener el control para hacer una limpieza de datos focalizada, con el fin de tener más entendimiento de cómo los equipos de AFM generan las imágenes, qué información se puede obtener de éstas, y observar detalles que tal vez no se muestren en las mismas o que no sean tan claros, como distorsiones en los campos eléctricos o ser capaz de identificar si la señal se altera por agentes externos al experimento.



# Índice general

|  |            |
|--|------------|
| <b>Resumen.</b>  | <b>III</b> |
| <b>1. Introducción.</b>  | <b>1</b>   |
| 1.1. Objetivos . . . . .   | 2          |
| 1.2. Estructura del trabajo. . . . .   | 3          |
| <b>2. Marco Teórico.</b>   | <b>5</b>   |
| 2.1. Materiales Piezoeléctricos . . . . .                                    | 5          |
| 2.2. Materiales Ferroeléctricos . . . . .                                    | 6          |
| 2.2.1. Niobato de Litio . . . . .  | 7          |
| 2.3. Microscopía de Fuerza Atómica . . . . .                                 | 8          |
| 2.4. Microscopía de Piezorrespuesta de Fuerza Atómica . . . . .              | 10         |
| 2.4.1. PFM en modo Pinpoint . . . . .  | 12         |
| 2.4.2. Curvas de fuerza . . . . .  | 13         |
| <b>3. Metodología</b>  | <b>15</b>  |
| 3.1. Medición PFM . . . . .  | 15         |
| 3.1.1. Piezorrespuesta de Fuerza Atómica . . . . .                           | 15         |
| 3.1.2. Análisis de imágenes con Gwyddion . . . . .                           | 19         |
| 3.1.3. Programación en Python . . . . .                                      | 21         |
| <b>4. Análisis y discusión de resultados</b>                                 | <b>25</b>  |
| 4.1. Análisis de las imágenes derivadas del programa Python . . . . .        | 25         |
| 4.2. Análisis y comparación de imágenes de las señales de Amplitud . . . . . | 32         |
| 4.3. Análisis y comparación de imágenes de las señales de Fase . . . . .     | 35         |
| 4.4. Análisis y comparación de imágenes de la señal de Fuerza . . . . .      | 38         |
| <b>5. Conclusiones</b>   | <b>41</b>  |
| <b>A. Apéndice: Código en Python.</b>  | <b>43</b>  |
| <b>Bibliografía</b>  | <b>49</b>  |



# Índice de figuras

|  |    |
|--|----|
| 1.1. Gráfico tomado de [7]. (a) Crecimiento de las publicaciones referentes a $LiNbO_3$ durante 1997-2021. (b) Gráfica de pastel de las áreas de investigación sobre $LiNbO_3$ .   | 2  |
| 2.1. Efecto Piezoeléctrico. En la tensión se le conoce como efecto piezoeléctrico directo y la deformación como efecto piezoeléctrico inverso. . . . .   | 6  |
| 2.2. Ciclo de histéresis ferroeléctrica. . . . .   | 6  |
| 2.3. Estructura perovskita $ABO_3$ . . . . .   | 7  |
| 2.4. Estructura del $LiNbO_3$ . . . . .  | 8  |
| 2.5. AFM modelo XE-7 de Park Systems del laboratorio de materiales, Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, BUAP. . . . .   | 9  |
| 2.6. Diagrama de AFM simplificado. . . . .   | 10 |
| 2.7. Diagrama de la técnica PFM utilizado para este trabajo. . . . .   | 11 |
| 2.8. Imagen de la Fase de 128 pixeles generada por el AFM. . . . .   | 12 |
| 2.9. Imagen de la Amplitud de 128 pixeles generada por el AFM. . . . .   | 12 |
| 2.10. Gráfica de Fuerza vs número de dato. . . . .   | 13 |
| 3.1. Muestra de Niobato de Litio tomada de [33]. . . . .   | 15 |
| 3.2. Pintura de Plata. . . . .   | 16 |
| 3.3. Controlador SPM del AFM modelo XE-7 de Park Systems. . . . .  | 17 |
| 3.4. Tarjeta DAQ. . . . .  | 17 |
| 3.5. Canales de entrada a la DAQ. . . . .  | 18 |
| 3.6. Generador de funciones KEYSIGHT 33500B Trueform Waveform Generator. . . . .   | 18 |
| 3.7. Amplificador lock-in modelo SR865A de Stanford Research Systems. . . . .  | 19 |
| 3.8. Menú del programa Gwyddion. . . . .   | 19 |
| 3.9. Imágenes de entrenamiento: a) topografía de un glóbulo rojo obtenida con AFM, b) modelo 3D del glóbulo rojo, obtenido con el programa Gwyddion, c) topografía de la coraza de un escarabajo obtenida con AFM, y d) modelo 3D de la coraza obtenido con el programa Gwyddion. . . . .  | 20 |
| 3.10. Diagrama de flujo del código en Python. . . . .  | 23 |
| 4.1. Zoom progresivo de la visualización de los canales amplitud (rojo), fase (Azul), frame (verde), fuerza (negro) y pixel (amarillo). En la figura 4.1 (a) se pueden apreciar algunos canales como el de fase, pixel y un poco el canal de fuerza, es por esto que se hace un zoom progresivo como se puede ver en las imágenes (b) y (c), llegando hasta (d) donde ya se pueden apreciar los demás canales y su comportamiento. . . | 25 |
| 4.2. Datos del Canal Frame. . . . .  | 26 |
| 4.3. Datos del Canal Frame (verde), su Derivada (rojo) y los puntos de cambio (azules). . .  | 26 |

|   |    |
|---|----|
| 4.4. Zoom progresivo a la gráfica de pixel. En la figura 4.4 (a) se puede apreciar el conjunto de datos completos además de que se pueden ver los huecos parecidos a los del canal Frame. En la imagen (b) se hace un zoom a la zona del centro donde se concentra una mayor cantidad de datos, en la imagen (c) se logran ver 2 pixeles y su división interna de cada uno, finalmente en la imagen (d) se distingue esta división como rectángulos distribuidos cada cierta distancia. . . . . | 27 |
| 4.5. Canal Pixel y su Derivada. . . . .   | 28 |
| 4.6. Reconstrucción de Canal Pixel (rojo), Canal Pixel normal (amarillo) y los valores máximos (punto verde). . . . .   | 28 |
| 4.7. Forma de la gráfica que se genera por tener 3 elementos consecutivos. . . . .  | 29 |
| 4.8. Imágenes de la señal de amplitud: (a) imagen de 64 pixeles con error de índices, (b) imagen corregida de 64 pixeles, (c) imagen de 128 pixeles con error de índices y 8d) Imágenes corregida de 128 pixeles. . . . .   | 30 |
| 4.9. Imágenes de la señal de fase: (a) imagen de 64 pixeles con error de índices, (b) imagen corregida de 64 pixeles, (c) imagen de 128 pixeles con error de índices y (d) Imágenes corregida de 128 pixeles. . . . .   | 31 |
| 4.10. Gráficas de amplitud (rojo), fase (azul), fuerza (negro) y pixel (amarillo). . . . .  | 32 |
| 4.11. Comparación de imágenes de la señal de Amplitud, las imágenes (a), (c), (e) y (g) son imágenes generadas con el programa SmartScan y las imágenes (b), (d), (f) y (h) son imágenes generadas con el código desarrollado. Imágenes a y b son de 16 pixeles, (c) y (d) son de 32 pixeles, (e) y (f) son de 64 pixeles, (g) y (h) son de 128 pixeles. . . . .  | 33 |
| 4.12. Imagen reconstruida de la señal Amplitud de 128 pixeles con cuadrícula que divide cada 2.5 micrómetros y una barra de color que muestra el voltaje que va de 0V a 0.72V. . . . .  | 34 |
| 4.13. Comparación de imágenes de la señal de Fase, las imágenes (a), (c), (e) y (g) son imágenes generadas con el programa SmartScan y las imágenes (b), (d), (f) y (h) son imágenes generadas con el código desarrollado. Imágenes (a) y (b) son de 16 pixeles, (c) y (d) son de 32 pixeles, (e) y (f) son de 64 pixeles, (g) y (h) son de 128 pixeles. . . . .  | 36 |
| 4.14. Imagen reconstruida de la señal Fase de 128 pixeles con cuadrícula que divide cada 2.5 micrómetros y una barra de color que muestra los grados en los que se polarizan los dominios que van de $-180^\circ$ a $180^\circ$ . . . . .   | 37 |
| 4.15. Comparación de imágenes de la señal de Fuerza, las imágenes (a), (c), (e) y (g) son imágenes generadas con el programa SmartScan y las imágenes (b), (d), (f) y (h) son imágenes generadas con el código desarrollado. Imágenes (a) y (b) son de 16 pixeles, (c) y (d) son de 32 pixeles, (e) y (f) son de 64 pixeles, (g) y (h) son de 128 pixeles. . . . .  | 38 |
| 4.16. Imagen reconstruida de la señal Fuerza de 128 pixeles con cuadrícula que divide cada 2.5 micrómetros y una barra de color que muestra el voltaje que va de 0.8 V a -1.3 V. . . . .  | 39 |

# Agradecimientos

Agradezco al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por la beca otorgada, con clave 320548, con la cual se logró realizar este proyecto.

Agradezco al Dr. Omar Soriano Romero, Dr. Cristian Heber Zepeda Fernández, a la Dra. Patricia Mendoza Méndez y al Dr. Ricardo Agustín Serrano el tiempo y la atención que dedicaron a la lectura de esta Tesis.



# Dedicatoria.

*La presente Tesis se la dedico a mis padres José Luis Cardoso Maldonado y Maria del Rosario Marín Casasola, por el apoyo que me han otorgado en este largo camino; a mi compañero y colega Hernán Davila Gonzalez por acompañarme durante la recta final de la investigación y la redacción del presente trabajo; y a mi tía Mónica Marín Casasola: tu ausencia me recuerda que debo disfrutar las cosas por más difíciles que sean, porque no volverán.*



# Capítulo 1

## Introducción.

La caracterización de materiales es un área que ha adquirido una gran importancia, ya que el estudio de los materiales en el mundo macroscópico se ve limitada para desarrollar nuevas tecnologías. El concepto de “nanómetro”, fue propuesto por primera vez en 1925 por Richard Zsigmondy. En 1959, en su conferencia titulada “There’s Plenty of Room at the Bottom” [1], el Dr. Richard Feynman plantó la idea de que sería posible manipular la materia a niveles atómicos. A partir de estos conceptos se comenzó el camino hacia la nanociencia. En 1974, Norio Taniguchi describe como “nanotecnología” a la capacidad de manejar materiales a escalas nanométricas, logrando describir procesos semiconductores [2]. Llegando finalmente al año 1981, Ernest Ruska, Gerd Binnin y Enrique Rohrer, diseñaron el primer microscopio electrónico conocido como Microscopio de Efecto Túnel (STM) [3], valiéndoles el Premio Nobel de Física en 1986.

Sin embargo, las limitaciones del STM, como la elaborada preparación de las muestras y la necesidad de estar sellado al vacío, provocó que se buscara desarrollar una nueva herramienta. Por lo que en 1985, Gerd Binnig, Calvin Quate y Christoph Gerber, desarrollaron el Microscopio de Fuerza Atómica [4].

Por otra parte, en la actualidad, los materiales ferroeléctricos han generado interés por ser un material versátil y con distintas áreas de aplicación; por lo que, para caracterizar estos materiales a escala nanométrica, se hace uso de un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), con la metodología de la Microscopía de Piezorrespuesta de Fuerza Atómica (PFM). Sin embargo, aun presenta algunos problemas al momento de analizar materiales suaves, ya que estos pueden ser rayados o arrastrados, provocando que no se puedan caracterizar sus propiedades, por lo que surge la necesidad de desarrollar estrategias para analizar las propiedades de este tipo de materiales, en el modo menos invasivo que se pueda aplicar, que es el modo Pinpoint o contacto intermitente.

El modo Pinpoint es un modo dinámico que permite analizar materiales suaves como los biológicos sin comprometer la adquisición de la información ya permite capturar de manera simultánea propiedades mecánicas, topográficas, entre otras; además de que acelera la obtención de datos sin sacrificar precisión, permitiendo realizar análisis cuantitativos fiables. Este modo de funcionamiento del AFM amplía la comprensión de la muestra en términos estructurales, funcionales y mecánicos [5N].

Para el caso de materiales rígidos, este modo del AFM permite cuidar la punta y alargar su vida útil evitando daños por contacto prolongado con el material, aunado a esto también minimiza la generación de artefactos en las imágenes resultantes que se pueden presentar como líneas fantasmas, distorsiones topográficas o ruido [6N].

En este trabajo, se propone estudiar el material  $\text{LiNbO}_3$  ya que, al ser un material ampliamente estudiado, sus características más importantes que son las paredes de sus dominios ferroeléctricos y cómo se encuentran distribuidos ya se conocen. Estas propiedades ferroeléctricas se analizarán durante la obtención de las curvas de fuerza-distancia. Esta técnica se conoce como PFM híbrido (HD-PFM). El estudio y la publicación de artículos sobre el  $\text{LiNbO}_3$  comenzó desde 1997 y, desde 2018 se ha observado una tendencia creciente en las áreas de física, óptica e ingeniería [7N].

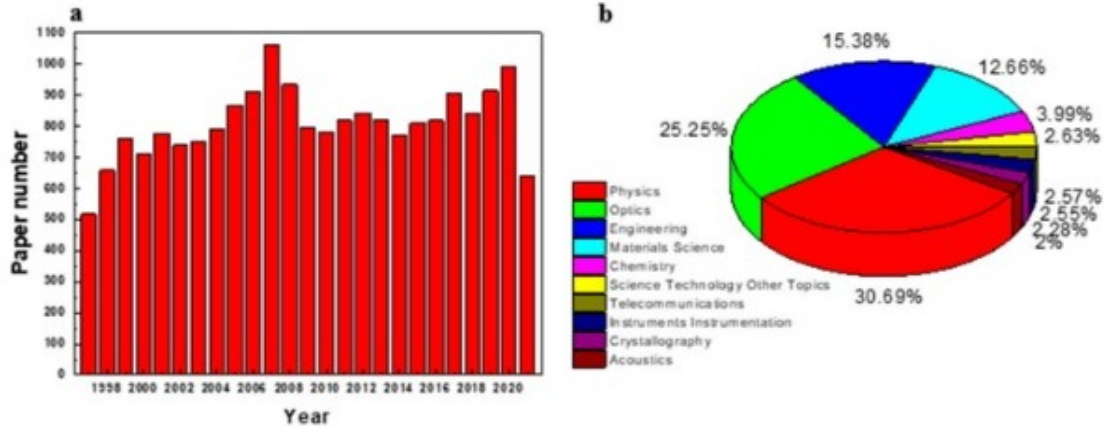


Figura 1.1: Gráfico tomado de [7]. (a) Crecimiento de las publicaciones referentes a  $\text{LiNbO}_3$  durante 1997-2021. (b) Gráfica de pastel de las áreas de investigación sobre  $\text{LiNbO}_3$ .

Dado que para este trabajo se estudiaron principalmente sus paredes y dominios ferroeléctricos, se podría abrir el camino al estudio de los datos obtenidos de dichas características de forma simultánea al Microscopio de Fuerza Atómica. Dicho estudio toma mayor relevancia al diseñar las paredes de dominio neutras o cargadas para usarlas de tal manera que se puedan revertir sus dominios, permitiendo el desarrollo de sensores, memristores y transistores no volátiles.

Por lo que se plantean los siguientes objetivos:

## 1.1. Objetivos

### Objetivo General.

*Desarrollar una metodología para analizar las señales de amplitud y fase PFM obtenidas durante el contacto en las curvas de fuerza-distancia pixel por pixel, lo cual permitirá una mejor caracterización local de dominios y paredes de dominio en materiales ferroeléctricos.*

### Objetivos Particulares.

- *Establecer los parámetros experimentales que permitan estudiar las señales de amplitud y fase PFM durante la obtención de curvas de fuerza-tiempo.*
- *Desarrollar un programa en Python que permita estudiar las señales de amplitud y fase PFM durante la obtención de curvas de fuerza-tiempo.*
- *Realizar un estudio de las señales de amplitud y fase PFM para obtener una mejor caracterización local de dominios y paredes de dominio en materiales ferroeléctricos.*

## 1.2. Estructura del trabajo.

Después de tener claro el objetivo general, se presentará un contexto histórico breve del AFM, describiendo los componentes más importantes y algunos secundarios; también se mencionarán los modos en que se puede operar el AFM y algunas aplicaciones. Seguido a esto, se describirán los materiales piezoeléctricos y ferroeléctricos, mencionando características que los hacen pertenecer a estas categorías y explicando fenómenos físicos que presentan; conceptos que nos permitirán abordar la muestra en la que se concentra este trabajo, que es el Niobato de Litio ( $LiNbO_3$ ). Finalmente, se describirá la PFM, que es la técnica con la que analizaremos el  $LiNbO_3$ , explicando más a detalle en qué modo se dará la interacción punta-muestra, y qué análisis realizará el AFM.

En el capítulo 3 se explica detalladamente el proceso que se siguió para tomar datos de la muestra de  $LiNbO_3$ , describiendo los elementos específicos que se necesitan, para qué se usan, y cómo se hacen las conexiones para obtener los datos del AFM y almacenarlos de forma externa. Por último, se da una descripción general del funcionamiento del código que se desarrolló, describiendo a grandes rasgos las partes más importantes.

En el capítulo 4 se describe cada sección del código desarrollado, explicando qué se busca hacer y qué es lo que se obtiene; se muestran las gráficas que se obtienen y las líneas del código que las generan. Se comparan las imágenes reconstruidas con las imágenes que genera el AFM, resaltando las diferencias que se observan, además de describir la interpretación física de las imágenes.

En el capítulo 5 se presentan las conclusiones, explicando qué se resume de todo el trabajo y analizando si se cumplieron los objetivos particulares y el objetivo general. En el apéndice se adjunta el código completo, para que pueda ser usado por quien lo necesite y lo pueda modificar según sus necesidades.



## Capítulo 2

# Marco Teórico.

En este capítulo se estudian las principales características de los materiales piezoeléctricos y ferroeléctricos; en seguida se presentará el material con el que se trabajó, dando una descripción general de éste. Finalmente, se describe el AFM y la técnica de PFM en modo Pinpoint, mediante la cual se obtienen las curvas de fuerza.

### 2.1. Materiales Piezoeléctricos

La piezoelectricidad es un fenómeno que se produce en ciertos cristales. Al ser sometido a una fuerza o tensión mecánica, la estructura interna del material se polariza, produciendo una diferencia de potencial. Este fenómeno fue descubierto por Pierre y Jacques Curie en 1881, quienes experimentaban con cuarzo, el cual arrojaba chispas cuando se comprimía [8].

La piezoelectricidad es un fenómeno que se puede presentar en algunos materiales, caracterizados principalmente por la falta de centro de simetría a nivel molecular. Los materiales piezoeléctricos pueden ser naturales (que no se modifican), o sintéticos, donde se hace un procesamiento para que se presente el fenómeno. Podemos describir la piezoelectricidad como la relación lineal entre la tensión  $X_{ik}$  aplicada a un material piezoeléctrico, y la densidad de carga resultante  $D_i$ ; esto se conoce como efecto piezoeléctrico directo, que se describe de la siguiente forma:

$$D_i = d_{ijk}X_{jk} \quad (2.1)$$

Donde  $d_{ijk}$  es un tensor de tercer grado [9]. Al deformar el material, microscópicamente también deformamos su estructura molecular, provocando un desplazamiento en sus cargas internas, formando dipolos en todo el material. Los dipolos son los responsables de generar la diferencia de potencial, cuya dirección esta relacionada con la fuerza aplicada [10].

El fenómeno piezoeléctrico es bidireccional, lo que quiere decir que se puede dar de forma inversa, es decir: aplicando un campo eléctrico externo, la estructura molecular se deforma. Las distancias interatómicas (longitud de los enlaces), cambian debido al momento dipolar, haciendo que el material se deforme [11], ver imagen 2.1.

Estos materiales tienen aplicaciones muy útiles, como en el Microscopio de fuerza atómica, que utiliza cerámicas piezoeléctricas para poder controlar movimientos pequeños y precisos en la plataforma X-Y. Los encendedores eléctricos utilizan un cristal piezoeléctrico que golpea el mecanismo de encendido, provocando una chispa sobre la salida del gas. También se encuentran presentes en altavoces, micrófonos, sonares, sensores, etc. [12]

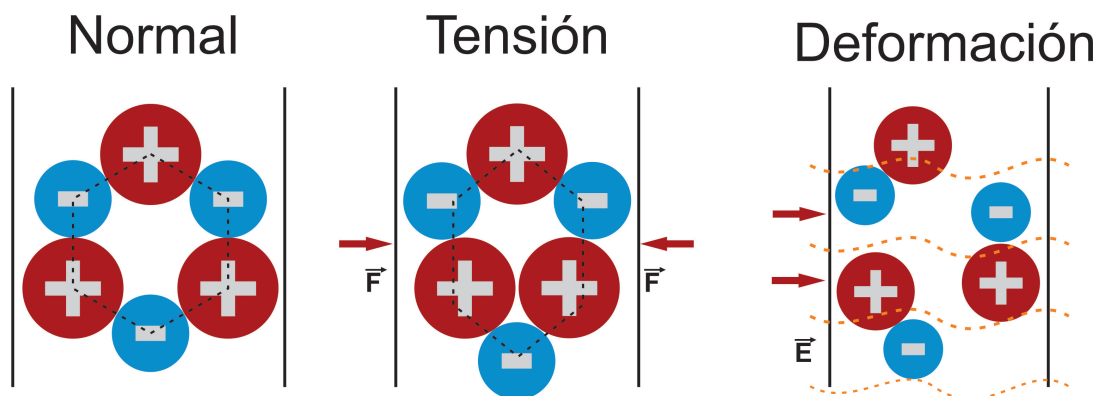


Figura 2.1: Efecto Piezoeléctrico. En la tensión se le conoce como efecto piezoeléctrico directo y la deformación como efecto piezoeléctrico inverso.

## 2.2. Materiales Ferroeléctricos

Los materiales ferroeléctricos poseen una estructura cristalina con ausencia de centro de simetría y una polarización eléctrica espontánea; esto quiere decir que no necesitan de un campo eléctrico o una tensión externa para estar polarizados. Si esta polarización puede ser invertida por un campo eléctrico externo, es entonces un ferroeléctrico.

El comportamiento ferroeléctrico normalmente se presenta cuando el material se somete a bajas temperaturas, ya que esto produce cambios en la fase estructural. La temperatura de Curie es el punto de inflexión, ya que, por encima de esta temperatura, el material pierde sus propiedades ferroeléctricas y entra en una fase paraeléctrica; pero debajo de esta temperatura, sus características ferroeléctricas están presentes [12].

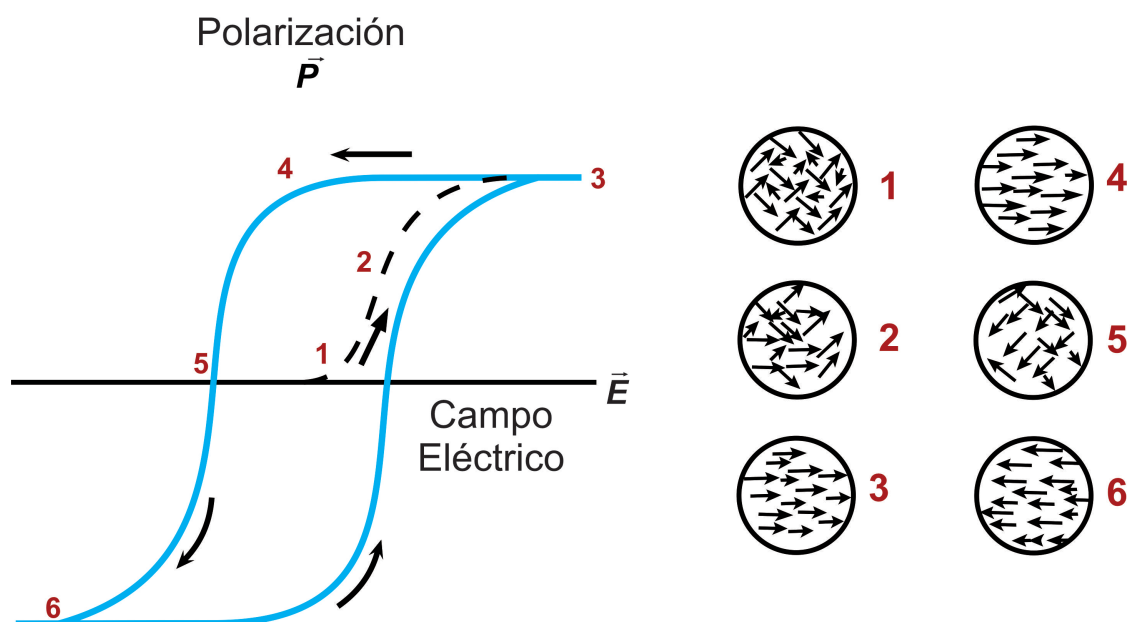


Figura 2.2: Ciclo de histéresis ferroeléctrica.

La polarización de estos materiales se puede describir con ciclos de histéresis ferroeléctrica, ver imagen 2.2. Este ciclo describe cómo aumenta la polarización conforme aumenta el campo eléctrico aplicado, hasta obtener un máximo denominado “Polarización de Saturación ( $P_{sat}$ )”; en ese punto, todos los dipolos eléctricos se orientan hacia el mismo sentido [13, 14].

Por el contrario, cuando no se aplica ningún campo eléctrico, se encuentra el punto “Polarización Remanente”; en este caso, los dominios cambiarán de dirección y no estarán orientados al mismo sentido. El campo necesario para llevar la polarización a cero se llama “Campo Coercitivo”. Finalmente, cuando se aplica un campo eléctrico inverso, se obtiene una nueva orientación de los dominios, pero todos orientados al mismo sentido.

Los dominios ferroeléctricos se forman para minimizar la energía electrostática del campo eléctrico aplicado y la energía elástica asociada a la fuerza aplicada. Estos dominios están distribuidos de tal forma, que un dominio tiene un mismo sentido u orientación, pero sus dominios vecinos son diferentes. Los dominios están separados por paredes que nos indican dónde y cómo están distribuidos los dominios [9].

### 2.2.1. Niobato de Litio

El niobato de litio ( $LiNbO_3$ ) es un cristal sintético compuesto de litio, oxígeno y niobio. Se produce mediante el método Czochralski, con la fusión de  $Nb_2O_5$  y  $Li_2CO_3$ , y con una temperatura de  $1,265^\circ C$  se obtiene el crecimiento cristalino [12, 15]. Fue sintetizado por primera vez en 1949 por Matthias y Remeika. Este cristal es reconocido por tener propiedades electro-ópticas y acusto-ópticas, además de contar con propiedades piezoeléctricas y ferroeléctricas, entre otras.

El  $LiNbO_3$  es un sólido transparente en la región visible del espectro; tiene una estructura cristalina perovskita, esto quiere decir que es una cerámica cuya fórmula química es  $ABO_3$ ; donde el catión A es demasiado grande, provocando distorsión en la celda unitaria (ver imagen 2.3). [16]

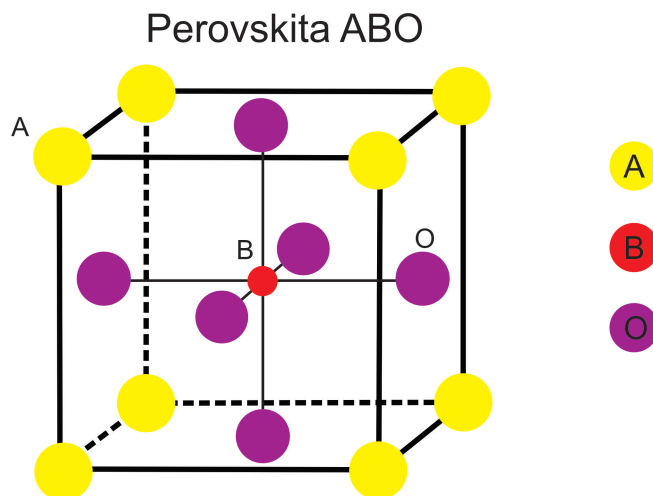


Figura 2.3: Estructura perovskita  $ABO_3$ .

Las estructuras perovskitas se describen con  $ABO_3$ ; esto quiere decir que el cristal está compuesto por tres elementos químicos diferentes, presentes en una proporción 1:1:3. Los átomos A y B son cationes metálicos. A se ubica en las posiciones de las esquinas del cubo, B se ubica en el centro del cubo, por ser el de mayor radio; y O se encuentra en los centros de las caras [14].

Dependiendo de las distorsiones que sufra la estructura, dan lugar a diferentes fenómenos, por ejemplo, el movimiento de los átomos A y B provoca la polarización de la celda unitaria. Los desplazamientos de los átomos o la incorporación de otros, hacen que los compuestos adquieran nuevas propiedades físicas y químicas.

Retomando al  $LiNbO_3$ , su estructura cristalina está compuesta por oxígenos agrupados en planos, lo que da lugar a octaedros distorsionados. Esta estructura coloca un ion de Litio y de Niobio en el “centro” de uno de cada tres octaedros [17]. Cuando  $LiNbO_3$  tiene un desplazamiento a lo largo del eje c de los elementos Niobio y Litio, estos cambian de posición; ahora los cationes de Litio pasan a tomar el lugar del Niobio y éste, a su vez, se desplaza con respecto del centro del octaedro. El desplazamiento de ambos cationes en la misma dirección provoca que el material tenga una polarización espontánea, por lo que el material contará con la característica ferroeléctrica.

En el presente trabajo se utilizó un cristal de  $LiNbO_3$ , periódicamente polarizado, que es una muestra estándar para la microscopía de piezorespuesta de fuerza atómica.

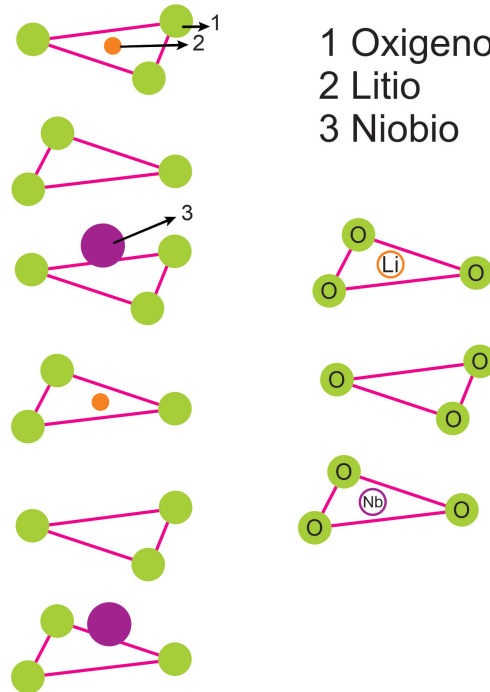


Figura 2.4: Estructura del  $LiNbO_3$ .

## 2.3. Microscopía de Fuerza Atómica

Los Microscopios de Sonda de Barrido (SPM) son una amplia familia de instrumentos, los cuales utilizan sondas delgadas para hacer un barrido de la superficie de la muestra. Al momento de barrer la superficie, la sonda registra la interacción, almacenando los datos que se utilizan principalmente para producir imágenes de alta resolución de la interacción punta-muestra [18].

Uno de los más importantes instrumentos del SPM es el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM), inventado en 1985 por Binnig, Quate y Gerber [19]. El AFM es un microscopio de fuerza de barrido, propuesto para solucionar algunas limitaciones de la Microscopía de Tunelamiento

(STM) [20], ya que éste solo puede obtener imágenes de muestras conductoras o semiconductoras en el vacío.

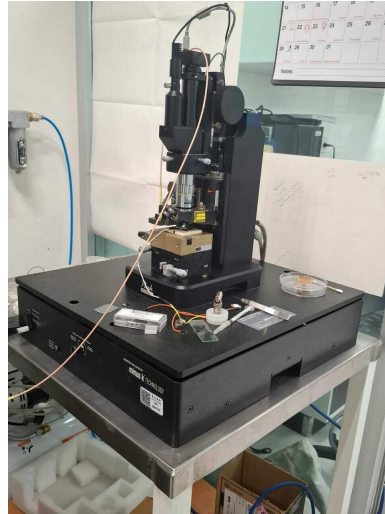


Figura 2.5: AFM modelo XE-7 de Park Systems del laboratorio de materiales, Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, BUAP.

La versatilidad del AFM permite analizar la muestra en diferentes medios, como líquidos, o en el vacío, para medir distintas propiedades como eléctricas, magnéticas, ópticas, etc. Según se necesite sin alterar la muestra [21]. El funcionamiento del AFM consiste en una sonda que puede tener forma piramidal, cónica o en forma de v. La sonda está montada en un extremo de un brazo voladizo (cantiléver) el cual, a su vez, está montado en un escáner cerámico piezoeléctrico interno que permite controlar el barrido del cantiléver; es decir, la posición lateral y vertical en relación a la muestra (ver imagen 2.6) [22].

Los cambios de posición que presente la punta, se registran con un láser rojo de 633nm de longitud de onda, el láser más popular para el AFM. Mediante un diodo láser, se refleja el haz de luz láser en la parte posterior del cantiléver (a la altura donde se encuentra la punta); el cantiléver reflejará la luz del láser y la dirigirá hacia un detector de posicionamiento, compuesto por un fotodiodo dividido en cuatro cuadrantes. Cualquier deflexión del cantiléver producirá un cambio en el punto reflejado en el fotodiodo, que se transformará en señales digitales [23].

Otros componentes importantes del AFM son:

- Plataforma X-Y compuesta de cerámica piezoeléctrica para amplificar el recorrido. Cubre, generalmente, un rango de 30  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$ .
- Plataforma Z compuesta de un actuador piezoeléctrico capaz de expandirse hasta 12  $\mu\text{m}$  además de un sensor para monitorear el actuador.

Para analizar las características de nuestra muestra, podemos operar el AFM en modo contacto, no contacto o contacto intermitente. En el modo de contacto, el cantiléver recorre la superficie de la muestra, teniendo deflexiones según su topografía. En éste se obtiene una resolución atómica alta; sin embargo, no se recomienda para muestras blandas, ya que puede rayarlas [24]. En el modo no contacto, el cantiléver se hace oscilar en una frecuencia cercana a su primera frecuencia de resonancia. Se acercará a la muestra lo suficiente para que el cantiléver

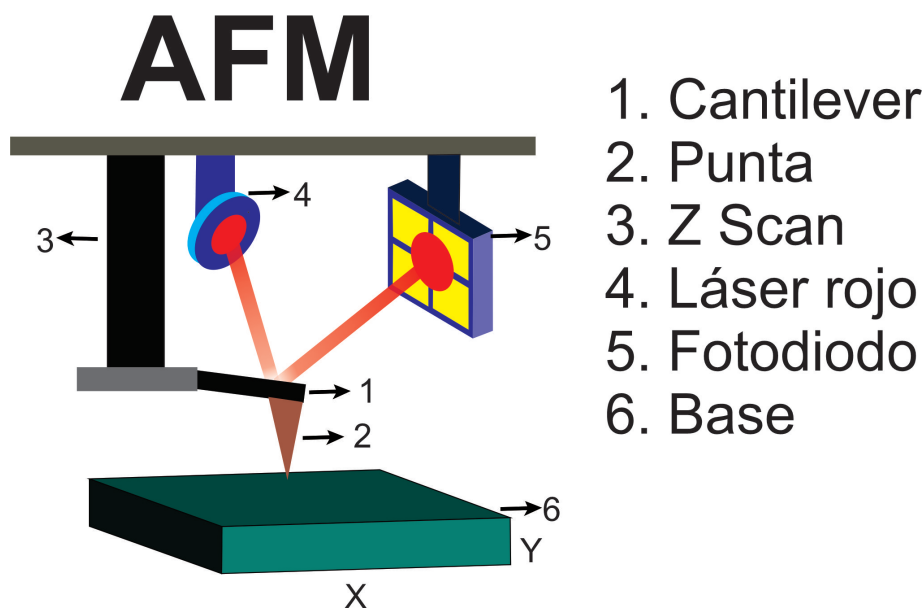


Figura 2.6: Diagrama de AFM simplificado.

pueda sentir la fuerza de Van der Waals y registrarla. Con estos cambios en la oscilación del cantiléver, se pueden formar imágenes topográficas [25]. En el modo contacto intermitente o Tapping, el cantiléver oscila cerca de su primera frecuencia de resonancia; esta señal se usa de referencia, ya que al momento de empezar el recorrido para acercarse, al momento del contacto y al alejarse con la muestra, la señal de referencia cambia por la interacción con el campo de la muestra [26]. Esta interacción nos da información sobre la topografía, campos eléctricos, etc. [27].

Entre las aplicaciones más destacadas de la AFM se incluyen el estudio de superficies biológicas, análisis de mecánica celular, caracterización de materiales semiconductores, además de investigaciones sobre propiedades piezoeléctricas y ferroeléctricas. Esta técnica ha sido fundamental en el avance de la ciencia de materiales, ya que permite manipular átomos y moléculas individuales, lo que abre nuevas oportunidades en el diseño de nanomateriales y en el desarrollo de dispositivos de almacenamiento de datos.

## 2.4. Microscopia de Piezorrespuesta de Fuerza Atómica

La Microscopía de Piezorrespuesta de Fuerza Atómica (PFM, por sus siglas en inglés), es una técnica derivada de la Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), desarrollada a partir de los avances en la AFM en la década de 1980. Su evolución permitió estudiar materiales ferroeléctricos y piezoeléctricos a nivel nanométrico. El PFM se utiliza para medir la respuesta piezoeléctrica inducida por un campo eléctrico aplicado a la superficie de un material, lo que lo hace clave para investigar propiedades eléctricas y mecánicas de materiales avanzados, como los utilizados en dispositivos de memoria.

Para poder realizar la técnica de Microscopía de Piezorrespuesta de Fuerza Atómica o PFM, necesitamos de un cantiléver con propiedades conductoras, ya que, por medio de esta punta, podremos aplicar un voltaje AC para inducir un voltaje variable o DC para un voltaje estático o continuo a nuestra muestra ferroeléctrica. Las opciones más populares de cantiléver que se usan son aquellas con recubrimientos de Cr/Pt, Au, entre otros.

El voltaje aplicado en la punta o  $V_{tip}$  crea un campo eléctrico definido:

$$V_{tip} = V_{DC} + V_{AC} \cos(\omega t) \quad (2.2)$$

Donde  $V_{DC}$  es el voltaje con polarización en DC,  $V_{AC}$  es el voltaje con polarización en AC y  $\omega$  es la frecuencia de la polarización AC.

La muestra, al ser un material piezoeléctrico sufrirá el efecto piezoeléctrico inverso, provocando que los dominios ferroeléctricos se expandan o se contraigan, dependiendo de la dirección del campo eléctrico. Al momento de tocar la muestra con el cantiléver, la contracción o expansión de la muestra provocará una disminución o un aumento en la deflexión [28]. Este cambio  $A$  se mide con un amplificador lock-in:

$$A = A_0 + A_{l\omega} \cos(\omega t + \varphi) \quad (2.3)$$

Donde  $A_0$  es el desplazamiento de la superficie y  $\varphi$  es el cambio de fase entre el voltaje  $V_{AC}$  y la deformación inducida por el voltaje  $A_{l\omega}$  es:

$$A_{l\omega} = d_{eff} V_{AC} + \frac{\partial C}{\partial z} (V_{DC} - V_S) V_{AC} \quad (2.4)$$

El primer término es el efecto real de piezorrespuesta descrita por el piezocoefficiente  $d_{eff}$ , y el segundo término es una deformación electrostática local, causada tanto por la tensión de Maxwell local como por la no local.  $V_S$  representa el potencial de superficie y  $C$  es la capacitancia total del sistema voladizo-muestra [29].

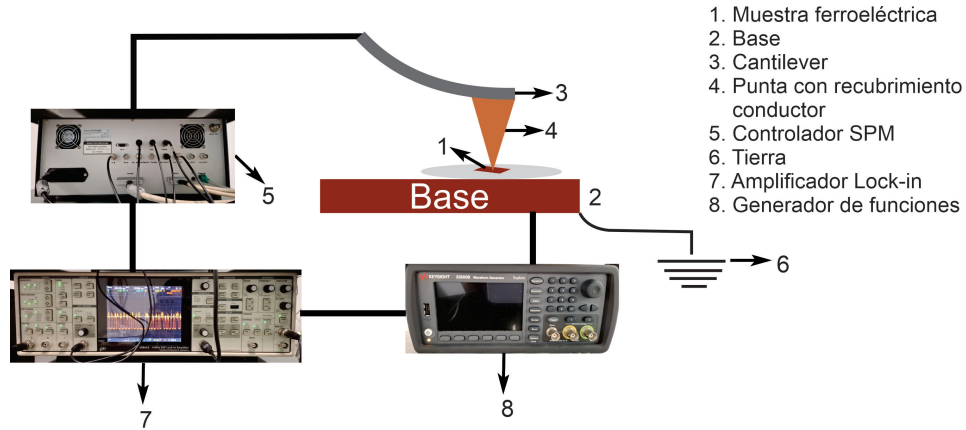


Figura 2.7: Diagrama de la técnica PFM utilizado para este trabajo.

Las señales de amplitud y fase se obtienen, al igual que la topografía, con la deflexión del cantiléver. La fase indica la orientación de la polarización del dominio donde la punta este tocando, por lo que si la polarización del dominio está orientada de forma paralela con el campo eléctrico, la respuesta piezoeléctrica estará en fase con la excitación, provocando una deformación positiva o expansión. Por otro lado, si la polarización del dominio esta orienta en sentido antiparalelo al campo eléctrico, la respuesta estará desfasada y esto hará que el material se contraiga [30].

Generalmente, la señal de amplitud (ver imagen 2.9) que se registra del fotodetector es muy pequeña, y se puede perder un poco entre el “ruido”; por lo que no se puede obtener una medición precisa. Para obtener una señal útil, se utiliza un amplificador lock-in, capaz de detectar señales pequeñas [31].

La amplitud indica la posición de las paredes del dominio. Si la pared que separa a los dominios está orientada de forma opuesta respecto a la polarización espontánea, se conoce como pared de  $180^\circ$  (pared de dominio ferroeléctrico); y las que separan regiones con polarización perpendiculares, y que difieren de orientación respecto a la deformación, son paredes de  $90^\circ$  (pared ferroelástica, aunque también es una pared ferroeléctrica, ya que también está orientada de forma opuesta a la polarización) [9]; ambos tipos de paredes pueden reducir los efectos de los campos eléctricos despolarizantes. La formación de estas paredes depende de la simetría de las fases ferroeléctricas y no ferroeléctricas del material (ver imagen 2.8).

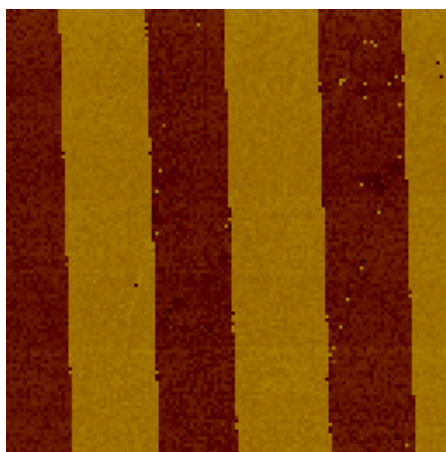


Figura 2.8: Imagen de la Fase de 128 pixeles generada por el AFM.

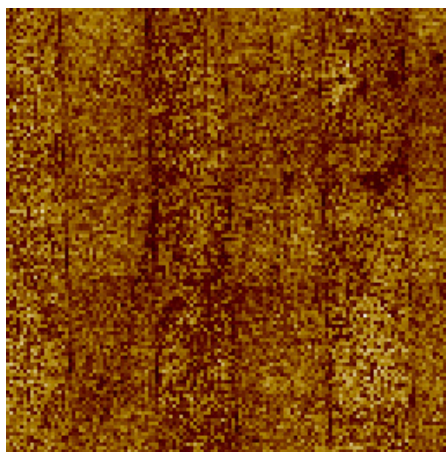


Figura 2.9: Imagen de la Amplitud de 128 pixeles generada por el AFM.

### 2.4.1. PFM en modo Pinpoint

En el modo Pinpoint o tapping en PFM, se hace oscilar el cantiléver para que éste toque el material periódicamente. Con esto la punta solo estará en contacto con la muestra durante un tiempo mínimo, reduciendo el daño a la muestra y permitiendo que la punta mejore la calidad de las imágenes generadas; esto sucede porque la punta, al no estar tocando la muestra todo el tiempo, puede registrar de manera mas precisa variaciones provocadas por la piezorrespuesta inversa [32].

Durante las pequeñas ventanas de tiempo donde la punta entra en contacto con el cantiléver, se cierra el circuito, permitiendo que un voltaje AC pase de la punta conductora a la muestra de  $LiNbO_3$ . El voltaje AC genera un campo eléctrico que provoca la piezorrespuesta inversa en el material, por lo que la punta, al entrar en contacto, podrá registrar las deformaciones mecánicas. La amplitud y la fase de la oscilación de la punta van a cambiar al momento de tocar la muestra.

### 2.4.2. Curvas de fuerza

Las curvas de fuerza son gráficas que muestran la interacción de la punta y la superficie de la muestra en función de la distancia o el tiempo. Las curvas pueden diferir según el modo en que la punta interactúe con la muestra.

En la figura 2.10, podemos ver como la punta interactúa con la muestra, mostrando donde la gráfica cambia de dirección, indicando que comienza a sentir la fuerza de repulsión. Después llega a un punto mínimo que se conoce como Fuerza de adhesión, para finalmente comenzar a alejarse de la muestra, provocando que la punta sienta un amortiguamiento de oscilación, para finalmente regresar a su estado inicial.

Con los datos obtenidos podemos analizar y reconstruir mapas de volumen de fuerza. “Las curvas de fuerza-distancia son una representación gráfica de la fuerza aplicada en función de la distancia entre la punta y la muestra.” [32]

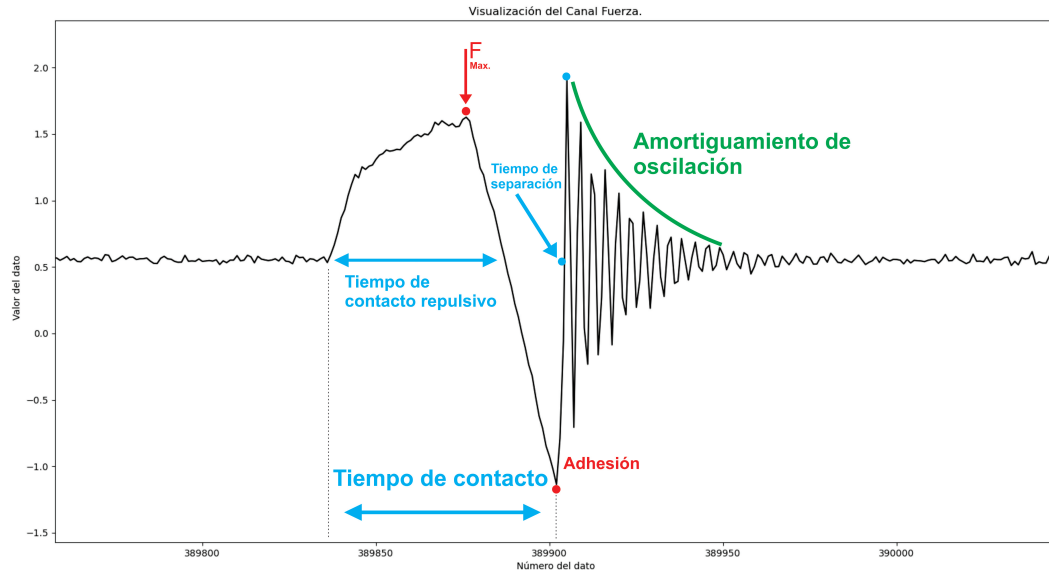


Figura 2.10: Gráfica de Fuerza vs número de dato.



## Capítulo 3

# Metodología

El desarrollo de una metodología que permita estudiar las señales de amplitud y fase durante el breve contacto entre la punta y la muestra, es uno de los objetivos planteados para este trabajo; por lo que se busca detallar el procedimiento que se siguió durante una fuerza vs tiempo, para preparar el AFM y todos sus componentes, como la muestra y la punta.

### 3.1. Medición PFM

#### 3.1.1. Piezorespuesta de Fuerza Atómica

Retomando la teoría expuesta en el Capítulo 2, en este trabajo se utilizará la Microscopía Piezorespuesta de Fuerza Atómica (PFM), pero primero se describirá la muestra. La muestra que se usó es AR-PPLN TEST SAMPLE - MOUNTED ON 15MM SAMPLE PUCK. Esta es una muestra de Niobato de Litio de 3mm x 3mm con un grosor de 0.5mm, montada en un disco de acero inoxidable. Se usa por su confiabilidad en prácticas, ya que ha sido ampliamente estudiada y se conocen sus características, como su polarización periódica. Esto quiere decir que tiene un patrón alterno de dominios ferroeléctricos de franjas de 10  $\mu\text{m}$ , con polarización opuesta.



Figura 3.1: Muestra de Niobato de Litio tomada de [33].

La superficie de la muestra se limpia con un hisopo de algodón remojado en acetona, para quitar basuras sin rayar la muestra. Esta se coloca en una base que tiene soldado un cable, que se conectará para completar el circuito eléctrico necesario en PFM.

En el AFM se usa una punta ElectricCont-G de Budget Sensors. Ésta tiene un recubrimiento de Cromo y de Platino en ambos lados del cantiléver, lo que permite conducir la electricidad y reflejar el láser del AFM. Tiene una longitud de  $450 \mu\text{m}$ , un ancho de  $50 \mu\text{m}$  y un grosor de  $2 \mu\text{m}$ .

El Microscopio de Fuerza Atómica es el modelo XE7 de Park System. Este modelo tiene un cabezal desmontable que facilita la colocación de la punta en la posición deseada. El cabezal se modificó de tal forma que permite tener un cable, por el cual se pasará el voltaje necesario para producir un campo eléctrico. Se pega con pintura de plata de TED PELLA, INC. La pintura se llama Pelco Conductive Silver Paint. Esta pintura es importante, ya que con ella pegaremos la base de la punta al cabezal, además de que permite el paso del voltaje hacia la punta. Se deben esperar unos 30 minutos aproximadamente para que seque la pintura, y así no se desprenda la punta del cabezal.

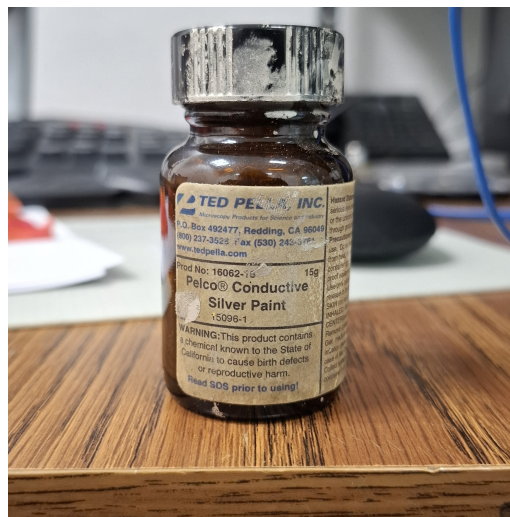


Figura 3.2: Pintura de Plata.

Una vez que se conecten los cables del cabezal y de la muestra, se enciende el controlador SPM del AFM. El controlador ayuda a ir registrando y almacenando los datos de la interacción punta-muestra. Cuenta con canales de salida, que permiten extraer las señales de manera individual. Para este trabajo, se hizo uso de algunas de las salidas. Los canales usados fueron:

- A-B: registra la posición del cantiléver detectado con los fotodiodos. Estos datos permiten reconstruir la topografía y las curvas de fuerza, pixel por pixel.
- Frame: permite saber dónde comienza a tomar datos el controlador y donde termina.
- Line: delimita el comienzo y el fin de una línea compuesta de pixeles.
- Pixel: registra el inicio y el fin de cada pixel.
- AUX 1: digitaliza la señal externa de amplitud proveniente del amplificador lock-in.
- AUX 2: digitaliza la señal externa de fase proveniente del amplificador lock-in.



Figura 3.3: Controlador SPM del AFM modelo XE-7 de Park Systems.

El controlador SPM va conectado a la computadora y, haciendo uso del programa SmartScan, se ajusta la cámara del microscopio, la distancia del cantiléver, el modo Pinpoint, entre otras generalidades.

Para extraer los datos sin procesamiento del controlador SPM, se hace uso de una tarjeta DAQ NI USB-6356. Con esta tarjeta, las señales captadas por el controlador SPM se convierten en señales digitales, que se pueden guardar en alguna computadora. La tarjeta ya mencionada cuenta con 8 canales analógicos de entrada, sin embargo, para este trabajo solo se usaron 6 canales, en los cuales se conectaron las salidas del controlador SPM de la siguiente forma:

| Canales DAQ | Canales SPM |
|-------------|-------------|
| 0           | Frame       |
| 1           | Line        |
| 2           | Pixel       |
| 3           | AUX1        |
| 4           | AUX2        |
| 5           | A-B         |

Tabla 3.1: Relación de los canales de entrada de la tarjeta DAQ y los canales de salida del controlador SPM.



Figura 3.4: Tarjeta DAQ.

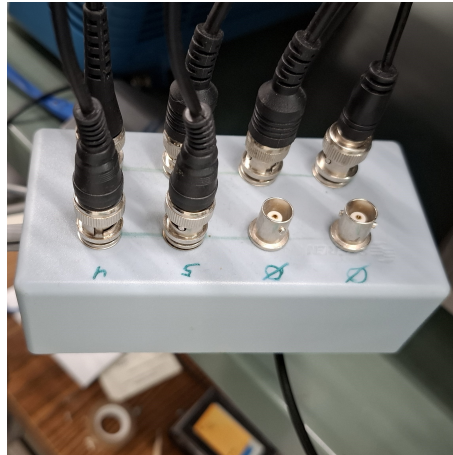


Figura 3.5: Canales de entrada a la DAQ.

Se usó del programa “AFMDAQ Acquisition”, desarrollado por el Mtro. David Fernández Brito en su trabajo de tesis [34]; con ayuda de este programa y la tarjeta DAQ, la información del SPM que sale de sus canales pasa por la tarjeta hacia el programa “AFMDAQ Acquisition”; éste los guarda en forma de un archivo CSV (Valores Separados por Comas).

Para generar el voltaje necesario para crear un campo eléctrico en la muestra, se usa el generador de funciones KEYSIGHT 33500B Trueform Waveform Generator, que puede generar señales comunes como cuadradas, rectangulares, o señales complejas como las sinusoidales moduladas. Por medio de este dispositivo, se introduce la señal de referencia -que será el voltaje al lock-in, que a su vez la manda al controlador SPM; controlando su frecuencia, amplitud fase y la forma de la onda de manera precisa.



Figura 3.6: Generador de funciones KEYSIGHT 33500B Trueform Waveform Generator.

Se hace uso de un amplificador lock-in modelo SR865A, de Stanford Research Systems. El amplificador se usa para detectar señales muy pequeñas, que al mezclarse con ruido se pueden perder, en este caso, se usa para poder detectar las señales de amplitud y fase que experimenta el cantiléver. La señal de entrada (cantiléver) se superpone con nuestra señal de referencia, para que la primera se vea afectada. Finalmente, el amplificador lock-in amplifica la señal modulada que está en fase con la señal de referencia, y la manda a la tarjeta DAQ para almacenarla.

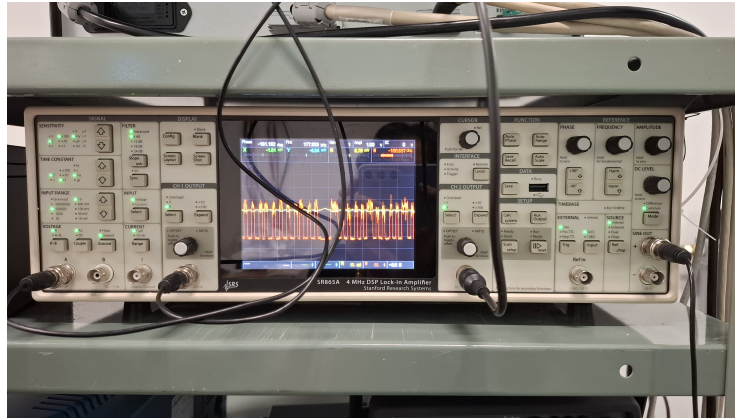


Figura 3.7: Amplificador lock-in modelo SR865A de Stanford Research Systems.

### 3.1.2. Análisis de imágenes con Gwyddion

El programa Gwyddion es un software desarrollado por David Nečas y Petr Klapetek, del Departamento de Nanometrología del Instituto Checo de Metrología. Este programa está orientado a visualizar y analizar datos de Microscopía de Sonda de Barrido (SPM); admite muchos formatos en los que comúnmente se guardan estos datos, lo cual permite hacer el análisis a campos de altura, visualizar y manipular las imágenes que se obtienen, entre otras funciones.

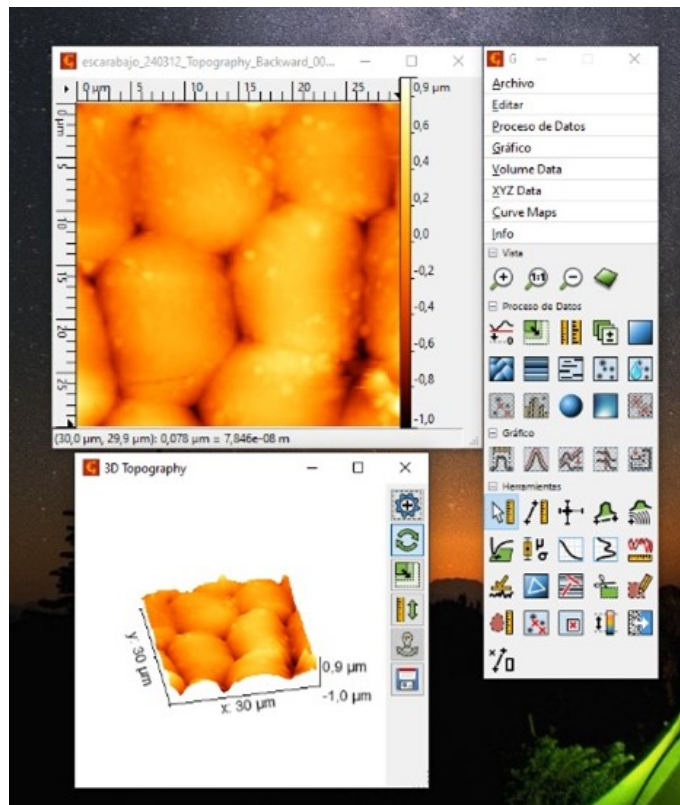


Figura 3.8: Menú del programa Gwyddion.

Para este trabajo se escogió el programa Gwyddion, ya que es un software libre y permite analizar imágenes en formato tiff; éste se usó para analizar las imágenes que se obtenían del AFM de las primeras muestras. Se quitaba el ruido para poder ver más claro algunos detalles de contornos, o la forma de la topografía; podía cambiar el espectro de colores para marcar más los tonos oscuros y claros, obtener una imagen en 3D que permita visualizar el eje z para entender mejor la profundidad de las zonas oscuras, y finalmente para transformar estas imágenes en matrices, que al final se volvían a reconstruir en imágenes.

Primero se analizó una muestra de glóbulos rojos, donde se obtuvo la topografía de un glóbulo rojo. Estas imágenes se analizaron en el programa Gwyddion y se fueron limpiando de ruido; se cambiaron los colores y se obtuvieron imágenes en 3D para observarlo mejor. Finalmente, se guardó una de las imágenes en un archivo txt para después reconstruir la imagen a partir de la matriz obtenida.

Por último, se trabajó con la coraza de un escarabajo, haciendo el mismo procedimiento que en el glóbulo rojo, obteniendo lo siguiente:

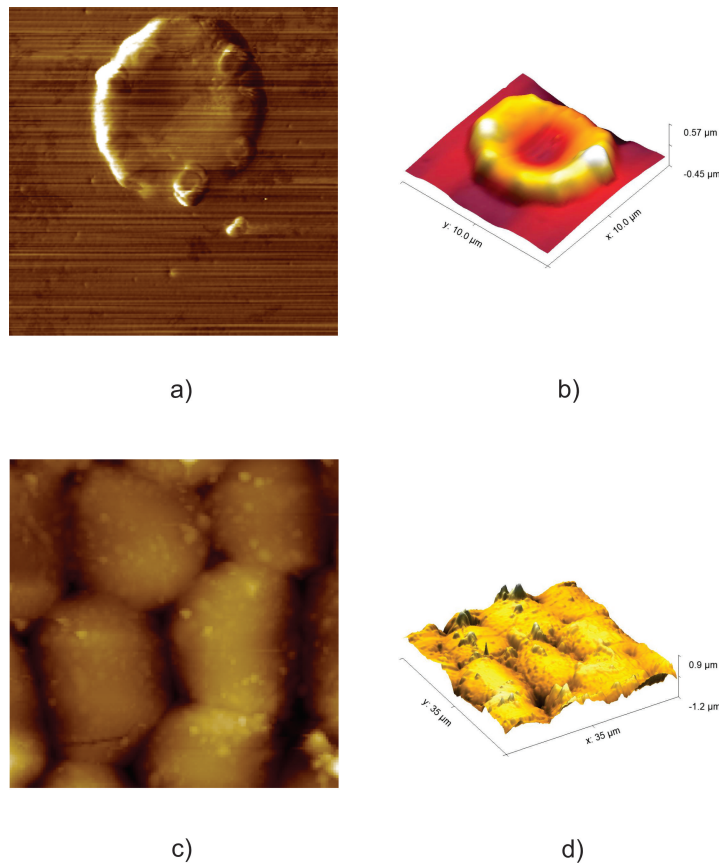


Figura 3.9: Imágenes de entrenamiento: a) topografía de un glóbulo rojo obtenida con AFM, b) modelo 3D del glóbulo rojo, obtenido con el programa Gwyddion, c) topografía de la coraza de un escarabajo obtenida con AFM, y d) modelo 3D de la coraza obtenido con el programa Gwyddion.

### 3.1.3. Programación en Python

Puesto que los archivos csv resultantes llegan a contar con más de 500, 000 datos por canal, se decidió usar el lenguaje de programación en Python; ya que Python proporciona un ambiente sencillo, que es fácil de aprender para quien se inicia en la programación, es fácil de leer ya que la sintaxis se asemeja al inglés, está orientado a objetos, entre otras ventajas [35].

El lenguaje de Python fue creado a finales de los 80's en Holanda por Guido van Rossum, y a inicio de los 90's publicó la primera versión [36].

El código (que se puede ver completo en el apéndice) comienza en las primeras tres líneas, llamando a las bibliotecas que serán necesarias que son [37]:

- *Pandas*: para leer el archivo csv, asignar nombres a las columnas y poder manipularlas de forma independiente.
- *Numpy*: para realizar cálculos numéricos y el análisis del gran volumen de datos, esta biblioteca procesa los datos de manera eficiente y rápida.
- *Matplotlib*: del cual usaremos la función de pyplot, la cual nos permitirá visualizar los datos en gráficos 2D y 3D, además de personalizarlas poniendo etiquetas a los ejes, texto u otros elementos necesarios para describir la gráfica.

De la biblioteca *Pandas* se usa *pd.read\_csv*. Esta función sirve para importar los datos del archivo csv. A cada columna del archivo de datos csv le asignamos un nombre, utilizando los corchetes ["nombre de la columna en el archivo csv"].*values* para hacer referencia a la columna que se quiera llamar.

Se grafican los datos con sus respectivos nombres, colores y le damos un nombre a la gráfica. Cuando la ventana emergente de la gráfica aparezca, es necesario ir haciendo zoom en el centro de los datos, ya que debemos ver que hemos colocado los nombres correctos a las columnas que les corresponden y no tener algunas columnas combinadas. El zoom a la gráfica se le hace al centro de los datos ya que al inicio y al final hay datos que sobran.

#### DERIVADA DEL CANAL FRAME

El canal "Frame" nos indica en qué parte de los datos el AFM comienza a hacer mediciones, ya que el total de los datos del archivo CSV se obtienen con "AFMDAQ Acquisition" que graba lo que el AFM registra en el punto en el que se encuentra, incluso antes de comenzar a generar una imagen en el programa "SmartScan", por lo que hay datos de sobra al inicio y al final. Es por esto que se procede a obtener la derivada del canal "Frame", para poder ver en qué parte del inicio de la imagen hay cambios significativos, estos cambios indican el inicio y el fin de una imagen.

Utilizando la función *np.gradient* se obtiene la derivada en cada elemento de la columna "Frame". Se declaran variables para obtener los máximos y los mínimos de los datos de la derivada. Para poder encontrar los índices donde los valores de la derivada den un salto significativo se utilizan dos valores umbrales, a estas variables le asignan un valor cercano al del valor Máximo y Mínimo de la derivada.

Con la función *np.where* se encuentran los índices donde sus valores cumplan la condición de ser mayores o menores al umbral según el caso. Finalmente, los índices obtenidos se guardan en una lista y los valores de estos índices en otra lista. Con estos índices se puede ver que el AFM comenzó a hacer mediciones después del primer índice con valor mínimo y terminó en el segundo índice con valor máximo.

## DERIVADA DEL CANAL PIXEL

El AFM hace un barrido de prueba de dos líneas, una ida y un regreso, por lo que se debe obtener la derivada del canal pixel para ver donde sus valores cambian, obtener los índices y poder determinar a partir de qué índice se tomaran los datos con los que se va a trabajar utilizando el mismo código para el canal "Frame".

## DERIVADA DEL NUEVO CANAL PIXEL

Ya que se ha localizado dónde termina la segunda línea del canal pixel, se definen nuevas variables a y b para poder eliminar los datos que no sirven y limitar el procesamiento de datos solo a los que se necesitan. Se obtiene de nuevo la derivada en el canal Pixel para tener mejores resultados, esta vez, declarando un umbral más cercano a los valores máximos y mínimos de la derivada del canal.

## RECONSTRUCCIÓN DEL NUEVO CANAL PIXEL

Seguido a esto, se realiza una reconstrucción a la gráfica del canal pixel con el fin de rellenar los huecos que lleguen a faltar en las líneas de cada pixel. Se usa la biblioteca *scipy.interpolate*. La biblioteca *scipy* sirve para hacer funciones avanzadas en el procesamiento de numérico basadas sobre Numpy. Específicamente importamos *interp1d* que permitirá hacer interpolación lineal, con esto se rellenan los datos faltantes [38].

## CORRECIÓN DE INDICES

De la lista de índices  $x\_64\_2$ , se puede ver que algunos índices tienen un tercer valor consecutivo que provoca errores al obtener los valores máximos de la Amplitud, por lo que se eliminan estos elementos. Para corregir esto, se hace una nueva lista para almacenar los valores que genere el ciclo for. En el ciclo for se somete la lista  $x\_64\_2$  a un análisis para eliminar los valores que no cumplan la condición. En el caso de otros archivos csv, presentan un error diferente que consiste en tener valores aislados, es decir, que no son consecutivos del elemento anterior y que no tienen un valor consecutivo, por lo que también se corrige con un ciclo for para eliminar estos valores. Esto también se puede corregir de forma manual, buscando en las gráficas donde los valores máximos no son correctos y así poder eliminar el índice de la lista  $x\_64\_2$ .

## MATRIZ DE AMPLITUD

Usando un ciclo "for", se declara una variable que recorrerá la lista de los índices obtenidos de la reconstrucción de la derivada del canal pixel, para obtener el valor máximo del canal Amplitud, pero los irá recorriendo en pares; esto significa que la variable se posicionará entre el valor 0 y 1 de la lista de índices del canal pixel, y ahí obtendrá el máximo de Amplitud; sucesivamente irá con el 2 y 3, 4 y 5, etc. Es necesario recalcar que debe de ser entre estos valores, ya que si los toma por ejemplo entre los índices 1 y 2, la punta del AFM no está en contacto con el material en ese momento, por lo que el máximo tomado ahí, será incorrecto. Se declaran variables para marcar el inicio y el fin donde la variable del ciclo for realizará el código.

Mientras el ciclo for recorre la lista en pares de los índices, se guardan los valores máximos de Amplitud en una lista. Cuando termine esto, se usa la función *np.argmax*, que sirve para encontrar los índices de un valor máximo a lo largo de un eje. Para poder obtener el índice donde se encuentra cada uno de los máximos obtenidos se le suma el valor del índice donde se inició el ciclo y así, mientras se obtienen los valores máximos de Amplitud, se obtienen los índices de estos valores.

Una vez que se tengan los valores máximos en la lista, se les da forma de matriz de  $128 \times 64$ , de esta se toman las filas pares que marcan la “ida” de la punta del AFM y con la función `plt.imshow()` el programa dará la imagen construida con la matriz.

### MATRIZ DE FASE

Para el caso de la señal de fase, se obtiene su imagen tomando los índices donde la señal de amplitud tiene sus valores máximos. Con el ciclo for obtenemos el valor máximo de la señal de fase en el índice de la lista y se almacenan en una nueva lista. A estos también se les da forma de matriz de  $128 \times 64$  para poder generar la imagen con las filas pares.

### MATRIZ DE FUERZA

Finalmente, para los valores de fuerza, se reconstruye una imagen que muestre la fuerza de adhesión. El valor que se necesita es el mínimo en cada toque de la punta, por lo que se usa el código de la Matriz Amplitud; creando 2 listas vacías nuevas para almacenar los valores mínimos de la señal de fuerza y sus índices. Teniendo estos valores, se convierten a una matriz de  $128 \times 64$  y se obtiene la imagen final.

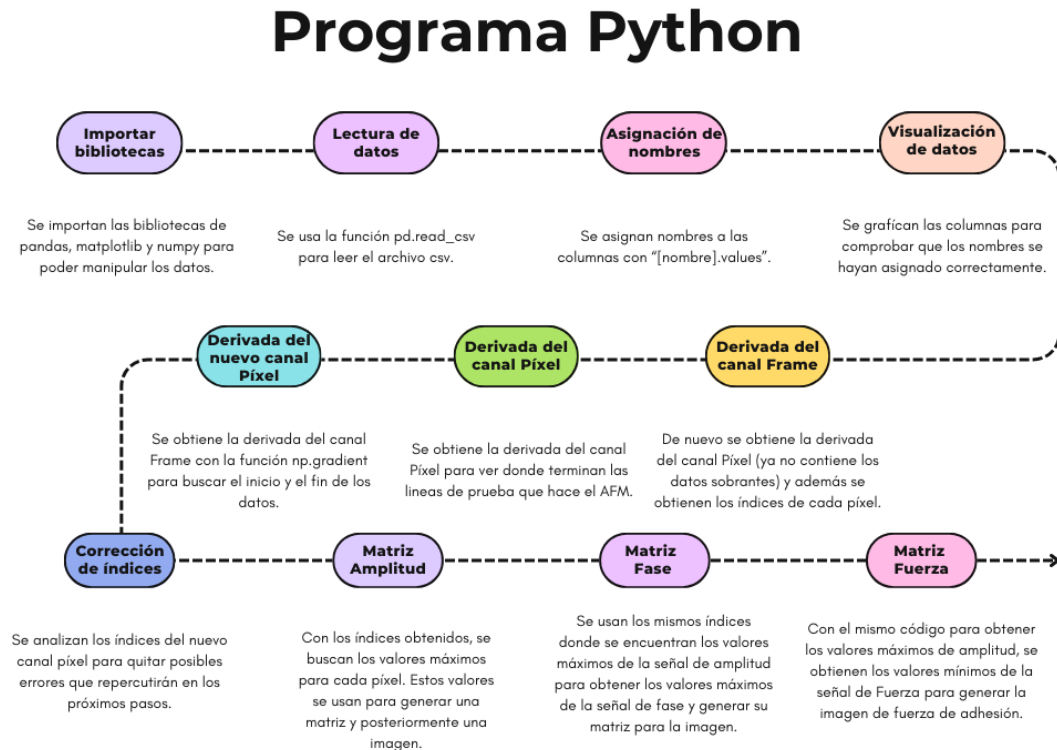


Figura 3.10: Diagrama de flujo del código en Python.



# Capítulo 4

## Análisis y discusión de resultados

### 4.1. Análisis de las imágenes derivadas del programa Python

Una vez que se ha detallado como está estructurado el código realizado, en este capítulo se mostraran las gráficas e imágenes que se obtienen, analizándolas y explicando su importancia.

#### Visualización de datos

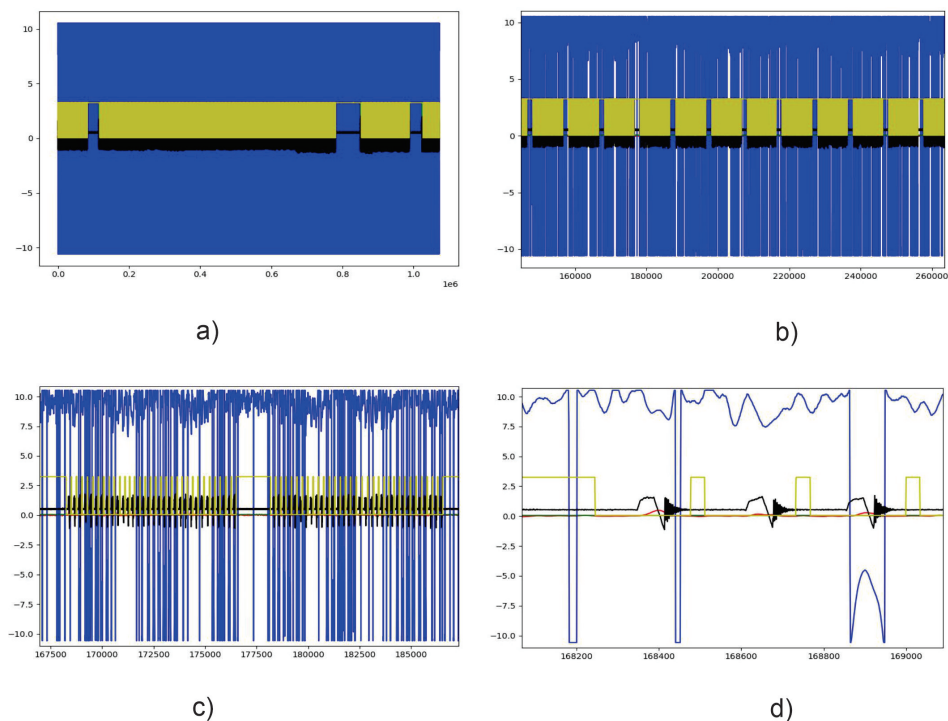


Figura 4.1: Zoom progresivo de la visualización de los canales amplitud (rojo), fase (Azul), frame (verde), fuerza (negro) y pixel (amarillo). En la figura 4.1 (a) se pueden apreciar algunos canales como el de fase, pixel y un poco el canal de fuerza, es por esto que se hace un zoom progresivo como se puede ver en las imágenes (b) y (c), llegando hasta (d) donde ya se pueden apreciar los demás canales y su comportamiento.

Una vez que se les ha asignado nombre a las columnas, es importante poder visualizar las gráficas juntas, esto permite ver cómo se comportan los datos, detectando a simple vista donde la punta tiene interacción con el material, sobre todo, se puede observar la gráfica de fuerza que describe la interacción y las señales de amplitud y fase que se analizarán para observar los efectos piezoeléctricos inversos del material. Además, se puede ver los datos sobrantes y donde están marcados cada uno de los pixeles.

### Derivada del Canal Frame

El canal “Frame” es el marco de la imagen, esto quiere decir que nos marca el inicio y el final de la imagen. Es importante conocer donde inicia la imagen ya que, para trabajar con estos datos en Python, no se toma en cuenta toda la información, solo lo que se encuentra dentro del marco o “frame”.

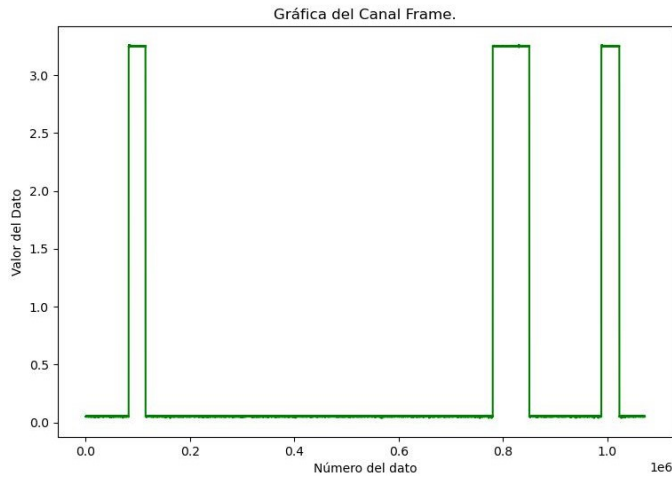


Figura 4.2: Datos del Canal Frame.

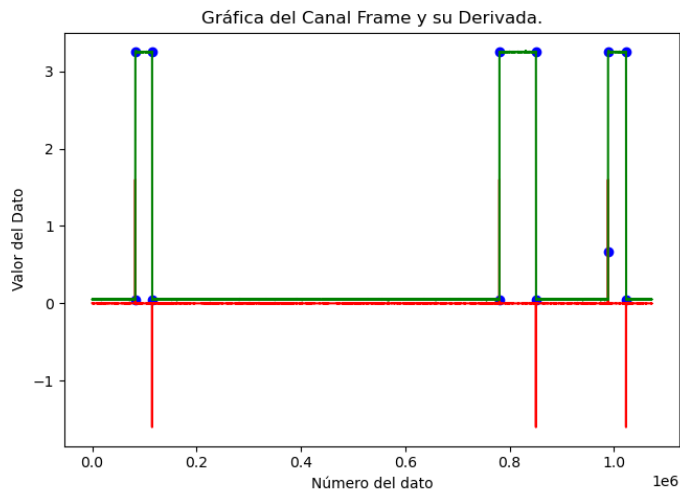


Figura 4.3: Datos del Canal Frame (verde), su Derivada (rojo) y los puntos de cambio (azules).

Sin embargo, la gráfica puede presentar líneas extras que se vuelven un problema para decidir donde tomar los datos, es por esto que se busca su derivada. Los datos reales se toman entre el primer índice de valor mínimo y el segundo índice de valor máximo.

En la gráfica 4.3 se puede ver que al momento de derivar los datos del canal frame, obtenemos 12 puntos específicos donde la gráfica cambia de dirección, aunque en la gráfica se vean muy separados, en realidad son puntos consecutivos, solo que su valor incrementa demasiado, es por esto que se toman los datos que están dentro de los primeros 7 puntos.

### Derivada del Canal Pixel

En la gráfica del canal pixel se puede ver como se marca el inicio y el fin de cada cuadro, es importante esta delimitación porque, para obtener las imágenes de la señal de amplitud, se buscan los valores máximos de cada cuadro.

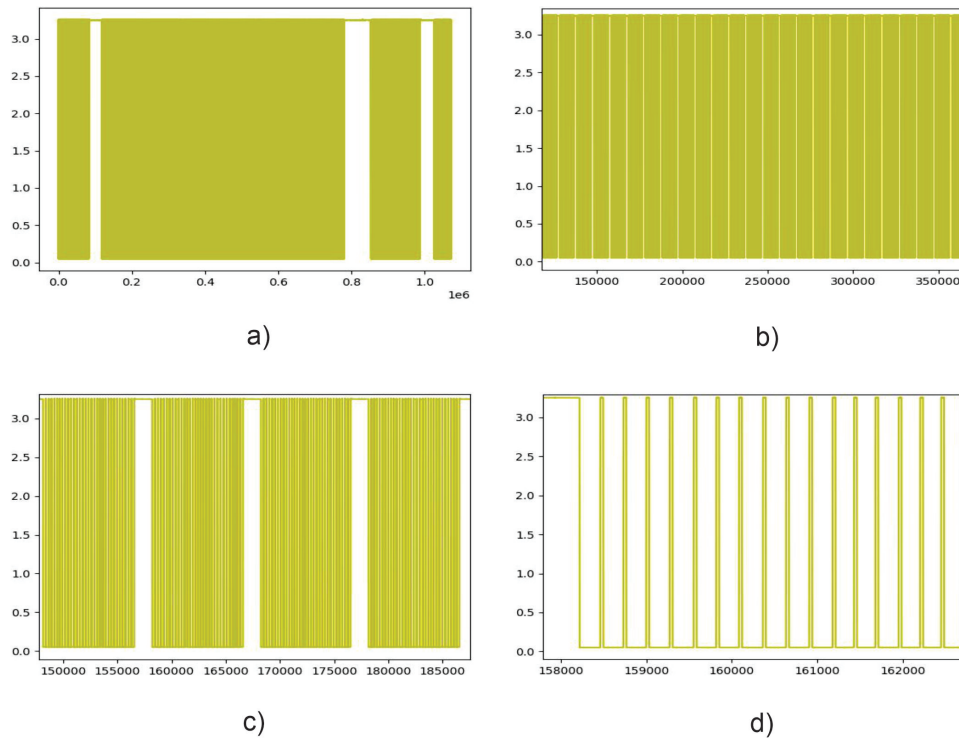


Figura 4.4: Zoom progresivo a la gráfica de pixel. En la figura 4.4 (a) se puede apreciar el conjunto de datos completos además de que se pueden ver los huecos parecidos a los del canal Frame. En la imagen (b) se hace un zoom a la zona del centro donde se concentra una mayor cantidad de datos, en la imagen (c) se logran ver 2 pixeles y su división interna de cada uno, finalmente en la imagen (d) se distingue esta división como rectángulos distribuidos cada cierta distancia.

Dado que el AFM hace una prueba de 2 líneas, una ida y un regreso, estas líneas se deben quitar para no incluirlas en el análisis de la información. Para quitarlas se obtiene la derivada de la señal, con esta derivada se obtienen los índices de los cambios de la gráfica y se delimitan todas las señales con los índices, usando el índice final de la segunda línea del pixel y el segundo índice de valor máximo del canal frame.

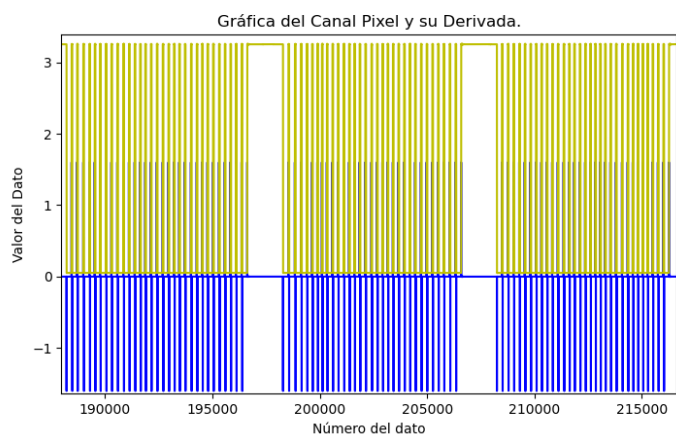


Figura 4.5: Canal Pixel y su Derivada.

### Derivada del Nuevo Canal Pixel

Una vez que se han delimitado todas las gráficas, se deriva de nuevo la señal de pixel para generar nuevas listas de datos y no tomar los datos de la señal completa.

### Reconstrucción del nuevo Canal Pixel

Dado que la delimitación de cada cuadro es importante, se reconstruye la señal de pixel para completar los huecos que puedan faltar.

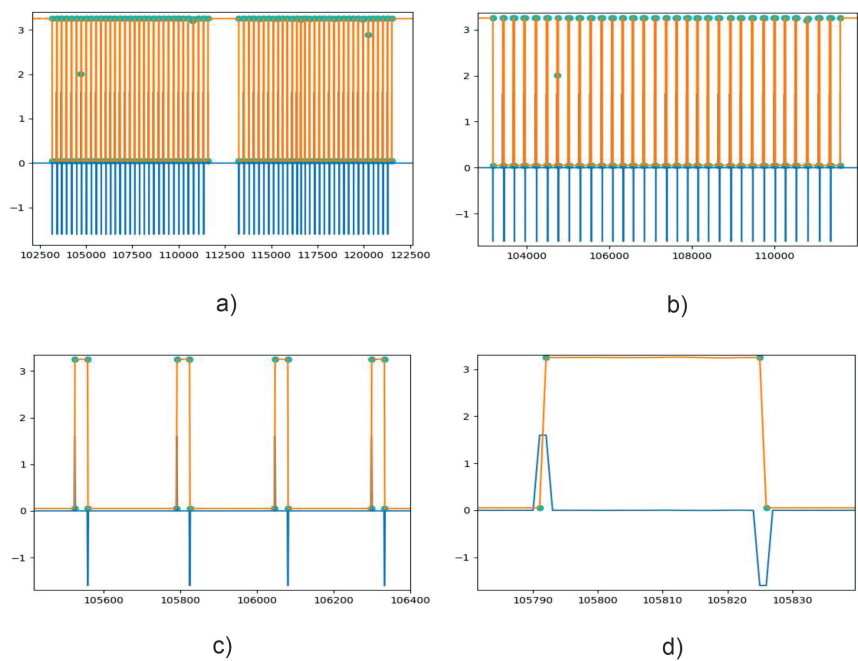


Figura 4.6: Reconstrucción de Canal Pixel (rojo), Canal Pixel normal (amarillo) y los valores máximos (punto verde).

### Correccion de Indices

Una vez que se obtienen los índices de la derivada del canal pixel, estos deben de ser revisados, ya que la señal de pixel a veces cambia de dirección más o menos de cuatro veces para delimitar un cuadro, provocando que en los índices se encuentren tres elementos consecutivos o elementos aislados, es decir que no son consecutivos de ninguno. Estos índices provocan errores ya que, al buscar los valores máximos de la señal de amplitud, estos se buscan entre los índices, es decir si témenos los índices 20, 21, 32 y 33 los valores máximos de amplitud se buscan entre 20 y 21 y entre 32 y 33, pero si el programa detecta un índice como el 31, buscaría el valor máximo entre 31 y 32 por lo que ese valor estaría mal. Por esta razón se deben eliminar los índices “extras”.

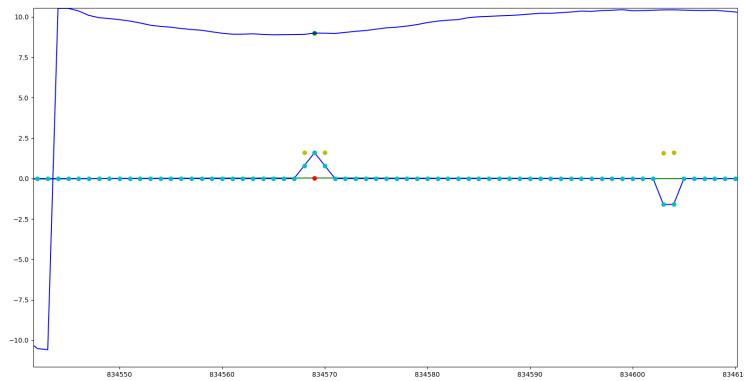


Figura 4.7: Forma de la gráfica que se genera por tener 3 elementos consecutivos.

Esto se ve más claro al momento de generar la imagen de la señal de amplitud en base de la matriz de valores máximos, consiguiendo lo siguiente:

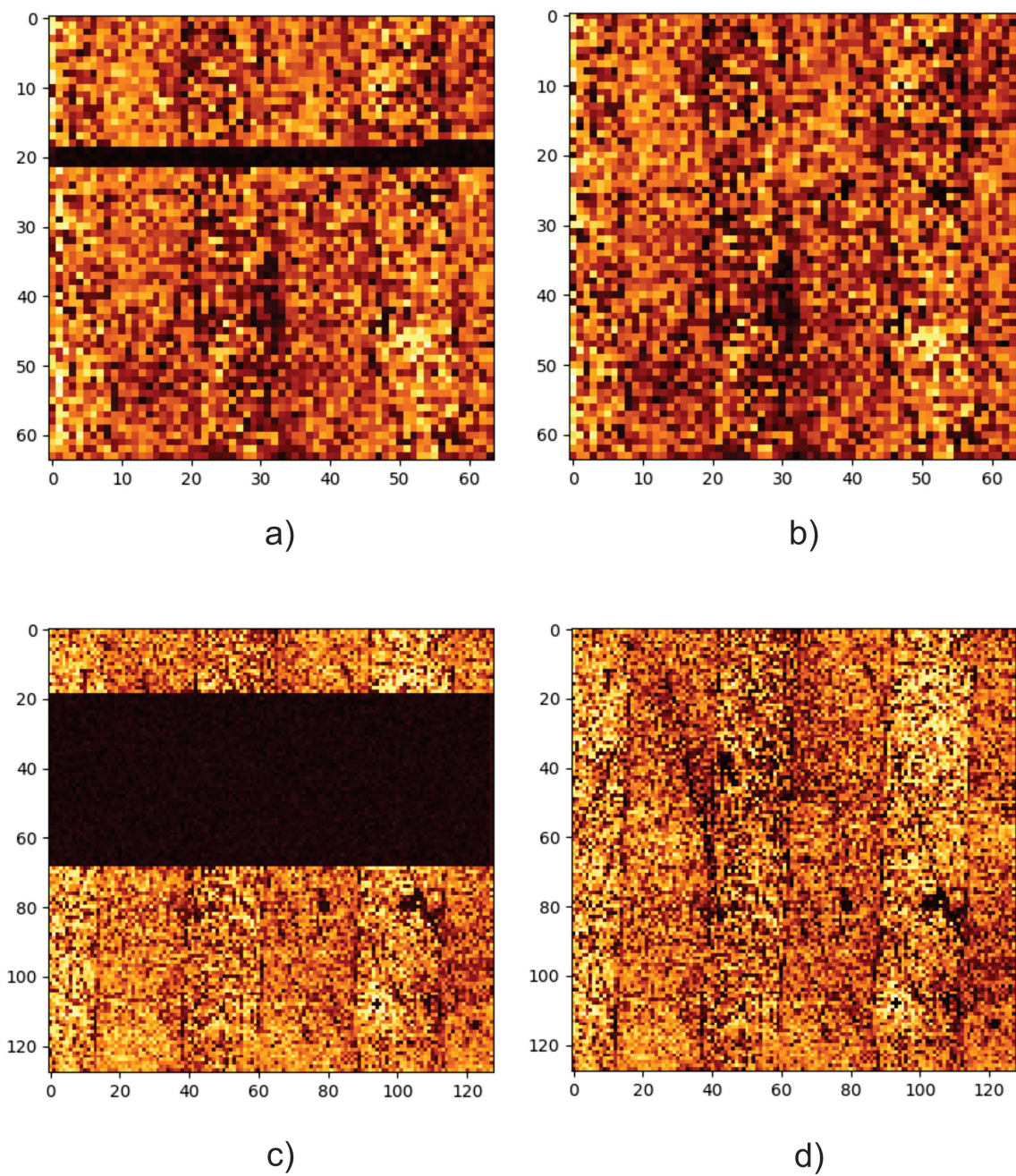


Figura 4.8: Imágenes de la señal de amplitud: (a) imagen de 64 píxeles con error de índices, (b) imagen corregida de 64 píxeles, (c) imagen de 128 píxeles con error de índices y (d) imágenes corregida de 128 píxeles.

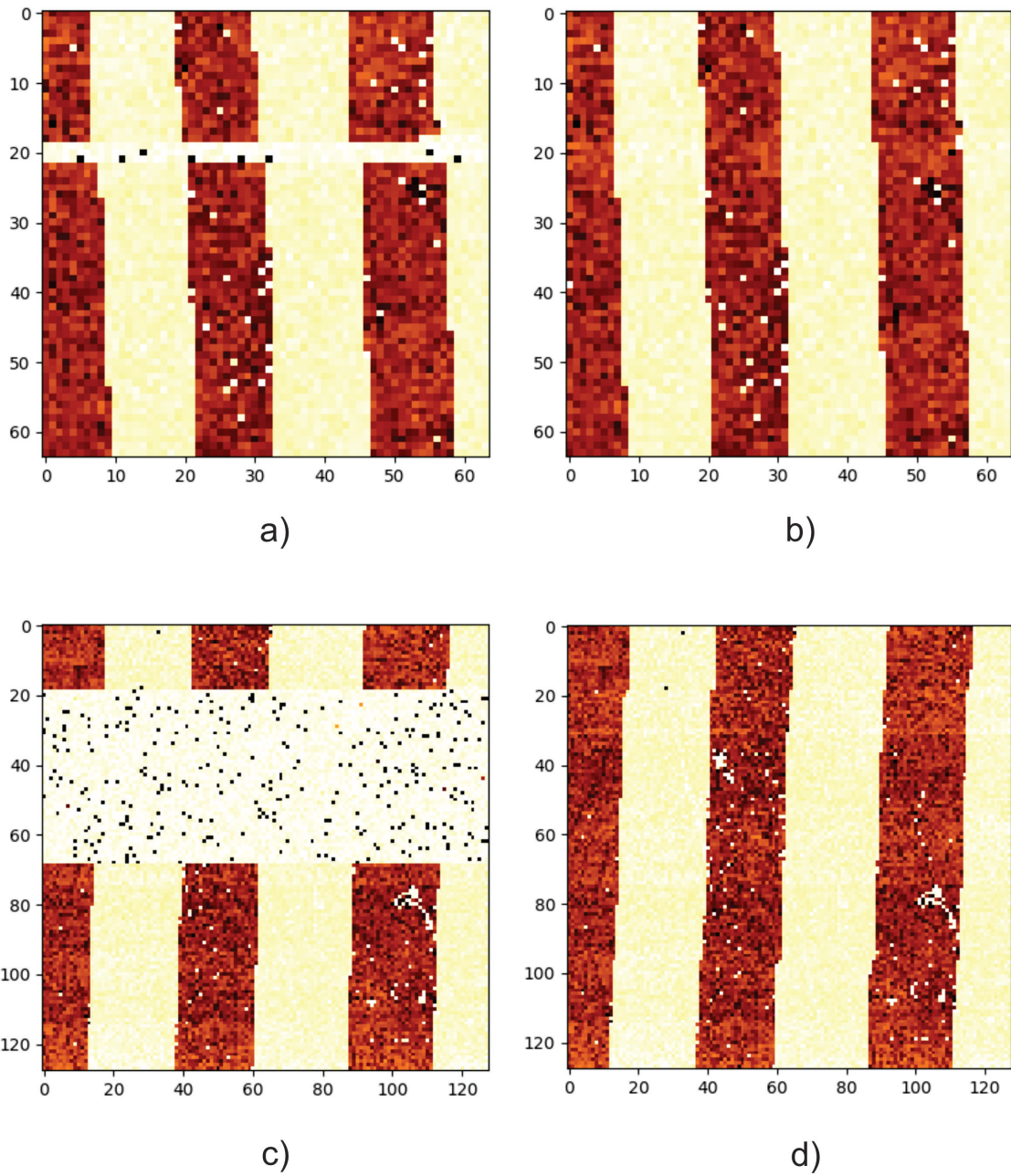


Figura 4.9: Imágenes de la señal de fase: (a) imagen de 64 píxeles con error de índices, (b) imagen corregida de 64 píxeles, (c) imagen de 128 píxeles con error de índices y (d) Imágenes corregida de 128 píxeles.

## 4.2. Análisis y comparación de imágenes de las señales de Amplitud

Para formar las imágenes de las señales de amplitud y fase en el AFM en el modo PFM híbrido, se calcula un promedio de la señal que se obtiene de toda la curva de fuerza vs tiempo sin embargo esto es incorrecto ya que se pueden formar mejores imágenes tomando en cuenta el valor máximo de la señal de amplitud en cada pixel, esto porque dicho valor se da justo antes del despegue punta-muestra.

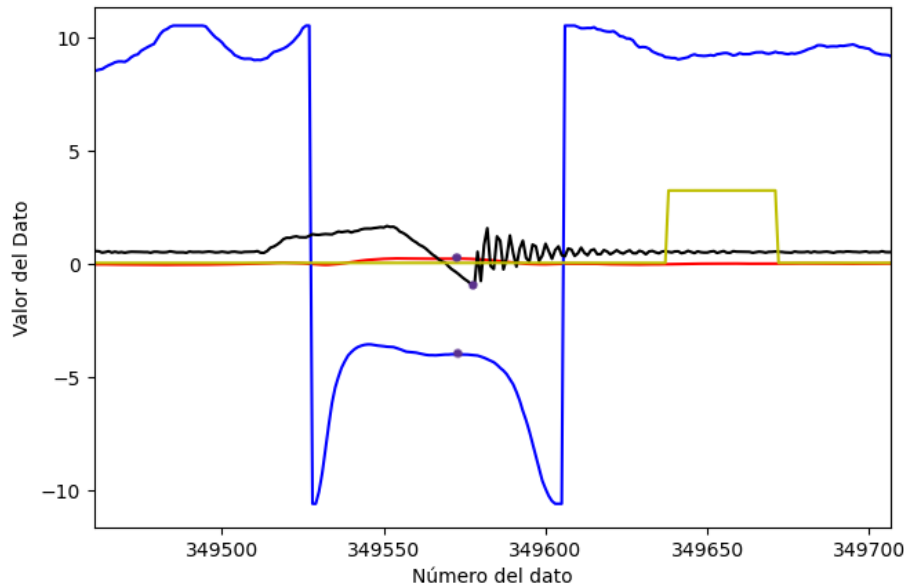


Figura 4.10: Gráficas de amplitud (rojo), fase (azul), fuerza (negro) y pixel (amarillo).

Para la señal de fase se usa el mismo índice del valor máximo de la señal de amplitud, como se puede ver en la imagen con los puntos morados marcados a la misma altura, para observar las paredes ferroeléctricas en el mismo momento; para la señal de fuerza se utiliza su valor mínimo que indica el valor de la fuerza de adhesión (punto morado).

**Matriz de Amplitud**

Las primeras imágenes que se reconstruyen son las de las señales de Amplitud y Fase. Estas imágenes representan un área de  $25\mu$  m cuadradas, con calidad de 16, 32, 64 y 128 pixeles.

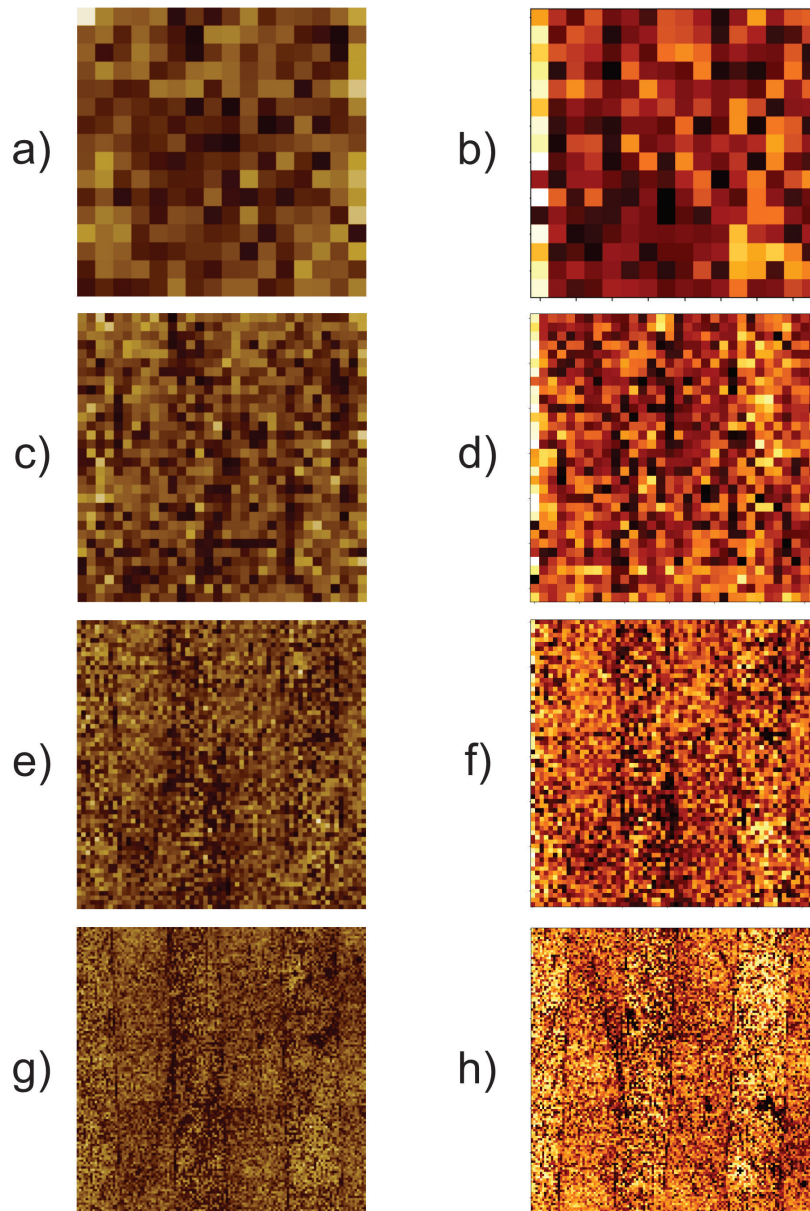


Figura 4.11: Comparación de imágenes de la señal de Amplitud, las imágenes (a), (c), (e) y (g) son imágenes generadas con el programa SmartScan y las imágenes (b), (d), (f) y (h) son imágenes generadas con el código desarrollado. Imágenes a y b son de 16 pixeles, (c) y (d) son de 32 pixeles, (e) y (f) son de 64 pixeles, (g) y (h) son de 128 pixeles.

## Análisis y discusión de resultados

### 4.2 Análisis y comparación de imágenes de las señales de Amplitud

Este grupo de 8 imágenes se obtienen del análisis de la muestra  $\text{LiNbO}_3$ , analizada en modo pintpoint, aplicando 1400 mV en DC y con un pico de resonancia del cantiléver en 175 kHz.

En las imágenes (a) y (b) podemos ver que no se distingue ninguna línea o pared recta, esto por la calidad de 16 pixeles, en la imagen generada con el programa propuesto en este trabajo (b), se distingue en la parte inferior izquierda, una zona más oscura, pero ninguna línea marcada. Para las imágenes (c) y (d) sigue sin presentar las líneas de las paredes, solo se pueden observar como algunos pixeles negros se alinean en pequeños grupos cercanos.

Conforme se aumenta los pixeles de las imágenes, se pueden apreciar las paredes de los dominios. En las imágenes (e) y (f) ya se pueden observar las líneas de las paredes de los dominios ferroeléctricos, aparentemente se logra distinguir 5 bloques divididos por estas líneas, sin embargo, estas líneas aún no se ven completamente continuas, en algunas secciones les faltan “pedazos” y mayor definición. Finalmente, en las imágenes (g) y (h) de 128 pixeles se pueden distinguir 6 bloques que son los dominios ferroeléctricos y 5 paredes de dominio; estas nos describen como se separan los dominios con polarizaciones orientadas en sentidos perpendicularmente diferentes.

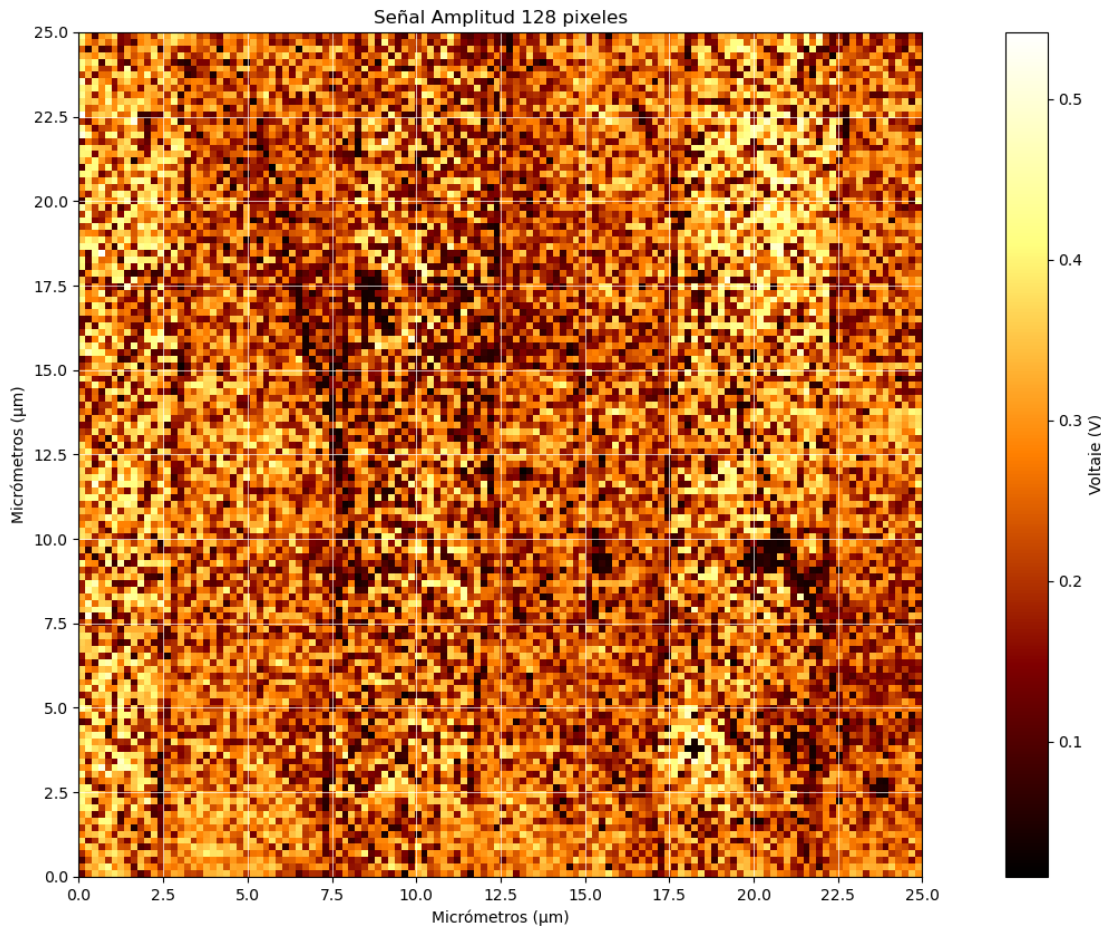


Figura 4.12: Imagen reconstruida de la señal Amplitud de 128 píxeles con cuadrícula que divide cada 2.5 micrómetros y una barra de color que muestra el voltaje que va de 0V a 0.72V.

Con ayuda de la cuadrícula podemos distinguir el ancho de las paredes de dominio, que van de los 3, 4 y 5 micrómetros, siendo los más angostos los que se pueden ver cortados por la imagen, es decir, los dominios del inicio y del final.

Además, se logran apreciar algunos detalles de la topografía del material, como lo son las manchas oscuras, estas nos indican que el material tiene imperfecciones en la superficie, estos pueden ser rayaduras, golpes o incluso suciedades. Normalmente, cuando el material no se limpia bien y el AFM registra esas manchas, lo que puede llegar a pasar es que la punta arrastra el objeto, por lo que se debe limpiar nuevamente. En este caso, estas manchas solo son imperfecciones de la superficie del material.

Observando las imágenes obtenidas con el sistema SmartScan, se puede notar en un principio que la combinación de colores oscurece la imagen, esto puede generar problemas para el investigador, ya que puede dificultar la identificación de las paredes de los dominios. Esta combinación de colores la da el programa por defecto, sin embargo, al analizarla por primera vez podríamos pensar que el material es más uniforme de lo que podría ser, ya que los tonos no son ni tan claros, ni tan oscuros.

Esto pasa porque el programa SmartScan asigna los colores de forma lineal, es decir, el rango completo de los valores de los datos corresponde al rango completo de la gama de colores, esto se puede entender mejor de la siguiente forma, supongamos que tenemos un conjunto de datos cuyos valores van del 0 al 10 y el programa usa la escala de colores “viridis”, cuando el programa relacione los colores con los valores, al 0 le tocara, por ejemplo el color amarillo y al 10 el color morado, por lo tanto al 5 le asignara el color que se encuentre exactamente a la mitad de la escala.

Por el contrario, en el grupo de imágenes (b), (d), (f), y (h) que se generaron con el código,

```
1 print(MatrizParPPAmplitud64)
2 plt.imshow(MatrizParPPAmplitud64, cmap='afmhot', interpolation='nearest')
3
4 plt.show()
```

se usa la interpolación “nearest” para que a cada valor distinto que haya en la matriz, le asigne un color por lo que cada pixel será un bloque sólido de ese color que evitara que se generen valores intermedios y tonos suavizados. Esto es muy útil para destacar las manchas oscuras detectadas por la topografía del material y las paredes de los dominios.

### 4.3. Análisis y comparación de imágenes de las señales de Fase

Para la señal de fase, el grupo de imágenes (a), (c), (e) y (f) son las imágenes obtenidas por el programa comercial SmartScan, como se puede ver estas imágenes también se ven “oscurecidas” por el formato del programa, sin embargo, esto no representa ningún problema para poder identificar los dominios ferroeléctricos los cuales podemos ver que se encuentran ordenados de tal forma que cambian de orientación en 180°, es decir que en cada dominio el campo está polarizado hacia un sentido. Esto se observa como franjas claras y oscuras que coinciden con las paredes de la señal de Amplitud. Conforme la cantidad de píxeles aumenta los dominios se ven más rectos, definidos y si el material tiene alguna imperfección aparece, esto permite observar que los dominios de la muestra están ordenados de forma que un dominio tiene a su lado dominios opuestos.

Para las imágenes obtenidas del AFM, los valores del voltaje que experimenta el material van de -10V a 10V al igual que las imágenes que se generan con el código sin embargo, la asignación

## Análisis y discusión de resultados

### 4.3 Análisis y comparación de imágenes de las señales de Fase

de colores es distinta (recordando lo ya descrito en párrafos pasados), podríamos pensar que el material experimenta el voltaje de igual forma a lo largo de cada uno de sus dominios solo por la asignación de colores pero al determinar una nueva forma de asignarlos podemos observar que los colores de los pixeles se concentran más cercanos al centro en tonos naranjas y en los extremos que son amarillo y café oscuro, es decir, experimentan voltajes más cercanos al -10, 0 y 10 que a los valores intermedios.

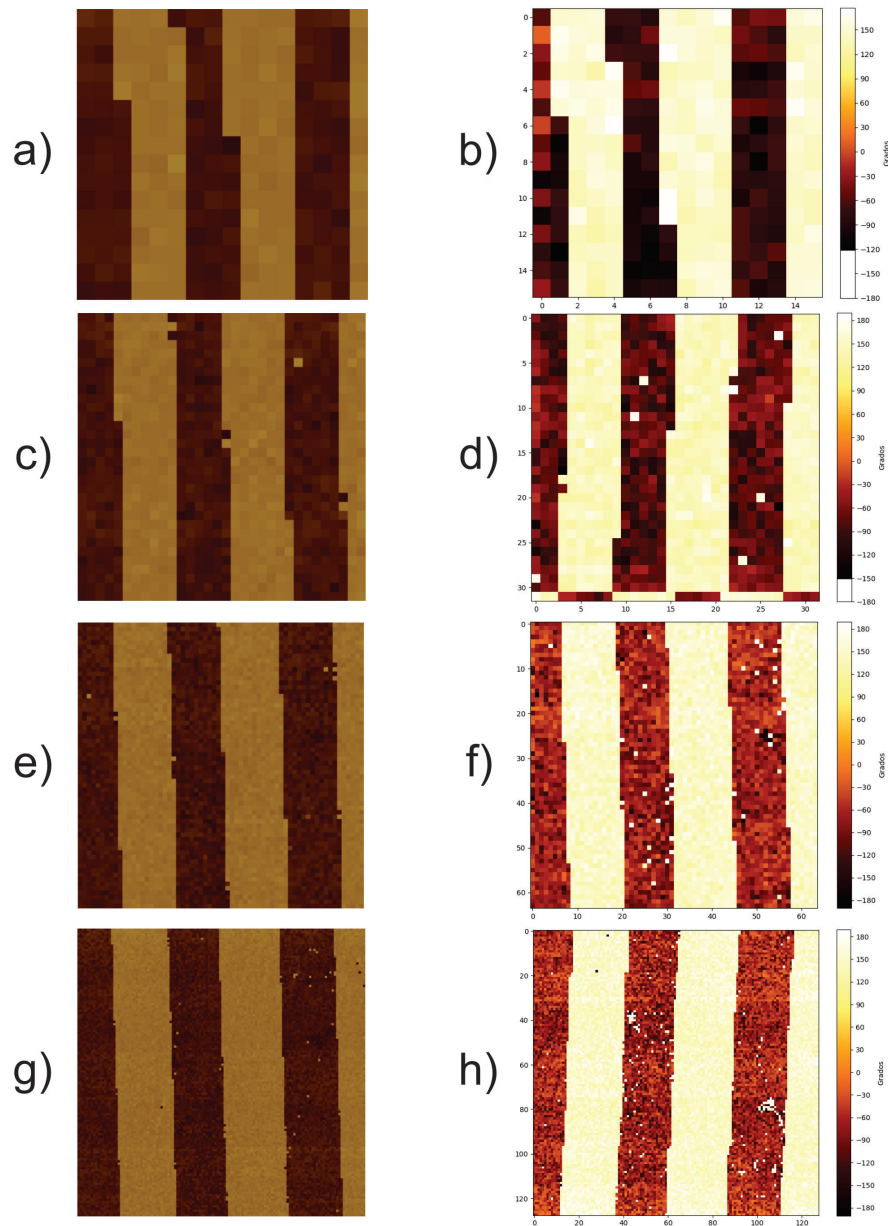


Figura 4.13: Comparación de imágenes de la señal de Fase, las imágenes (a), (c), (e) y (g) son imágenes generadas con el programa SmartScan y las imágenes (b), (d), (f) y (h) son imágenes generadas con el código desarrollado. Imágenes (a) y (b) son de 16 pixeles, (c) y (d) son de 32 pixeles, (e) y (f) son de 64 pixeles, (g) y (h) son de 128 pixeles.

Al observar las franjas ordenadas alternando colores podemos entender que están orientadas en sentidos contrarios y delimitadas, esto debido a que les ayuda a minimizar la energía electrostática del campo despolarizante que se compensa mediante conducción eléctrica a través del material. Estos dominios también ayudan a compensar las tensiones mecánicas, redistribuyéndolas y mejorando su resistencia mecánica, sin embargo, esto solo lo hacen las paredes ferroelásticas que tienen su polarización en ángulos de  $90^\circ$ . Es por esto que se le añade una barra de color con escala en los grados en los que pueda apuntar el dominio.

Los dominios ferroeléctricos que podemos observar en esta muestra nos indica que el material tiene una buena calidad cristalina, con pocas imperfecciones y buena estabilidad eléctrica interna.

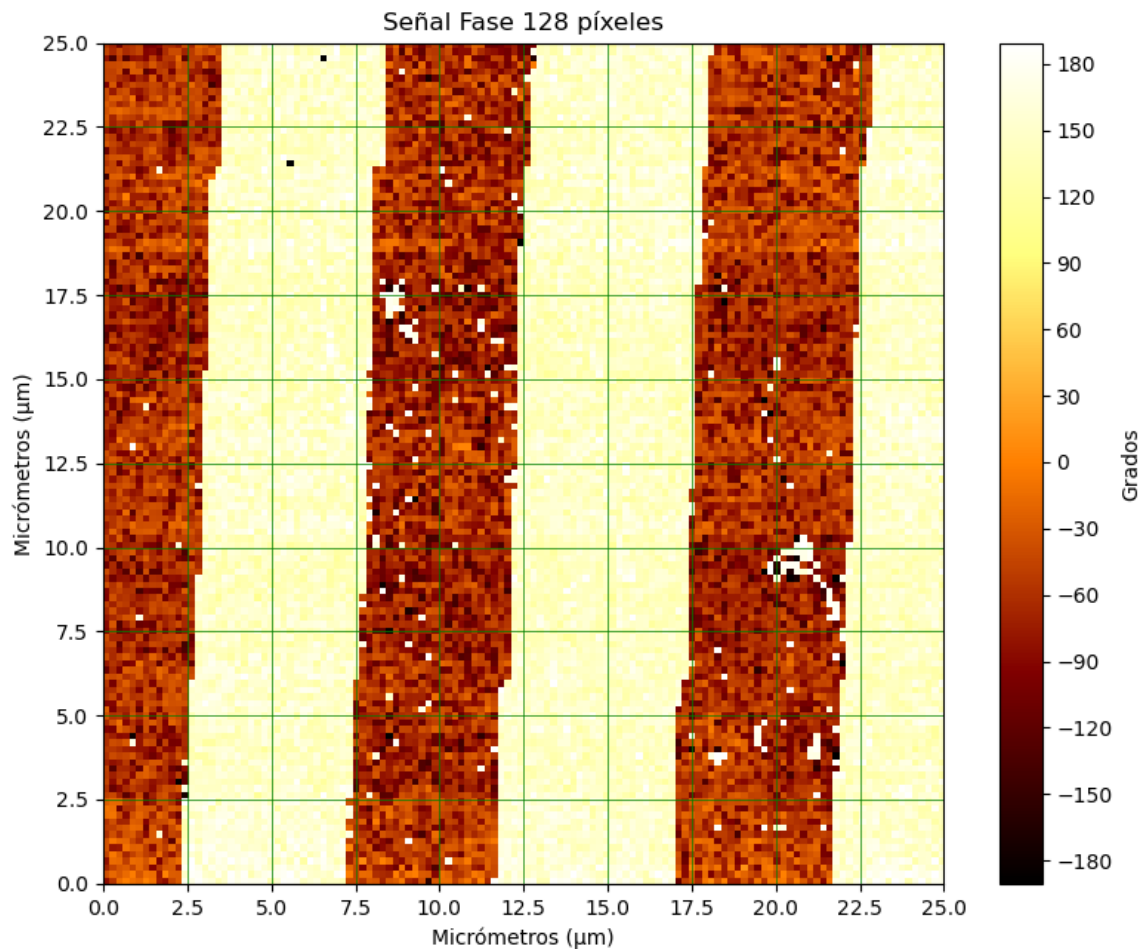


Figura 4.14: Imagen reconstruida de la señal Fase de 128 píxeles con cuadrícula que divide cada 2.5 micrómetros y una barra de color que muestra los grados en los que se polarizan los dominios que van de  $-180^\circ$  a  $180^\circ$ .

En la imagen ampliada de la señal de fase de 128 píxeles se puede apreciar una cuadrícula que divide la imagen en cuadros de  $5 \mu m^2$ , por lo que podemos notar que los dominios ferroeléctricos tienen un ancho aproximado de  $5 \mu m$ , esto nos indica que la muestra tiene una buena calidad cristalina. Además de que se pueden apreciar cuadros blancos y negros dentro de los dominios, estos se presentan debido al tratamiento que se hace a los datos ya que se buscan observar más detalles, el ruido se hace visible en comparación con las imágenes que genera el AFM. Al sensibilizar

el análisis de datos se logran obtener detalles finos que permiten generar imágenes con los dominios más definidos y con mayor contraste.

#### 4.4. Análisis y comparación de imágenes de la señal de Fuerza

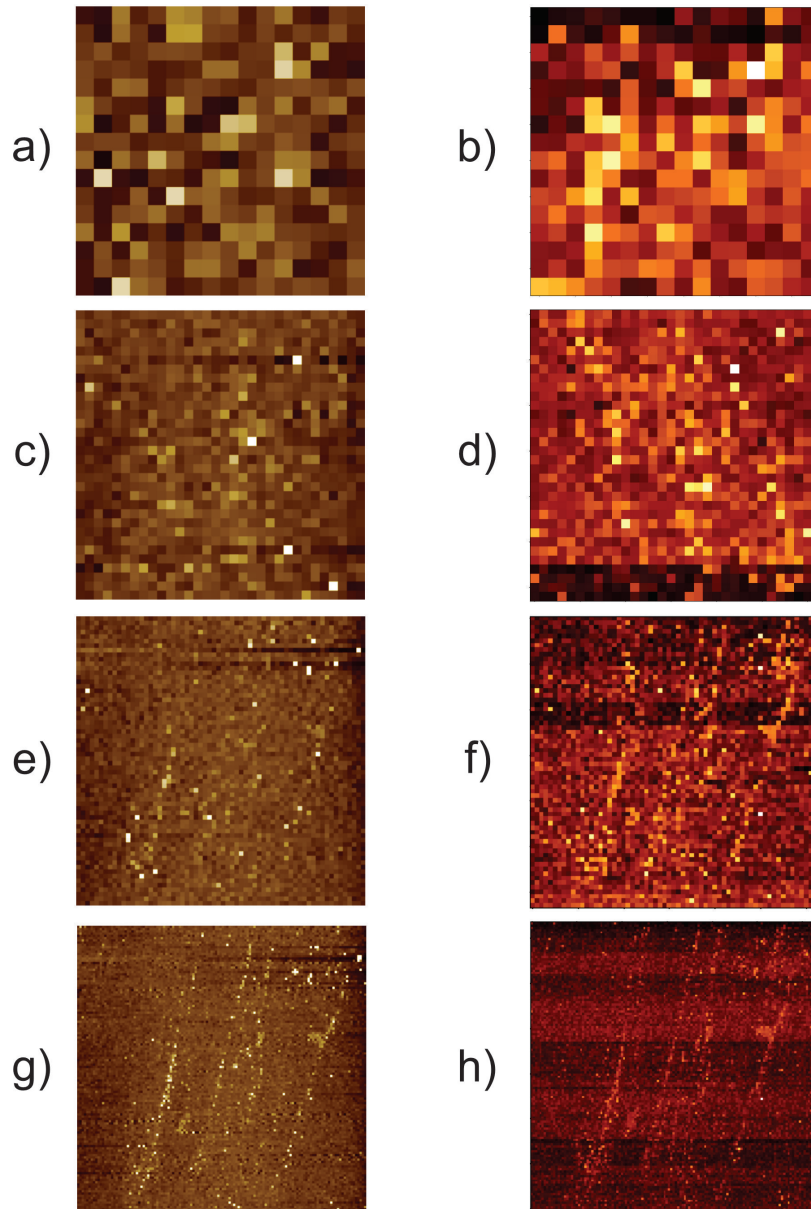


Figura 4.15: Comparación de imágenes de la señal de Fuerza, las imágenes (a), (c), (e) y (g) son imágenes generadas con el programa SmartScan y las imágenes (b), (d), (f) y (h) son imágenes generadas con el código desarrollado. Imágenes (a) y (b) son de 16 píxeles, (c) y (d) son de 32 píxeles, (e) y (f) son de 64 píxeles, (g) y (h) son de 128 píxeles.

Para la señal de fuerza, como ya se mencionó en la sección 2.4.2 curvas de Fuerza, la señal de la fuerza se detecta en cada pixel, iniciando con un aumento en la fuerza por la repulsión

---

que experimenta la punta, llegando a un punto máximo y después bajando, hasta la fuerza de adhesión. Es esta fuerza la que se extrae para formar una matriz; en cada pixel se busca el valor mínimo de la fuerza, ver imagen 2.10.

El valor mínimo de la señal de fuerza en cada pixel es el momento donde la punta y la muestra tienden a pegarse, sin embargo, al analizar la gráfica de la fuerza, se logra apreciar que este valor mínimo no se encuentra a la misma altura del máximo de la señal de la amplitud donde se daría la fuerza mínima del contacto eléctrico, sino que se encuentra más adelante, esto podría deberse a que la muestra, al no estar en un ambiente cerrado ni controlado como lo estaría en un STM, podría tener una delgada capa de agua. Esta posible capa de agua provoca que la punta, cuando comienza a levantarse y a despegarse del material, lo haga más lento y sienta mayor resistencia a la separación.

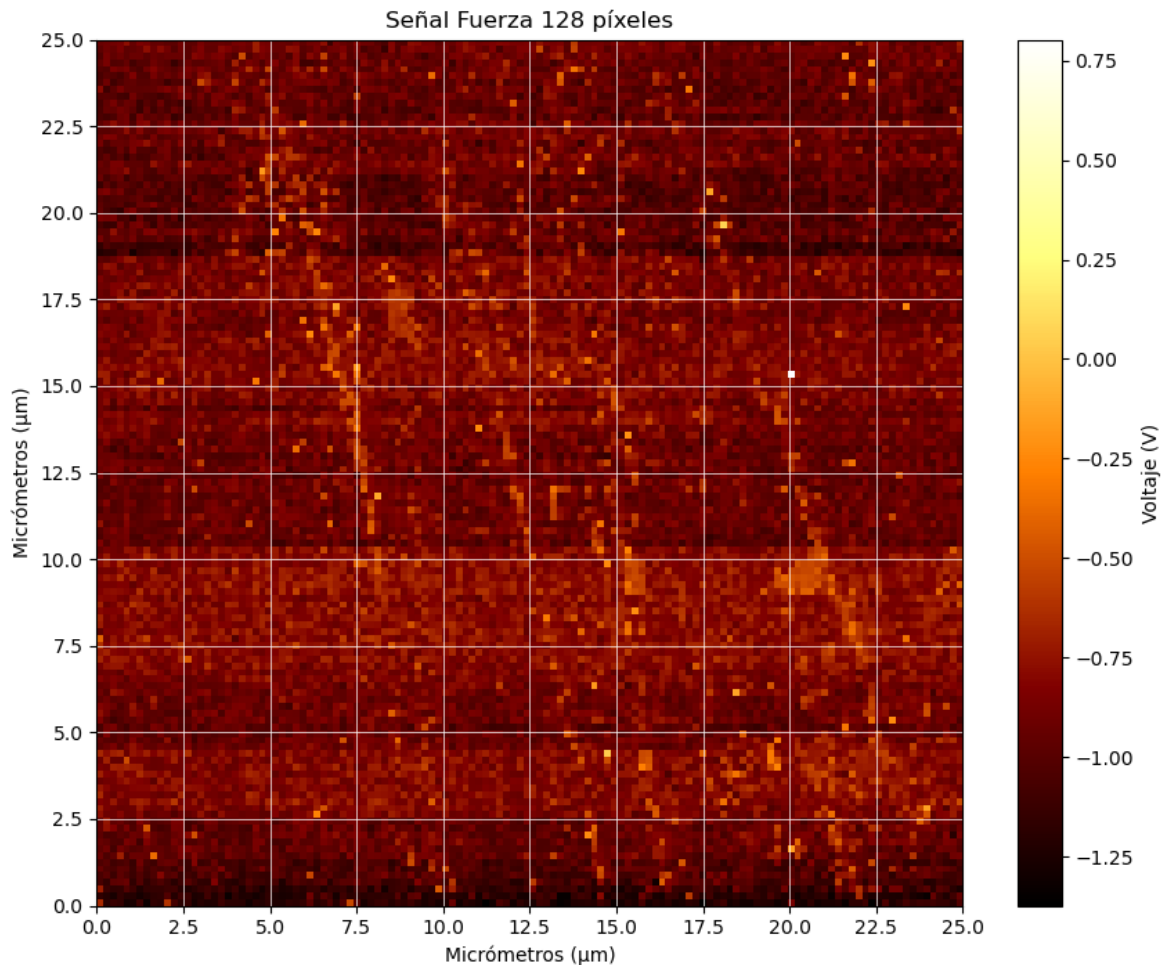


Figura 4.16: Imagen reconstruida de la señal Fuerza de 128 píxeles con cuadrícula que divide cada 2.5 micrómetros y una barra de color que muestra el voltaje que va de 0.8 V a -1.3 V.

Para las imágenes obtenidas mediante el código, se utilizó el valor mínimo en cada contacto lo que permitió crear una imagen de la topografía del material. En la imagen 4.15 h) se puede apreciar como la muestra tiene líneas que pasan de forma diagonal a lo largo de la imagen en el área de 25  $\mu\text{m}$ , estas líneas pueden ser por el uso constante de la muestra o por aplicar una alta

fuerza de la punta a la muestra. A pesar de este desgaste, los dominios ferroeléctricos no se ven distorsionados ni crean mayor problema.

En la imagen 4.15 podemos ver las 2 columnas donde se comparan las imágenes de fuerza de adhesión obtenidas con el código propuesto ( (b), (d), (f), (h) ) y las imágenes que proporciona el microscopio ( (a), (c), (e), (g) ). En secciones anteriores se ha explicado que cuando se reconstruyeron las imágenes con el código propuesto, se sensibilizó el análisis de datos, lo que permitió capturar más detalles, sin embargo, en el caso de las imágenes reconstruidas con la señal de fuerza se puede notar, sobre todo en la imagen h, que comienzan a aparecer artefactos. Estos artefactos se ven en forma de líneas horizontales que presentan píxeles muy oscuros.

Los artefactos de la imagen 4.15 (h) surgen, en este caso, debido al procesamiento de datos. Esto se sabe por dos razones:

- Al comparar la imagen (h) con la imagen (g), los artefactos no aparecen en la imagen (g).
- Al comparar la imagen (h) con las (b), (d) y (f), las líneas horizontales no son igual de claras, van cambiando de color y de posición.

Sin embargo, con los resultados del análisis llevado a cabo en el material es que se logra reconstruir una imagen de la fuerza de adhesión. Esto es un resultado adicional que se obtiene al medir en PFM híbrido en comparación con PFM convencional.

En general podemos observar que con el análisis de los datos obtenidos mediante PFM híbrido propuesto en todo el código genera imágenes con un nivel de detalle alto, lo que permitió observar satisfactoriamente los dominios y las paredes de dominio a través de las señales de fase y amplitud respectivamente. Aunque en las imágenes de la señal de fuerza se presentaron artefactos ajenos a los datos, se lograron reconstruir imágenes topográficas, por lo que se puede decir que el código propuesto en este trabajo alcanzó los objetivos propuestos, con posibilidad de mejorar en la forma de interpretar los datos como un trabajo a futuro.

## Capítulo 5

# Conclusiones

Se presentó una nueva metodología para analizar los datos generados con PFM híbrido, comenzando con la implementación de un generador de funciones y un amplificador lock-in que ayudaron a detectar mejor los efectos del fenómeno ferroeléctrico a través del AFM. La metodología propuesta resulta conveniente ya que, con la implementación del código en lenguaje Python, se facilita el análisis de los datos, aun para quienes no dominan los lenguajes de programación.

El código permite obtener imágenes de alta calidad que muestran detalles más nítidos por su distribución de la gama de colores a los valores de los datos; permitiendo analizar cualquier parte de las señales detectadas que se requiera pixel por pixel. Esto, a su vez, permite realizar una correcta caracterización del material en cuestión ya que, al obtener las curvas de fuerza-distancia, simultáneamente se obtienen las señales de amplitud y fase. Estas señales se estudian independientemente para poder formar las imágenes de las paredes de los dominios, los dominios ferroeléctricos y la señal de fuerza de adhesión que permite formar las imágenes de la topografía del material.

Con ayuda de las imágenes generadas se puede realizar el estudio del material de forma completa, ya que podemos conocer cualquier valor que se requiera, dando pie a que se puede modificar el código de tal manera que se adapte a las necesidades del momento. Esto representa una ventaja ya que se han sentado las bases para la implementación de una de las más modernas técnicas en los microscopios de fuerza atómica que es la llamada "Data Cube" (se tienen muchos datos en un solo pixel), la cual trata de obtener la caracterización de propiedades físicas durante el contacto que se da en las curvas de fuerza-distancia.



## Apéndice A

# Apéndice: Código en Python.

El siguiente código se importará directamente desde un archivo con extensión ".py"

```
1 # -*- coding: utf-8 -*-
2 """
3 Created on Sep 2024
4
5 @author: Sandra Tzitzlalli Hernandez Marin
6 """
7
8 from matplotlib import pyplot as plt
9 import numpy as np
10 import pandas as pd
11
12 df_64 = pd.read_csv('D:/Actividades pira a/Tesis/Pintpoint/PintPointPLN64pix.csv'
13 )
14 PPFrame64 = df_64['Dev1/ai0'].values
15 PPPixel64 = df_64['Dev1/ai2'].values
16 PPAmplitud64 = df_64['Dev1/ai3'].values
17 PPFase64 = df_64['Dev1/ai4'].values
18 PPFuerza64 = df_64['Dev1/ai5'].values
19
20
21 plt.plot(PPAmplitud64, label='Amplitud', color='red')
22 plt.plot(PPFase64, label='Fase', color='b')
23 plt.plot(PPFrame64, label='Frame', color='g')
24 plt.plot(PPFuerza64, label='Fuerza', color='k')
25 plt.plot(PPPixel64, label='Pixel', color='y')
26
27 plt.title('Visualizaci n de todos los canales .')
28 plt.xlabel('N mero del dato')
29 plt.ylabel('Valor del dato')
30
31
32
33
34 ##### DERIVADAS E INDICES DEL CANAL FRAME #####
35
36 Derivada_Canal_PPFrame64 = np.gradient(PPFrame64)
37
38 Maximo_PPFrame64 = np.max(Derivada_Canal_PPFrame64)
39 Minimo_PPFrame64 = np.min(Derivada_Canal_PPFrame64)
40
41 umbral_max = Maximo_PPFrame64 * 0.25
42 umbral_min = Minimo_PPFrame64 * 0.25
43 indices_max64 = np.where(Derivada_Canal_PPFrame64 > umbral_max)[0]
44 indices_min64 = np.where(Derivada_Canal_PPFrame64 < umbral_min)[0]
```

```

45
46 print("Indices máximos:", indices_max64)
47 print("Indices mínimos:", indices_min64)
48
49 Elementos_Select_PPFrame64 = np.concatenate((indices_max64,indices_min64), axis=0)
50 print(Elementos_Select_PPFrame64)
51
52 Indices_Selecte_PPFrame64 = PPFrame64[Elementos_Select_PPFrame64]
53
54 plt.plot( Elementos_Select_PPFrame64, Indices_Selecte_PPFrame64,'mo')
55 plt.plot(Derivada_Canal_PPFrame64, label='Derivada del canal Frame', color='red')
56 plt.title('Indices del Canal Frame 64')
57 plt.show()
58
59
60 ##### DERIVADAS E INDICES DEL CANAL PIXEL #####
61
62 Derivada_Canal_PPPIXel64 = np.gradient(PPPixel64)
63 print(Derivada_Canal_PPPIXel64)
64
65 Maximo_PPPIXel64 = np.max(Derivada_Canal_PPPIXel64)
66 Minimo_PPPIXel64 = np.min(Derivada_Canal_PPPIXel64)
67
68 umbral_max_PPPIXel64 = Maximo_PPPIXel64 * 0.25
69 umbral_min_PPPIXel64 = Minimo_PPPIXel64 * 0.25
70
71 indices_max_PPPIXel64 = np.array(np.where(Derivada_Canal_PPPIXel64 >
    umbral_max_PPPIXel64)[0])
72 indices_min_PPPIXel64 = np.array(np.where(Derivada_Canal_PPPIXel64 <
    umbral_min_PPPIXel64)[0])
73 indices_select_PPPIXel64 = np.concatenate((indices_max_PPPIXel64,
    indices_min_PPPIXel64))
74
75 print("Indices máximos 64 pix:", indices_max_PPPIXel64)
76 print("Indices mínimos 64 pix:", indices_min_PPPIXel64)
77
78 Elementos_Select_PPPIXel64 = PPPixel64[indices_select_PPPIXel64]
79 Elementos_Select_PPPIXel64 = np.concatenate((indices_max_PPPIXel64,
    indices_min_PPPIXel64), axis=0)
80 print(Elementos_Select_PPPIXel64)
81
82 Indices_Selecte_PPPIXel64 = PPPixel64[Elementos_Select_PPPIXel64]
83
84 plt.plot( Elementos_Select_PPPIXel64, Indices_Selecte_PPPIXel64, 'co')
85 plt.plot(Derivada_Canal_PPPIXel64)
86 plt.plot(PPPixel64)
87 plt.title('Indices del Canal Pixel 64')
88 plt.show()
89
90
91
92 a = 130700
93 b = 2561702
94
95
96 IntervaloPPAmplitud64 =np.array(PPAmplitud64[a:b])
97 IntervaloPPFase64 =np.array(PPFase64[a:b])
98 IntervaloPPFuerza64 =np.array(PPFuerza64[a:b])
99 IntervaloPPPixel64 =np.array(PPPixel64[a:b])
100
101
102 ##### DERIVADAS E INDICES DEL CANAL PIXEL #####
103
104 Derivada_Canal_IntPPPixel64 = np.gradient(IntervaloPPPixel64)
105 print(Derivada_Canal_IntPPPixel64)

```

```

106
107 Maximo_IntPPPixel64 = np.max(Derivada_Canal_IntPPPixel64)
108 Minimo_IntPPPixel64 = np.min(Derivada_Canal_IntPPPixel64)
109
110 umbral_max_IntPPPixel64 = Maximo_IntPPPixel64 * 0.49
111 umbral_min_IntPPPixel64 = Minimo_IntPPPixel64 * 0.49
112
113 indices_max_IntPPPixel64 = np.array(np.where(Derivada_Canal_IntPPPixel64 >
        umbral_max_IntPPPixel64)[0])
114 indices_min_IntPPPixel64 = np.array(np.where(Derivada_Canal_IntPPPixel64 <
        umbral_min_IntPPPixel64)[0])
115 indices_select_IntPPPixel64 = np.concatenate((indices_max_IntPPPixel64,
        indices_min_IntPPPixel64))
116
117 print("Indices máximos 64 pix:", indices_max_IntPPPixel64)
118 print("Indices mínimos 64 pix:", indices_min_IntPPPixel64)
119
120 Elementos_Select_IntPPPixel64 = IntervaloPPPixel64[indices_select_IntPPPixel64]
121 Elementos_Select_IntPPPixel64 = np.concatenate((indices_max_IntPPPixel64,
        indices_min_IntPPPixel64), axis=0)
122 print(Elementos_Select_PPPixel64)
123
124 Indices_Selecte_IntPPPixel64 = IntervaloPPPixel64[Elementos_Select_IntPPPixel64]
125
126 plt.plot( Elementos_Select_IntPPPixel64, Indices_Selecte_IntPPPixel64, 'ko')
127 plt.plot(Derivada_Canal_IntPPPixel64)
128 plt.plot(IntervaloPPPixel64)
129 plt.title('Indices del Canal Pixel 64')
130 plt.show()
131
132
133
134 ##### RECONSTRUCCION DE GRAFICAS PIXEL #####
135 from scipy.interpolate import interp1d
136
137 mask_64 = ~np.isnan(Derivada_Canal_IntPPPixel64)
138 x_64 = np.arange(len(Derivada_Canal_IntPPPixel64))
139 y_64 = Derivada_Canal_IntPPPixel64[mask_64]
140
141 f_interpolacion = interp1d(x_64, y_64)
142
143 x_64_2 = indices_select_IntPPPixel64
144 y_64_2 = f_interpolacion(x_64_2)
145
146 IndicesPix = (x_64_2, y_64_2 )
147 y = len(y_64_2)
148 print(y)
149
150 print(x_64_2)
151
152 plt.plot(IntervaloPPFase64, 'g' )
153 plt.plot(x_64_2, y_64_2 , 'ro')
154 plt.plot(Derivada_Canal_IntPPPixel64, 'b')
155 plt.show()
156
157
158 x_64_2.sort()
159 print(x_64_2)
160
161 ##### CORRECCION DE INDICES #####
162
163 NuevaListaX_64 = []
164
165 for i in range(len(x_64_2)):
166     # Condición para números no consecutivos con ningún otro

```

```

167     if i > 0 and x_64_2[i] != x_64_2[i-1] + 1 and (i == len(x_64_2)-1 or x_64_2[i]
168         != x_64_2[i+1] - 1):
169         continue # Saltar los n meros que no son consecutivos ni con el anterior
170         ni el siguiente
171
172     # Comprobar si el valor actual es el tercero de tres n meros consecutivos
173     if i > 1 and (x_64_2[i] == x_64_2[i-1] + 1 == x_64_2[i-2] + 2):
174         continue # Saltar el tercer n mero consecutivo
175     NuevaListaX_64.append(x_64_2[i])
176
177     print(NuevaListaX_64)
178
179
180
181 Lista3 = list(NuevaListaX_64[3::4])
182 Lista4 = list(NuevaListaX_64[0::4])
183 print(Lista3)
184
185 Lista3.extend(Lista4)
186 Lista3.sort()
187
188 ##### MATRIZ AMPLITUD #####
189
190
191
192 ValoresMaximosAmplitud64 = []
193 IndicesValMaxAmplitud64 = []
194
195 for i in range(0, len(Lista3) - 1, 2) :
196     Inicio = Lista3[i]
197     Fin = Lista3[i + 1]
198
199     Lista123456 = IntervaloPPAmplitud64[Inicio:Fin + 1]
200
201     Max_Amplitud64 = np.max(Lista123456)
202
203     IndicesMaxAmplitud64 = np.argmax(Lista123456)
204
205     IndicesMax_Amplitud64 = Inicio + IndicesMaxAmplitud64
206
207     IndicesValMaxAmplitud64.append(IndicesMax_Amplitud64)
208
209     ValoresMaximosAmplitud64.append(Max_Amplitud64)
210
211 print(len(ValoresMaximosAmplitud64))
212 print(IndicesValMaxAmplitud64)
213
214
215
216
217
218 MatrizPPAmplitud64 = np.array(ValoresMaximosAmplitud64[0:8192]).reshape(128,64)
219 filasPares = [0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 28, 30, 32, 34,
220     36, 38, 40, 42, 44, 46, 48, 50, 52, 54, 56, 58, 60, 62, 64, 66, 68, 70, 72, 74,
221     76, 78, 80, 82, 84, 86, 88, 90, 92, 94, 96, 98, 100, 102, 104, 106, 108, 110,
222     112, 114, 116, 118, 120, 122, 124, 126]
223 MatrizParPPAmplitud64 = MatrizPPAmplitud64[filasPares, :]
224 print(MatrizParPPAmplitud64)
225 plt.imshow(MatrizParPPAmplitud64, cmap='afmhot', interpolation='nearest')
226
227
228 plt.show()
229
230
231

```

```

227 ##### MATRIZ FASE #####
228
229 ValoresMaximosFase64 = []
230
231 for j in IndicesValMaxAmplitud64 :
232
233     ValoresMaxFase64 = np.max(IntervaloPPFase64[j])
234     ValoresMaximosFase64.append(ValoresMaxFase64)
235
236 print(ValoresMaximosFase64)
237
238 plt.plot(IndicesValMaxAmplitud64, ValoresMaximosFase64, 'ro')
239 plt.plot(IntervaloPPFase64, 'b')
240 plt.show()
241
242 MatrizPPFase64 = np.array(ValoresMaximosFase64[0:8192]).reshape(128,64)
243 MatrizParPPFase64 = MatrizPPFase64[filasPares, :]
244 print(MatrizParPPFase64)
245
246
247 plt.imshow(MatrizParPPFase64, cmap='afmhot', interpolation='nearest')
248 plt.show()
249
250
251 ##### MATRIZ FUERZA #####
252
253
254 ValoresMinimosFuerza64 = []
255 IndicesValMinFuerza64 = []
256
257 for i in range(0, len(Lista3) - 1, 2) :
258     Inicio = Lista3[i]
259     Fin = Lista3[i + 1]
260
261     ListaFuerza64 = IntervaloPPFuerza64[Inicio:Fin + 1]
262
263     Min_Fuerza64 = np.min(ListaFuerza64)
264
265     IndicesMinFuerza64 = np.argmin(ListaFuerza64)
266
267     IndicesMin_Fuerza64 = Inicio + IndicesMinFuerza64
268
269     IndicesValMinFuerza64.append(IndicesMin_Fuerza64)
270
271     ValoresMinimosFuerza64.append(Min_Fuerza64)
272
273 print(len(ValoresMinimosFuerza64))
274 print(IndicesValMinFuerza64)
275
276
277
278
279
280 MatrizPPFuerza64 = np.array(ValoresMinimosFuerza64[0:8192]).reshape(128,64)
281 filasPares = [0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 28, 30, 32, 34,
282              36, 38, 40, 42, 44, 46, 48, 50, 52, 54, 56, 58, 60, 62, 64, 66, 68, 70, 72, 74,
283              76, 78, 80, 82, 84, 86, 88, 90, 92, 94, 96, 98, 100, 102, 104, 106, 108, 110,
284              112, 114, 116, 118, 120, 122, 124, 126]
285 MatrizParPPFuerza64 = MatrizPPFuerza64[filasPares, :]
286 print(MatrizParPPFuerza64)
287
288 plt.imshow(MatrizParPPFuerza64, cmap='afmhot', interpolation='nearest')
289 plt.show()

```



# Bibliografía

- [1] Mendoza Uribe, Guadalupe, Rodríguez-López, José Luis. (2007). La nanociencia y la nanotecnología: una revolución en curso. *Perfiles latinoamericanos*, 14(29), 161-186. Recuperado en 04 de octubre de 2024, de <http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci\textunderscorearttext&pid=S0188-76532007000100006&lng=es&tlng=es>.
- [2] Universidad Nacional Autónoma de México. (Dakota del Norte). Historia de la nanotecnología. <https://al.bunam.unam.mx/enp/historia-de-la-nanotecnologia/>
- [3] Premio Nobel. (1986). El Premio Nobel de Física 1986. NobelPrize.org. <https://www.nobelprize.org/premios/física/1986/resumen/>
- [4] Premio Kavli. (2016). Premio Kavli en nanociencia 2016. <https://www.kavliprize.org/premios/nanociencia/2016>
- [5] Reyes Zambrano, O. D. (2023). Caracterización de las propiedades nanoscópicas de los pétalos de las plantas *Begonia semperflorens* y *Begonia x hiemalis* (Trabajo de titulación de grado, Universidad Técnica de Ambato). Universidad Técnica de Ambato, Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos y Biotecnología. <https://repositorio.uta.edu.ec/server/api/core/bitstreams/f6b53644-dfe8-4dbf-9c47-80da3e745746/content>
- [6] Rodríguez Valencia, S. A. (2022). Caracterización nanomecánica, morfológica y estructural de películas semiconductoras orgánicas base Uranilo(VI) (Tesis de maestría, Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Campus Estado de México). <https://repositorio.tec.mx/server/api/core/bitstreams/9cdd1ac1-2df6-41bd-807d-a3e2a944803b/content>
- [7] Souto Bezerra, V. H., Cardoso, S. L., Fonseca-Bazzo, Y., Silveira, D., Oliveira Magalhães, P., Monteiro Souza, P. (2021). Protease produced by endophytic fungi: A systematic review. *Molecules*, 26(22), 7062. <https://doi.org/10.3390/molecules26227062>
- [8] Beato, R. (2014). Microscopía de fuerza atómica aplicada a polímeros y materiales biológicos. Universitat de Barcelona. <https://diposit.ub.edu/dspace/bitstream/2445/65432/1/TFM\textunderscoreQMA\textunderscoreRBeato.pdf>
- [9] Damjanovic, D. (1998). Ferroelectric, dielectric and piezoelectric properties of ferroelectric thin films and ceramics. *Reports on Progress in Physics*, 61(9), 1267-1324.
- [10] Industrias GSL. (s.f.). Materiales piezoeléctricos. <https://industriasgsl.com/blogs/automatizacion/materiales-piezoelctricos>

- [11] Matesanz, P. (2019). Propiedades piezoeléctricas y efecto piezoresistivo en materiales avanzados. Universidad Carlos III de Madrid. <https://e-archivo.uc3m.es/rest/api/core/bitstreams/79e8c14e-3d15-44dd-875d-ffa3559b9dc6/content>
- [12] Martín-Gil, J., & Martín-Ramos, P. (2020). Materiales ferroicos. <https://www.researchgate.net/profile/Jesus-Martin-Gil/publication/340560423\textunderscoreMateriales\textunderscoreFerroicos/links/5e90a318a6fdcca78906bd5b/Materiales-Ferroicos.pdf>
- [13] Sanz, J., Abellán, P. (1993). Estudio por RMN del  $^{29}\text{Si}$  de las modificaciones estructurales inducidas por calor en geopolímeros de metacaolín y productos de reacción con  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ . Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, 32(5), 213-219. <https://boletines.secv.es/upload/199332005.pdf>
- [14] Moreno, A. (2011). Síntesis y caracterización de materiales piezoeléctricos basados en titanato de bario modificado con zirconio y estaño (Tesis de maestría). Universidad Nacional de Colombia. <https://repositorio.unal.edu.co/bitstream/handle/unal/7803/2299928.20112.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [15] Trillo Andueza, M. (2022). Desarrollo y caracterización de nuevos dispositivos piezoeléctricos flexibles basados en PVDF y sus aplicaciones en sensores mecánicos (Trabajo de Fin de Grado). Universidad Politécnica de Madrid. <https://oa.upm.es/73257/1/TFG\textunderscoreMATEO\textunderscoreTRILLO\textunderscoreANDUEZA.pdf>
- [16] Sharma, A., Panwar, N., Chokkapu, R., & Sharma, A. L. (2020). Recent Progress on Flexible Capacitors for Wearable Electronics. Crystals, 10(11), 973. <https://doi.org/10.3390/cryst10110973>
- [17] Rodríguez, M., & Macchi, C. (2020). Lithium Niobate ( $\text{LiNbO}_3$ ): Applications, properties, and devices. CONICET. <https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/149168/CONICET\textunderscoreDigital\textunderscoreNro.6f14a1dd-c917-4590-aca6-365c057c0519\textunderscoreA.pdf?sequence=2&isAllowed=y>
- [18] Daniel Johnson, Nidal Hilal and W. Richard Bowen (2009) Basic Principles of Atomic Force Microscopy.
- [19] Reyes Gasga, José. (2020). Breve reseña histórica de la microscopía electrónica en México y el mundo. Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología, 13(25), 79-100.
- [20] Franz J. Giessibl. Advances in atomic force microscopy. Rev. Mod. Phys., 75:949–983, Jul 2003.
- [21] Binnig, G., & Rohrer, H. (2003). Atomic force microscopy. Reviews of Modern Physics, 75(3), 949-983. <https://doi.org/10.1103/RevModPhys.75.949>
- [22] NanoAndMore USA. (n.d.). What is Atomic Force Microscopy? NanoAndMore. <https://www.nanoandmore.com/what-is-atomic-force-microscopy>
- [23] Seungbum Hong; Single frequency vertical piezoresponse force microscopy. J. Appl. Phys. 7 February 2021; 129 (5): 051101.

- [24] Park Systems. (n.d.). Contact mode. Park Systems. <https://www.parksystems.com/en/products/research-afm/AFM-modes/imaging-modes/ContactMode>
- [25] LanammeUCR. (2020). Microscopía de fuerza atómica como herramienta en la investigación de asfaltos. *Revista Infraestructura Vial*, 22(40), 20-27. <https://www.scielo.sa.cr/pdf/infraestructura/v22n40/2215-3705-infraestructura-22-40-20.pdf>
- [26] Park Systems. (n.d.). Tapping mode. Park Systems. <https://www.parksystems.com/en/products/research-afm/AFM-modes/imaging-modes/tapping-mode>
- [27] Kyeyune, B. (2017). Atomic Force Microscopy. (Tesis de maestría). Tanzania: African Institute for Mathematical Sciences.
- [28] Kholkin, A. L., Kiselev, D. A., & Heredia, A. (2011). Piezoresponse Force Microscopy. In *Encyclopedia of Materials* (Cap. 2281). ResearchGate.
- [29] Balke, N., Maksymovych, P., Jesse, S., Herklotz, A., Tselev, A., Eom, C.-B., ... y Kalinin, S. V. (2015). Diferenciación de efectos electromecánicos ferroeléctricos y no ferroeléctricos con microscopía de sonda de barrido. *ACS Nano*, 9 (6), 648 <https://doi.org/10/acsn.5b02227>
- [30] Park Systems . ( nd ) . Microscopía de fuerza de respuesta piezoeléctrica ( PFM ) . Park Systems . <https://www.parksystems.com/en/products/research-afm/AFM-modes/Electric-Modes/piezoresponse-force-microscopy-pfm->
- [31] Gervacio Arciniega, J. J., Hmok, H., Murillo-Bracamontes, E. A., Heredia-Barbero, A., Rosales-Chávez, I., Solis, O., & Cruz, M. P. (n.d.). A beginner's guide to piezoresponse force microscopy. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.
- [32] Olubowale, O. H., Biswas, S., Azom, G., Prather, B. L., Owoso, S. D., Rinee, K. C., and Garno, J. C. (2021), . "May the force be with you!" Force-volume mapping with atomic force microscopy. *ACS omega*, 6(40), 25860-25875.
- [33]<https://estore.oxinst.com/uk/products/microscopy-supplies/atomic-force-microscopy/zid900.241?srs1tid=AfmB0opcq5VoAZE\textunderscoreo60\textunderscore6GRs7JWPJGmsdV-D1x5mmYc8C\textunderscoreyYW-E8VryI>
- [34] Fernández Brito, D. (2024). Diseño e implementación de la microscopía de fuerza magnética en modo acústico (Tesis de maestría, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ciencias Físico Matemáticas). Puebla, Pue.
- [35] Vilar, J. (2010). Python: Un lenguaje dinámico para todo tipo de aplicaciones. Universitat Jaume I. <https://www3.uji.es/~vjimenez/AULASVIRTUALES/PL-0910/python-by-vilar.pdf>
- [36] Gomis, P. (2018). Fundamentos de programación en Python. ResearchGate. <https://www.researchgate.net/profile/Pedro-Gomis/publication/325387232\textunderscoreFundamentos\textunderscorede\textunderscoreProgramacion\textunderscoreen\textunderscorePython\textunderscoreSpanish/links/5b09eae8aca2725783e853f8/Fundamentos-de-Programacion-en-Python-Spanish.pdf>

[37] Rodríguez Rivas, Jose Gabriel & Castillo, Rodríguez. (2022). Uso de Python para el análisis de datos aplicado en la investigación. 5. 33–40.

[38] SciPy Developers. (n.d.). Interpolate (SciPy v1.10.1 Manual). SciPy. <https://docs.scipy.org/doc/scipy/tutorial/interpolate.html>