



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Facultad de Ciencias Físico Matemáticas

Diseño e implementación de la microscopía de fuerza
magnética en modo acústico

Tesis presentada al

Posgrado en Física Aplicada

como requisito parcial para la obtención del grado de

MAESTRO EN CIENCIAS

por

David Fernández Brito

Asesorado por

Dr. José Juan Gervacio Arciniega

y

Dr. Javier Alonso López Medina

Puebla, Pue.
Julio del 2024

Título: Diseño e implementación de la microscopía de fuerza magnética en modo acústico

Estudiante: DAVID FERNÁNDEZ BRITO

COMITÉ

Dr. Miller Toledo Solano
Presidente

Dr. Ricardo Agustín Serrano
Secretario

Dra. Rocío Aguilar Sánchez
Vocal

Dr. Omar Soriano Romero
Suplente

Dr. José Juan Gervacio Arciniega
Asesor

Dr. Javier Alonso López Medina
Coasesor

ESTE TRABAJO DE TESIS SE LLEVÓ A CABO GRACIAS AL
APOYO DEL CONSEJO NACIONAL DE HUMANIDADES,
CIENCIAS Y TECNOLOGÍAS (CONAHCYT).

Agradecimientos

Quiero expresar mi gratitud al Dr. José Juan Gervacio Arciniega, investigador Cátedra-CONAHCYT y adscrito a la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, por aceptar dirigir éste trabajo de tesis, por toda la orientación académica y personal que me ayudaron a realizar éste trabajo. Así también agradezco al Dr. Javier Alonso López Medina, investigador del Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México, por aceptar codirigir ésta tesis y por su apoyo en la elaboración de la misma.

A los miembros del jurado:

Al Dr. Miller Toledo Solano, presidente; investigador de la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas y Cátedra-CONAHCYT, por aceptar formar parte del comité y sus comentarios para el desarrollo de este trabajo.

Al Dr. Ricardo Agustín Serrano, secretario; investigador de la Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, por sus comentarios y apoyo en el desarrollo de éste trabajo tesis.

A la Dra. Rocío Aguilar Sánchez, vocal; investigadora de la Facultad de Ciencias Químicas de la BUAP, por sus comentarios y entusiasmo que ayudaron a enriquecer éste trabajo de tesis.

Al Dr. Omar Soriano Romero, suplente; investigador del Centro Interdisciplinario de Investigación y Enseñanza de la Ciencia de la BUAP, por sus comentarios y revisión de éste trabajo de tesis.

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT), por el apoyo económico a través de la beca para el estudio del programa de la Maestría en Ciencias: Física Aplicada.

A toda mi familia y amistades, quienes me alentaron a seguir adelante.

Índice general

1. Introducción	5
2. Antecedentes	7
2.1. Materiales Ferromagnéticos	7
2.2. Dominios Magnéticos	7
2.3. Microscopía de Barrido por Sonda	12
2.4. Microscopía de Fuerza Atómica	12
2.5. Microscopía de Fuerza Magnética	14
2.6. Campos magnéticos	16
3. Hipótesis y objetivos	17
3.1. Hipótesis	17
3.2. Objetivo general	17
3.3. Objetivos específicos	17
4. Procedimiento experimental	19
4.1. Materiales	19
4.1.1. Hierro-Níquel, FeNi	19
4.1.2. Disco Duro Mecánico	19
4.1.3. Piezoeléctrico	20
4.2. Instrumentos de electrónica y de medición	20
4.2.1. Microscopio de Fuerza Atómica	20
4.2.2. Amplificador Lock-in	22
4.2.3. Generador de funciones	25
4.2.4. Tarjeta de adquisición de datos	25
4.3. Procedimientos	28
4.3.1. Programa de adquisición de datos	28
4.3.2. Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida, HB-MFM	39
4.3.3. Microscopía de Fuerza Magnética con Seguimiento de Resonancia, RT-MFM	42
5. Resultados y discusión	45
5.1. Programa desarrollado para adquirir, visualizar y analizar datos de AFM	45
5.1.1. Microscopía de Fuerza de Piezorespuesta	45
5.1.2. Mapeo de Fuerza-Volumen	48
5.2. Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM)	51
5.2.1. Muestra de Disco Duro	52
5.2.2. Muestra de FeNi	54
5.3. RT-MFM	57
6. Conclusiones	61
6.0.1. Perspectivas a futuro	62

Apéndice	63
6.1. Trabajos presentados.	63
Bibliografía	67

Resumen

La Microscopía de Fuerza Atómica (AFM, por sus siglas en inglés) sirve como una herramienta versátil ampliamente empleada para la caracterización de materiales a micro y nanoescala, ofreciendo valiosos conocimientos sobre su morfología y propiedades físicas. La Microscopía de Fuerza Magnética (MFM), uno de los métodos propios de AFM, permite caracterizar los dominios magnéticos de un material ferromagnético, y ha sido objeto de desarrollo en sí misma, con métodos novedosos que incluyen utilizar simultáneamente dos frecuencias de resonancia distintas propias del cantiléver. Sin embargo, estos métodos presentan problemas que pueden afectar a la muestra que se desea medir y limitantes como pérdida de información, por lo que en este trabajo se presentan dos métodos nuevos de MFM, la Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM) y la Microscopía de Fuerza Magnética con Seguimiento de Resonancia (RT-MFM), siendo ambos métodos nuevas herramientas que permiten ampliar la capacidad de caracterización de la técnica de MFM. Este trabajo de tesis presenta también una guía completa para la captura de datos externos utilizando tarjetas de adquisición de datos, así como la reconstrucción de imágenes para el análisis de propiedades topográficas y físicas. Además, se han desarrollado programas de código abierto para la adquisición de datos (AFMDAQ Acquisition) y análisis (AFMDAQ Visualizer) con un enfoque específico en el avance de modos externos de AFM. La discusión abarca metodologías clave y herramientas esenciales destinadas a mejorar las capacidades del AFM en diversas aplicaciones de investigación.

Abstract

Atomic Force Microscopy (AFM) serves as a versatile tool widely employed for the characterization of materials at the micro and nanoscale, offering valuable insights into their morphology and physical properties. Magnetic Force Microscopy (MFM), one of the methods inherent to AFM, allows for the characterization of the magnetic domains of a ferromagnetic material, and has been developed further in its own right, with novel methods including the simultaneous use of two different resonance frequencies of the cantilever. However, these methods present problems that can affect the sample being measured and limitations such as loss of information. Therefore, this work presents two new MFM methods, Hybrid Bimodal Magnetic Force Microscopy (HB-MFM) and Resonance Tracking Magnetic Force Microscopy (RT-MFM), both of which are new tools that expand the characterization capabilities of the MFM technique. This thesis also presents a comprehensive guide for capturing external data using data acquisition cards, as well as image reconstruction for the analysis of topographic and physical properties. Additionally, open-source programs have been developed for data acquisition (AFMDAQ Acquisition) and analysis (AFMDAQ Visualizer) with a specific focus on developing external AFM modes. The discussion covers key methodologies and essential tools aimed at enhancing the capabilities of AFM in various research applications.

Capítulo 1

Introducción

Desde su creación en 1986 por Gerber y Quate [1], el microscopio de fuerza atómica (AFM, por sus siglas en inglés) ha emergido como una herramienta poderosa para caracterizar la morfología tridimensional de las superficies de muestras en ambientes tanto de aire como líquidos a escalas micrométricas y nanométricas. La diversa gama de interacciones entre la punta del AFM y la muestra permite la detección de varias propiedades físicas a estos niveles, lo que ha llevado al desarrollo de varias modalidades de AFM. Recientemente, Dokukin y Sokolov introdujeron el modo *ringing* (resonante) de AFM, que mejora las capacidades de los modos de fuerza-distancia en la sondeo de propiedades mecánicas en una nanoescala [2]. Además, se ha desarrollado la microscopía de fuerza de deformación superficial multifrecuencia [3] para aumentar las modalidades existentes como la microscopía de fuerza piezoeléctrica (PFM) [4, 5], y la microscopía acústica de fuerza atómica (AFAM) [6, 7].

Por otro lado, la Microscopía de Fuerza Magnética, creada en 1987 por Y. Martin y H.K. Wickramasinghe [8], surge como un método de AFM fuertemente orientado a la caracterización de propiedades magnéticas a escala nanométrica como la topografía y la distribución de los dominios magnéticos de una muestra. La MFM también ha sido objeto de un desarrollo y evolución tecnológica, buscando mejorar la calidad de las imágenes obtenidas de topografía, amplitud, y fase surge el método llamado MFM Bimodal [9, 10], en el cual el piezoeléctrico interno del AFM opera a dos frecuencias de resonancia de su cantiléver. Después surge el método de Microscopía de Fuerza Magnética con Resonancia Secundaria (SR-MFM) [11], en el cual se genera un campo magnético externo usando una bobina debajo de la muestra, el cual excitará al cantiléver a operar a una frecuencia de resonancia distinta a la interna del AFM. No obstante, estos métodos bimodales presentan dificultades, MFM bimodal somete al piezoeléctrico a una compleja señal compuesta de dos frecuencias, mientras que SR-MFM puede alterar las propiedades magnéticas del material o la punta del AFM si éstos presentan baja coercitividad.

En este trabajo se propone un nuevo método para resolver las dificultades señaladas previamente, llamado Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM) el cual también hace uso del cantiléver operando en una de sus frecuencias de resonancia, pero también incorpora un piezoeléctrico externo, ubicado por debajo de la muestra, que recibirá una señal de corriente alterna (CA) a una segunda frecuencia de resonancia del cantiléver, distinta de la primera, de tal modo que el campo magnético de la muestra sea el que haga oscilar al cantiléver.

También se propone otro nuevo método, llamado Microscopía de Fuerza Magnética con Seguimiento de Resonancia (RT-MFM), que surge de dar solución a la limitación de operar a una única frecuencia de resonancia del cantiléver. Esto se logra utilizando también un piezoeléctrico externo posicionado debajo de la muestra, el cual recibirá una señal de CA cuya frecuencia variará, gracias a un generador de funciones, según se realice un barrido de frecuencias alrededor del pico de resonancia en el cual está trabajando el cantiléver.

Desarrollar estas técnicas nuevas implica una fuerte necesidad de adquirir y analizar datos generados por el AFM de manera externa para poder evaluar la validez y eficacia de los nuevos métodos. A pesar de la existencia de herramientas de software para analizar y reconstruir imágenes de AFM, como es el caso de los programas Gwyddion [12] y WSxM [13], se presentan limitaciones para un análisis más profundo de los resultados obtenidos por una microscopía, ya que solo pueden leer y reconstruir los datos preprocesados por los sistemas AFM comerciales, ocultando información que existe dentro de cada pixel que puede ser de suma relevancia. A pesar de estos progresos, aún se presenten dificultades en el acceso, intercambio y comparación de datos de AFM debido a los variados formatos de archivo específicos utilizados por las diferentes compañías de AFM. En este trabajo se ofrece una solución por medio de emplear un sistema externo de adquisición de datos (DAQ), facilitando así la obtención de datos en crudo del AFM para su análisis y procesamiento detallado a nivel de píxel. Revisando la literatura, es apreciable la ausencia de trabajos dedicados a explicar la reconstrucción detallada de imágenes de AFM a partir de los datos crudos.

Una revisión de literatura se realiza en el capítulo 2, correspondiente a los antecedentes que dieron pie a este trabajo de tesis, por ejemplo, se detalla en la naturaleza de los materiales ferromagnéticos y sus dominios, la creación de la Microscopía de Barrido por Sonda (SPM) y su posterior evolución a la Microscopía de Fuerza Atómica, llegando así a la Microscopía de Fuerza Magnética.

En el capítulo 3 se plantea la hipótesis, así como la lista de objetivos que se tuvo presente durante el desarrollo de este trabajo.

El capítulo 4 expone los materiales utilizados en los experimentos, así como también detalla como realizar los nuevos métodos, HB-MFM y RT-MFM, y como configurar adecuadamente el AFM para llevarlos a cabo. También, se explica detalladamente y por pasos el proceso de adquisición externa de datos en crudo del AFM, para su reconstrucción pixel por pixel tomando en cuenta la anatomía de una imagen digital, proceso de mucha importancia para el método de RT-MFM.

En el capítulo 5 se presentan y discuten los resultados de los experimentos realizados con los métodos de adquisición externa de datos en dos microscopías distintas: PFM en una muestra de LiNbO_3 , y curvas de fuerza-tiempo en una muestra de globulos rojos. También se presentan los resultados comparativos entre HB-MFM y MFM convencional, realizados en una muestra de disco duro y de Hierro-Niquel (FeNi), así como los resultados de RT-MFM realizada en un disco duro, exponiendo la gran cantidad de información que se puede obtener con este método.

Finalmente, el capítulo 6 corresponde a las conclusiones, donde se ofrece una reflexión sobre los resultados de los experimentos y las implicaciones que tienen en el futuro de la investigación.

Capítulo 2

Antecedentes

2.1. Materiales Ferromagnéticos

Un material ferromagnético exhibe propiedades magnéticas fuertes, mostrando un momento magnético espontáneo, incluso en ausencia de un campo magnético externo. Este momento magnético espontáneo sugiere que los espines electrónicos y los momentos magnéticos están dispuestos de manera regular dentro del material. La disposición puede ser compleja, pero en general, todos los arreglos de espines tienen un momento magnético espontáneo llamado momento de saturación [14].

Según el modelo de Weiss, un sólido ferromagnético debe ser considerado como compuesto por un gran número de microcristales, cada uno de los cuales está magnetizado espontáneamente. Las direcciones de la magnetización de los microcristales no coinciden todas, sino que son aleatorias en ausencia de un campo externo aplicado. Un campo magnético del orden de 10^2 a 10^3 gauss, sin embargo, será suficiente para alinear las direcciones de magnetización de los microcristales. Esta transición de la alineación aleatoria a la alineación paralela de los dominios elementales da lugar a fenómenos como la remanencia, la histéresis, el efecto Barkhausen y similares [15].

2.2. Dominios Magnéticos

La definición estándar del concepto de dominio magnético fue propuesta por R. Becker y W. Döring en 1939 en su libro *Ferromagnetismus*. De acuerdo con ellos, un material ferromagnético está compuesto de pequeñas regiones las cuales se magnetizan hasta la saturación [16]. A estas regiones se les llaman *dominios* [17].

Si una muestra ferromagnética se encuentra desmagnetizada y no está sometida a un campo magnético externo, entonces las direcciones de magnetización de los dominios individuales se distribuyen al azar entre varias direcciones posibles como se muestra en la figura 2.1 a), a las cuales se les denominan como "direcciones de fácil magnetización". Al someter a la muestra a un campo magnético externo, como en la figura 2.1 b), la magnetización persiste en direcciones de fácil magnetización, pero los dominios magnetizados en dirección al campo externo crecen a expensas de aquellos magnetizados en dirección contraria a la dirección del campo externo. De seguir incrementando el campo magnético externo como en la figura 2.1 c), sólo permanecerán las direcciones de fácil magnetización más próximas a la dirección del campo. Ante la presencia de un campo magnético externo aún mayor, la magnetización gira hacia la dirección del campo como se muestra en la figura 2.1 d).

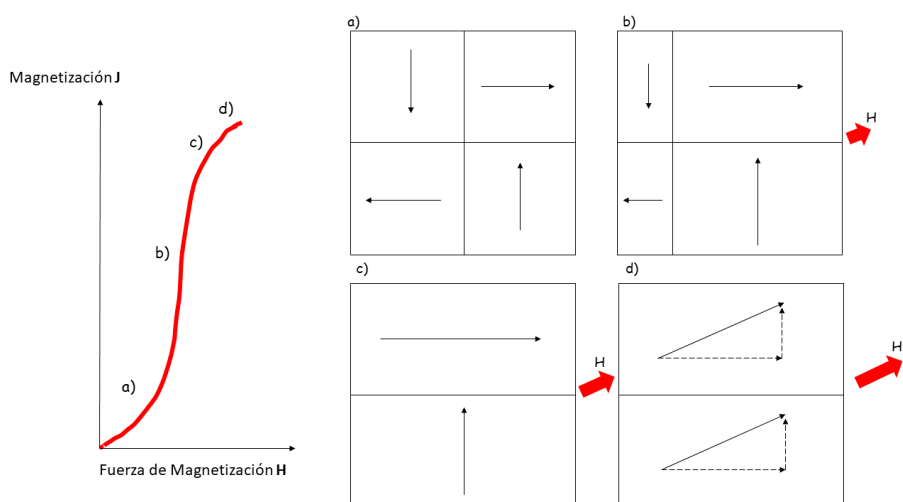


Figura 2.1: Magnetización descrita desde el punto de vista de la definición estándar de los dominios magnéticos. Las figuras a), b), c) y d) a la derecha muestran la distribución de las direcciones de magnetización de los dominios y sus tamaños relativos. A la izquierda, una curva de magnetización en la que se señalan las configuraciones de los dominios con los incisos a), b), c) y d) respectivamente.

La definición previa de dominio magnético es resultado de otras cuatro definiciones más específicas que explican diferentes fenómenos [18]:

1. Dominios de *Weiss*: La teoría de Weiss establece que un material magnético siempre debe estar saturado [19]. Se asume que a escala microscópica existe una magnetización en el material tal que la dirección de magnetización varía entre un punto y otro, provocando que de manera macroscópica la magnetización neta del material sea muy pequeña o cero, siendo consistente con el hecho de que se requiera de un campo magnético externo para que el material sea saturado. Los monocristales, por ejemplo, exhiben una alta anisotropía magnética, es decir, se favorece la magnetización a lo largo de ciertas direcciones. Por lo tanto, se espera que la dirección de la magnetización permanezca cerca de una de estas direcciones.

Si se conceptualiza lo anterior, entonces llegamos al concepto de los dominios de Weiss, saturados a lo largo de una dirección de fácil magnetización, llamada eje fácil de magnetización. Cada uno de los dominios está separado por capas de transición o "paredes" de dominio bastante delgadas entre ellos.

2. Dominios de *Barkhausen*: Cuando una muestra ferromagnética experimenta histéresis, los cambios en el momento magnético suceden de manera discreta, es decir, regiones pequeñas del material están sufriendo cambios abruptos en sus direcciones de magnetización [19]. A estas regiones se les denomina dominios de Barkhausen, y no necesariamente son iguales que los dominios de Weiss.
3. Dominios de *Bitter*: En la superficie de ciertos materiales ferromagnéticos se forman patrones de campo magnético de Bitter [20]. Es posible detectarlos mediante la técnica de imágenes de Bitter, se utiliza una suspensión coloidal de partículas magnéticas que se ciernen sobre una superficie ferromagnética. Las partículas se aglomeran en regiones con campos dispersos de la muestra, generalmente sobre las paredes de dominio, delimitando así los dominios de Bitter.
4. Dominios de *Sixtus-Tonk*: En algunos materiales sometidos a tensión, al invertirse el campo magnético, se forma una región de magnetización opuesta que se extiende gradualmente hasta rodear la muestra [21]. Al asumir que ciertas características de estas regiones, conocidas como dominios de Sixtus-Tonks, son compartidas también por los dominios de Weiss, se desarrolla una teoría cualitativa coercitividad.

Podemos decir entonces que los dominios magnéticos de los materiales son regiones donde los momentos magnéticos de los átomos están alineados de manera uniforme, y que su estudio es importante para comprender el comportamiento magnético a nivel macroscópico. Esta alineación y la dinámica de los dominios varían significativamente entre los diferentes tipos de materiales magnéticos [14, 22], descritos a continuación:

- **Diamagnetismo**: El diamagnetismo es una propiedad fundamental de todos los materiales y se manifiesta como una débil repulsión hacia los campos magnéticos aplicados externamente. Esta propiedad se origina a nivel atómico, donde los electrones en los átomos crean corrientes que generan campos magnéticos opuestos al campo externo aplicado. Cuando un material diamagnético se coloca en un campo magnético, estas corrientes inducen una magnetización en dirección opuesta al campo, lo que resulta en una repulsión. El diamagnetismo a nivel macroscópico es generalmente muy débil y solo se observa claramente en materiales que no exhiben otras formas de magnetismo como el paramagnetismo o el ferromagnetismo.
- **Paramagnetismo**: El paramagnetismo es una forma de magnetismo que se observa en materiales que tienen átomos o moléculas con momentos magnéticos permanentes debido a electrones desapareados, pero que no presentan una magnetización neta en ausencia de un campo magnético externo. A diferencia de los materiales diamagnéticos, los materiales paramagnéticos

se magnetizan en la misma dirección que el campo aplicado, aunque de manera débil. En un campo magnético externo, estos momentos magnéticos tienden a alinearse parcialmente con el campo, aumentando la magnetización del material. Sin embargo, esta alineación es solo parcial y se desordena rápidamente cuando se retira el campo.

- **Ferromagnetismo:** El ferromagnetismo es una forma de magnetismo caracterizada por la fuerte interacción entre los momentos magnéticos de los átomos o moléculas en un material, que tienden a alinearse paralelamente en la misma dirección, incluso en ausencia de un campo magnético externo, resultando en una magnetización neta. En estos materiales hay áreas donde existe el alineamiento paralelo de los momentos magnéticos, a estas regiones se les llaman dominios magnéticos. Dentro de cada dominio, los momentos están alineados, pero los dominios pueden estar orientados en diferentes direcciones. Cuando se aplica un campo magnético externo, los dominios alineados con el campo crecen a expensas de los que están en otras direcciones, aumentando la magnetización del material. Estos materiales también exhiben una propiedad conocida como histéresis, que es la retención de una magnetización después de que el campo externo ha sido removido.
- **Antiferromagnetismo:** El antiferromagnetismo es una forma de magnetismo en la cual los momentos magnéticos de los átomos o iones en un material se alinean en direcciones opuestas en una disposición regular, resultando en una magnetización neta nula. En un material antiferromagnético, los átomos o iones forman una estructura ordenada en la que los momentos magnéticos de los átomos adyacentes están orientados en direcciones opuestas, cancelándose mutuamente.

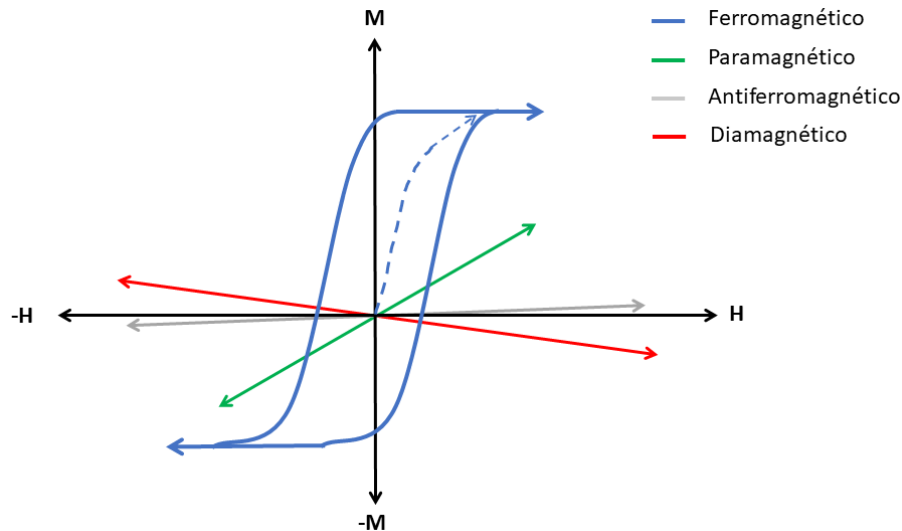


Figura 2.2: Categorías de materiales magnéticos dependiendo de su respuesta ante un campo magnético externo: La línea discontinua azul indica la magnetización inicial del material ferromagnético cuando se le aplica un campo magnético externo por primera vez y no se ha formado ningún ciclo de histéresis, mientras que la línea continua azul representa su lazo de histéresis; en verde se muestra la respuesta de un material paramagnético; en gris se tiene la muy baja reacción de un material antiferromagnético; en rojo se exhibe el comportamiento de un material diamagnético, presentando un campo magnético opuesto al externo.

Por otro lado, existen diversas técnicas para caracterizar a los materiales magnéticos, entre las cuales destacan las microscopías de barrido por sonda (SPM, por sus siglas en inglés). Estas técnicas son fundamentales para el estudio detallado de la estructura y propiedades de los materiales a nivel micro y nanométrico. En las secciones 2.3 y 2.4, se detallará el funcionamiento general de las SPM, con un enfoque particular en la microscopía de fuerza atómica y su aplicación en la investigación de materiales magnéticos.

2.3. Microscopía de Barrido por Sonda

La Microscopía de Barrido por Sonda, SPM (*Scanning Probe Microscopy*), es una familia de microscopías cuyo funcionamiento consiste en una sonda delgada que explora o "barre" la superficie de una muestra. La interacción entre la sonda y la superficie de la muestra son monitoreadas y posteriormente guardadas para su análisis.

Los miembros de la familia de SPM son la Microscopía de Tunelamiento, STM (*Scanning Tunneling Microscopy*), la Microscopía de Barrido de Campo Cercano, SNOM (*Scanning Near-field Optical Microscopy*) y la Microscopía de Fuerza Atómica, AFM (*Atomic Force Microscopy*) [23].

La Microscopía de Fuerza Atómica es una técnica de imagen con una resolución topográfica del orden de nanómetros, y puede funcionar en modo de contacto, no contacto o contacto intermitente (*tapping*). Dependiendo de las características de interés a estudiar de la muestra, la AFM otorga la oportunidad de medir la topografía, fricción, elasticidad, fuerza de adhesión, campo eléctrico, conductividad, campo magnético, entre otras propiedades. Con el software adecuado, es posible obtener gráficas tridimensionales de algunas propiedades a escala micro o nanométrica.

2.4. Microscopía de Fuerza Atómica

Fue creada por Binnig, Quate y Gerber en 1986 como una Microscopía de Barrido por Sonda [1]. En la técnica de AFM, la sonda es una punta delgada y afilada y está hecha de un material adecuado para el estudio de la muestra. La punta está en un extremo de una viga en voladizo (mejor conocida como *cantiléver*), éste sistema de punta-cantiléver está sometido a una interacción con la superficie de la muestra a su vez que la punta realiza un barrido en el plano de la superficie de la muestra. Los cambios topográficos en la muestra causarán deflexiones en el cantiléver, las cuales son detectadas mediante un haz de láser incidente en la parte trasera libre del cantiléver, y será reflejada hacia un fotodetector [24] para llevar el registro de las oscilaciones del cantiléver [25] y transformarlas en señales digitales para su procesamiento en computadora.

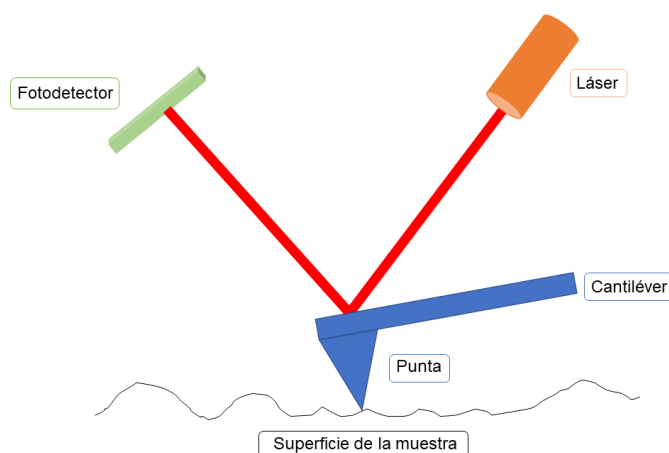


Figura 2.3: Diagrama del funcionamiento general del Microscopio de Fuerza Atómica (AFM)

Dependiendo del tipo de microscopía que se requiera, se puede operar el AFM en modo contacto, no contacto o contacto intermitente. En el modo contacto, como su nombre lo indica, la punta del

cantiléver está en un contacto constante con la superficie de la muestra, tal como se muestra en la figura 2.3, teniendo así un perfil topográfico continuo de la muestra.

En el Modo No Contacto, NCM (*Non-Contact Mode*), la punta del cantiléver nunca llega a tocar a muestra [26]. Primero se debe establecer a que frecuencia se hará oscilar el cantiléver como se muestra en la figura 2.4 a), normalmente se elige una frecuencia cercana a su primera frecuencia de resonancia. Después, mientras se realiza el barrido en el plano de la muestra, como se ve en la figura 2.4 b) la punta sufrirá cambios en su oscilación dependiendo de su distancia con el relieve: Al acercarse a la muestra, la amplitud de oscilación del cantiléver disminuye, mientras que al alejarse aumenta, de esa manera y gracias al sistema de retroalimentación del microscopio, éste alejará o acercará la punta, respectivamente, para mantener una amplitud de oscilación constante, así obteniendo la información topográfica de la muestra, tal como se muestra en la figura 2.4 c).

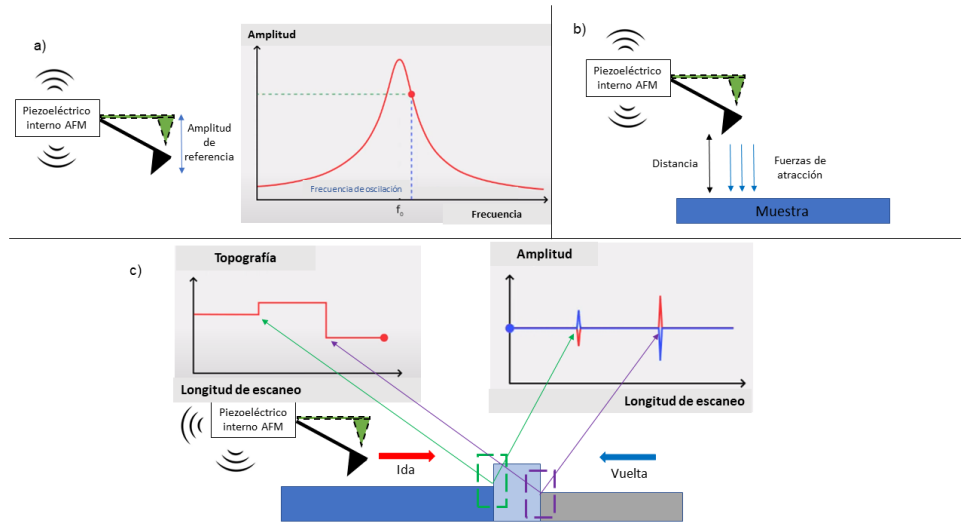


Figura 2.4: Diagrama del funcionamiento general del modo de no contacto. En a) se muestra una gráfica de la frecuencia de oscilación seleccionada y su respectiva amplitud que será de referencia, en b) se muestra un esquema de la fuerza de atracción presente que afecta al cantiléver al estar a una distancia próxima de la muestra, en c) se esquematizan los barridos de ida y vuelta, viendo como cambia la amplitud para registrar los cambios topográficos.

Por otro lado, en el modo de contacto intermitente o *tapping*, el cantiléver toca a la muestra en intervalos regulares, establecidos por una frecuencia de oscilación, normalmente cercana a la primera frecuencia de resonancia. Al realizar el barrido en el plano de la muestra, el cantiléver muestrea la topografía de acuerdo a la frecuencia de oscilación establecida, de tal manera que se obtiene información del relieve de la muestra.

En este trabajo se usó principalmente el modo de no contacto y contacto intermitente, mediante el uso de la Microscopía de Fuerza Magnética (MFM), técnica que será descrita a continuación.

2.5. Microscopía de Fuerza Magnética

La Microscopía de Fuerza Magnética (MFM) fue creada en 1987, tan solo un año después de que se diera a conocer el AFM, por Y. Martin y H. K. Wickramasinghe [8] como una técnica de imagen propia de la Microscopía de Fuerza Atómica que sirve para obtener imágenes de los campos magnéticos de un material a escala micro y nanométrica.

La MFM se realiza en dos partes. Primero, se obtiene la topografía de la muestra mediante el modo de contacto intermitente haciendo dos barridos, uno de ida (*forward*) y otro de vuelta (*backward*). Después, con la información topográfica se procede a usar el modo *lift*, con el cual se posiciona el cantiléver a una altura constante respecto a la muestra, lo que permitirá que oscile, interactuando con la fuerza de los campos magnéticos de la muestra sin tocar la superficie.

Se debe utilizar una punta recubierta con un material magnético, la cual debe ser previamente magnetizada en dirección ortogonal al plano de la muestra, para posibilitar la interacción magnética entre el material y la punta, esto es, los dominios magnéticos del material ejercerán una fuerza atractiva o repulsiva sobre la punta dependiendo de su polaridad, cambiando así la manera en que el cantiléver está oscilando. Estos cambios son detectados por el fotodetector del microscopio y procesados por su electrónica interna, para así representar los dominios magnéticos de la muestra en una imagen [27]. En la figura 2.5 se ilustran los dos pasos principales para llevar a cabo una MFM.

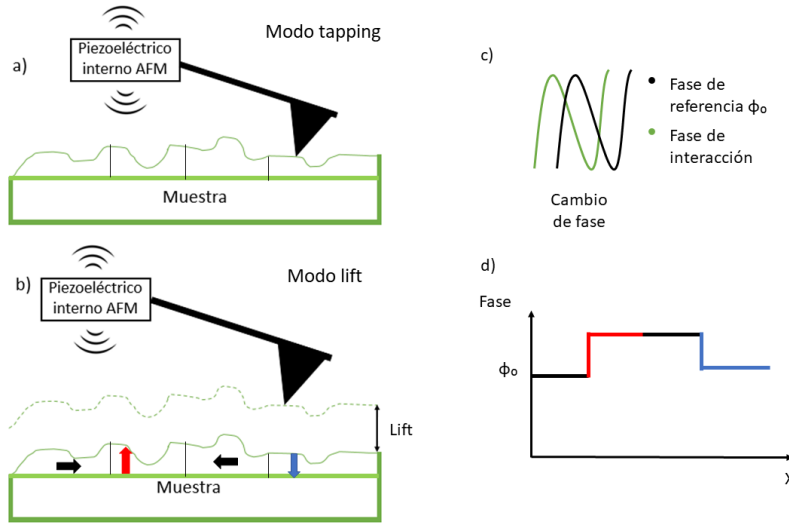


Figura 2.5: Diagrama del funcionamiento general de MFM. Primero se obtiene la topografía como se muestra en a), con esa información se trabaja en modo lift como se muestra en b), levantándose el cantiléver a una altura constante respecto a la muestra e interactuando con los dominios magnéticos. El inciso c) muestra un esquema simplificado del cambio de fase del cantiléver durante el modo lift, el gráfico d) conceptualiza ésta idea: si se interactúa con un dominio cuyo campo magnético sale de la muestra (repulsivo), que entra a la muestra (atractivo) o un dominio lateral.

Una aplicación experimental de MFM fue hecha por Aguilar et al. [28] para identificar las distribuciones de las nanopartículas de $MnFe_2O_4$ en sustratos de biocelulosa, procedentes de dos materiales diferentes, algodón y bagazo. En este experimento, el uso de MFM con la punta en lift de 60 nm, determinó, gracias a una comparación entre la imagen de topografía y del cambio de fase, que las nanopartículas de $MnFe_2O_4$ estaban por encima del bioplástico de celulosa de algodón, mientras que en el bioplástico de celulosa de bagazo se encontraban adsorbidas.

En años recientes se han desarrollado varios métodos para mejorar la técnica de MFM [29] implementando sistemas nuevos, como MFM de campo variable o MFM con temperatura regulable, así como modificaciones a la punta del cantiléver, por ejemplo, un recubrimiento multicapas. En otro trabajo, se propone una nueva técnica de MFM, la cual fue desarrollada y simulada teóricamente por Rodríguez et al. [9] y comprobada posteriormente de manera experimental por Li et al. [10]. Ésta nueva técnica fue nombrada MFM Bimodal, en el cual, el piezoeléctrico interno del AFM se utiliza para hacer oscilar al cantiléver en dos de sus modos de resonancia, el primero sirve para detectar las señales topográficas y el segundo para detectar cambios en los campos magnéticos, ya que es más sensible a las fuerzas magnéticas entre la punta y la muestra. Sin embargo, se ha comprobado que las vibraciones del cantiléver inducidas por el piezoeléctrico cerámico interno del AFM no son óptimas [30], lo que afecta las caracterizaciones del MFM bimodal.

Otro sistema novedoso es propuesto por Dongzi et al. [11], el cual llaman Secondary Resonance Magnetic Force Microscopy (SR-MFM), que consiste en generar un campo magnético externo por medio de una bobina ubicada debajo de la muestra. Éste campo magnético alternante hará que se excite al cantiléver a través de su punta para detectar y procesar la imagen de los campos magnéticos existentes en muestras con campos magnéticos débiles. Una característica importante de esta técnica es que la excitación de la sonda es bimodal, siendo el primer modo de resonancia generado por el piezoeléctrico del AFM, y el segundo por el campo magnético externo previamente descrito. No obstante, para materiales ferromagnéticos con un bajo campo coercitivo, el campo externo utilizado en la técnica SR-MFM puede modificar los dominios magnéticos de la muestra, resultando en una obtención de datos errónea.

Buscando la mejora de la Microscopía de Fuerza Magnética, dos nuevos métodos son propuestos en este trabajo de tesis. El primero inspirado en los fundamentos de MFM bimodal, al cual se le bautizó con el nombre de Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM). En la HB-MFM, se utiliza el MFM bimodal, pero la segunda frecuencia de resonancia del cantiléver es inducida por el campo magnético de la muestra ferromagnética debido a las vibraciones causadas por un elemento piezoeléctrico colocado debajo de la muestra.

En el año 2012, Enriquez-Flores et al. [7] crearon dos tipos de microscopías de AFM cuyo fundamento e importancia recae en el seguimiento de la resonancia del cantiléver: La microscopía acústica de fuerza atómica con seguimiento de resonancia (RT-AFAM), en la cual las frecuencias de resonancia del cantiléver del AFM se miden cuando la punta del cantilever está en contacto con una muestra, a partir de estos valores de frecuencia de resonancia-contacto, se pueden determinar las propiedades elásticas de la muestra [31]; y la microscopía de fuerza de piezorespuesta con seguimiento de resonancia (RT-PFM), la cual detecta la deformación piezoeléctrica local de una muestra causada por un campo eléctrico aplicado desde la punta de un microscopio de fuerza de escaneo [32], donde el nivel de relación señal-ruido para la microscopía de fuerza piezoeléctrica (PFM) se mejora si el cantiléver opera a frecuencias de resonancia de contacto.

El segundo método, nombrado Microscopía de Fuerza Magnética con Seguimiento de Resonancia (RT-MFM), es similar a estos dos tipos de microscopías desarrolladas. Configurando el cantiléver magnético en modo lift y operando en alguna frecuencia de resonancia para obtener la topografía, y al colocar la muestra encima de un piezoeléctrico, el cual se hará oscilar en un rango de frecuencias alrededor de otro modo de oscilación del cantiléver, se proporcionará, gracias a este piezoeléctrico, una gran cantidad de información que puede ser analizada y asociada a las propiedades ferromagnéticas de la muestra.

2.6. Campos magnéticos

Un campo magnético es una región del espacio en la cual la fuerza magnética es observable, es decir, en la que una carga en movimiento experimenta una fuerza. Este campo es generado ya sea por cargas eléctricas en movimiento o por materiales ferromagnéticos que contienen dipolos magnéticos [33].

La microscopía de fuerza magnética se describe como un método principalmente cualitativo, ya que proporciona información sobre la distribución espacial y las propiedades relativas de los campos magnéticos en la superficie de una muestra, en lugar de mediciones cuantitativas de la magnitud de la fuerza magnética o bien de la magnetización de un material. Esto es debido a que no es trivial modelar el sistema de punta-muestra de la MFM ya que depende de muchos factores como las geometrías de la punta, sustrato y muestra y sus propiedades magnéticas, la influencia de otras fuerzas como las anteriormente descritas sobre la punta o bien imperfecciones en la muestra como un tamaño no uniforme de nanopartículas, así bien como posible ruido por vibraciones externas al microscopio [34].

Procurando un mejor entendimiento de la faceta cuantitativa de la MFM, hay autores que han propuesto modelos matemáticos para cuantificar ciertas partes del sistema de MFM. Por ejemplo, Bryant et al. [35] propusieron un modelo matemático para describir puntas de MFM con geometrías esféricas, cilíndricas y cónicas, encontrando que las que producen una mayor fuerza por campo magnético son las cilíndricas debido a que la naturaleza plana de su extremo contiene mayor carga magnética que la esfera o la cónica, siendo ésta última la que encontraron que tiene el desempeño más pobre de todas.

Por otro lado, Tomlinson et al. [36] modelaron las propiedades magnéticas de una punta piramidal usando variables como la geometría de la punta, su grosor de recubrimiento magnético, la intensidad de campo con el cual se magnetiza dicha punta. De manera similar se ha intentado modelar puntas con geometrías más complejas, como es el caso de la punta piramidal truncada, trabajo publicado por Wadas et al. [37].

Añadido a estos modelos matemáticos de puntas magnéticas de MFM, también se ha intentado modelar la interacción entre punta y muestra de manera más detallada. Häberle et al. [38] realizaron el modelo matemático de una punta de MFM cónica con recubierta magnética la cual interactúa con nanopartículas de cobalto en un sustrato de silicio, más aún, llevaron a cabo un experimento para comprobar su nuevo modelo matemático, el cual tuvo resultados positivos. A pesar de esto es importante notar que por una parte se hicieron simplificaciones matemáticas durante los cálculos, y por otro lado se limita mucho experimentalmente al considerar únicamente una geometría para la punta y un tipo de muestra muy específico como lo serían nanopartículas de cobalto, resaltando nuevamente que la naturaleza de la MFM es principalmente cualitativa, y es esa la perspectiva con la cual se aborda este trabajo de tesis.

Capítulo 3

Hipótesis y objetivos

3.1. Hipótesis

En la Microscopía de Fuerza Magnética se requiere hacer vibrar el cantiléver mediante un piezoeléctrico que se encuentra en su base, esta vibración es puramente mecánica. ¿Es posible inducir la oscilación en el cantiléver por medio de la oscilación de la muestra magnética en alguno de los modos de resonancia del cantiléver?

3.2. Objetivo general

Desarrollar e implementar un nuevo método para la microscopía de fuerza magnética que permita obtener más información de muestras ferromagnéticas.

3.3. Objetivos específicos

- Diseñar un sistema en el cual se pueda montar un elemento piezoeléctrico para adaptarlo a la platina XY del AFM para después colocar encima del piezoeléctrico la muestra magnética.
- Establecer las condiciones de medición con el sistema propuesto, frecuencias, voltajes y elevación del cantiléver.
- Adquirir los datos de MFM con este nuevo sistema.
- Desarrollar un programa para graficar y analizar los datos obtenidos en el punto anterior.
- Establecer un protocolo de caracterización mediante la técnica MFM desarrollada, usando una muestra magnética estándar.
- Realizar pruebas en una muestra magnética para comprobar el sistema experimental y el protocolo desarrollado.

Capítulo 4

Procedimiento experimental

En esta sección se describen los materiales y procedimientos utilizados para realizar los experimentos de diferentes técnicas de microscopía de fuerza atómica para poner a prueba el sistema de adquisición de datos (DAQ) externo controlado por el software AFMDAQ, desarrollado en Python; así como para realizar dos nuevas técnicas de Microscopía de Fuerza Magnética (MFM) llamadas Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM) y Microscopía de Fuerza Magnética con Seguimiento de Resonancia (RT-MFM). Se emplearon cantilevers específicos, como el ElectricCont-G de Budget Sensors, para caracterizar la topografía y las propiedades físicas de diferentes muestras, incluyendo una cuadrícula de calibración estándar y una muestra de LiNbO₃ polarizada periódicamente; y a punta MagneticMulti75-G de BudgetSensors para las medidas relacionadas a MFM hechas en muestras de Hierro-Níquel (FeNi) y de un disco duro mecánico.

4.1. Materiales

4.1.1. Hierro-Níquel, FeNi

El Hierro-Níquel (FeNi) es un material ferromagnético, producto de la aleación entre dichos metales que presenta fuertes propiedades magnéticas y tiene relevancia en diversas aplicaciones industriales y científicas. Ésta aleación exhibe una alta permeabilidad magnética, lo que significa que puede magnetizarse fácilmente y retener una significativa cantidad de magnetismo. Además, presenta una baja coercitividad, lo que indica que requiere un campo magnético relativamente pequeño para desmagnetizarse [39].

Por su naturaleza, éste material presenta las características adecuadas para poner a prueba el método de HB-MFM, pues por una parte, su baja coercitividad impide que se utilice en métodos como SR-MFM. Por otro lado, su fuerte presencia de campo magnético es candidato para hacer oscilar el cantiléver magnetizado. La figura 4.1 es una fotografía de la muestra de FeNi utilizada.

4.1.2. Disco Duro Mecánico

Un disco duro mecánico es un dispositivo de almacenamiento de datos que utiliza tecnología de grabación magnética para almacenar y recuperar información digital, están típicamente compuestos de un eje de rotación; un brazo actuador que mueve las cabezas de lectura y escritura; las propias cabezas de lectura/escritura que leen y escriben datos en los platos por medio de campos magnéticos; y los platos giratorios mismos [40], que son discos de aluminio o vidrio recubiertos con una capa de material ferromagnético como el óxido de cobalto, óxido de hierro o una combinación de ambos. En éste trabajo, solamente se utilizó el componente de los platos, pues es al tener propiedades magnéticas es la única parte del disco duro que es de interés. Por conveniencia, en este



Figura 4.1: Muestra de FeNi utilizada en este trabajo.

trabajo nos referiremos a dicho plato como el disco duro.

Se utilizó una muestra de disco duro mecánico para las mediciones relacionadas con MFM, HB-MFM y RT-MFM. La figura 4.2 muestra una fotografía de la muestra en cuestión.

4.1.3. Piezoeléctrico

Un piezoeléctrico es un material que genera una carga eléctrica cuando se somete a una tensión mecánica y, de manera inversa, se deforma cuando se le aplica una carga eléctrica [41]. Este fenómeno, conocido como efecto piezoeléctrico, se utiliza en una variedad de dispositivos, como zumbadores, sensores y actuadores. Para hacer vibrar un piezoeléctrico, se aplica una señal de corriente alterna (CA) a sus electrodos. Esta señal de CA genera un campo eléctrico alternante en el material piezoeléctrico, lo que provoca una expansión y contracción rítmica del material a la frecuencia de la señal aplicada.

Los métodos de HB-MFM y RT-MFM requieren de la aplicación de una señal de corriente alterna (CA) en un piezoeléctrico que se encontrará por debajo de las muestras de FeNi y disco duro con el fin de que oscilen a la frecuencia deseada y, por lo tanto, que sus respectivos campos magnéticos oscilen también y la fuerza de esos campos interactúe con el cantiléver magnético.

4.2. Instrumentos de electrónica y de medición

4.2.1. Microscopio de Fuerza Atómica

El microscopio de fuerza atómica (AFM) es una herramienta fundamental utilizada para caracterizar la morfología y propiedades físicas de los materiales a escala micro y nanométrica. El AFM emplea una punta afilada posicionada en un extremo de un microtravesaño llamado cantiléver. Los

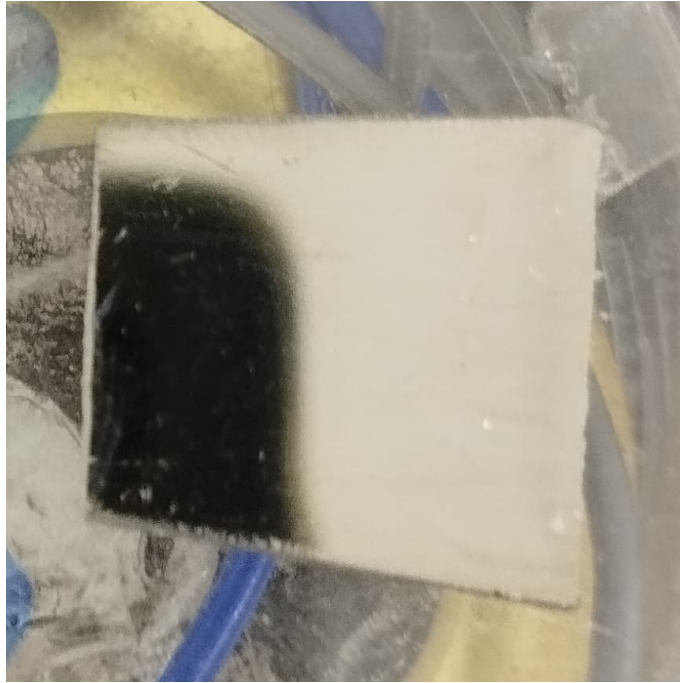


Figura 4.2: Muestra de disco duro utilizada en este trabajo.

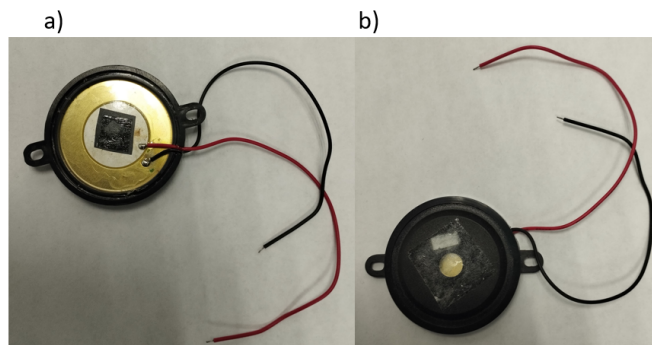


Figura 4.3: El material piezoeléctrico utilizado en este trabajo se muestra en las siguientes imágenes: a) la vista superior, donde se puede adherir la muestra, y b) la vista inferior, que se utiliza para fijarlo a la platina del AFM.

átomos en el borde de la punta interactúan con los átomos superficiales de la muestra, causando deflexiones en el cantiléver. Estas deflexiones son detectadas por un arreglo de fotodetectores a través de un haz láser que se refleja en un lado del cantiléver, un sistema conocido como deflexión óptica del haz (OBD). Las señales capturadas por el fotodetector sirven para dos propósitos principales: 1) reconstruir la topografía o ciertas propiedades físicas de la muestra, y 2) ayudar al sistema de retroalimentación a mantener condiciones de escaneo dependiendo del modo operativo del AFM. Todos los experimentos de AFM se realizaron utilizando el microscopio de fuerza atómica XE-7 de Park Systems [42].

Para mediciones de morfología con AFM, solo se necesita una cantiléver de Si o NiSi. Sin embargo, al medir propiedades físicas, se vuelven esenciales cantilévers con recubrimientos especializados. Por ejemplo, para medir propiedades magnéticas, se puede usar una cantiléver con un recubrimiento de Cr/Pt o Cobalto. Para propiedades eléctricas y piezoeléctricas, se emplea una cantiléver con un recubrimiento conductor. Para medir propiedades mecánicas, es necesaria una cantiléver con un recubrimiento duro como el carbono tipo diamante. Para medir muestras biológicas, se utilizan cantilévers recubiertas con materiales inertes como el oro para evitar reacciones y cambios en las muestras vivas [43, 44, 45].

El fotodetector de AFM típicamente comprende cuatro áreas, como se muestra en la Figura 4.4. Las señales verticales o la flexión vertical del cantiléver pueden ser detectadas por la señal $(A+B)-(C+D)/(A+B+C+D)$ (ver Figura 4.4a). Mientras que las señales laterales o la torsión del cantiléver se obtienen de: $(A+C)-(B+D)/(A+B+C+D)$ (ver Figura 4.4b).

El acceso a las señales del fotodetector permite rastrear las diversas fuerzas de interacción entre la punta del AFM y diferentes muestras. Las señales verticales y laterales del fotodetector se pueden obtener a través del módulo de acceso a la señal (SAM), o en algunos casos, estas señales pueden ser accesibles a través del controlador del microscopio de sonda de barrido (SPM) (esto depende de la empresa de SPM). Al desarrollar nuevas microscopías de AFM, es crucial determinar la accesibilidad de las señales verticales y laterales del fotodetector en cada caso específico.

Para el SPM del sistema Park XE-7, el SAM se ilustra en la Figura 4.5a. El SAM comprende dos señales: la señal de conducción y la señal de monitoreo. Para los propósitos de este estudio, se utilizarán las señales de monitoreo, particularmente la señal vertical del fotodetector del AFM (deflexión del AFM) etiquetada como A-B(AC) en la Figura 4.5a.

Por otro lado, desde el controlador del SPM, se obtendrán las señales para el frame (o marco de la imagen), la línea (line) y el píxel para la construcción de imágenes (consulte la Figura 4.5b). La señal de frame denota el comienzo y el final de una imagen, la línea indica el comienzo y el final de una línea, y el píxel significa el comienzo y el final de un píxel. Estas señales se representan en la Figura 4.5b. Más adelante, se mostrará la utilización de las señales de frame, línea y píxel para construir externamente algunas propiedades físicas.

4.2.2. Amplificador Lock-in

Un amplificador lock-in es un dispositivo utilizado para extraer señales débiles de un fondo de ruido. Funciona aprovechando la información de fase de una señal de referencia para extraer señales débiles que están presentes en un entorno ruidoso. El proceso comienza con la modulación de la señal de entrada con una señal de referencia, es decir, superponer la señal de entrada con la de referencia, de tal manera que la señal original se vea afectada por la señal de referencia. El amplificador lock-in detecta y amplifica únicamente la parte de la señal modulada que está en fase con la señal de referencia, ignorando el ruido y cualquier componente de la señal que esté fuera de fase [46]. Esto permite una detección precisa de señales débiles incluso en entornos altamente ruidosos, haciéndolo valioso para diversas técnicas de AFM.

Para los experimentos de este trabajo se utilizó un Amplificador lock-in Modelo SR865A de Stanford Research Systems, mostrado en la figura 4.6, para poder obtener las señales de amplitud

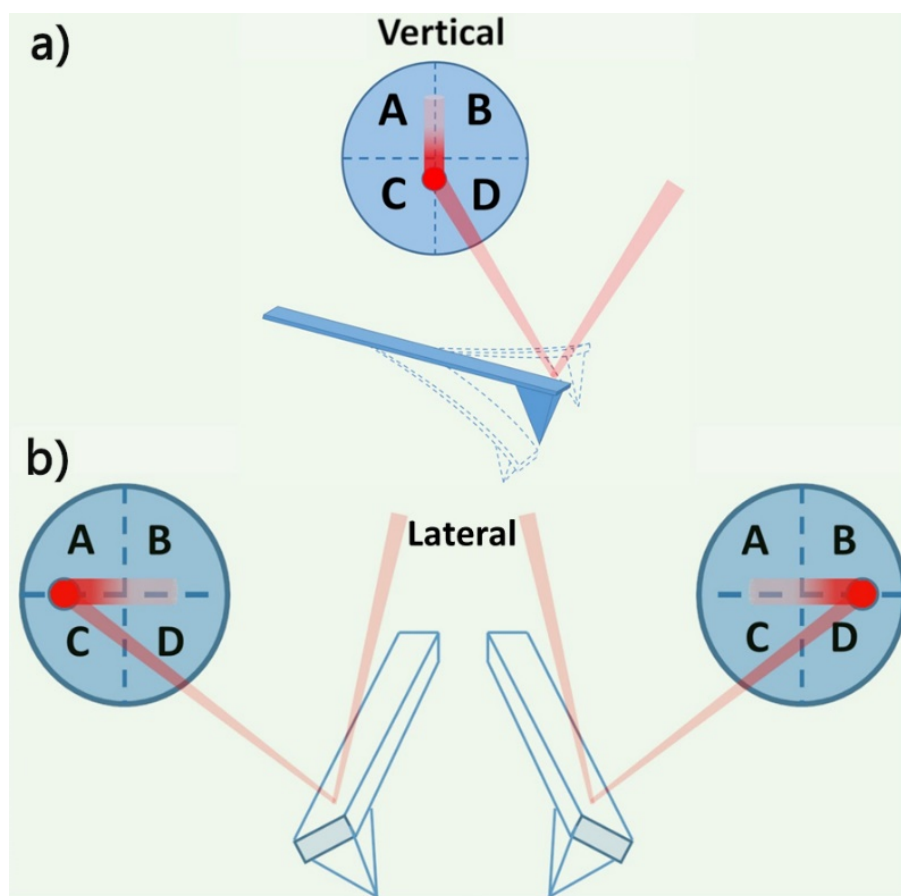


Figura 4.4: a) Detección del movimiento vertical del cantiléver del AFM y b) Detección del movimiento lateral del cantiléver por el fotodetector.

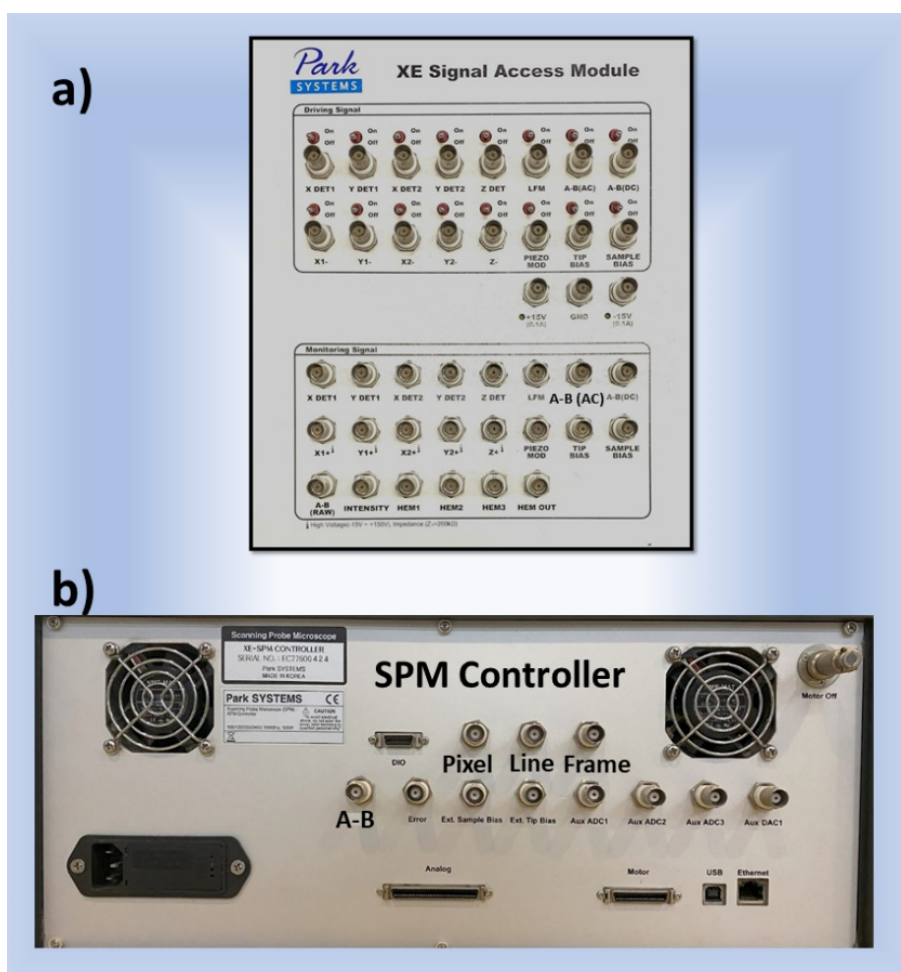


Figura 4.5: a) Módulo de acceso a la señal (SAM), b) Parte trasera del controlador SPM XE-7 de Park Systems.

y fase que el cantiléver experimenta y posteriormente ser enviadas a la tarjeta de adquisición de datos, sobre la cual se explicará a detalle su funcionamiento en su propia subsección.

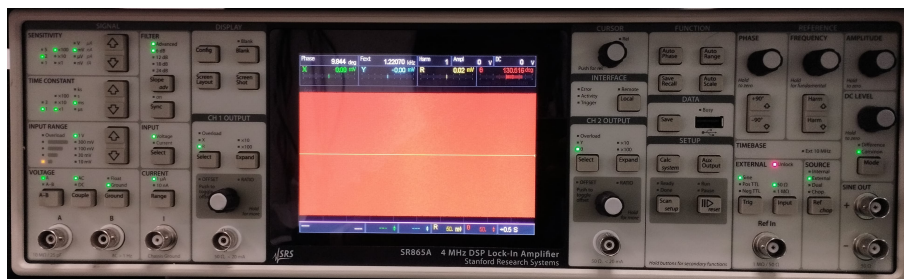


Figura 4.6: Amplificador lock-in Modelo SR865A de Stanford Research Systems utilizado en este trabajo.

4.2.3. Generador de funciones

Un generador de funciones es un dispositivo electrónico que produce ondas eléctricas a diferentes frecuencias y amplitudes, estas ondas pueden ser generadas con formas senoidales, cuadradas o triangulares. El funcionamiento de un generador de funciones se basa en el uso de circuitos electrónicos que generan señales periódicas, llamados osciladores, controlados electrónicamente, que permiten ajustar de manera precisa la frecuencia y la forma de la onda generada [47]. Los parámetros de la señal, como la amplitud y la frecuencia, se pueden controlar mediante una interfaz de usuario.

Para los experimentos realizados de HB-MFM y RT-MFM se utilizó un generador de funciones KEYSIGHT 33500B Trueform Waveform Generator, como se ve en la figura 4.7. Las especificaciones de la onda generada varían según el experimento y se detallan en la sección de procedimientos.

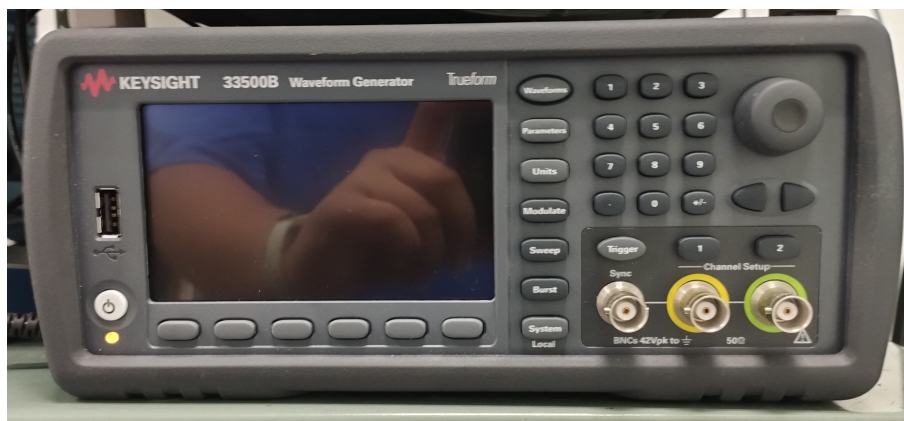


Figura 4.7: Generador de funciones KEYSIGHT 33500B utilizado en este trabajo

4.2.4. Tarjeta de adquisición de datos

Un sistema de adquisición de datos (DAQ) es una combinación de hardware y software diseñada para muestrear un parámetro físico, como voltaje o corriente, y convertirlo en una señal digital que puede ser almacenada en una computadora para su análisis.

Es muy importante elegir adecuadamente un DAQ de acuerdo a los requisitos del sistema de medición a ser implementado. Los parámetros específicos requeridos de un DAQ dependen enteramente del número de canales de entrada analógicos, la resolución y la frecuencia de muestreo. Las características más importantes a considerar en un DAQ incluyen la resolución, precisión, frecuencia de muestreo, número de canales a monitorear, canales analógicos o digitales y el número de convertidores analógico a digital.

Los DAQs pueden clasificarse según su velocidad de muestreo y portabilidad. Los más portátiles son aquellos que utilizan el protocolo USB para transmitir datos a una computadora, seguidos por tarjetas que se conectan al bus de una computadora de escritorio, y finalmente, aquellos con su propia computadora interna, lo que los convierte en sistemas independientes, como los sistemas PXI (PCI eXtensions for Instrumentation).

Los DAQ portátiles son rentables, fáciles de configurar y utilizan el protocolo USB para la comunicación de datos con una computadora. Además, ciertas versiones de este tipo de DAQ utilizan el mismo voltaje que la interfaz USB para alimentar su circuitería interna, eliminando la necesidad de una fuente de alimentación externa. Estas placas de adquisición de datos están equipadas con entradas y salidas analógicas, entradas y salidas digitales y temporizadores. Sin embargo, la principal desventaja de estas tarjetas es su falta de alta precisión. Además, su tasa de muestreo está limitada por la velocidad del protocolo USB, y no están diseñadas para funcionar en entornos industriales.

Los DAQ de escritorio pueden instalarse en un bus PCI (Interconexión de Componentes Periféricos) o PCIe (PCI Express) de una computadora de escritorio. Ofrecen la ventaja de aprovechar la velocidad del bus, al tiempo que mantienen la integridad de la señal a través de una conexión a tierra compartida con el chasis de la computadora.

Para un rendimiento óptimo, se recomiendan los sistemas PXI (Extensión de PCI Express) debido a su alto rendimiento en la medición y su probada capacidad para reducir el tiempo de prueba y los costos generales. La combinación de alto rendimiento, modularidad y conectividad de software los hace ideales para aplicaciones de prueba que requieren alta precisión, un extenso número de canales y mediciones mixtas.

La selección de una tarjeta de adquisición de datos es una decisión crucial en los sistemas de medición y control, ya que impacta directamente en la fidelidad de los datos y la eficacia del sistema. Para tomar una decisión informada, se deben considerar múltiples factores clave, armonizados con los requisitos específicos de la aplicación. Estos factores incluyen la tasa de muestreo, la resolución, la cantidad de canales analógicos y digitales, y la necesidad de una señal diferencial o referenciada a tierra.

La tasa de muestreo emerge como un parámetro fundamental, dictando el ritmo al que la tarjeta de adquisición de datos puede adquirir datos. Debería ser acorde con la frecuencia de la señal bajo investigación. En escenarios con señales de alta frecuencia, como las aplicaciones de comunicación, una tasa de muestreo suficientemente elevada es imperativa para prevenir la omisión inadvertida de información crucial. Por el contrario, al evaluar señales de baja frecuencia, optar por una tarjeta con una tasa de muestreo más baja es prudente para optimizar los recursos computacionales y reducir los costos generales [48].

La resolución tiene una importancia primordial como un aspecto indispensable al examinar las tarjetas de adquisición de datos. En este contexto, la resolución se refiere a la capacidad de la tarjeta para convertir señales analógicas en valores digitales discretos. Una resolución elevada dota al sistema con una capacidad mejorada para discernir diferenciaciones minuciosas en los valores de la señal, particularmente crucial en aplicaciones donde la precisión es primordial [49]. No obstante, se requiere un equilibrio prudente, ya que una resolución escalada a menudo demanda recursos de hardware aumentados y un consumo de energía proporcionalmente elevado, necesitando un equilibrio alineado con los requisitos de la aplicación [50].

La cantidad de canales analógicos y digitales en una tarjeta de adquisición de datos constituye otro elemento que requiere una contemplación meticulosa. Determinar un número apropiado de canales depende de las demandas de la aplicación; las aplicaciones que cuentan con una abundancia de sensores o señales requieren la adquisición de una tarjeta de adquisición de datos que ofrezca un complemento de canales lo suficientemente extenso. Además, es responsabilidad del investigador evaluar la necesidad de canales analógicos, digitales o una amalgama prudente de ambos tipos de canales, ya que ciertas aplicaciones requieren la conversión síncrona de señales tanto analógicas como digitales [51].

Además, la elección entre la adquisición de señales diferenciales y referenciadas a tierra plantea un dilema importante, dependiendo de la calidad de la señal y del grado de interferencia electro-magnética en el entorno. Las señales diferenciales confieren una mayor inmunidad a la interferencia, cuantificando las diferencias de voltaje entre dos puntos y mitigando así las perturbaciones. En entornos repletos de ruido eléctrico o donde la integridad de la señal es primordial, la selección de una tarjeta que incorpore señales diferenciales es un curso de acción prudente. Por el contrario, en casos caracterizados por una robusta intensidad de señal y una susceptibilidad mínima a la interferencia, las tarjetas de adquisición de datos que incorporan señales referenciadas a tierra pueden constituir una alternativa más económicamente prudente [52].

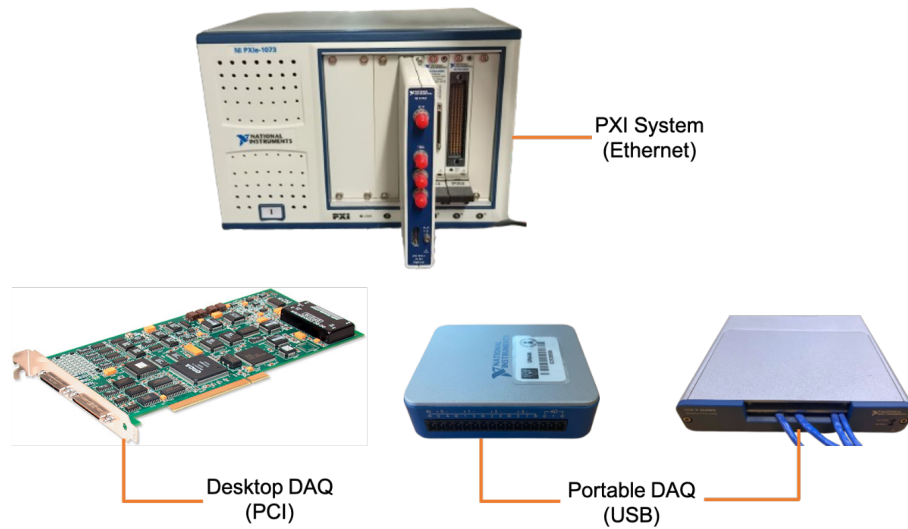


Figura 4.8: Diferentes tipos de sistemas de adquisición de datos (DAQ) y sus protocolos de comunicación.

4.3. Procedimientos

4.3.1. Programa de adquisición de datos

La microscopía de fuerza atómica (AFM) sirve como una herramienta versátil ampliamente empleada para la caracterización de materiales a micro y nano escala, ofreciendo valiosos conocimientos sobre su morfología y propiedades físicas. A pesar de la propuesta de numerosas nuevas tecnologías de AFM cada año, ingenieros e investigadores se enfrentan a un desafío en la adquisición externa eficiente de datos y la posterior reconstrucción de imágenes. Además, la mayoría de los usuarios de AFM están limitados a analizar imágenes proporcionadas por microscopios de sonda de barrido comerciales. Sin embargo, al adquirir datos en bruto reales del AFM, se hacen posibles estudios exhaustivos de la topografía y las propiedades físicas.

En el desarrollo de estas nuevas técnicas de AFM, la adquisición y el análisis externos de datos generados por el AFM son imprescindibles. Aunque se han desarrollado herramientas de software para el análisis y la reconstrucción de imágenes de AFM, se ha puesto un enfoque significativo en estudiar propiedades mecánicas a través del análisis de curvas de fuerza-distancia (F-D), ejemplificado por el software nanite desarrollado en Python [53]. Además, el software Python Force Microscopy Laboratory (PyFMLab) ha sido diseñado para determinar las propiedades viscoelásticas de las muestras a partir de curvas F-D convencionales [54]. El software AtomicJ, desarrollado en Java, analiza las curvas F-D para producir mapas de propiedades mecánicas [55]. Otras herramientas de software, como TopoStats, se han desarrollado para identificar y rastrear biomoléculas específicas a partir de imágenes de AFM [56].

Además del software de AFM mencionado anteriormente, en algunos trabajos se han analizado los datos de AFM para mejorar la resolución de la imagen [57, 58, 59] o para aumentar la velocidad de escaneo del AFM [51]. Los paquetes de software gratuitos más populares para el procesamiento de imágenes de AFM, como Gwyddion [12] y WSxM [13], tienen limitaciones para leer y reconstruir solo los datos generados por los sistemas comerciales de AFM. Estos datos son típicamente preprocesados por los sistemas de AFM, ocultando cierta información pixel a pixel que puede ser crucial para el estudio en curso, como se demuestra en este trabajo. A pesar de estos avances, persisten desafíos en el acceso, intercambio y comparación de datos de AFM debido a los diversos formatos de archivo ofrecidos por las empresas de AFM.

Una solución potencial a este problema es la utilización de un sistema de adquisición de datos externo (DAQ), que permite la recuperación de datos brutos del AFM para el posprocesamiento y el análisis pixel a pixel. Sin embargo, aún existe una brecha en la literatura respecto a la reconstrucción detallada de imágenes topográficas de AFM y propiedades físicas a partir de datos brutos adquiridos utilizando un DAQ. A continuación se presenta una metodología para adquirir datos brutos de AFM utilizando un DAQ y se demuestra cómo reconstruir imágenes topográficas y ciertas propiedades físicas utilizando programas de código abierto desarrollados en Python.

Para la implementación externa y el desarrollo de nuevas microscopías en un AFM, es necesario reconstruir externamente la topografía de la muestra y asociar ciertas zonas de la muestra con sus propiedades físicas medidas a través de la microscopía implementada o desarrollada. El AFM genera imágenes de topografía mediante el escaneo de líneas, que están formadas por píxeles. Generalmente, las opciones para elegir la longitud de nuestra imagen están determinadas por el número de líneas, que necesitan ser un múltiplo de 16. El número de píxeles está determinado por el cuadrado del número de líneas; por ejemplo, si la imagen consta de 256 líneas, el número de píxeles es $256 \times 256 = 65536$.

Los sistemas AFM utilizan señales de referencia de Frame (o marco de la imagen), línea y píxel para la reconstrucción de imágenes. El Frame denota el inicio y el final de la imagen escaneada. La línea indica el inicio y el final de cada línea, mientras que los píxeles marcan el inicio y el final

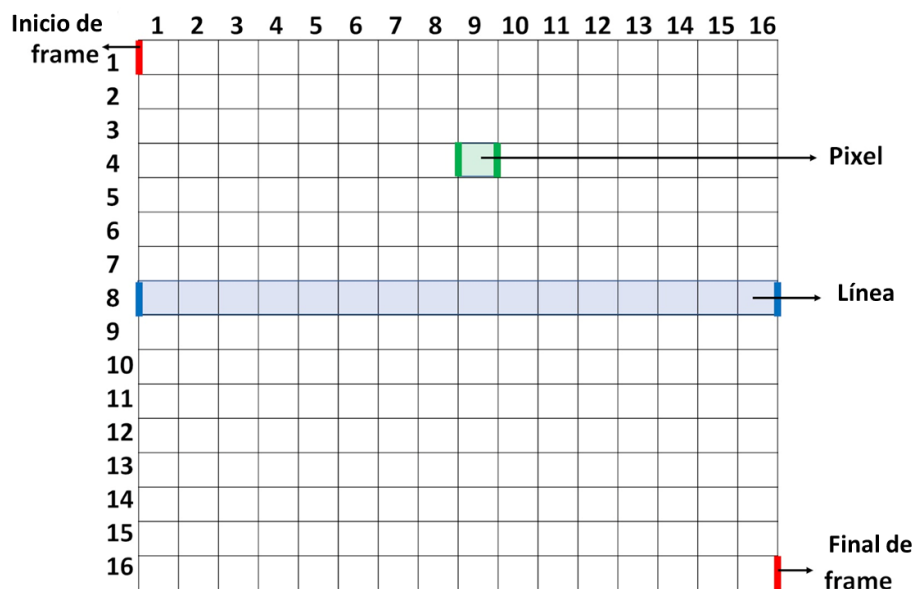


Figura 4.9: Señales de referencia de Frame, línea y píxel utilizadas para construir imágenes en el AFM. Las líneas rojas representan el inicio y el final del Frame. Las líneas azules delimitan el inicio y el final de la línea 8. Las líneas verdes marcan el inicio y el final del píxel en la fila 4 y columna 9.

de cada píxel. En el caso de una configuración de 16 píxeles x 16 píxeles, las referencias de Frame, línea y píxel se ilustran en la Figura 4.9.

La adquisición de datos para la reconstrucción de la topografía se realizó utilizando una tarjeta de adquisición de datos portátil NI USB-6356. Esta DAQ cuenta con ocho canales de entrada analógicos y una velocidad de muestreo máxima de 1.25 MS/s por canal. Las señales de Frame, línea y píxel (del controlador SPM), así como las señales z (del módulo de acceso a la señal), están conectadas a la DAQ, como se muestra en la Figura 4.10.

La DAQ es controlada por un programa en Python; el programa Python se puede descargar desde su sitio web respectivo (<https://www.python.org/>). Python tiene la ventaja de ser de código abierto y gratuito. El tiempo de escaneo de la imagen completa determina los ciclos de la DAQ; por ejemplo, un tiempo de escaneo de 9 minutos para una imagen requiere aproximadamente 16,000 ciclos utilizando la NI USB-6356. Las señales z, de Frame, de línea y de píxel pueden ser adquiridas por la DAQ en tiempo real y generar un archivo de valores separados por comas (CSV) con 4 columnas correspondientes a z, Frame, línea y píxel.

Por ejemplo, se obtuvo una imagen de 64 píxeles x 64 píxeles escaneando la superficie del disco duro en modo de contacto, con una velocidad de escaneo de 1 Hz, utilizando una punta ElectricCont-G de Budget Sensors. La muestra del disco duro se obtuvo cortándola de una unidad rota. Se generó un archivo CSV con 4 columnas. Este archivo incluye texto en las primeras cinco filas, como se muestra en la Figura 4.11a. Es conveniente abrir el archivo CSV en un programa de bloc de notas para eliminar estas filas de texto y facilitar el análisis posterior, como se ilustra en la Figura 4.11b. En nuestro caso, la columna 0 contiene la señal de Frame, la columna 1 contiene la señal de línea, la columna 2 contiene la señal de píxel y la columna 3 contiene la señal z.

El siguiente paso es leer el archivo CSV modificado (Figura 4.11b) en Python para graficar las señales de frame, línea, píxel y z, como se muestra en la Figura 4.12.

Primero, se analizará la señal de Frame. La señal de Frame (Figura 4.12a) muestra dos zonas donde el voltaje (el Frame está en voltios) alcanza hasta 3V. Estas zonas están asociadas con el

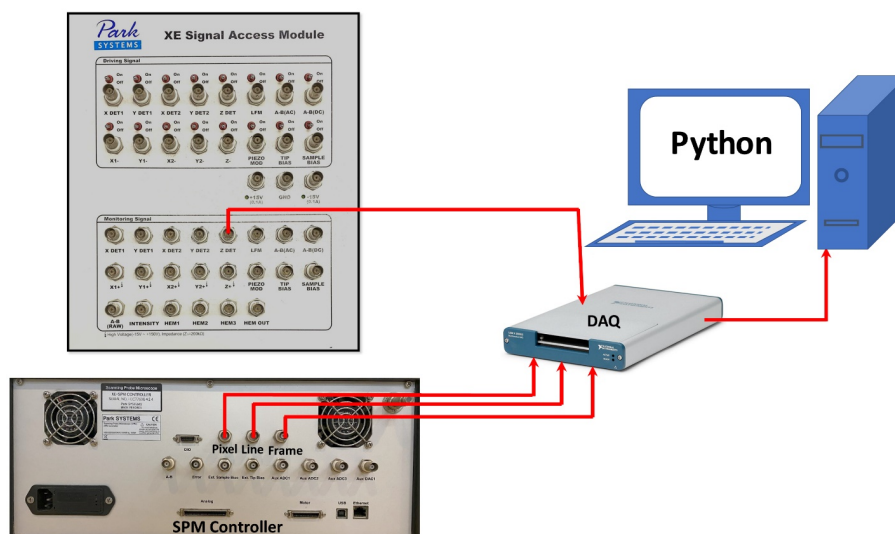


Figura 4.10: Configuración de adquisición de datos topográficos.

a)

```

author,admin
TimeStamp,28-Aug-23 11:52 AM
Sample Clock Rate,16000.00

Dev1/ai0,Dev1/ai2,Dev1/ai1,Dev1/ai3
0.049,0.048,0.048,0.039
0.049,0.048,0.048,0.040
0.049,0.049,0.049,0.041
0.048,0.047,0.048,0.040
0.048,0.048,0.048,0.042
0.048,0.048,0.048,0.041
0.047,0.048,0.047,0.047
0.047,0.046,0.047,0.046
0.047,0.047,0.046,0.046
0.046,0.047,0.047,0.051
0.046,0.046,0.047,0.048
0.046,0.047,0.045,0.052
    
```

b)

```

0.049,0.048,0.048,0.039
0.049,0.048,0.048,0.040
0.049,0.049,0.049,0.041
0.048,0.047,0.048,0.040
0.048,0.048,0.048,0.042
0.048,0.048,0.048,0.041
0.047,0.048,0.047,0.047
0.047,0.046,0.047,0.046
0.047,0.047,0.046,0.046
0.046,0.047,0.047,0.051
0.046,0.046,0.047,0.048
0.046,0.047,0.045,0.052
    
```

Figura 4.11: Ejemplo de archivo CSV obtenido por DAQ portátil para la construcción externa de la topografía.

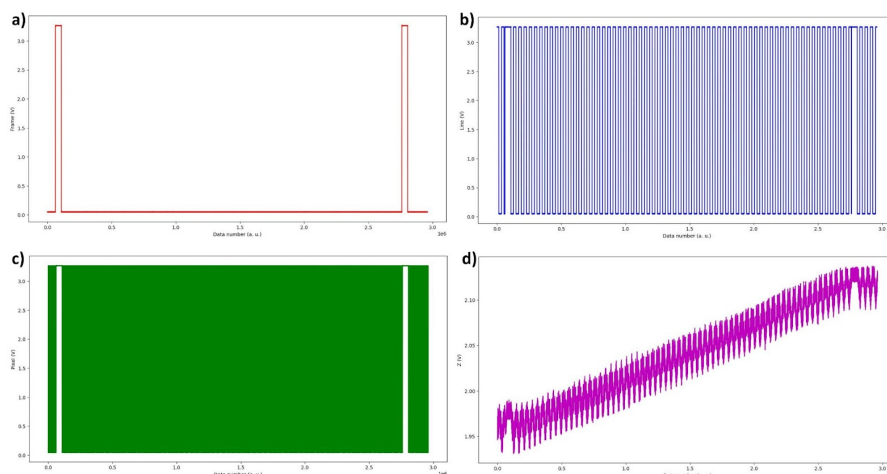


Figura 4.12: Topografía y señales obtenidas en disco duro mediante modo de contacto AFM. a) Frame, b) Línea, c) Pixel, y d) z.

inicio y el final de la imagen, como se muestra en la Figura 4.13 (líneas rojas). Para identificar los puntos de datos exactos donde estos voltajes difieren de cero, se emplea el concepto de derivada numérica o un comando que utilice este concepto en el código de Python.

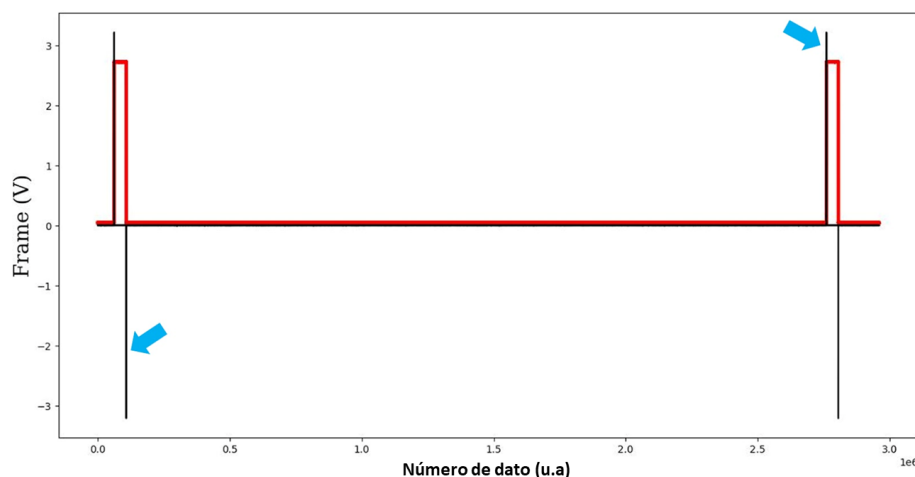


Figura 4.13: La señal de frame en rojo y su derivada en negro, las flechas azules indican el inicio y el final de la imagen.

En la Figura 4.13, cuatro líneas verticales negras indican cambios en la señal de Frame. Las flechas azules resaltan las líneas negras, indicando el inicio y el final de la imagen. En la región delimitada por las flechas azules, se analizará la señal de línea, ya que esta zona contiene toda la información de nuestra imagen.

La Figura 4.14 muestra la señal de línea y su derivada, con la derivada marcando el inicio y el final de las líneas. Solo se utilizarán las derivadas positivas para construir la imagen de 64 líneas, de acuerdo con la región donde la imagen está limitada por las líneas indicadas por las flechas azules.

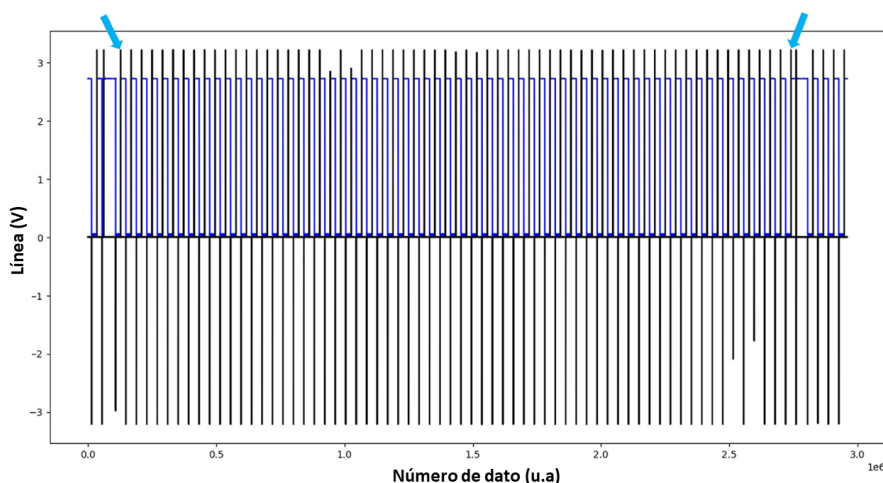


Figura 4.14: La señal de línea en azul y su derivada en negro; las flechas azules indican el inicio y el final de la imagen.

El siguiente paso implica analizar la señal de píxel. En la Figura 4.15, la señal de píxel se representa en verde, mientras que la derivada de las líneas se representa con la línea negra. Una línea (datos entre dos líneas de derivada positiva) comprende los datos de ida y vuelta, y la imagen se puede construir utilizando los datos de ida o de vuelta. En nuestro caso, se utilizarán los datos de ida.

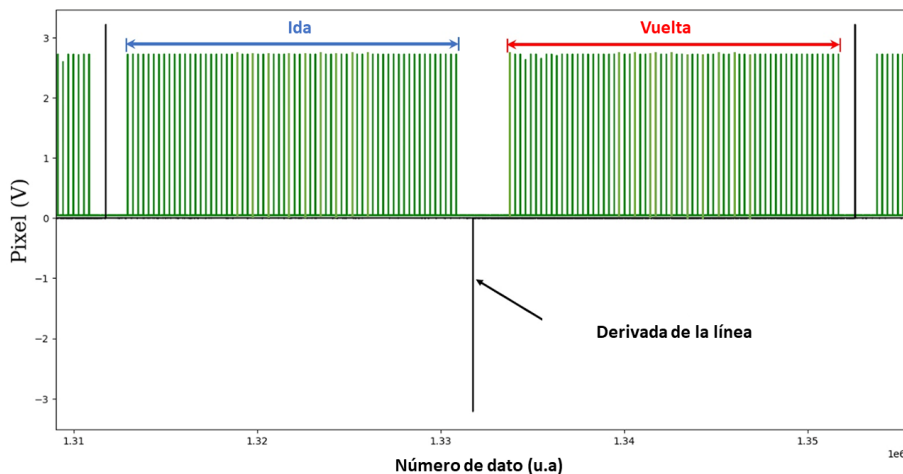


Figura 4.15: La señal de píxel de ida y vuelta en verde y la derivada de la línea en negro.

Hay 65 píxeles por línea, formando 64 espacios entre ellos, para los datos de ida o vuelta. Dependiendo de la DAQ utilizada y su configuración, puede haber una pérdida de datos de píxeles. Si esto ocurre, es necesario un paso adicional para reconstruir los píxeles utilizando las posiciones de los píxeles medidos como referencia. Para determinar las posiciones de inicio y finalización de los píxeles, es necesario obtener la derivada de los píxeles. Esto permite la creación de un gráfico como el mostrado en la Figura 4.16.

El siguiente paso es analizar la señal z , considerando la posición de los píxeles de ida. La

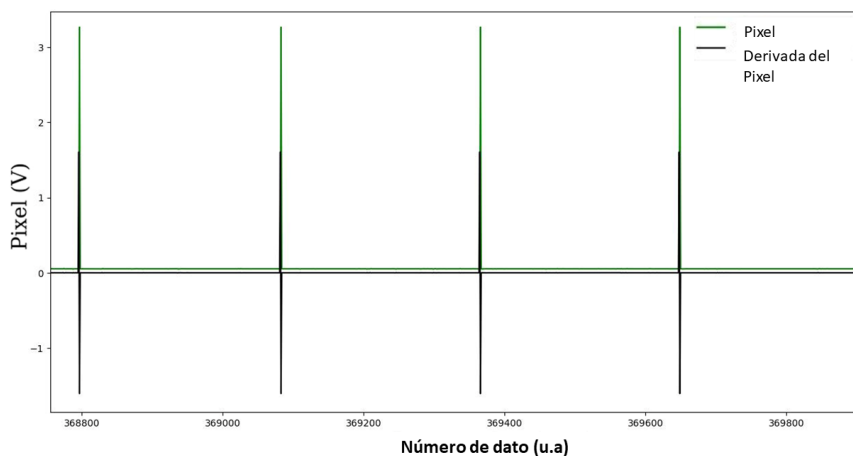


Figura 4.16: La señal de pixel en verde y su derivada en negro.

Figura 4.17 muestra la señal z (topografía en magenta) y los píxeles en verde. La topografía exhibe variaciones de menos de 10 mV. Para construir la imagen de 64 píxeles x 64 píxeles, solo se requiere un punto de los datos de topografía entre cada píxel. El promedio de los datos entre cada píxel es útil; con estos datos, se puede construir la imagen de 64 píxeles x 64 píxeles. Es importante notar que entre cada píxel, existen varios puntos de datos de topografía. Al utilizar imágenes generadas directamente desde sistemas AFM, estos puntos de datos no se muestran. Para ciertos estudios, la inclusión de estos puntos de datos podría ser crucial para un análisis más profundo.

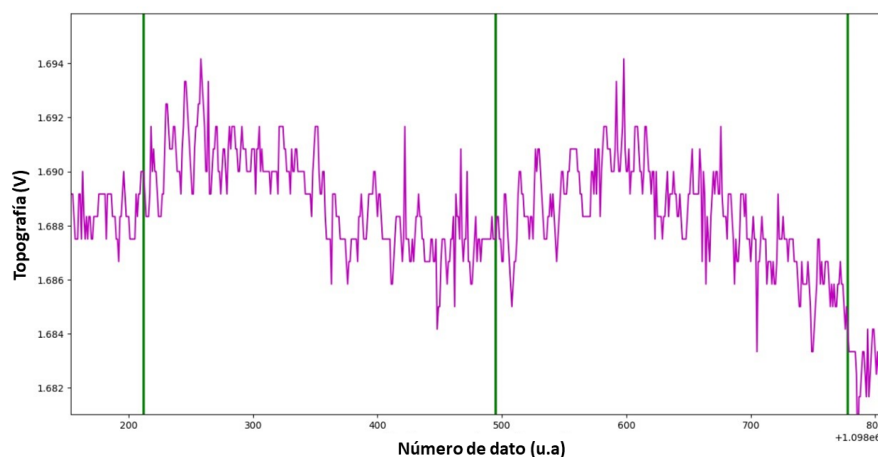


Figura 4.17: La señal z de ida en magenta y los píxeles en verde.

La Figura 4.18a muestra la imagen 3D generada en Python promediando el valor z en cada píxel. Sin embargo, como se observa en la imagen, hay una pendiente (también visible en la Figura 4.12d), que se atribuye a la no linealidad de los componentes piezoeléctricos que mueven los escáneres xy y z del AFM. El comando *detrend* en Python se utiliza para corregir esta pendiente, ajustando un polinomio para aplanar la imagen, específicamente un polinomio de grado 1, es decir, una línea. Después de este proceso, la imagen de topografía se asemeja a la Figura 4.18b. La Figura 4.18c

presenta la topografía 2D del disco duro, donde se capturó un perfil mostrado en la Figura 4.18d en el centro de la Figura 4.18c en la línea 32.

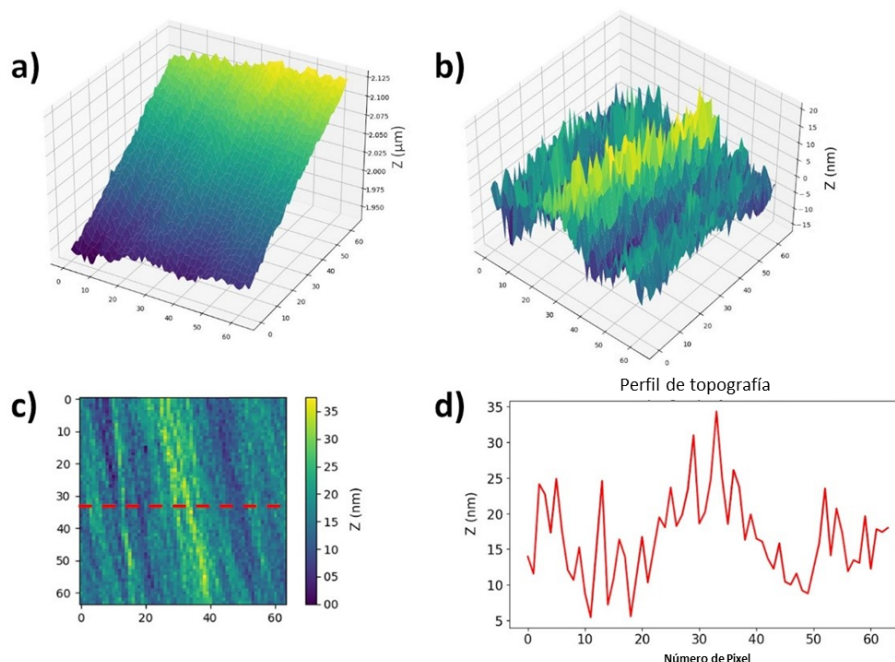


Figura 4.18: La topografía de ida del disco duro obtenida del promedio de z en cada 64 píxeles x 64 píxeles, a) sin aplanar, b) con aplanado, c) imagen 2D de la topografía del disco duro y, d) perfil de la topografía.

La Figura 4.18b tiene 64 píxeles x 64 píxeles, pero una imagen estándar en AFM suele ser de aproximadamente 256 píxeles x 256 píxeles. Se puede llevar a cabo el mismo procedimiento descrito anteriormente para obtener una imagen de 256 píxeles x 256 píxeles, como se muestra en la Figura 4.19. En la Figura 4.19a, se muestra la topografía 3D de la superficie del disco duro, mientras que en la Figura 4.19b, se observa la topografía 3D obtenida de la superficie de la rejilla de calibración. Es más típico mostrar las imágenes de topografía en 2D con una barra de escala de falso color, como se muestra en las Figuras 4.19c y 4.19d; estas imágenes se pueden obtener en Python.

El perfil de la topografía en la Figura 4.19e muestra más detalles de la superficie del disco duro que el perfil de 64 píxeles x 64 píxeles (Figura 4.18d). El perfil de la topografía de la rejilla de calibración (Figura 4.19f) revela rectángulos con una altura de alrededor de 115 nm, lo cual es consistente con los 111 nm de esta rejilla estándar HS-100MG.

Las unidades z están en voltios porque la adquisición se realiza mediante la DAQ. Para convertir las unidades z a nanómetros, es necesario obtener la sensibilidad inversa de cantiléver óptica (invOLS) a partir de la pendiente de una curva de fuerza vs. distancia medida en una superficie incompresible, como el silicio.

AFMDAQ Acquisition

AFMDAQ Acquisition es un programa desarrollado para adquirir datos brutos del AFM utilizando una DAQ NI USB-6356. Cuenta con una interfaz gráfica de usuario (GUI) que facilita establecer una conexión con la DAQ y proporciona opciones para configurar la frecuencia de muestreo y el número de muestras. La interfaz incluye botones para inicializar y detener el muestreo, como se muestra en la Figura 4.20. Además, solicita al usuario que especifique el nombre bajo el cual se guardarán los datos adquiridos. Los datos se almacenan en un formato de archivo CSV

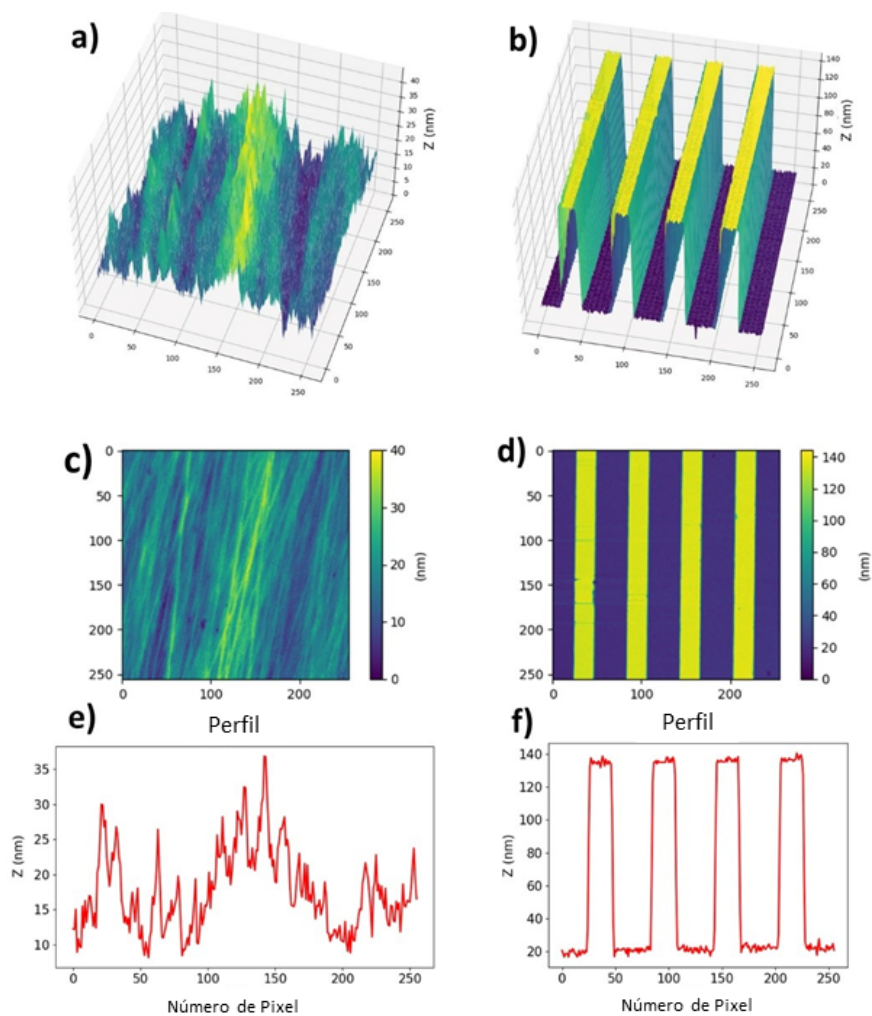


Figura 4.19: Topografía 3D de a) disco duro y b) rejilla de calibración HS-100MG; topografía 2D de c) disco duro y d) rejilla de calibración HS-100MG; perfil de la topografía de e) disco duro y f) rejilla de calibración HS-100MG.

para su posterior procesamiento. El software AFMDAQ Acquisition permite la adquisición de seis canales de datos: Frame, línea, píxel, topografía, data1 y data2. Estos dos últimos canales, data1 y data2, pueden utilizarse para adquirir datos de propiedades físicas como fricción o señales laterales (de ida y vuelta), o señales de amplitud y fase de piezorespuesta o MFM, como se discutirá más adelante. Para ejecutar el programa GUI de AFMDAQ Acquisition, es necesario el paquete de Python *nidaqmx*.

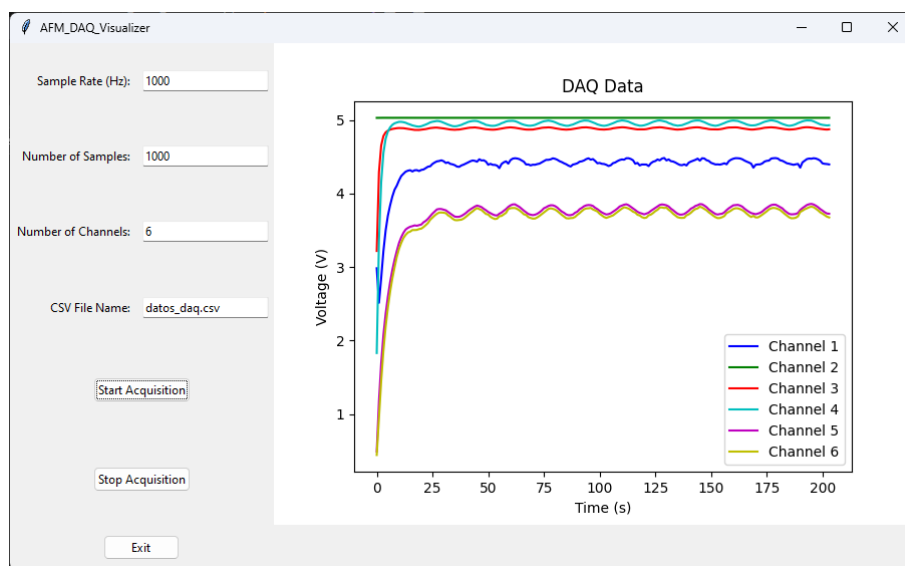


Figura 4.20: GUI de AFMDAQ Acquisition

AFMDAQ Visualizer: Interfaz gráfica de usuario

AFMDAQ Visualizer es una interfaz gráfica de usuario (GUI) diseñada para procesar los archivos CSV adquiridos utilizando el programa AFMDAQ Acquisition. La interfaz gráfica de usuario de AFMDAQ Visualizer permite al usuario primero seleccionar la ruta al archivo CSV previamente guardado. Luego, el usuario debe elegir uno de los tres tipos de microscopía que el programa puede procesar actualmente: Topografía, PFM y Curvas de Fuerza-Tiempo del Modo de AFM de Volumen de Fuerza. Una vez realizada esta selección, el usuario debe especificar la resolución de píxeles de la microscopía a partir de la cual provienen los datos CSV. Esta resolución se indica típicamente como "n x n", por ejemplo, 64 x 64, 128 x 128, 256 x 256, y así sucesivamente.

Dependiendo de la configuración anterior, se mostrará una lista de casillas de verificación, la Tabla 4.1 muestra las opciones disponibles para graficar.

Tabla 4.1: Opciones para imágenes y gráficos del software AFMDAQ Visualizer.

Topografía	Microscopía de Fuerza de Piezorespuesta (PFM)	Curvas de Fuerza-Tiempo
• Topografía 2D • Topografía 3D • Perfil de línea de topografía	• Topografía 2D • Amplitud 2D • Fase 2D • Topografía 3D • Amplitud 3D • Fase 3D • Perfil de línea de topografía • Perfil de línea de amplitud • Perfil de línea de fase	• Ida • Vuelta • Perfil de línea de la ida • Perfil de ida de la vuelta • Energía de adhesión

Ambos programas están disponibles en el sitio de GitHub https://github.com/Monopolo-Magnetico/AFM_DAQ_Visualizer. Además, el software fue probado en el AFM Nanoscope IV Dimension 3100 de Bruker/Veeco/Digital Instruments para verificar que los programas funcionan de manera efectiva en todos los sistemas de microscopía de barrido de sonda con acceso a las señales de frame, línea, píxel y topografía.

Materiales para los experimentos de adquisición externa de datos.

Los materiales utilizados para poner a prueba el método de adquisición externa de datos son principalmente las puntas de AFM y las muestras, que se describirán brevemente:

El cantiléver utilizado para la topografía de la rejilla de calibración estándar, la microscopía de fuerza de piezorespuesta y el mapeo de fuerza-volumen es el cantiléver ElectricCont-G de Budget Sensors (<https://www.budgetsensors.com/contact-mode-afm-probe-platinum-electricont>).

La muestra de la rejilla de calibración HS-100MG es un estándar de calibración de altura, con una altura de paso de 100 nm. Fue comprada a Budget Sensors en <https://www.budgetsensors.com/height-calibration-standard-hs-100mg>.

Las mediciones de microscopía de fuerza de piezorespuesta (PFM) se realizaron utilizando una muestra de LiNbO₃ obtenida de Oxford Instruments, ID de muestra de prueba AR-PPLN 900.241 (<https://estore.oxinst.com/uk/products/microscopy-supplies/atomic-force-microscopy/zid900.241>). Esta muestra es una muestra ferroeléctrica polarizada

periódicamente con dominios polarizados fuera del plano opuestos. La medición de PFM se realizó en modo resonante aplicando un voltaje de CA de 1Vpp a 208 kHz, cerca de la segunda frecuencia resonante.

Para el mapeo de volumen de fuerza, se utilizaron células sanguíneas donadas por José Juan Gervacio. Se extrajo una gota de sangre del dedo índice de José Juan Gervacio pinchándolo con una aguja limpia. La gota de sangre fresca se colocó en un portaobjetos de vidrio y se distribuyó uniformemente utilizando otro portaobjetos de vidrio. La muestra se midió inmediatamente. El mapeo de fuerza se realizó aplicando una fuerza máxima de 70nN en un escaneo de 256 píxeles x 256 píxeles sobre un área de 25 x 25 μm^2 .

4.3.2. Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida, HB-MFM

Como se mencionó en los antecedentes, la HB-MFM surge como una potencial solución a los problemas que presentan algunos métodos de MFM bimodal tal como SR-MFM, pues un campo magnético externo puede alterar los dominios magnéticos de la muestra. El método de HB-MFM propone usar el fundamento de la bimodalidad, pero esta vez se inducirá una frecuencia de resonancia al cantiléver gracias al mismo campo magnético de la muestra, de esa manera dejando inalteradas las propiedades magnéticas de la muestra.

Previo a realizar MFM o cualquiera de sus variantes es necesario montar una punta especial para MFM en el cabezal del AFM. Por lo general, suelen ser puntas de silicio recubiertas de algún material magnético. Para éste trabajo de tesis se utilizó un cantiléver marca BudgetSensors modelo MagneticMulti75-G para MFM, cuyo cantiléver tiene una película delgada de aluminio en la parte donde incide el láser, mientras que tiene la punta recubierta con una aleación de cobalto. Ésta punta fue previamente magnetizada a lo largo de la dirección de la punta por medio de dejarla 24 horas entre dos imanes de neodimio.

El elemento piezoeléctrico utilizado en este trabajo proviene de un zumbador o buzzer comercial, el cual fue abierto por la mitad para dejar al descubierto el material piezoeléctrico. Encima del área circular que corresponde a dicho material se colocó barniz aislante para evitar la transferencia de cargas eléctricas a las muestras a analizar, y encima del barniz aislante se coloca cinta doble cara para poder colocar de manera estable la muestra, quedando como en la figura 4.3a. Por debajo del piezoeléctrico también se coloca cinta doble cara para poder adherirse a la platina de AFM, como se aprecia en la figura 4.3b. Una vez montado el piezoeléctrico al AFM deberá verse como en la figura 4.21.

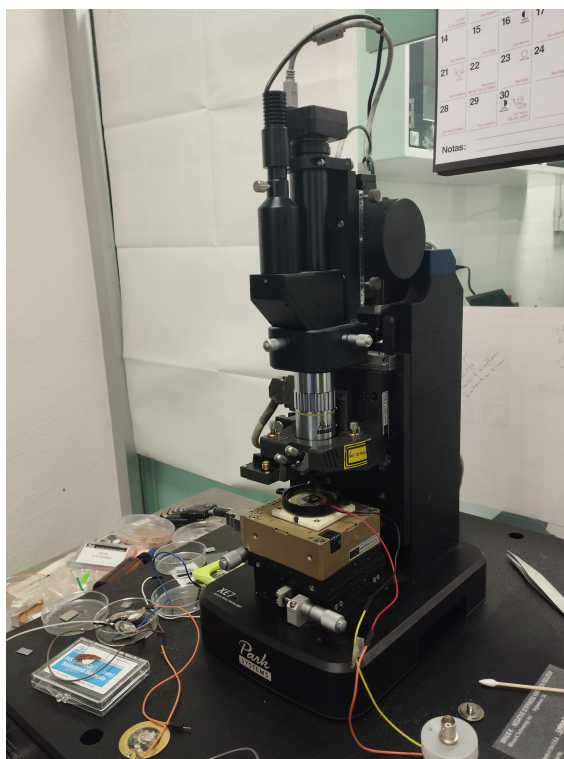


Figura 4.21: Piezoeléctrico montado en la platina del AFM, listo para ser conectado y recibir la señal emitida por el generador de funciones.

Es necesario realizar un barrido de frecuencias en el cantiléver del AFM con el fin de identificar sus frecuencias de resonancia. Esto se puede hacer mediante el software SmartScan de Park Systems con el cual trabaja el AFM modelo XE-7 de Park Systems. Las dos primeras frecuencias de resonancia para el cantiléver magnético utilizado corresponden a $f_1 = 71.5$ kHz, indicada en rojo, y $f_2 = 455.1$ kHz, indicada en azul, como se muestra en la figura 4.22. Usando este mismo software se establece la frecuencia de operación del cantiléver, es decir, la frecuencia a la cual oscilará el piezoeléctrico interno del AFM para transmitir esas vibraciones al cantiléver. Para este experimento se estableció a la frecuencia $f_2 = 455.1$ kHz, y será ésta la frecuencia de referencia para el amplificador lock-in interno del AFM.

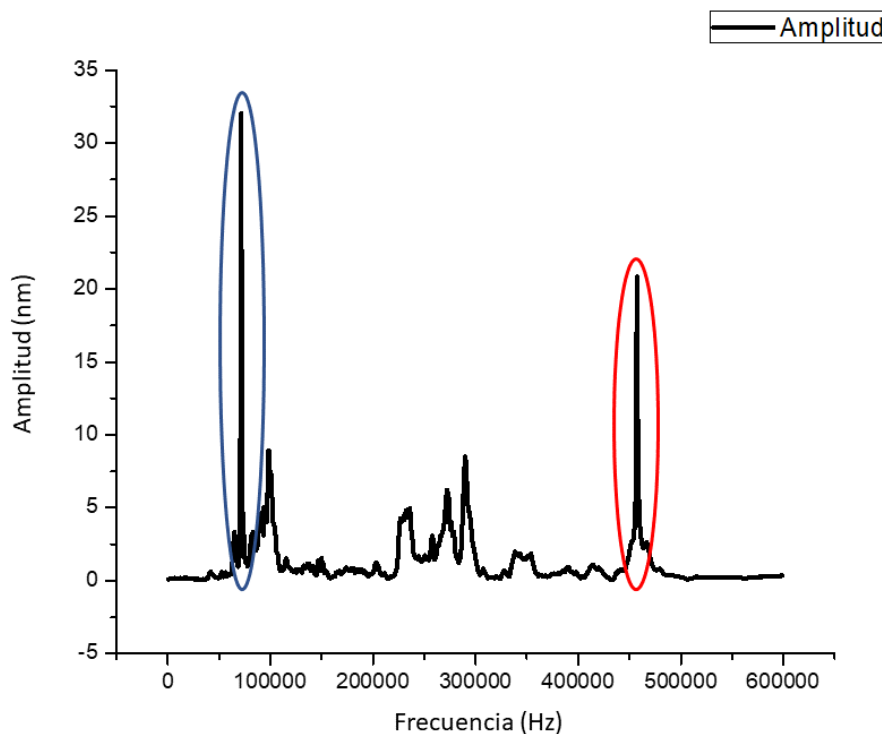


Figura 4.22: Frecuencias de resonancia del cantiléver. En azul se indica la primera frecuencia de 71.5 kHz y en rojo la segunda de 455.1 kHz.

Se debe configurar el generador de funciones para que genere la señal correspondiente a la frecuencia f_1 adquirida previamente, por lo que se estableció la señal con forma de onda senoidal, a una amplitud de $1V_{RMS}$ y frecuencia $f_1 = 71.5$ kHz. Ésta señal saldrá del canal 1 del generador de funciones. Por otro lado, el amplificador lock-in deberá configurarse para que opere utilizando una referencia externa.

Se procede entonces a realizar las conexiones debidas entre el AFM, generador de funciones y amplificador lock-in. Se comienza por conectar el canal 1 del generador de funciones a las terminales del piezoeléctrico y al canal de referencia del amplificador lock-in, esto mediante una conexión tipo T para cables BNC. Después, se conectan los canales de Fase y Amplitud del amplificador lock-in a los canales Aux ADC1 (Aux1) y Aux ADC2 (Aux2), respectivamente, del controlador SPM del AFM, de tal manera que se obtengan la Fase y Amplitud debido a las oscilaciones a la frecuencia $f_1 = 71.5$ kHz del piezoeléctrico externo ubicado por debajo de la muestra.

Habiendo realizado estas conexiones, es posible iniciar las mediciones de HB-MFM. Para esto, utilizamos el programa SmartScan para hacer operar al AFM en modo de no contacto y configurar

que se monitoreen los datos de los canales de Topografía, Fase y Amplitud provenientes de las oscilaciones a la frecuencia f_2 del piezoeléctrico interno del AFM, así como Aux1 y Aux2 para adquirir la Fase y Amplitud debidas a la frecuencia f_1 .

El método de HB-MFM se aplicó primero en la muestra estándar de disco duro para calibrar los parámetros del AFM, ya que se conocen de antemano su topografía y sus dominios magnéticos. Posteriormente, se realiza HB-MFM a una muestra de FeNi para medir su topografía, amplitud y fase.

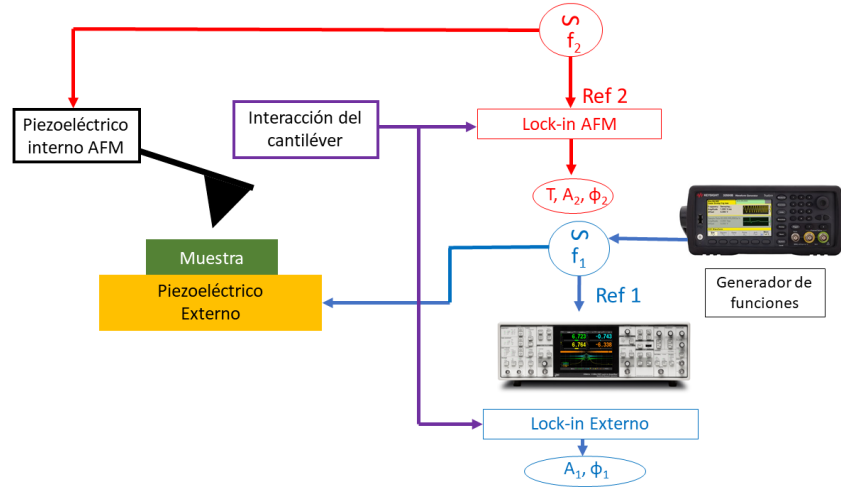


Figura 4.23: Diagrama del experimento de HB-MFM, del amplificador lock-in externo se obtiene información de las variables de Amplitud (A_1) y Fase (ϕ_1) debido a la frecuencia f_1 , mientras que del amplificador lock-in interno del AFM se obtienen datos de las variables de Topografía (T), Amplitud (A_2) y Fase (ϕ_2) debido a la frecuencia f_2 .

Además, se realizaron MFM convencionales en la muestra de disco duro y en una muestra de FeNi, en las cuales se trabajó con la primera frecuencia de resonancia del cantiléver, $f_1 = 71.5$ kHz, en ambos casos midiendo amplitud, fase y topografía. Posteriormente se compararon los resultados con los de HB-MFM.

4.3.3. Microscopía de Fuerza Magnética con Seguimiento de Resonancia, RT-MFM

La Microscopía de Fuerza Magnética convencional solo permite medir en una frecuencia de resonancia del cantiléver aplicado al mismo, dando como resultado imágenes que representan un mapeo de las características magnéticas del material estudiado. Sin embargo, al trabajar solo con una frecuencia, surge la limitante de obtener únicamente información asociada a esa única frecuencia, perdiendo la oportunidad de adquirir los datos que pueden ofrecer otras frecuencias cercanas al pico de resonancia. Más aún, como se mencionó previamente en la subsección *Programa de adquisición de datos*, éstas imágenes son preprocesadas por el software de AFM, ocultando información importante tal como el tratamiento que se le aplica a los datos ubicados dentro de un pixel, como las curvas de amplitud y fase.

Para resolver éstas problemáticas se propone implementar un Seguimiento de Resonancia o Resonance Tracking (RT) al método de MFM, resultando entonces en la RT-MFM. Éste método se caracteriza por implementar un piezoeléctrico debajo de la muestra el cuál, gracias a un generador de funciones, oscilará conforme a un barrido de frecuencias alrededor de la frecuencia del pico de resonancia del cantiléver del AFM. Para poder analizar los datos es necesaria una tarjeta de adquisición de datos portátil que transmita la información a la computadora con ayuda de un software, para que después se guarde la información y pueda ser procesada, graficada y analizada.

El arreglo experimental para realizar RT-MFM tiene ciertas similitudes con aquel de HB-MFM, pues la punta del cantiléver también deberá ser magnética para poder realizar MFM, usando para éste experimento el mismo modelo MagneticMulti75-G de BudgetSensors. La preparación del piezoeléctrico también es similar, pues para poner la muestra sobre éste y posteriormente ser ubicado en la platina del AFM, bastará con poner barniz aislante encima del área piezoeléctrica para aislar a la muestra de cargas eléctricas y colocar cinta doble cara sobre el barniz aislante y por debajo del piezoeléctrico para poder fijar la muestra y el piezoeléctrico a la platina del AFM, respectivamente. Se utilizó el mismo piezoeléctrico comercial que en el experimento de HB-MFM, mostrado en la figura 4.3a y 4.3b.

Así pues, también será necesario realizar un barrido de frecuencias en el cantiléver del AFM para identificar su frecuencia de resonancia, esto también mediante el uso del software SmartScan de Park Systems. En éste método solo será necesario el uso de su primera frecuencia de resonancia, ubicada en $f = 71.5$ kHz, como se muestra en la figura 4.24, la cual será utilizada para la operación del cantiléver y por lo tanto la señal de referencia para el amplificador lock-in interno del AFM.

Ahora bien, se debe configurar el generador de funciones. Para esto, primero debemos establecer una señal con forma senoidal y amplitud de $2V_{RMS}$, y dado que en este caso deseamos que se realice un barrido de frecuencias alrededor del pico de resonancia, debemos activar la opción *Sync* del generador de funciones, para establecer el intervalo de frecuencias que se barrerá, así como el tiempo en que será realizado dicho barrido. En este experimento se utilizó el rango de frecuencias de 65 kHz a 85 kHz, utilizando un tiempo de barrido de 0.015 segundos o bien 15 milisegundos. También es necesario que el amplificador lock-in esté configurado para su operación utilizando una referencia externa.

Las conexiones se deben realizar de la siguiente manera: Primero es necesario conectar la tarjeta de adquisición de datos mediante un cable USB al CPU de una computadora. Después, del controlador SPM del AFM, conectar los canales de Frame, Línea (o Line) y Pixel a la tarjeta de adquisición de datos externa mediante cables BNC, en este experimento se asignaron a los canales 0, 1 y 2 de la tarjeta, respectivamente. Luego, conectar el canal de Sync del generador de funciones a la tarjeta de adquisición de datos, que en este experimento fue asignado al canal 3. Después, conectar el canal 1 del generador de funciones a las terminales del piezoeléctrico y al canal de referencia del amplificador lock-in, usando una conexión tipo T para cables BNC. Posteriormente se conectan los canales de Fase y Amplitud del amplificador lock-in a los canales Aux ADC1

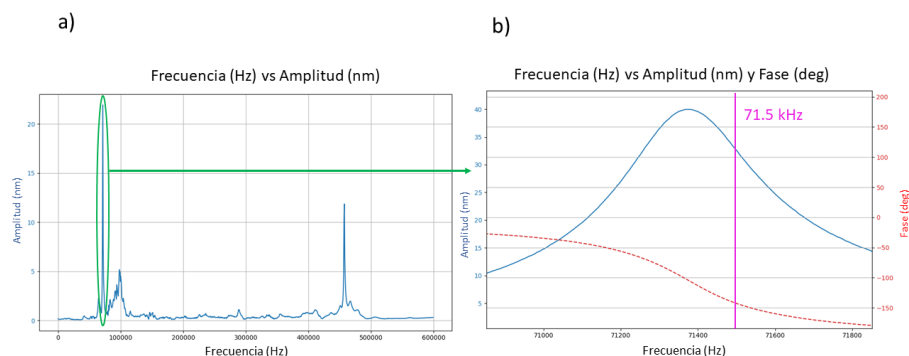


Figura 4.24: a) Espectro de frecuencias del cantil ver, en verde se ubica la primera frecuencia de resonancia del cantil ver, la cual se detalla con un acercamiento en b) donde podemos ver la curva de amplitud en azul y el comportamiento de la fase en rojo. El software de AFM siempre seleccionar  una frecuencia un poco mayor a la correspondiente al m ximo de amplitud, sealada en magenta.

(Aux1) y Aux ADC2 (Aux2), respectivamente, del controlador SPM del AFM, de tal manera que se obtengan la Fase y Amplitud debido al barrido de frecuencias que experimenta el piezoel ctrico externo ubicado debajo de la muestra, y mediante conexiones en T, tambi n conectar los canales de Fase y Amplitud del amplificador lock-in a la tarjeta de adquisici n de datos, siendo utilizados en este experimentos los canales 4 y 5 respectivamente, de este modo se tienen todas las conexiones listas.

Se procede entonces a configurar LabVIEW, el software con el cual se leer n y guardar n los datos capturados de manera externa mediante la tarjeta de adquisici n de datos. Para esto, se debe seleccionar el puerto USB en el cual est  conectada la tarjeta, despu s, se deben seleccionar los 6 canales correspondientes a la entrada de datos de Frame, Line, Pixel, Sync, Fase y Ampitud. Posteriormente se deben indicar cuantos ciclos de lectura deber n realizarse, en este experimento se indicaron 32,000 ciclos. Finalmente se debe indicar la ruta en la cual se guardar  el archivo CSV con los datos adquiridos.

Para poder iniciar las mediciones de RT-MFM se debe usar el software de SmartScan para hacer operar al AFM en modo MFM (es decir, se har  un barrido de ida y otro de vuelta) y establecer el par metro del *Lift*, el cual en este experimento fue de 50 nm. Finalmente, mediante este mismo software, se deben monitorear los datos de los canales de Topograf a, Fase y Amplitud provenientes de las oscilaciones a la frecuencia $f = 71.5$ kHz del cantil ver del piezoel ctrico interno del AFM, as  como Aux1 y Aux2 para adquirir la Fase y Amplitud debidas al barrido de frecuencias que experimenta el piezoel ctrico debajo de la muestra.

Una vez realizado RT-MFM a la muestra de disco duro, es necesario procesar los datos contenidos en el archivo CSV. Para esto, se program  un c digo en Python [60] que sigue un algoritmo bastante similar al descrito en la secci n *Programa de adquisici n de datos*, con la diferencia de que dentro de cada pixel existir n al menos dos se ales de Sync que indiquen el inicio y fin del barrido de frecuencias, y ser  dentro de estas se ales de Sync donde est  la informaci n de Fase y Amplitud debido a la frecuencia espec fica en la cual se encontraba oscilando el cantil ver en ese momento de barrido, como se detalla en la figura 4.26.

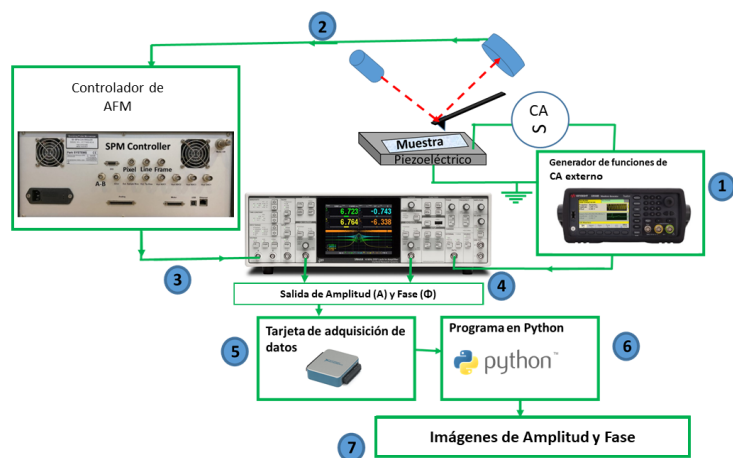


Figura 4.25: Arreglo experimental de RT-MFM, 1. Se genera el barrido de frecuencias alrededor del pico de resonancia mediante el generador de funciones y se envía la referencia al amplificador lock-in externo, 2. La interacción del cantilévver con la muestra se procesa con el amplificador lock-in interno del AFM usando la referencia de 71.5 kHz, 3. El amplificador lock-in externo y el controlador de AFM se comunican los datos de Fase y Amplitud, 4. Se obtienen la Fase y Amplitud debido a las oscilaciones el piezoeléctrico externo, 5. La tarjeta de adquisición de datos captura la información de los canales conectados a ella, 6. Se procesa en Python la información cruda del CSV generado, 7. Se generan imágenes de Fase y Amplitud debido al barrido de frecuencias.

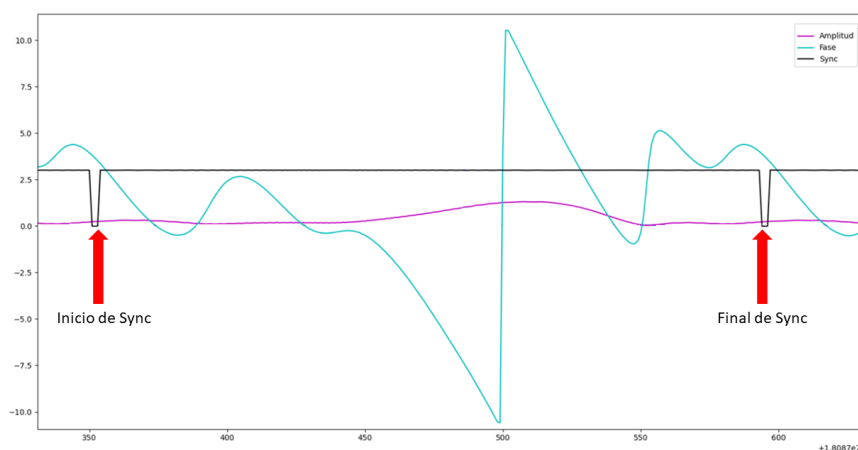


Figura 4.26: Señales que se encuentran dentro de un pixel. En color magenta la señal de Amplitud, en color cian la señal de fase y en color negro la señal de Sync. Las flechas rojas indican el inicio y el final del barrido de frecuencias.

Capítulo 5

Resultados y discusión

5.1. Programa desarrollado para adquirir, visualizar y analizar datos de AFM

Para probar los programas AFMDAQ Acquisition y AFMDAQ Visualizer, se llevaron a cabo microscopía de fuerza de piezorespuesta y mapeo de fuerza-volumen. De este método de adquisición y procesamiento se escribió un artículo, el cual será enviado próximamente a la revista IET Science, Measurement & Technology.

5.1.1. Microscopía de Fuerza de Piezorespuesta

La microscopía de fuerza de piezorespuesta (PFM) se utiliza para mapear la distribución de dominios y paredes de dominio en muestras ferroeléctricas. Para llevar a cabo la PFM, es necesario un amplificador lock-in para derivar la información de dominio y pared de dominio a partir de la amplitud y la fase de PFM. La configuración para el experimento de PFM se muestra en la Figura 5.1. En PFM, se utiliza una punta conductora porque los campos eléctricos se aplican a la muestra a través de ella.

El experimento de PFM se basa en detectar la respuesta electromecánica de la muestra ferroeléctrica debido al efecto piezoeléctrico inverso, logrado mediante la aplicación de un campo de corriente alterna (CA) a la muestra a través de una punta conductora. Los pasos para llevar a cabo el experimento de PFM son los siguientes: Primero, se aplica una señal de CA del amplificador lock-in a la muestra, que contiene un electrodo de referencia conectado a tierra, como se muestra en el paso 1 de la Figura 5.1. Esta señal de CA induce deformaciones en el material ferroeléctrico. El segundo paso implica acceder al comportamiento electromecánico de la muestra monitoreando la señal de deflexión (A-B(DC)) del módulo de acceso de señales (paso 2, Figura 5.1). La señal de deflexión del cantilever (A-B(DC)) proporciona información sobre las pequeñas deformaciones de la muestra, que luego se envía al amplificador lock-in para su comparación con la señal de CA aplicada (paso 3, Figura 5.1). El amplificador lock-in limpia y amplifica el comportamiento electromecánico de la muestra ferroeléctrica. Del amplificador lock-in, se obtienen señales de amplitud y fase, que son registradas por la DAQ (paso 4, Figura 5.1). Simultáneamente, las señales de z, píxel, línea y frame son adquiridas por la DAQ, y los datos se guardan en la computadora utilizando el programa GUI de adquisición AFMDAQ (pasos 4 y 5, Figura 5.1). Siguiendo el procedimiento descrito anteriormente, las imágenes de topografía, amplitud de PFM y fase de PFM pueden ser reconstruidas utilizando el software AFMDAQ Visualizer (paso 6, Figura 5.1). Las señales de fase y amplitud de PFM se muestran en la Figura 5.2 a y b.

Las imágenes de topografía y PFM obtenidas son reconstruidas utilizando el software AFMDAQ Visualizer, las cuales se muestran en las Figuras 5.3a, 5.3b y 5.3c. La figura 5.3a revela la baja

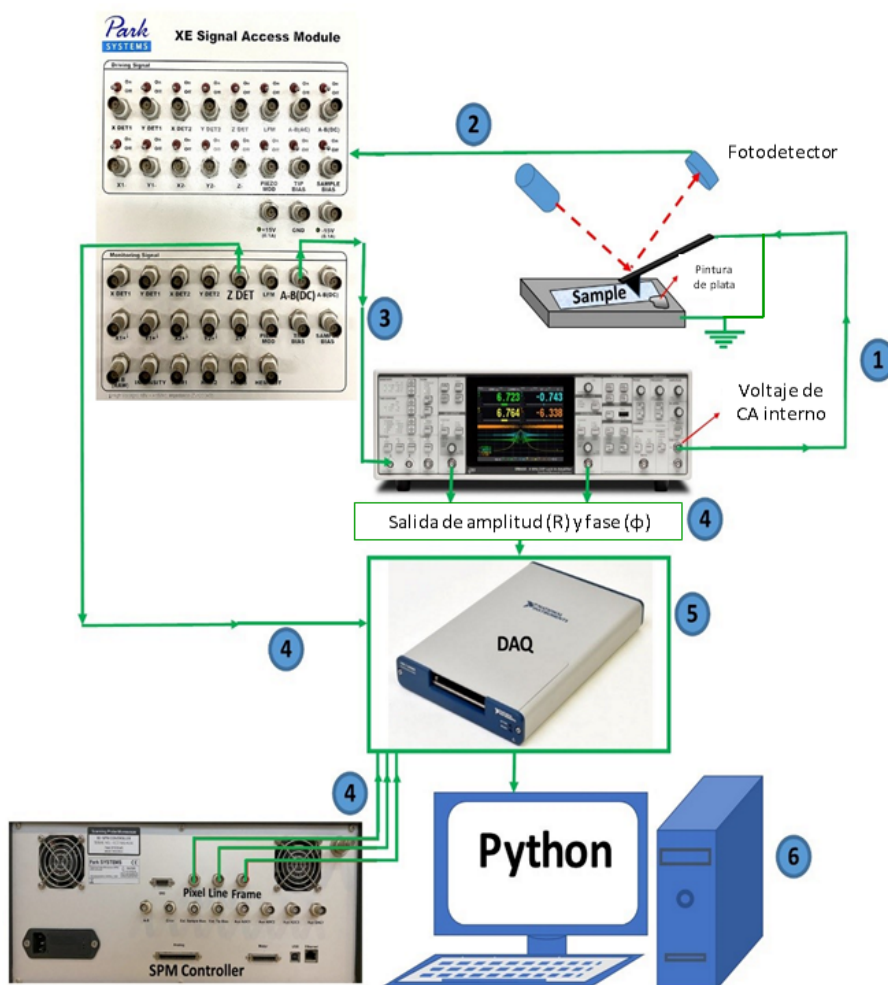


Figura 5.1: Arreglo experimental para llevar a cabo la microscopía de fuerza de piezorrespuesta utilizando una DAQ para adquirir los datos externamente.

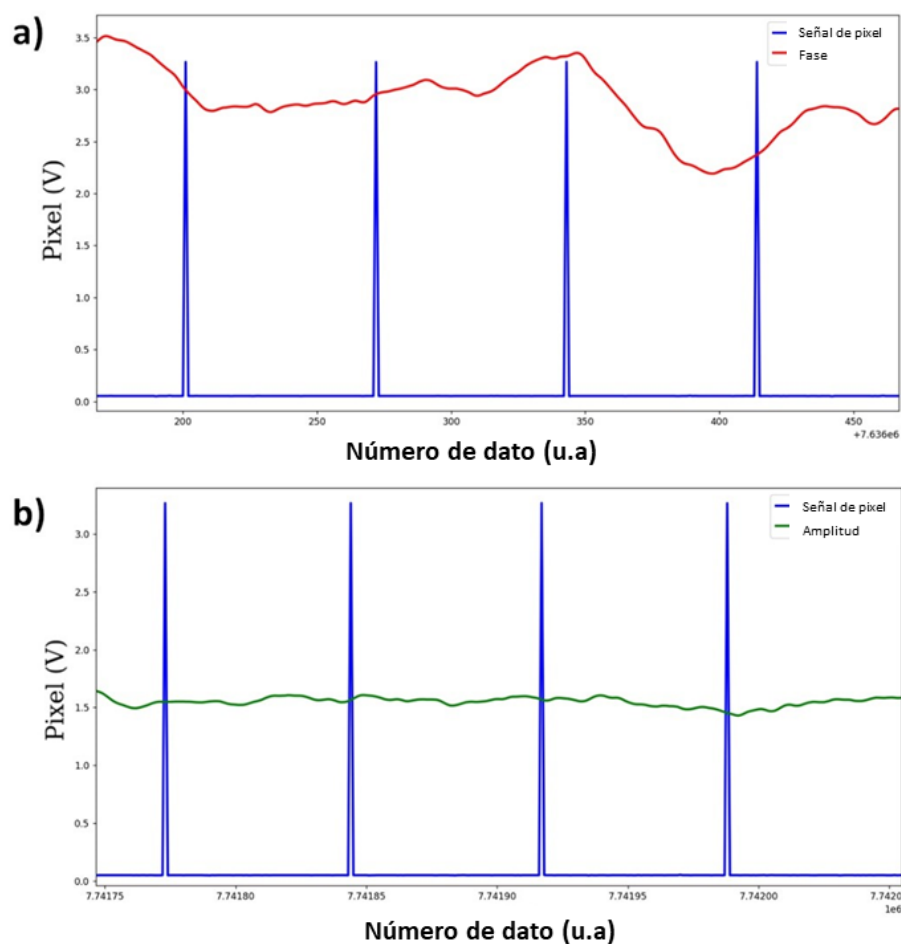


Figura 5.2: Gráfica de los valores de diferentes señales adquiridas con la tarjeta DAQ; en azul se muestra la señal de pixel, mientras que en a) los valores de fase en rojo y b) los de amplitud en verde.

rugosidad de la superficie en la muestra de LiNbO_3 . La amplitud y su perfil muestran las paredes de dominio en la figura 5.3b, mientras que la fase ilustra dos regiones diferentes con polarización opuesta, como se ve en la figura 5.3c.

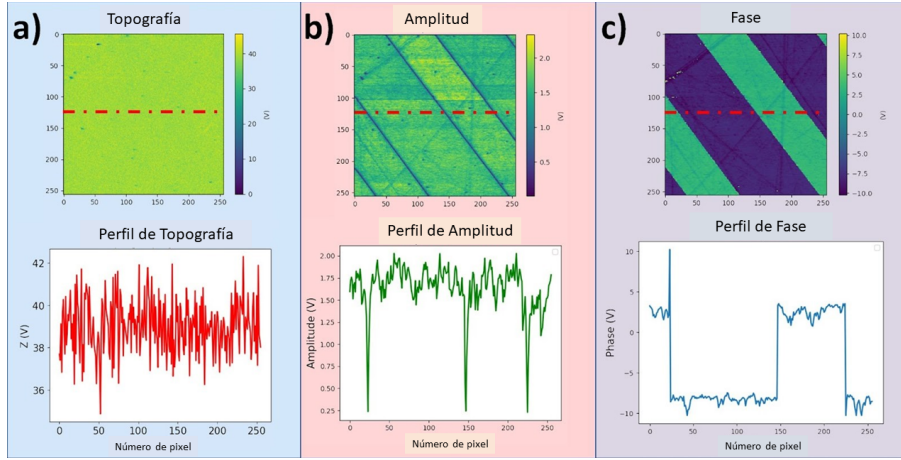


Figura 5.3: Imágenes 2D reconstruidas de a) Topografía b) Amplitud de PFM y, c) Fase de PFM y debajo su respectivo perfil tomado de la línea punteada roja. Datos obtenidos utilizando la configuración de PFM y el procedimiento descrito anteriormente en una muestra ferroeléctrica de referencia periódicamente polarizada de LiNbO_3 .

5.1.2. Mapeo de Fuerza-Volumen

En el modo de fuerza-volumen (FVM), se obtiene una curva de fuerza-distancia píxel por píxel a lo largo del escaneo de la superficie, como se ilustra en la Figura 5.4. En este modo, se evitan las fuerzas laterales o de fricción, lo que permite que el FVM mida la superficie de muestras blandas y obtenga sus propiedades mecánicas. Para preparar la muestra, se colocaron gotas de sangre fresca sobre un portaobjetos de vidrio y se distribuyeron uniformemente utilizando otro portaobjetos de vidrio; inmediatamente después, la muestra puede ser medida.

Para mediciones externas de FVM, es necesario conectar los canales de z (topografía), A-B (deflexión del cantilever), frame, línea y píxel a la DAQ, como se muestra en la Figura 5.5, y utilizando el software de adquisición AFMDAQ.

Siguiendo el procedimiento descrito anteriormente, las imágenes de topografía y fuerza de adhesión de los glóbulos rojos pueden ser reconstruidas utilizando el software AFMDAQ Visualizer. Para la curva de fuerza de adhesión, el valor mínimo se ha calculado en cada píxel como se muestra en la Figura 5.6a. Se pueden observar más detalles de la muestra en la imagen de fuerza de adhesión (Figura 5.6c) al compararla con la topografía (Figura 5.6b). A través de un análisis profundo de los datos, es posible extraer más información de estas curvas de fuerza, como se demuestra en el modo ringing de AFM [2].

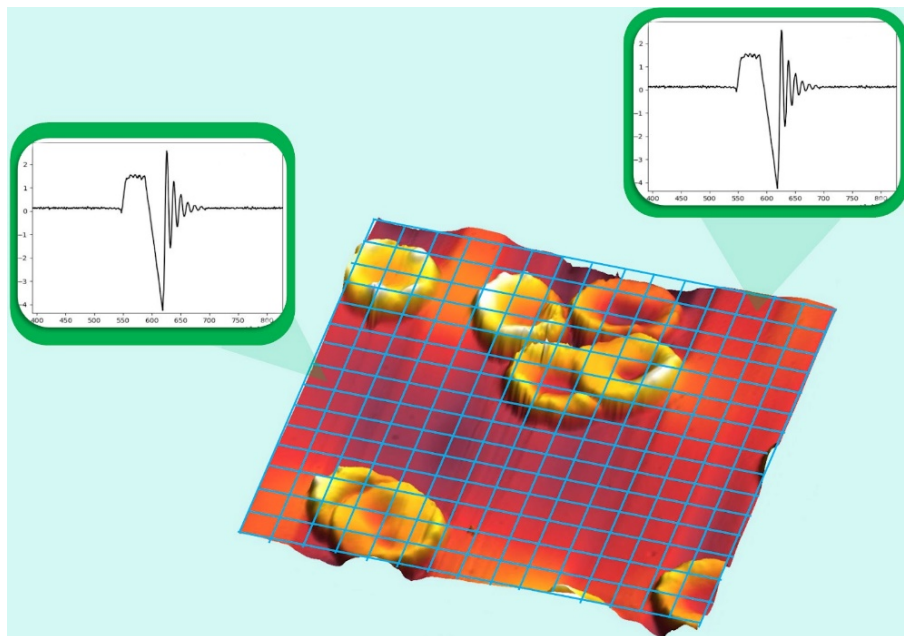


Figura 5.4: Modo de fuerza-volumen del AFM. La gráfica de tiempo contra fuerza se obtiene píxel por píxel en los glóbulos rojos.

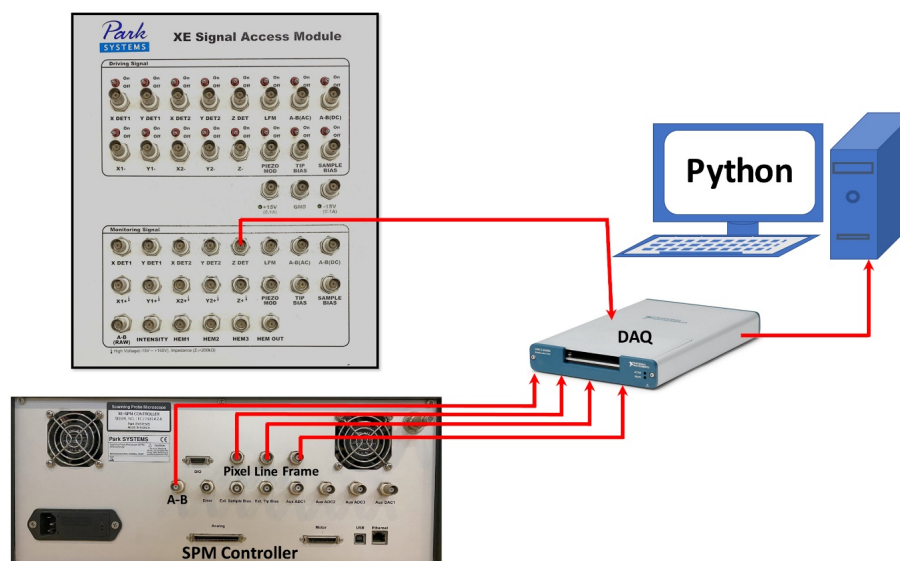


Figura 5.5: Arreglo experimental para el mapeo de fuerza-volumen utilizando una tarjeta de adquisición de datos externa.

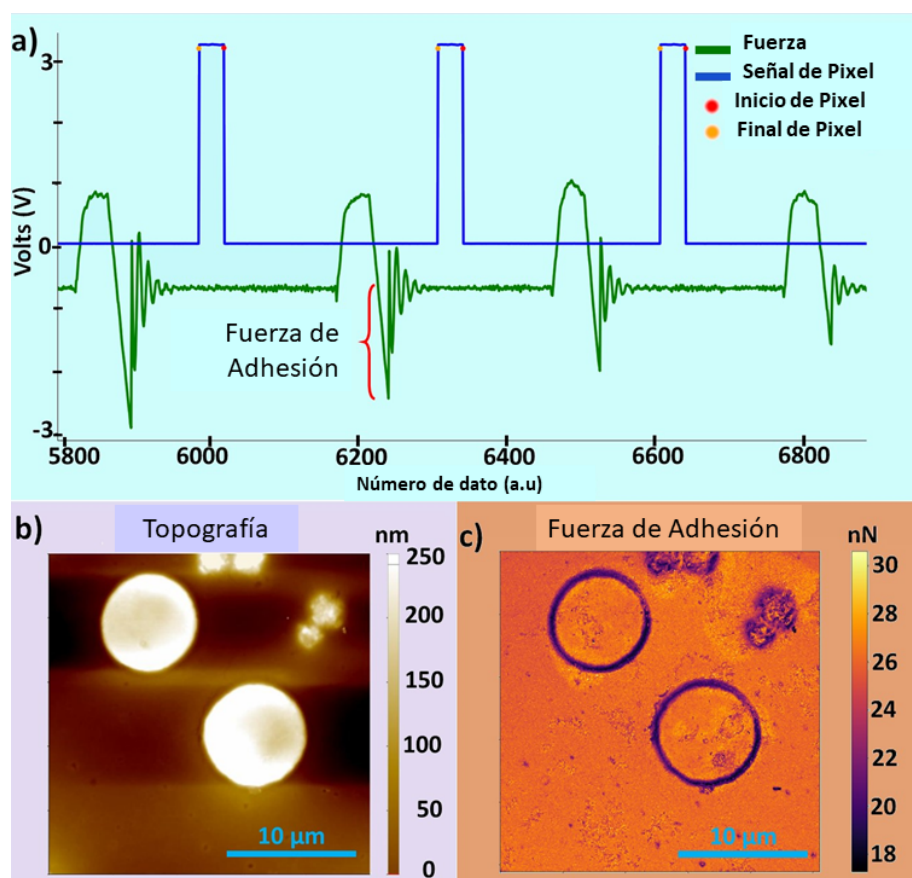


Figura 5.6: Mapeo de fuerza-volumen en una muestra de glóbulos rojos. a) datos crudos de píxeles y fuerza, b) topografía en un área de $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$, y c) fuerza de adhesión obtenida a partir de las curvas de fuerza-tiempo.

5.2. Microscopía de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM)

Como se mencionó en el capítulo 4, en el arreglo experimental para el HB-MFM se añade un elemento piezoeléctrico debajo de la muestra ferromagnética para inducir su vibración. Esto hará que el campo magnético de la muestra oscile a la par, lo cual a su vez generará movimientos en el cantilever magnético. Con esta señal se reconstruirá la configuración de dominios de la muestra. Uno de los objetivos principales de HB-MFM es la medición adecuada de las propiedades magnéticas de las muestras de disco duro y FeNi sin alterarlas y comparar la intensidad de las señales de amplitud y fase entre los métodos de microscopía de fuerza magnética convencional y HB-MFM desarrollado en este trabajo de tesis. Para lograr esta comparación, se obtuvo un perfil de línea de amplitud o fase de la muestra a lo largo de una sección de dominios para tener datos numéricos. Posteriormente, con ayuda de un programa en Python se grafican e identifican los máximos y mínimos, los cuales serán promediados para después hacer la diferencia entre el promedio de los máximos y el promedio de los mínimos. A este valor se le denomina *contraste* de amplitud o fase, y es utilizado en la literatura relacionada a MFM como un parámetro cuantitativo de su resolución [61].

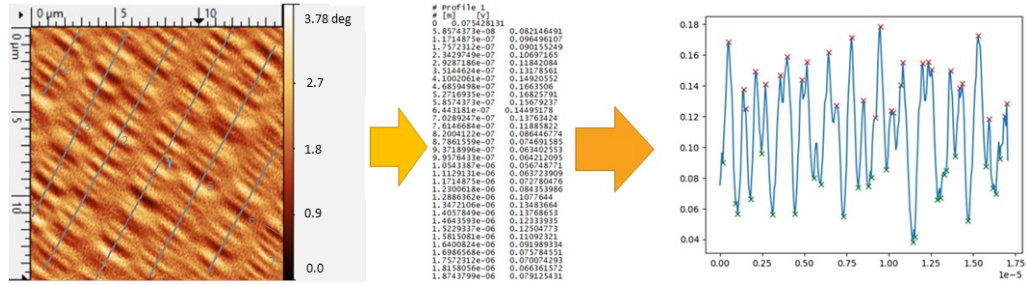


Figura 5.7: Diagrama ejemplificando el proceso de conversión del perfil de línea de la fase de una muestra de disco duro a un archivo de datos numéricos para después ser procesado en Python.

5.2.1. Muestra de Disco Duro

En la figura 5.8 se muestran las mediciones de amplitud (figura 5.8a) y fase (figura 5.8b) del disco duro, obtenidas mediante MFM convencional, las cuales servirán como punto de comparación para las respectivas mediciones con el método HB-MFM. Por otro lado, la topografía (figura 5.8c) solamente pudo ser comparada con la topografía obtenida debido a la frecuencia $f_2 = 455.1$ kHz, procesada por el amplificador lock-in interno del AFM, debido a que no se contaba con el módulo de acceso a señales (SAM) del microscopio XE7 de Park Systems al momento de hacer HB-MFM en ambas muestras. Durante la medición del disco duro en ambos métodos se barrió un área de $15 \times 15 \mu\text{m}$.

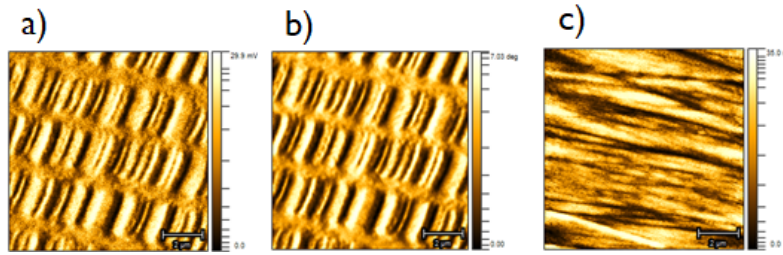


Figura 5.8: Mediciones de a) Amplitud, b) Fase y c) Topografía con MFM convencional en una muestra de Disco Duro.

En la figura 5.9 se despliegan las mediciones de HB-MFM realizadas en el disco duro. En la parte superior, en el rectángulo azul, se engloban la amplitud y fase medidas debido a la primera frecuencia de resonancia del cantiléver, $f_1 = 71.5$ kHz, que fue la señal aplicada al piezoeléctrico externo. Por otro lado, en la parte inferior de la figura 5.9, en el rectángulo rojo se ven las medidas de amplitud, fase y topografía detectadas por la segunda frecuencia de resonancia del cantiléver, $f_2 = 455.1$ kHz, procesadas por el amplificador lock-in interno del AFM. Es notorio que la topografía medida por f_2 presenta más ruido que la medida con MFM convencional (figura 5.8c), esto puede deberse a que el piezoeléctrico externo, al estar oscilando en la segunda frecuencia de resonancia del cantiléver, esté dando medidas mucho más contrastantes de topografía que se expresan como ruido (píxeles de colores muy claros o muy oscuros que son disruptivos ante el relieve de la muestra). Todas estas imágenes son obtenidas simultáneamente, esto debido a que se aplican dos frecuencias de resonancia diferente, por ello el nombre de bimodal al modo desarrollado.

La figura 5.10 muestra el promedio de las diferencias de los máximos y mínimos de fase de los perfiles de línea en la muestra de Disco Duro, donde se aprecia que la magnitud de las medidas de fase obtenidas por f_1 de HB-MFM son mayores en 0.41° que la obtenida por MFM convencional. Por otro lado, en la figura 5.11 se reporta que la amplitud obtenida por f_1 de HB-MFM es 10.95 veces la medida por MFM convencional, es decir, se obtiene una mejor amplitud al realizar la medición mediante la HB-MFM propuesto en este trabajo.

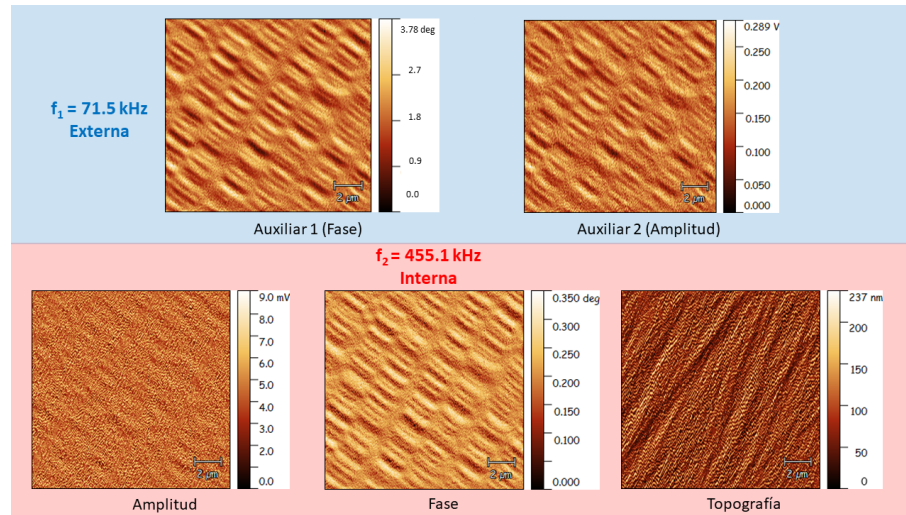


Figura 5.9: Imágenes de las propiedades magnéticas y topográficas de la muestra de Disco Duro. En el rectángulo azul se muestran las medidas adquiridas por la primera frecuencia de resonancia del cantiléver en $f_1 = 71.5$ kHz, frecuencia que fue aplicada al piezoléctrico externo que está debajo de la muestra. En el rectángulo rojo las medidas hechas con la segunda frecuencia de resonancia del cantiléver en $f_2 = 455.1$ kHz, que es la frecuencia aplicada al piezoléctrico interno en el modo MFM convencional.

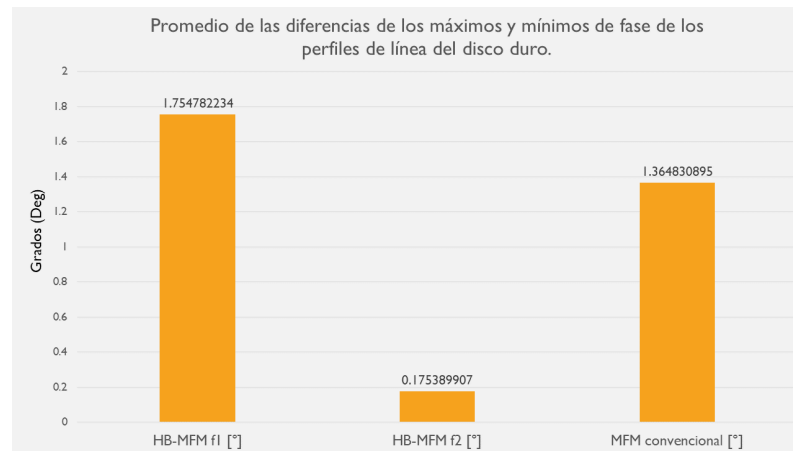


Figura 5.10: Promedio de las diferencias de los máximos y mínimos de fase de los perfiles de línea en la muestra de Disco Duro.

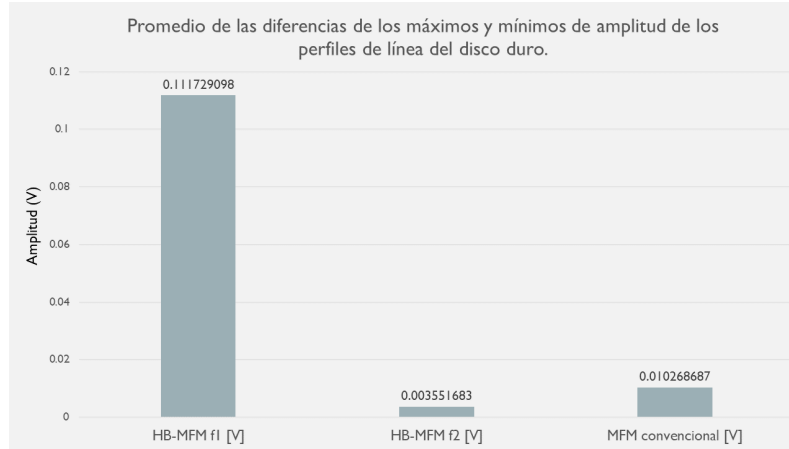


Figura 5.11: Promedio de las diferencias de los máximos y mínimos de amplitud de los perfiles de línea en la muestra de Disco Duro.

5.2.2. Muestra de FeNi

En la figura 5.12 se muestran las mediciones de amplitud (figura 5.12a) y fase (figura 5.12b) de la muestra de FeNi, las cuales servirán como base para la comparación de las respectivas mediciones con HB-MFM. Al igual que en la subsección anterior dedicada a los resultados del disco duro, la topografía (figura 5.8c) solamente fue comparada con la topografía obtenida debido a la frecuencia $f_2 = 455.1$ kHz, procesada por el amplificador lock-in interno del AFM. Durante la medición de la muestra de FeNi con ambos métodos se barrió un área de $30 \times 30 \mu\text{m}$.

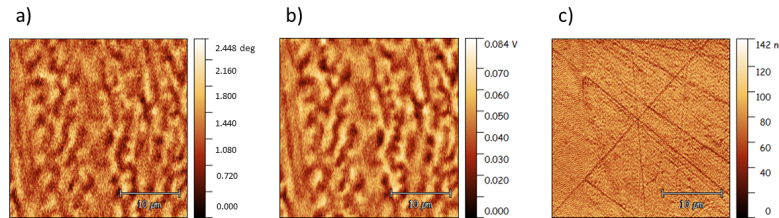


Figura 5.12: Mediciones de a) Amplitud, b) Fase y c) Topografía con MFM convencional en una muestra de FeNi.

En la figura 5.13 se muestran las mediciones de HB-MFM realizadas en la muestra de FeNi. En el rectángulo azul están la amplitud y fase medidas debido a $f_1 = 71.5$ kHz (señal aplicada al piezoelectrico externo). Por otro lado, en el rectángulo rojo de la figura 5.13 se ven las medidas de amplitud, fase y topografía detectadas por la segunda frecuencia, $f_2 = 455.1$ kHz, procesadas por el amplificador lock-in interno del AFM. En cuanto a la topografía, podemos apreciar que la medida con la frecuencia f_2 (aplicando un voltaje CA al piezoelectrico interno del AFM con la frecuencia f_2) no presenta una diferencia de ruido significativa con la topografía obtenida por MFM convencional (figura 5.12c).

Las comparaciones entre MFM convencional (figura 5.12) y HB-MFM (figura 5.13) en la muestra de FeNi, como se muestran en las figuras 5.14 y 5.15 indican que f_1 de HB-MFM ofrece mayor señal de diferencias de fase con respecto a la MFM convencional, superándola en 0.27° . En cuanto a la amplitud, si bien la MFM convencional reporta un mayor contraste entre máximos y mínimos, la diferencia que tiene con respecto a la obtenida con f_2 es muy pequeña, siendo ésta de apenas un 5.36 % de su valor.

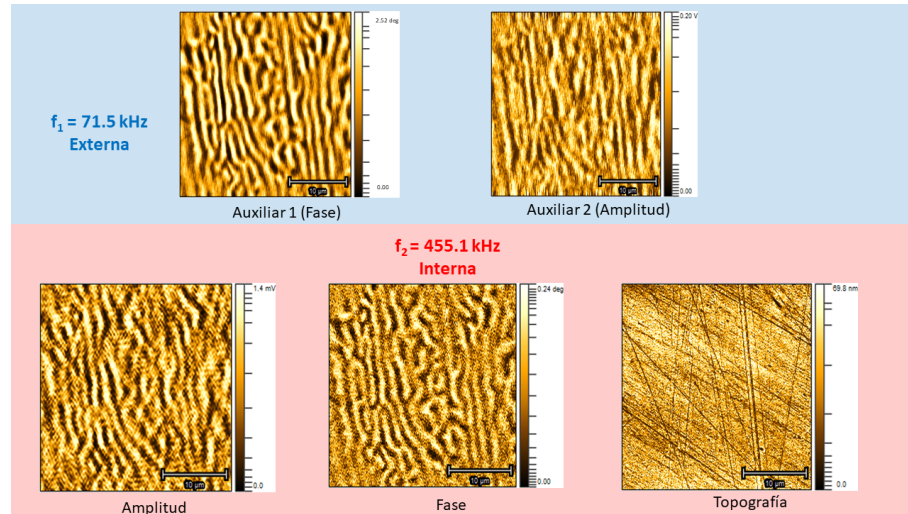


Figura 5.13: Imágenes de las propiedades magnéticas y topográficas de la muestra de FeNi. En el rectángulo azul se muestran las medidas adquiridas por la primera frecuencia de resonancia del cantiléver en $f_1 = 71.5$ kHz. En el rectángulo rojo las medidas hechas con la segunda frecuencia de resonancia del cantiléver en $f_2 = 455.1$ kHz.

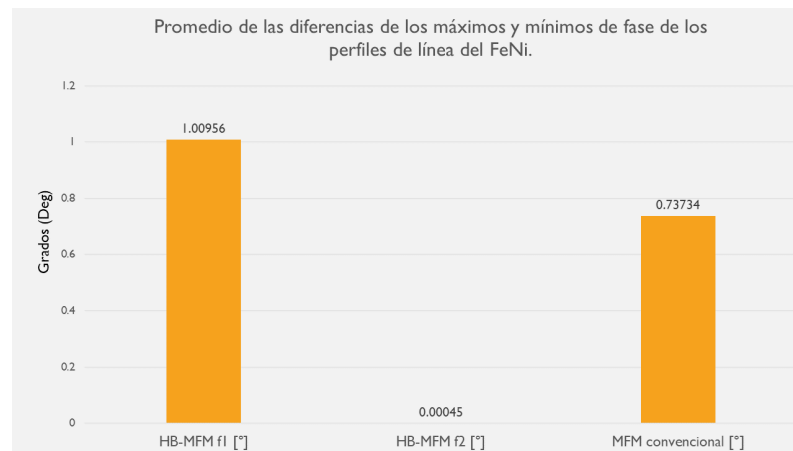


Figura 5.14: Promedio de las diferencias de los máximos y mínimos de fase de los perfiles de línea en la muestra de FeNi.

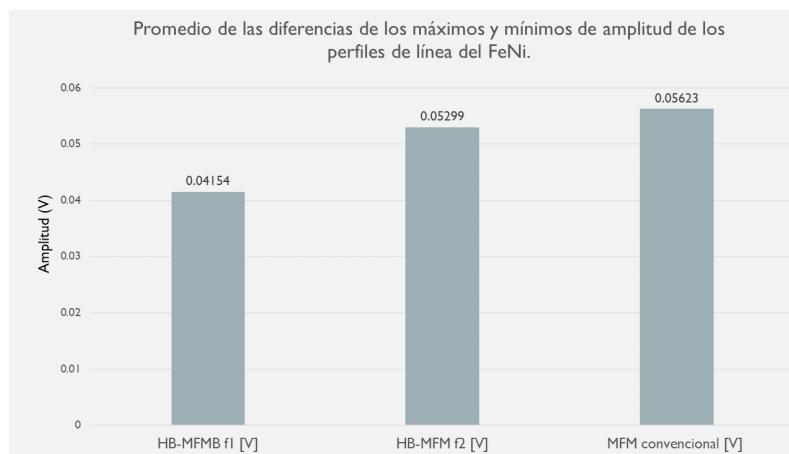


Figura 5.15: Promedio de las diferencias de los máximos y mínimos de amplitud de los perfiles de línea en la muestra de FeNi.

5.3. RT-MFM

Se realizó RT-MFM en la muestra de disco duro en un área de $15 \times 15 \mu\text{m}$ con una resolución de 128×128 píxeles, obteniéndose así un archivo CSV de 1.45 GB, el cual fue procesado en un programa de Python especial para RT-MFM, siguiendo el funcionamiento del algoritmo del *Programa de adquisición de datos* descrito en el capítulo 4. Dentro de cada pixel existe al menos un ciclo de Sync completo, siendo la señal de Sync aquella que indica el inicio y final del recorrido de frecuencias hecho por el generador de funciones; tomándose entonces el primer ciclo de Sync detectado en el rango del pixel. En promedio, los ciclos de Sync contenían 240 índices desde la señal de inicio hasta la señal de fin. Sin embargo, debido a la naturaleza de la tarjeta DAQ portátil discutida previamente, la cantidad de índices puede variar debido a la frecuencia de muestreo, siendo el máximo presente en las mediciones de 242 y el mínimo de 238, conteniendo en todo momento la curva de resonancia barrida. Esto podría implicar un problema al momento de reconstruir las imágenes de amplitud y fase. Para entender esto, supongamos que todos los píxeles menos uno, tienen un barrido de Sync de 240 índices, mientras que el restante tiene 239, faltando entonces una frecuencia de medición representada por el índice faltante. Esto hace que exista una imagen a la cual le falte información en un pixel, siendo entonces una imagen incompleta. Para resolver este problema se tomó la decisión de generar tantas imágenes como el número mínimo de índices presentes en las secciones de Sync completas en los píxeles (es decir, las medidas correspondientes a las diferentes frecuencias en que se hace oscilar a la muestra debido al generador de funciones), siendo en este experimento 238 imágenes.

Cabe destacar que aunque es posible la generación de tal cantidad de imágenes de amplitud y fase, no todas las imágenes tendrán una buena calidad, pues algunas de las frecuencias están muy alejadas del pico de resonancia y de la frecuencia de operación del cantiléver, dando como resultado imágenes donde solo existe ruido.

Con fines de reportar resultados útiles, se filtraron las imágenes que solo presentaban ruido, de tal manera que se presentan en esta sección las imágenes en las cuales el ruido no es predominante.

Al medirse la misma área durante toda la medición de RT-MFM, es posible hacer gráficos como la figura 5.16, donde se muestra de manera resumida la manera en que evolucionan las imágenes conforme las mediciones se acercan o alejan del pico de resonancia. Las figuras 5.16a) y 5.16b) muestran las evoluciones de la fase y amplitud, respectivamente, representadas por secciones delimitadas en rojo, donde cada una de esas secciones es una medida realizada a la frecuencia representada por un número del 1 al 14 en la parte inferior de estas imágenes, siendo la figura 5.16c) donde se encuentra la frecuencia que corresponde a la curva de resonancia, yendo desde la parte izquierda de la curva en el número 1, que son 70.9 kHz y hasta la parte derecha de la curva representada con el número 14, siendo 72.0 kHz. La frecuencia de operación del cantiléver está en las cercanías del punto número 8, correspondiente a 71.5 kHz.

La figura 5.17 muestra cuatro imágenes generadas de la amplitud, en 5.17a), se comienzan a apreciar los dominios magnéticos del disco duro a pesar de existir ruido, en 5.17b), el ruido disminuye y los dominios magnéticos de la parte inferior comienzan a apreciarse mejor, en 5.17c), el ruido es mínimo y se pueden apreciar los dominios magnéticos en toda la superficie de barrido, después en 5.17d), el ruido vuelve, pues la imagen fue obtenida en una frecuencia alejada del pico de resonancia. Las imágenes de las figuras 5.17a), 5.17b), 5.17c) y 5.17d), corresponden a los puntos 1, 5, 9 y 13 de la figura 5.16c).

La figura 5.18 muestra cuatro imágenes generadas de la fase. En la figura 5.18a) se aprecia una imagen con mucho ruido de fondo y valores muy contrastantes. En la figura 5.18b) el ruido disminuye y el contraste entre valores deja de ser tan pronunciado. Después, en la figura 5.18c) deja de existir un contraste significativo entre valores, pero el ruido persiste, notando también en la parte superior una región parcialmente circular que hizo cambiar la fase a valores más bajos. La imagen no parece cambiar de manera significativa en la figura 5.18d), salvo por una ligera variación en la escala de valores, manteniendo presente el ruido presente en las mediciones posteriores como

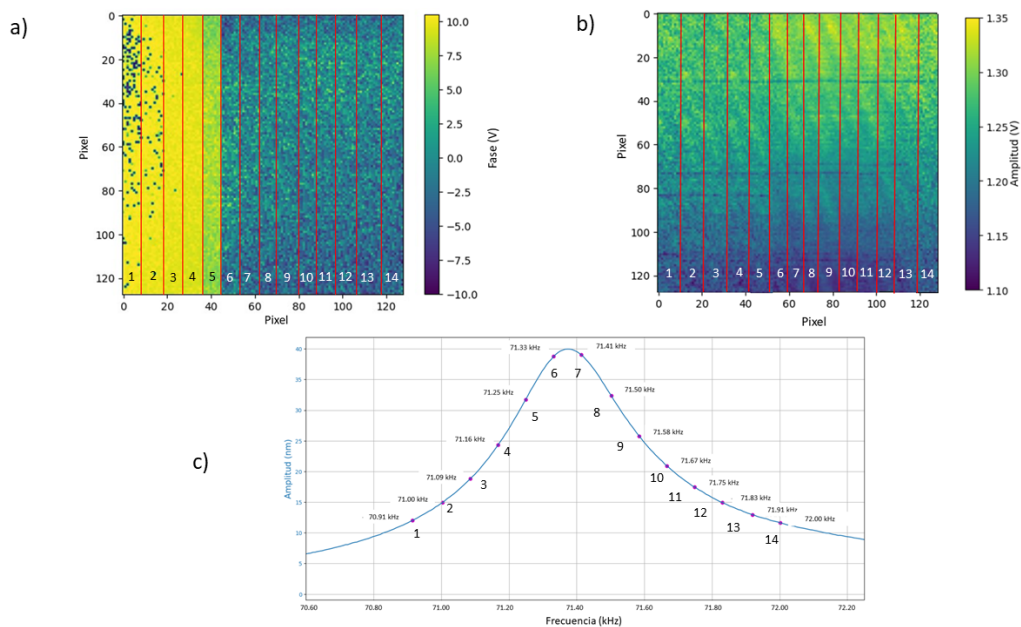


Figura 5.16: Evolución de las imágenes generadas de a) fase y b) amplitud, las líneas rojas delimitan una sección de la imagen generada por las frecuencias enumeradas del 1 al 14, especificadas en la gráfica c) de la curva de resonancia de amplitud del cantiléver.

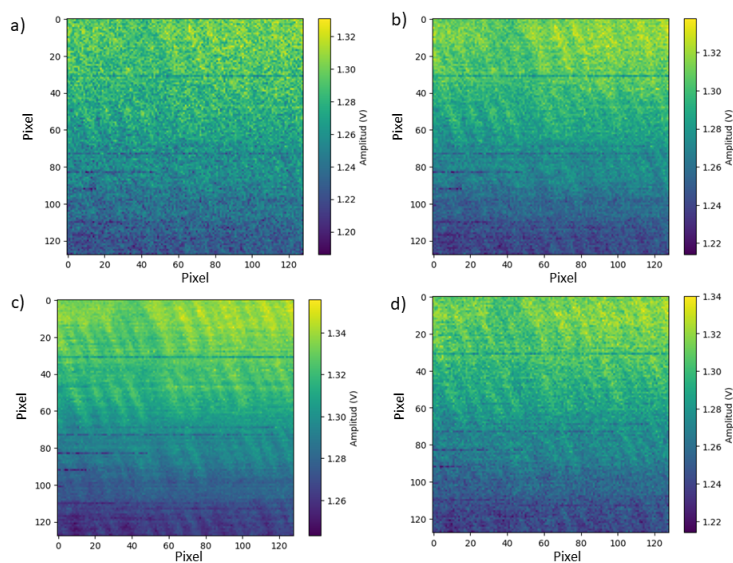


Figura 5.17: Imágenes de amplitud generadas con el programa de Python, correspondientes a las frecuencias de a) 70.91 kHz b) 71.25 kHz c) 71.58 kHz y d) 71.91 kHz

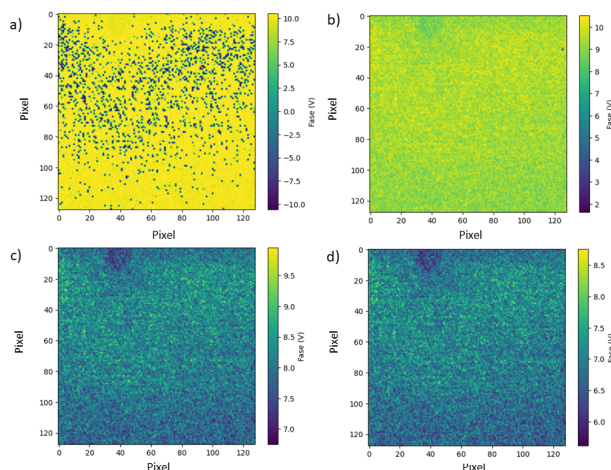


Figura 5.18: Imágenes de fase generadas con el programa de Python, correspondientes a las frecuencias de a) 70.91 kHz b) 71.25 kHz c) 71.58 kHz y d) 71.91 kHz

se aprecia en la figura 5.16. Las imágenes de las figuras 5.18a), 5.18b), 5.18c) y 5.18d), también corresponden a los puntos 1, 5, 9 y 13 de la figura 5.16c), siendo acordes a las mismas frecuencias mostradas en la figura 5.17.

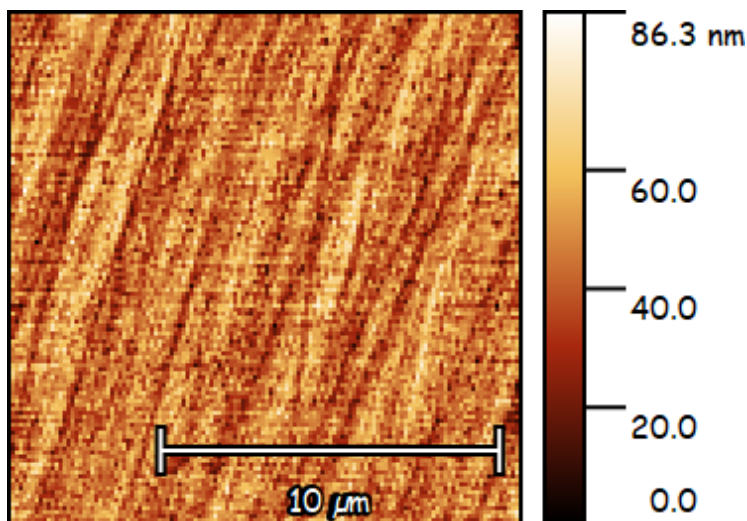


Figura 5.19: Topografía de la superficie del disco duro en un área de 15x15 μm capturada con el método RT-MFM.

Finalmente, en la figura 5.19 se presenta la medición de topografía. Como se explicó en el método de RT-MFM, a diferencia de las imágenes obtenidas de amplitud y fase, la topografía se obtuvo directamente del amplificador lock-in interno del AFM con su respectiva señal de referencia de 71.5 kHz. La calidad de la imagen de topografía se ve afectada debido a la frecuencia del pico de resonancia del cantiléver durante el barrido de frecuencias llevado a cabo en el piezoeléctrico externo ubicado debajo de la muestra.

Capítulo 6

Conclusiones

Se ha establecido un procedimiento detallado para adquirir y procesar los datos necesarios para construir imágenes de topografía utilizando AFM. Este proceso implica utilizar una tarjeta de adquisición externa para recopilar los datos necesarios. Además, se ha demostrado la versatilidad de este procedimiento en la construcción de imágenes que representan propiedades físicas como dominios ferroeléctricos y paredes de dominio utilizando PFM, así como imágenes de fuerza de adhesión derivadas del análisis de curvas de fuerza-distancia. Se presentaron los programas de análisis AFM-DAQ Acquisition y AFMDAQ Visualizer desarrollados en Python. Es importante destacar que el procedimiento y software descritos en este trabajo son adaptables para el desarrollo e implementación de nuevas microscopías externas en diversos sistemas AFM. Los archivos CSV de datos crudos obtenidos a través de la tarjeta de adquisición externa siguen un formato estándar, facilitando la comparación de resultados entre diferentes sistemas AFM. Además, la metodología desarrollada aquí sirve como una herramienta educativa, ofreciendo a los nuevos usuarios información sobre el funcionamiento intrincado de AFM. Este trabajo contribuye a la comprensión y aplicación más amplias de AFM en diversos contextos científicos e ingenieriles al proporcionar un marco integral para la adquisición y análisis de datos.

Por otro lado, se desarrolló una nueva metodología para excitar el cantiléver magnético durante las mediciones de microscopia de fuerza magnética (MFM), esta nueva técnica fue nombrada Microscopia de fuerza magnética bimodal híbrida (HB-MFM). Comparando las imágenes de los dominios magnéticos de la muestra de referencia (disco duro) obtenidas mediante MFM convencional y HB-MFM podemos ver que las mediciones mediante HB-MFM presentan una mayor diferencia de fase y amplitud, por lo que se obtiene una mejor caracterización de los dominios magnéticos. Resultados similares se obtuvieron al medir una muestra no ideal como la de FeNi.

El método de HB-MFM demostró ser efectivo para medir con precisión la amplitud y fase en las muestras de disco duro y FeNi. Esto indica la capacidad de excitar el cantilever del AFM para vibrar a una frecuencia de resonancia diferente a la generada por el piezoeléctrico interno del AFM, utilizando el campo magnético inherente de la muestra. Este enfoque elimina la necesidad de emplear un campo magnético externo para realizar MFM bimodal, demostrando así su capacidad no destructiva para evaluar las propiedades magnéticas de los materiales.

Adicionalmente, se propuso un método en el cual se excita un piezoeléctrico externo que se encuentra debajo de la muestra y esta excitación se realiza en un rango de frecuencias de manera que se cubre una de las frecuencias de resonancia del cantiléver, este método es llamado microscopia de fuerza magnética con seguimiento de la resonancia (Resonance Tracking Magnetic Force Microscopy, RT-MFM). Con esta técnica es posible ampliar la capacidad de caracterización de las propiedades magnéticas de materiales a escala nanométrica. En este trabajo se presentaron las bases para seguir desarrollando la técnica de RT-MFM.

6.0.1. Perspectivas a futuro

La implementación de la metodología detallada para adquirir y procesar datos de AFM externamente, utilizando una tarjeta de adquisición externa y los programas AFMDAQ Acquisition y AFMDAQ Visualizer, no solo otorga versatilidad a los métodos actuales de AFM, sino que también abre la puerta a la creación de nuevas técnicas de microscopía y análisis de datos en sistemas AFM existentes. La adaptabilidad de este software y procedimiento permitirá a los investigadores desarrollar microscopías personalizadas que se ajusten a sus necesidades específicas, fomentando la innovación y el descubrimiento en la caracterización de materiales.

La introducción de la Microscopia de Fuerza Magnética Bimodal Híbrida (HB-MFM) y la Microscopia de Fuerza Magnética con Seguimiento de la Resonancia (RT-MFM) promueve futuras investigaciones que expandan las fronteras de la MFM. Si se retoman estas investigaciones en el futuro, sería posible integrar en un solo procedimiento los métodos descritos en este trabajo, obteniendo así una técnica con fundamentos de bimodalidad con seguimiento de resonancia.

Apéndice

6.1. Trabajos presentados.



Figura 6.1: Constancia de participación en el Symposium of Nanoscience and Nanomaterials 2024, celebrado en Ensenada, Baja California



Figura 6.2: Constancia de participación en el LXVI Congreso Nacional de Física del año 2023, celebrado en Morelia, Michoacán

**AFMDAQ Visualizer: Software and guide to reconstruct and analyze images
with raw external data acquisition from the atomic force microscopies**

David Fernandez Brito¹, Eduardo Antonio Murillo Bracamontes^{2*}, Christian Ivan Enriquez
Flores³, Jose Juan Gervacio Arciniega^{4**}

¹Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Puebla, México

²Centro de Nanociencias y Nanotecnología, Universidad Nacional Autónoma de México, Ensenada, México.

³TECNM campus Querétaro, Av. Tecnológico s/n esq. Gral. Mariano Escobedo. Colonia Centro Histórico C.P. 76000,
Querétaro, Qro.

⁴CONAHCYT-Facultad de Ciencias Físico Matemáticas, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Puebla, México

*emurillo@ens.cnyn.unam.mx

**jjgervacio@fcfm.buap.mx

Abstract

Atomic force microscopy (AFM) serves as a versatile tool widely employed for the micro- and nanoscale characterization of materials, offering valuable insights into their morphology and physical properties. Despite the proposal of numerous new AFM technologies each year, engineers and researchers encounter a primary challenge in the efficient external acquisition of data and subsequent image reconstruction. Additionally, most AFM users are constrained to analyzing images provided by commercial scanning probe microscopes. However, by acquiring real raw data from the AFM, comprehensive studies of topography and physical properties become feasible. This paper presents a comprehensive guide to external

1

Figura 6.3: Artículo escrito sobre la adquisición externa de datos de AFM.

Bibliografía

- [1] G. Binnig, C. F. Quate, and Ch. Gerber. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56:930–933, Mar 1986.
- [2] M. E. Dokukin and I. Sokolov. Nanoscale compositional mapping of cells, tissues, and polymers with ringing mode of atomic force microscopy. *Scientific Reports*, 7(1), September 2017.
- [3] Qibin Zeng, Celine Sim, Anna Marie Yong, Hui Kim Hui, Yunjie Chen, Lei Zhang, Chee Kiang Ivan Tan, Huajun Liu, and Kaiyang Zeng. Emerging multi-frequency surface strain force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 133(4), January 2023.
- [4] Eduardo A. Murillo-Bracamontes, Juan J. Gervacio-Arciniega, Edgar Cruz-Valeriano, Christian I. Enríquez-Flores, Martha A. Palomino-Ovando, José M. Yañez-Limón, Jesús M. Siqueiros, and M. Paz Cruz. Contact resonance frequencies and their harmonics in scanning probe microscopy. *IET Science, Measurement & Technology*, 15(5):419–426, February 2021.
- [5] Denis Alikin, Violetta Safina, Alexander Abramov, Boris Slautin, Vladimir Shur, Anatoly Pavlenko, and Andrei Kholkin. Defining ferroelectric characteristics with reversible piezo-response: Pund switching spectroscopy pfm characterization. *Nanotechnology*, 35(17):175702, February 2024.
- [6] U. Rabe, S. Amelio, E. Kester, V. Scherer, S. Hirsekorn, and W. Arnold. Quantitative determination of contact stiffness using atomic force acoustic microscopy. *Ultrasonics*, 38(1–8):430–437, March 2000.
- [7] C I Enriquez-Flores, J J Gervacio-Arciniega, E Cruz-Valeriano, P de Urquijo-Ventura, B J Gutierrez-Salazar, and F J Espinoza-Beltran. Fast frequency sweeping in resonance-tracking spm for high-resolution afam and pfm imaging. *Nanotechnology*, 23(49):495705, nov 2012.
- [8] Y. Martin and H. K. Wickramasinghe. Magnetic imaging by “force microscopy” with 1000 Å resolution. *Applied Physics Letters*, 50(20):1455–1457, 05 1987.
- [9] Tomás R. Rodríguez and Ricardo García. Compositional mapping of surfaces in atomic force microscopy by excitation of the second normal mode of the microcantilever. *Applied Physics Letters*, 84(3):449–451, 01 2004.
- [10] Jason W. Li, Jason P. Cleveland, and Roger Proksch. Bimodal magnetic force microscopy: Separation of short and long range forces. *Applied Physics Letters*, 94(16):163118, 04 2009.
- [11] Dongzi Liu, Kangxin Mo, Xidong Ding, Liangbing Zhao, Guocong Lin, Yueli Zhang, and Dihui Chen. Secondary resonance magnetic force microscopy using an external magnetic field for characterization of magnetic thin films. *Applied Physics Letters*, 107(10):103110, 09 2015.
- [12] David Nečas and Petr Klapetek. Gwyddion: an open-source software for spm data analysis. *Open Physics*, 10(1):181–188, December 2011.

- [13] I. Horcas, R. Fernández, J. M. Gómez-Rodríguez, J. Colchero, J. Gómez-Herrero, and A. M. Baro. WSXM: A software for scanning probe microscopy and a tool for nanotechnology. *Review of Scientific Instruments*, 78(1), January 2007.
- [14] Charles Kittel and Paul McEuen. *Introduction to solid state physics*. John Wiley & Sons, 2005.
- [15] J. H. Van Vleck. A survey of the theory of ferromagnetism. *Rev. Mod. Phys.*, 17:27–47, Jan 1945.
- [16] L. Landau and E. Lifshits. Special issue. *Ukrainian Journal of Physics*, 53:14–22, 2008.
- [17] R. Becker and W. Döring. *Ferromagnetismus*. Springer Berlin Heidelberg, 1939.
- [18] William F Brown Jr. Virtues and weaknesses of the domain concept. *Reviews of Modern Physics*, 17(1):15, 1945.
- [19] F. Bitter, T.D. Yensen, and F. Zwicky. *Introduction to Ferromagnetism*. International Series in Physics - McGraw-Hill. McGraw-Hill, 1937.
- [20] W. C. Elmore. The magnetic structure of iron crystals. *Phys. Rev.*, 62:486–493, Nov 1942.
- [21] K. J. Sixtus and L. Tonks. Propagation of large barkhausen discontinuities. *Phys. Rev.*, 37:930–958, Apr 1931.
- [22] Arunima Rajan and Niroj Kumar Sahu. Review on magnetic nanoparticle-mediated hyperthermia for cancer therapy. *Journal of Nanoparticle Research*, 22(11), October 2020.
- [23] Gernot Friedbacher and Harald Fuchs. Classification of scanning probe microscopies. *Pure and Applied Chemistry*, 71(7):1337–1357, 1999.
- [24] Franz J. Giessibl. Advances in atomic force microscopy. *Rev. Mod. Phys.*, 75:949–983, Jul 2003.
- [25] D. Sarid. *Scanning Force Microscopy: With applications to electric, magnetic and atomic forces*. Oxford University Press, 1994.
- [26] John Paul Pineda, Gabriela Mendoza, Cathy Lee, Byong Kim, et al. High resolution imaging of particles dispersed in polymeric matrix by true non-contact™ mode atomic force microscopy. *NanoScientific Magazine*, 18:13–15, 2020.
- [27] D. Rugar, H. J. Mamin, P. Guethner, S. E. Lambert, J. E. Stern, I. McFadyen, and T. Yogi. Magnetic force microscopy: General principles and application to longitudinal recording media. *Journal of Applied Physics*, 68(3):1169–1183, 08 1990.
- [28] Nery M. Aguilar, F. Arteaga-Cardona, M.E. de Anda Reyes, J.J. Gervacio-Arciniega, and U. Salazar-Kuri. Magnetic bioplastics based on isolated cellulose from cotton and sugarcane bagasse. *Materials Chemistry and Physics*, 238:121921, 2019.
- [29] O. Kazakova, R. Puttock, C. Barton, H. Corte-León, M. Jaafar, V. Neu, and A. Asenjo. Frontiers of magnetic force microscopy. *Journal of Applied Physics*, 125(6):060901, 02 2019.
- [30] S. S. Lee and Richard M. White. Self-excited piezoelectric cantilever oscillators. *Proceedings of the International Solid-State Sensors and Actuators Conference - TRANSDUCERS '95*, 1:417–420, 1995.
- [31] U. Rabe, M. Kopycinska-Müller, and S. Hirsekorn. *Atomic Force Acoustic Microscopy*, page 123–153. Springer Berlin Heidelberg, October 2012.

- [32] Elisabeth Soergel. Piezoresponse force microscopy (pfm). *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(46):464003, November 2011.
- [33] David Halliday. *Fundamentals of physics: Chapters 21-44*. John Wiley & Sons, Nashville, TN, 8 edition, May 2007.
- [34] P. Grütter, H. J. Mamin, and D. Rugar. *Magnetic Force Microscopy (MFM)*, page 151–207. Springer Berlin Heidelberg, 1992.
- [35] Paul Bryant, S. Schultz, and D. R. Fredkin. Modeling the behavior of the magnetic force microscope. *Journal of Applied Physics*, 69(8):5877–5879, 04 1991.
- [36] S. L. Tomlinson and A. N. Farley. Micromagnetic model for magnetic force microscopy tips. *Journal of Applied Physics*, 81(8):5029–5031, April 1997.
- [37] A. Wadas and P. Grütter. Theoretical approach to magnetic force microscopy. *Phys. Rev. B*, 39:12013–12017, Jun 1989.
- [38] Thomas Häberle, Felix Haering, Holger Pfeifer, Luyang Han, Barat Achinuq, Ulf Wiedwald, Ulrich Herr, and Berndt Koslowski. Towards quantitative magnetic force microscopy: theory and experiment. *New Journal of Physics*, 14(4):043044, April 2012.
- [39] I. A. Abrikosov, A. E. Kissavos, F. Liot, B. Alling, S. I. Simak, O. Peil, and A. V. Ruban. Competition between magnetic structures in the fe rich fcc feni alloys. *Physical Review B*, 76(1), July 2007.
- [40] Abdullah Al Mamun, GuoXiao Guo, and Chao Bi. Hard disk drive: Mechatronics and control, December 2017.
- [41] Antonio Arnau Vives, editor. *Piezoelectric Transducers and Applications*. Springer Berlin Heidelberg, 2004.
- [42] J. Mertz, O. Marti, and J. Mlynek. Regulation of a microcantilever response by force feedback. *Applied Physics Letters*, 62:2344–2346, 1993.
- [43] V. Caciuc, H. Hölscher, S. Blügel, and H. Fuchs. Atomic-scale sharpening of silicon tips in noncontact atomic force microscopy. *Physical review letters*, 96 1:016101, 2006.
- [44] S. Alotaibi, Joshua Samba, S. Pokharel, Y. Lan, Kelechi Uradu, A. Afolabi, Ilyas Unlu, G. Basnet, K. Aslan, B. Flanders, A. Lisfi, and Birol Ozturk. Individually grown cobalt nanowires as magnetic force microscopy probes. *Applied physics letters*, 112 9:092401, 2018.
- [45] J. Afzali and S. S. Hassani. Magnetic force microscopy using fabricated cobalt-coated carbon nanotubes probes. *Iranian Chemical Communication*, 3:266–275, 2015.
- [46] John H. Scofield. Frequency-domain description of a lock-in amplifier. *American Journal of Physics*, 62(2):129–133, February 1994.
- [47] Daniele D. Caviglia, Alessandro De Gloria, Giuliano Donzellini, Giancarlo Parodi, and Domenico Ponta. Design and construction of an arbitrary waveform generator. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 32(3):398–403, September 1983.
- [48] Ciro Moreno, Alejandro González, José Luis Olazagoitia, and Jordi Vinolas. The acquisition rate and soundness of a low-cost data acquisition system (lc-daq) for high frequency applications. *Sensors*, 20(2):524, January 2020.
- [49] Shanghua Gao, Bing Xue, Jiang Li, Zhan Lin, Yang Chen, and Xiaoyi Zhu. High-resolution data acquisition technique in broadband seismic observation systems. *Sci. China Technol. Sci.*, 59(6):961–972, June 2016.

- [50] Kai Chen, Hucheng Chen, Jin Huang, Francesco Lanni, Shaochun Tang, and Weihao Wu. A generic high bandwidth data acquisition card for physics experiments. *IEEE Trans. Instrum. Meas.*, 69(7):4569–4577, July 2020.
- [51] Georg E Fantner, Paul Hegarty, Johannes H Kindt, Georg Schitter, Geraldo A G Cidade, and Paul K Hansma. Data acquisition system for high speed atomic force microscopy. *Rev. Sci. Instrum.*, 76(2):026118, February 2005.
- [52] Paweł Jurgielewicz, Tomasz Fiutowski, Ewa Kublik, Andrzej Skoczeń, Małgorzata Szypulska, Piotr Wiącek, Paweł Hottowy, and Bartosz Mindur. Modular data acquisition system for recording activity and electrical stimulation of brain tissue using dedicated electronics. *Sensors (Basel)*, 21(13):4423, June 2021.
- [53] Paul Müller, Shada Abuhattum, Stephanie Möllmert, Elke Ulbricht, Anna V Taubenberger, and Jochen Guck. Nanite: Using machine learning to assess the quality of atomic force microscopy-enabled nano-indentation data. *BMC Bioinformatics*, 20(1):465, September 2019.
- [54] Javier López-Alonso, Mar Eroles, Sébastien Janel, Massimiliano Berardi, Jean-Luc Pellequer, Vincent Dupres, Frank Lafont, and Felix Rico. PyFMLab: Open-source software for atomic force microscopy microrheology data analysis. *Open Res. Eur.*, 3:187, October 2023.
- [55] Paweł Hermanowicz, Michał Sarna, Kvetoslava Burda, and Halina Gabryś. AtomicJ: an open source software for analysis of force curves. *Rev. Sci. Instrum.*, 85(6):063703, June 2014.
- [56] Joseph G Beton, Robert Moorehead, Luzie Helfmann, Robert Gray, Bart W Hoogenboom, Agnel Praveen Joseph, Maya Topf, and Alice L B Pyne. TopoStats - a program for automated tracing of biomolecules from AFM images. *Methods*, 193:68–79, September 2021.
- [57] Christian Schou Oxvig, Patrick Steffen Pedersen, Thomas Arildsen, Jan Østergaard, and Torben Larsen. Magni: A python package for compressive sampling and reconstruction of atomic force microscopy images. *J. Open Res. Softw.*, 2, October 2014.
- [58] Guoqiang Han, Luyao Lv, Gaopeng Yang, and Yixiang Niu. Super-resolution AFM imaging based on compressive sensing. *Appl. Surf. Sci.*, 508(145231):145231, April 2020.
- [59] Romain Amyot, Arin Marchesi, Clemens M Franz, Ignacio Casuso, and Holger Flechsig. Simulation atomic force microscopy for atomic reconstruction of biomolecular structures from resolution-limited experimental images. *PLoS Comput. Biol.*, 18(3):e1009970, March 2022.
- [60] Python TM. Python programming language. <https://www.python.org/>. Consultado: 26-03-2024.
- [61] D. Passeri, C. Dong, L. Angeloni, F. Pantanella, T. Natalizi, F. Berlutti, C. Marianecchi, F. Ciccarello, and M. Rossi. Thickness measurement of soft thin films on periodically patterned magnetic substrates by phase difference magnetic force microscopy. *Ultramicroscopy*, 136:96–106, January 2014.