



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO

CENTRO DE NANOCIENCIAS Y NANOTECNOLOGÍA

MICROSCOPIA ACÚSTICA DE FUERZA
ATÓMICA PARA LA CARACTERIZACIÓN
CUALITATIVA DE PROPIEDADES
MECÁNICAS DEL NITINOL.

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

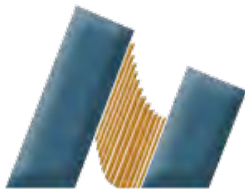
Licenciado en Nanotecnología

PRESENTA:

Jairo Adalberto Ramírez Sarabia

TUTOR:

Dr. José Juan Gervacio Arciniega



Ensenada B.C., 2017



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Para Yareth, Maythe y Jaime.

Reconocimientos

A mis padres por apoyarme incondicionalmente siempre. De verdad, son de lo mejor.

A mi hermana que siempre me inspira.

A Lisette, gracias por todo.

A la UNAM, al CNyN y a todos mis amigos que han hecho esta historia un capítulo inolvidable en mi vida. A Omar, Iván, Diana, Soto, Emiliano, Misael, David, Karia, Gisela, Itzel, Ana, Mónica, Laura, Víctor y Teresa. Les debo más que estas líneas.

Al Dr. Eduardo Antonio Murillo Bracamontes y al Dr. José Juan Gervacio Arciniega por guiar este trabajo, por el tiempo invertido, por el apoyo y toda la paciencia.

A mis sinodales.

Al M. en C. Edgar Cruz Valeriano por su ayuda en las mediciones AFAM en CINVESTAV Querétaro.

A los proyectos PAPIME-UNAM PE109917, PAPIIT-UNAM IN109016, IN105317, y CONACYT-FORDECY 272894 Y CONACYT 280309 y 282778, por el apoyo en la compra del equipo utilizado.

Declaración de autenticidad

Hago constar que el trabajo que presento es de mi autoría y que todas las ideas, citas textuales, datos, ilustraciones, gráficas, etc. sacados de cualquier obra o debidas al trabajo de terceros, han sido debidamente identificados y citados en el cuerpo del texto y en la bibliografía y acepto que en caso de no respetar lo anterior puedo ser sujeto de sanciones universitarias.

Afirmo que el material presentado no se encuentra protegido por derechos de autor y me hago responsable de cualquier reclamo relacionado con la violación de derechos de autor.

Jairo Adalberto Ramírez Sarabia. Ensenada B.C., 2017

Resumen

En esta tesis se presenta un estudio realizado con Microscopía Acústica de Fuerza Atómica (AFAM por sus siglas en inglés). Se propuso un método para la realización de AFAM y se probó la efectividad de la técnica para detectar cambios locales en la dureza de un material. Las mediciones se realizaron sobre muestras de alambre de Nitinol, de las cuales se obtuvieron resultados cualitativos. A una de las muestras se le aplicó corriente directa para llevar al Nitinol hasta la temperatura de transición de fase cristalina y así promover un cambio en su estructura cristalina. De esta forma fue posible estudiar el comportamiento de la frecuencia de resonancia del sistema cantiléver-muestra en dos estados distintos. El AFAM se implementó usando un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM por sus siglas en inglés) en modo contacto, un amplificador lock-in para comparar cambios en la fase y la amplitud, un generador de funciones y un sistema de adquisición de datos (DAQ por sus siglas en inglés). También se programó una rutina en Matlab para manipular, procesar y visualizar los datos. Este arreglo experimental permitió obtener espectros de resonancia e imágenes acústicas; resultados con los cuales se describió cualitativamente la dureza local del material. Se demostró que se puede disponer de una plataforma para la caracterización de materiales mediante AFAM.

Índice general

Índice de figuras	x
Índice de tablas	xi
1. Introducción	1
1.1. Propiedades elásticas en nanomateriales	1
1.2. Técnicas de caracterización	2
1.3. Microscopía acústica de fuerza atómica (AFAM)	2
1.4. Motivación	3
2. Antecedentes	4
2.1. Historia de AFAM	4
2.2. AFAM en películas delgadas	5
2.3. AFAM en Nitinol	5
2.4. Hipótesis	8
2.5. Objetivo general	8
2.6. Objetivos particulares	8
3. Metodología	9
3.1. Caracterización eléctrica	9
3.2. Preparación de la muestra	10
3.3. Adecuación del AFM en AFAM	11
3.3.1. Arreglo experimental para mediciones puntuales	12
3.3.2. Arreglo experimental para la adquisición de imágenes acústicas	13
3.4. Procesamiento de imágenes acústicas	13
3.5. Mediciones AFAM sobre Nitinol	14
4. Análisis de los resultados	16
4.1. Caracterización eléctrica	16
4.2. Mediciones AFAM sobre Nitinol	17

4.2.1. Arreglo A. Mediciones puntuales	17
4.2.2. Arreglo A. Imágenes acústicas	19
4.2.3. Arreglo B. Imágenes acústicas	21
5. Conclusiones	24
A. Microscopio de fuerza atómica	25
B. Amplificador Lock-in	29
C. Código de Matlab para procesamiento de imágenes acústicas	30
Bibliografía	35

Índice de figuras

1.1. Arreglo simplificado del AFAM	3
3.1. Esquema de la conexión del alambre de Nitinol con el SourceMeter	10
3.2. Arreglo con piezoeléctrico y muestra de Nitinol con cables de conexión para inyectar corriente	11
3.3. Arreglo con piezoeléctrico y muestras de Nitinol con distintas fases cristalinas	12
3.4. Arreglo experimental para mediciones puntuales	12
3.5. Arreglo experimental para hacer imágenes acústicas de AFAM . .	13
3.6. Diagrama de flujo para obtener imagen acústica	15
4.1. Espectro de la amplitud de la resonancia en función de la frecuencia	17
4.2. Corrimiento de la frecuencia de resonancia con la aplicación de la corriente	18
4.3. Imágenes acústicas del Arreglo A	20
4.4. Imágenes acústicas del Arreglo B	22
4.5. Imágenes acústicas realizadas en el Cinvestav-Querétaro	23
A.1. Configuración básica del AFM XE-70 de Parks Systems	27
A.2. Configuración básica de la mayoría de los AFM	27

Índice de tablas

4.1. Resultados puntuales en arreglo A	19
4.2. Valor de la frecuencia de resonancia en 4 puntos obtenidos sin corriente y aplicando 200 mA	19

1.1. Propiedades elásticas en nanomateriales

El trabajo científico y tecnológico promueve el desarrollo de nuevos materiales. En la actualidad, una de las áreas de más avance en este rubro es la nanotecnología [1]. Esta disciplina se enfoca en diseñar, sintetizar y estudiar nanomateriales de dimensiones muy pequeñas, de entre uno a cien nanómetros [2]. El estudio de estos nuevos materiales es de gran interés debido a la numerosas aplicaciones que se les pueden dar. No obstante, para poder darles una aplicación, los materiales deben cumplir con una serie de cualidades. Entonces, resulta fundamental tener métodos o técnicas capaces de caracterizar dichos atributos deseados [3]. Sin embargo, los nanomateriales, a causa de sus dimensiones nanométricas, presentan nuevos retos a la hora de ser caracterizados [4]. Si bien, hablar de caracterización hace referencia a un concepto amplio, este trabajo se enfoca exclusivamente a propiedades elásticas. Estudiar y definir estas propiedades en nuevos materiales resulta primordial para varias industrias importantes en la actualidad, como son la industria electrónica y la aeroespacial. Por ejemplo, las propiedades elásticas son muy importantes para entender el comportamiento de la deformación, fractura, propagación, actividad de dislocación, interacción con las fronteras de grano y también las propiedades elásticas del material en bulto [5].

En los trabajos que describen las propiedades elásticas de materiales micro y nano-estructurados (como películas delgadas), frecuentemente se busca conocer el módulo de Young [6]. El módulo de Young o módulo de elasticidad es una medida de la relación entre el esfuerzo aplicado y la deformación del material. Esta

relación está vinculada con la dureza de los materiales y con sus comportamientos de deformación y fractura [7].

1.2. Técnicas de caracterización

Para obtener el módulo de elasticidad en los materiales anteriormente mencionados, se requiere utilizar técnicas y dispositivos especiales para la caracterización. Podemos dividirlos en dos grupos principales, modo de no contacto y modo de contacto. En las primeras encontramos la dispersión de Buillion y ondas acústicas de superficie (SAW, por sus siglas en inglés). Estas técnicas permiten estudiar algunas muestras nanométricas como películas delgadas. Sin embargo, tienen la principal desventaja de obtener información de un área muy grande [3].

Por otro lado, en las técnicas de contacto podemos referir dos técnicas muy representativas, la nanoindentación y las técnicas de microscopía de barrido por sonda (SPM, por sus siglas en inglés, *Scanning Probe Microscopy*). La nanoindentación consiste básicamente en presionar sobre el material con una punta muy delgada y una fuerza controlada para posteriormente medir la profundidad y el área deformada. Esta técnica tiene limitaciones al analizar películas delgadas ya que se obtienen datos inexactos de la película, principalmente debido a que existen contribuciones provenientes del sustrato que afectan la medición [3]. Por otro lado, las técnicas (SPM) como la microscopía acústica de fuerza atómica permiten hacer mediciones en áreas muy pequeñas y casi exclusivamente de la superficie del material. Esto se logra gracias a que el radio de contacto de la punta del Microscopio de Fuerza Atómica (AFM por sus siglas en inglés) es de alrededor de 20 nm, con lo cual se logran resoluciones de entre 50 y 100 nm [4].

1.3. Microscopía acústica de fuerza atómica (AFAM)

La microscopía acústica de fuerza atómica, conocida como AFAM por sus siglas en inglés (*atomic force acoustic microscopy*), es un modo especial de operación del AFM, siguiendo básicamente el mismo funcionamiento del AFM en modo contacto (Apéndice 1) más la adición de un transductor ultrasónico debajo

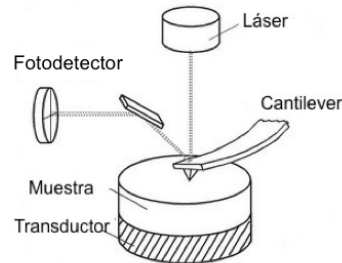


Figura 1.1: Arreglo simplificado del AFAM. Imagen adaptada de <http://www.soest.hawaii.edu/HIGP/Faculty/zinin/Zi-AFM.html>

de la muestra que permite transferir vibraciones y medir la respuesta con el cantiléver del AFM, como se muestra en la Figura 1.1. Esta técnica permite estudiar propiedades elásticas al analizar variaciones en la frecuencia de resonancia, lo que brinda la posibilidad de estudiar diferentes fases cristalinas de una muestra o comparar distintos materiales e inclusive obtener características del material en bulto [8].

1.4. Motivación

Con este proyecto se busca contribuir a la implementación de la microscopía acústica de fuerza atómica en el Centro de Nanociencias y Nanotecnología (CNyN-UNAM). Como ya se mencionó, utilizando AFAM es posible estudiar el comportamiento elástico de las distintas fases cristalinas presentes en un mismo material. Tomando esto en consideración, se decidió implementar un sistema para obtener mediciones puntuales y mapas de frecuencia de resonancia (imágenes acústicas) sobre una muestra de Nitinol, mediante la técnica de AFAM.

El Nitinol es un material con memoria de forma, esto quiere decir que después de una deformación puede regresar a una forma preestablecida al aplicarle calor. Este material puede presentar las fases estructurales martensita, martensita maclada y austenita. Se puede pasar de una estructura a otra mediante deformación mecánica o mediante la aplicación de calor. Cada una de estas fases estructurales muestra propiedades mecánicas diferentes [9].

2.1. Historia de AFAM

El uso de la microscopía de fuerza atómica (AFM) se extendió notablemente en la década de los noventa, principalmente como consecuencia de la mayor disponibilidad de los equipos y en la mejora de la resolución de los mismos. A la par, el desarrollo emergente de la nanotecnología demandaba tener herramientas capaces de hacer estudios no destructivos de nanomateriales, lo que propulsó el progreso del AFM y de muchas otras técnicas. Una de las microscopías a las que más se recurría entonces era la microscopía ultrasónica, la cual permite revelar fallas, inhomogeneidades y medir con precisión propiedades elásticas de componentes y materiales. Sin embargo, la microscopía acústica convencional difícilmente puede lograr resolución en el orden de nanómetros. Por esta razón se desarrollaron una variedad de combinaciones de AFM con microscopía acústica en los años subsiguientes con el propósito de mejorar la resolución de las mediciones [10]. Un ejemplo de estos avances, y objeto de estudio de este trabajo, es el AFAM [11]. En 1994, Rabe y Arnold, reportaron uno de los primeros trabajos donde se implementa y se desarrolla el AFAM [10]. Desde entonces se han conducido investigaciones tanto para describir y mejorar la técnica como para medir propiedades elásticas en diversos materiales.

A la fecha, el AFAM, se considera como un modo especial de operación del AFM. En el modo de AFAM se inyecta una señal senoidal al transductor ultrasónico, ubicado debajo de la muestra, el cual hace vibrar la muestra, es decir, genera ondas planas transversales que penetran en la muestra haciendo, a la vez,

vibrar la muestra y con ésta al cantiléver que se encuentra en modo contacto. Las vibraciones son registradas a través de un fotodetector de cuatro regiones sensible a la posición [8]. El funcionamiento del AFAM se describe más a fondo posteriormente.

En México, el único lugar donde se realizaban este tipo de caracterizaciones es en el CINVESTAV Querétaro donde se estudiaron principalmente recubrimientos duros [12]. Cabe mencionar que en el presente año este microscopio se dañó considerablemente, por lo cual en la actualidad, el Centro de Nanociencias y Nanotecnología UNAM es el único lugar en México donde se pueden llevar a cabo caracterizaciones de propiedades mecánicas locales mediante AFAM.

2.2. AFAM en películas delgadas

Son varios los trabajos que estudian las propiedades elásticas de películas delgadas utilizando AFAM. En el 2000, Ute Rabe et. al. describieron las frecuencias resonantes en vibración libre (frecuencias de resonancia) del cantiléver que cambian cuando este establece contacto con la muestra [6]. Al medir las frecuencias de resonancia en la condición libre y en la condición acoplada, se pudo conocer información sobre las propiedades elásticas. También señalaron que la frecuencia de resonancia cambia dependiendo de la rigidez de la muestra. Kalyan Phani et al. en 2016 describieron el mismo efecto en películas de titanio [5].

2.3. AFAM en Nitinol

El Nitinol es el nombre común con el que se conoce a diversas aleaciones de Níquel y Titanio. Normalmente estas aleaciones son 1:1 en relación molar. Descubiertas hace más de 50 años siguen siendo de interés a la fecha debido a que presentan memoria de forma. Esto quiere decir que tales materiales pueden ser deformados y posteriormente regresar a su estado inicial si se les aplica calor. Gracias a ello, estos materiales se utilizan en diversas aplicaciones como en el sector biomédico y el automotriz, principalmente como actuadores. Este comportamiento de memoria de forma se debe a las fases que se presentan en el Nitinol a

diferentes temperaturas. Cuando el Nitinol se calienta por arriba de su temperatura final de transición ($T_F T$) este cambia de fase martensita a fase austenita casi en su totalidad. La fase austenita se caracteriza por ser más rígida; en esta fase el Nitinol no es maleable y adquiere su forma preestablecida. Una vez que la temperatura se encuentra por debajo de la temperatura de transición gradualmente transita a fase martensita. La fase martensita es menos rígida y más maleable. Si no se modifica mecánicamente el material, esta fase se mantiene como martensita. Sin embargo, al aplicarle un esfuerzo mecánico la fase sufre cambios y se conoce como martensita demaada [9, 13, 14].

En 1999 F. Oulevey et al llevaron a cabo mediciones de AFAM sobre una muestra de Nitinol. Su objetivo era caracterizar de manera local, con resolución submicrométrica, el cambio de fase cristalina del Nitinol. Principalmente quisieron estudiar si era posible detectar la transformación de martensita a austenita. Para este fin dispusieron de un arreglo experimental similar al que se muestra en la Figura 1.1 más la adición de un sistema de calentamiento justo debajo del transductor. De esta manera al calentar el sistema transductor-muestra se logra excitar la muestra de Nitinol y medir cambios en la amplitud y en la fase. Este es el único trabajo donde se estudiaron las propiedades mecánicas locales del Nitinol mediante AFAM; los resultados mostrados en este trabajo son gráficos individuales de amplitud y su cambio con temperatura y no se obtuvo una imagen AFAM [15]. No obstante, este arreglo experimental presenta algunos inconvenientes, el transductor sufre cambios debido a que es un piezoeléctrico y es normal que estos materiales se expandan o contraigan mediante cambios de temperatura, por lo que esto provoca un gran incertidumbre en los resultados obtenidos ya que no se pueden separar los cambios debidos al Nitinol de los cambios que el transductor sufre por el aumento o disminución de la temperatura. Otro factor importante que influye directamente en la caracterización mediante AFAM en este arreglo experimental, es el hecho de que la temperatura se aplica a un volumen grande, lo cual puede generar calentamiento en los componentes del AFM, en especial en los piezoeléctricos encargados de los movimientos en "x", "y" y "z" de la punta del AFM, por lo que se da un fenómeno llamado *drift térmico* que afecta seriamente las mediciones. En la presente tesis se propone estudiar el efecto de

la temperatura pero mediante otro arreglo experimental, al remplazar el sistema de calentamiento por una fuente de corriente directa conectada a la muestra de Nitinol; con lo cual, por efecto Joule se llevará a la muestra a la temperatura de transición y así poder observar los cambios estructurales de la misma. Con este arreglo experimental se evitan los problemas que pudieran existir en el arreglo experimental de la ref. [15].

2.4. Hipótesis

Es posible caracterizar localmente las propiedades mecánicas del Nitinol en sus diferentes fases cristalinas mediante AFAM

2.5. Objetivo general

Desarrollar la técnica de AFAM en el microscopio XE-70 de la unidad de nanocaracterización del CNyN y caracterizar las propiedades mecánicas del Nitinol de sus diferentes fases cristalinas mediante AFAM.

2.6. Objetivos particulares

- Caracterizar la temperatura y corriente de transición del Nitinol.
- Hacer mediciones puntuales de la frecuencia de resonancia en Nitinol con distintas fases mediante la técnica de AFAM
- Desarrollar un programa para adquirir y procesar las señales de sincronía del AFM, así como las respuestas de amplitud y fase del amplificador lock-in, para posteriormente obtener la imagen acústica.
- Obtener imágenes acústica correspondientes a los cambios de fase del Nitinol

Este trabajo se divide en cinco etapas: Primero la caracterización eléctrica de un alambre de Nitinol. Ésta se hizo para conocer la corriente requerida para producir cambios de fase de martensita a austenita en el Nitinol y así poder medir sus propiedades mecánicas mediante AFAM. La segunda etapa, la preparación de la muestra, corresponde al proceso donde se pegó la muestra de Nitinol al transductor ultrasónico y éste a su vez a una base metálica. La cuarta etapa corresponde al desarrollo del programa en Matlab para obtener una imagen acústica, corresponde al desarrollo de un programa en Matlab que permite la adquisición y procesamiento de datos necesarios para reconstruir la imagen acústica. Por último, la quinta etapa corresponde a la caracterización del Nitinol mediante AFAM. Donde se efectuaron distintas pruebas de mediciones puntales e imágenes acústicas y los resultados obtenidos se compararon con muestras estudiadas en el Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional (Cinvestav) unidad Querétaro.

3.1. Caracterización eléctrica

El Nitinol es un material que cambia de forma cuando se le aplica calor. Este mismo efecto se puede conseguir si se suministra un valor de corriente suficiente para que por el efecto Joule al paso de la corriente, el alambre se caliente. Se utilizó un alambre de Nitinol del proveedor Musclewires, modelo flexinol de 0.2 mm de diámetro. Para conocer la corriente requerida para lograr que el alambre se caliente hasta el valor de la temperatura de transición se conectó la muestra

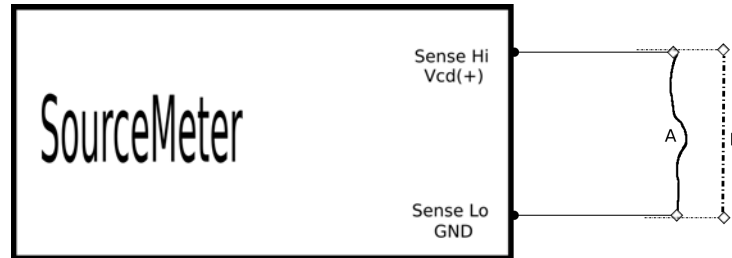


Figura 3.1: Conexión del alambre de Nitinol con el SourceMeter. La etiqueta A hace referencia al alambre de Nitinol antes de hacer circular la corriente, es decir, la muestra de Nitinol no excitada (fase martensita). La etiqueta B es la muestra excitada (fase austenita), haciendo referencia al alambre de Nitinol cuando ya se ha aplicado la corriente.

a un SourceMeter 2450 marca Keithley como se muestra en la Figura 3.1 . El SourceMeter se utilizó en modo de dos puntas aplicando corriente y midiendo corriente con el mismo equipo. Con esta configuración se hizo un barrido desde 0 mA hasta 600 mA en incrementos de 50 mA. Para cada valor de corriente se observó el comportamiento macroscópico del alambre, buscando el umbral en el cual se apreciara una cambio en la forma.

3.2. Preparación de la muestra

Para estudiar la muestra de Nitinol en el AFAM fue necesario fijarla a una base. Se utilizó una base circular de metal sobre la cual se adhirió el transductor ultrasónico. Este proceso se llevó a cabo uniendo la base y el transductor con una capa uniforme de pintura de plata y dejando secar por 24 horas. Al transductor se le acopló una terminal BNC para permitir la conexión con el amplificador lock-in. Se hicieron dos sistemas similares: arreglo A y arreglo B. En el arreglo A se fijó en el transductor una muestra de alambre Nitinol de aproximadamente 1 cm utilizando pintura de plata. En este arreglo se unió un alambre de cobre calibre 32 a cada extremo de la muestra de Nitinol como se muestra en la Figura 3.2. En el arreglo B, que se muestra en la Figura 3.3, se fijaron tres muestras de Nitinol de aproximadamente 1 cm cada una. La muestra 1 es un alambre que se calentó para recuperar su forma original y después se dejó enfriar antes de pegarlo al transductor. La muestra 2 es un alambre enderezado mecánicamente

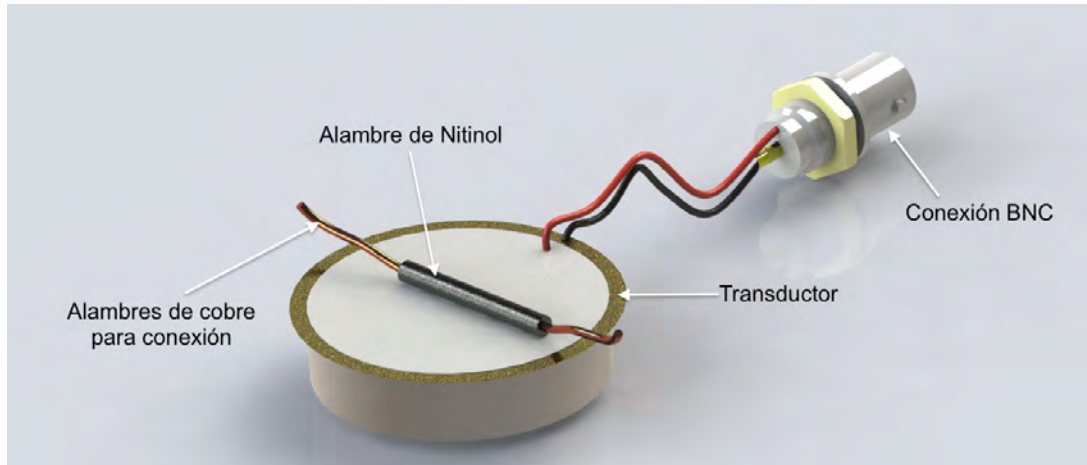


Figura 3.2: Arreglo con piezoeléctrico y muestra de Nitinol con cables de conexión para inyectar corriente

con las manos. Por último la muestra 3 es un alambre doblado y sin deformaciones originadas por calentamiento.

3.3. Adecuación del AFM en AFAM

El equipo utilizado se describe a continuación:

- AFM de la marca *Park Systems* modelo XE-70
- Cantiléver largo MULTI-65G de la marca Budget Sensors
- Amplificador lock-in SR865 marca *Standford Reserch Systems*
- Tarjeta de adquisición de datos marca *National Instruments* modelo USB6356
- Generador de funciones marca *Rigol* modelo DG1032Z
- Osciloscopio *Tektronix* TDS 3032
- Piezoeléctrico ultrasónico
- Computadora con software de Matlab y LabVIEW

Para las mediciones puntuales y para la adquisición de la imagen acústica se dispusieron dos arreglos distintos, ambos se describen a continuación.

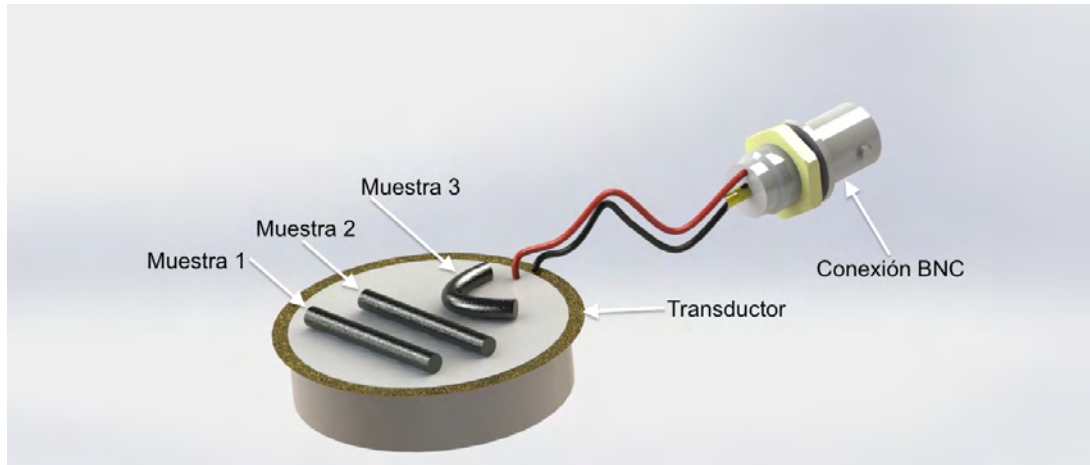


Figura 3.3: Arreglo con piezoeléctrico y muestras de Nitinol con distintas fases cristalinas

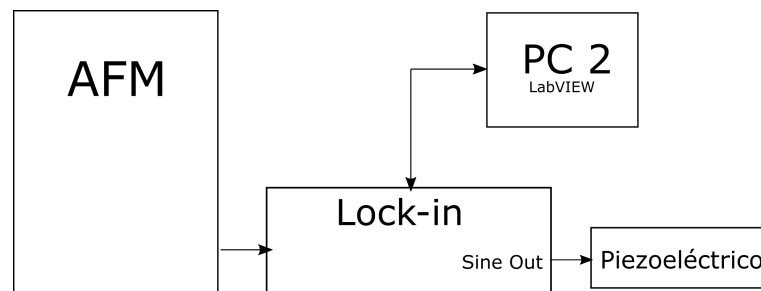


Figura 3.4: Arreglo experimental para mediciones puntuales. La computadora especifica los parámetros del barrido y guarda la señal amplificada que entrega el lock-in. El lock-in compara la respuesta del sistema cantiléver-muestra contra la señal de referencia.

3.3.1. Arreglo experimental para mediciones puntuales

En esta sección se utilizó el AFM junto con el lock-in para hacer mediciones puntuales sobre la muestra, es decir sin barrer un área. El lock-in se conectó por USB a una computadora y mediante un programa desarrollado en LabVIEW se aplicó una señal senoidal al piezoeléctrico realizando un barrido de frecuencia. A partir de la respuesta de amplitud registrada por el lock-in se determinó la frecuencia de resonancia del sistema punta-muestra. La Figura 3.4 esquematiza la conexión y disposición de los equipos.

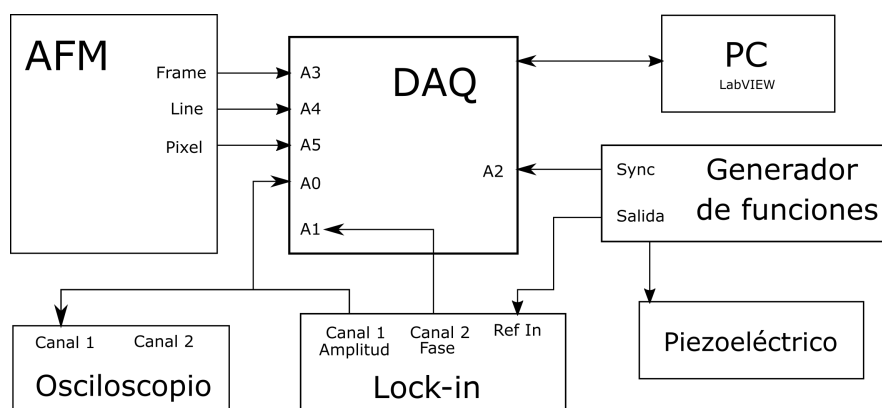


Figura 3.5: Arreglo experimental para hacer imágenes acústicas de AFAM. El generador de funciones provee la señal de referencia al lock-in y este compara la respuesta del sistema cantiléver-muestra contra la señal de referencia. La DAQ obtiene las señales de los equipos y las transmite a la computadora.

3.3.2. Arreglo experimental para la adquisición de imágenes acústicas

Por otro lado, para obtener la imagen acústica se dispuso del AFM y el lock-in conectados a la tarjeta de adquisición (DAQ). La DAQ igualmente conectada a la computadora, y el generador de funciones conectado al transductor y a la DAQ. La Figura 3.5 esquematiza este arreglo. El generador de funciones se configuró en modo *textitsweep* (barrido) con un tiempo de 25 ms, un rango de frecuencias comprendido de 350 kHz a 470 kHz para las muestras del arreglo A y un rango de frecuencias de 360 kHz a 500 kHz para el arreglo B. El microscopio se configuró con un *scan rate* (frecuencia de barrido) de 0.2 Hz y una resolución de imagen de 64x64 píxeles. A esta frecuencia de barrido y para esta resolución, toma 5s completar una línea, lo que equivale a 78 ms para barrer cada pixel y dado que el tiempo de barrido dura 25 ms se pueden lograr hasta 3 ciclos completos en cada píxel. De esta manera se aseguró al menos un barrido completo en cada píxel.

3.4. Procesamiento de imágenes acústicas

El procesamiento de los datos adquiridos con la DAQ se realizó en Matlab, para lo cual se hizo una rutina (el código se incluye en el Apéndice C) que identifica

las señales *line*, *píxel*, *frame* provenientes del controlador del AFM, la señal *sync* del generador de funciones y las señales *amplitud* y *fase* que se adquieren del amplificador lock-in. La rutina de Matlab procesa estas señales y así se determina la frecuencia de resonancia para cada punto del barrido. De esta manera es posible reconstruir una imagen donde en cada píxel se representa el valor de la frecuencia de resonancia de ese punto de la muestra. La Figura 3.6 describe el procesamiento de datos.

3.5. Mediciones AFAM sobre Nitinol

Se realizaron mediciones puntuales e imágenes acústicas en dos grupos de muestras. Primero, en el arreglo A (véase sección 3.2), se midió la frecuencia de resonancia en un punto del alambre de Nitinol sin corriente aplicada. Posteriormente se aplicaron 200 mA DC y se hizo otra medición de la frecuencia de resonancia. Esto se repitió en varios puntos del alambre de Nitinol. Se siguió el mismo procedimiento pero en esta ocasión se adquirió

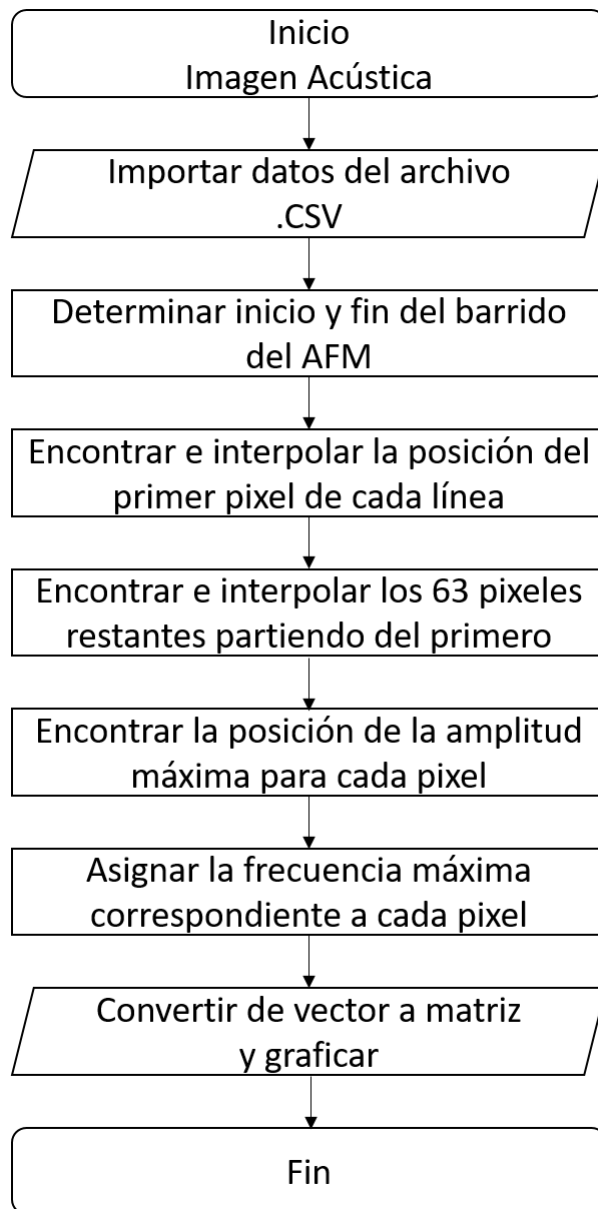


Figura 3.6: Diagrama de flujo de la rutina para procesar los datos y obtener la imagen acústica

Análisis de los resultados

4.1. Caracterización eléctrica

Se observó el comportamiento del alambre de Nitinol al aplicarle distintos valores de corriente. El alambre presentó una deformación apreciable a simple vista en corrientes superiores a los 150 mA, a este valor el alambre se enderezó. Al detener el flujo de corriente el alambre recuperó su estado relajado y se curvó ligeramente. A 150 mA el alambre no logró recuperar su forma original totalmente y la transformación fue lenta. A 500 mA el cambio de forma sucedió casi instantáneamente, el alambre de Nitinol recuperó su forma original en su totalidad. Se afirma esto, ya que a pesar de que se aumentó la corriente hasta llegar a los 600 mA, el alambre no presentó más cambios. Estas diferencias en la respuesta del material se explican con el cambio de fase cristalina entre martensita y austenita. A valores de temperatura superiores a la temperatura final de transición (T_{FT}), la totalidad del material cambia de martensita a austenita. Sin embargo, para valores de temperatura cercanos, superiores a la temperatura inicial de transición (T_{IT}) pero por debajo de T_{FT} , el material presenta ambas fases, tanto martensita como austenita [13]. Debido a esto el cambio de forma no es total y es más lento, para valores de corriente menores a 500 mA, ya que no se alcanza T_{FT} . Partiendo de estos resultados se definió 500 mA como la corriente de transición, (C_{FT}).

Se hicieron pruebas preliminares con la muestra de Nitinol del Arreglo A y el AFM, para verificar la viabilidad de hacer barridos con el AFM al alambre cuando circula una corriente. Se observó que el valor máximo de corriente con el cual se pudo mantener el contacto entre punta y muestra fue de 200 mA. Las posteriores

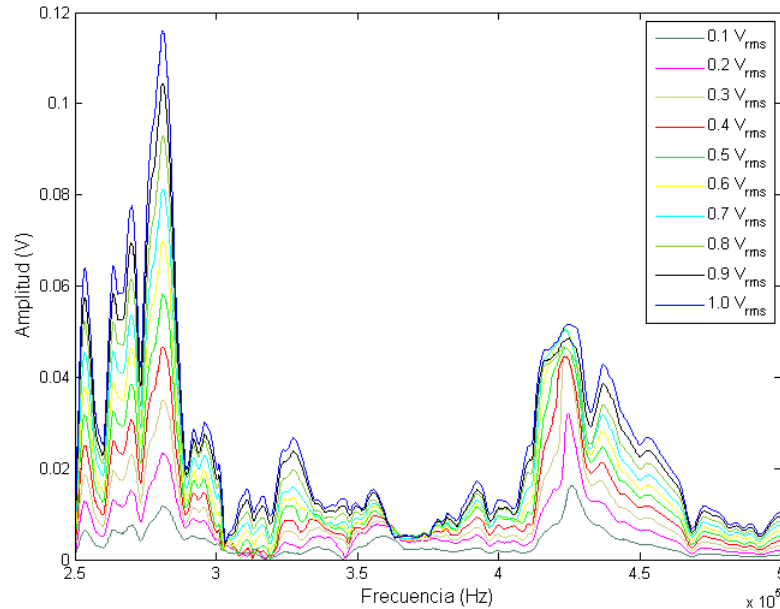


Figura 4.1: Espectro de la amplitud de la resonancia en función de la frecuencia. Se muestra la respuesta de la resonancia al variar la amplitud de la frecuencia de referencia que se inyecta al piezoeléctrico.

mediciones puntuales e imágenes acústicas sobre el Arreglo A, se hicieron a 200 mA.

4.2. Mediciones AFAM sobre Nitinol

Se estudió la respuesta del material ante cambios en la amplitud de la señal que se inyectó al piezoeléctrico. La Figura 4.1 muestra el espectro de resonancia, desde 0.1 Vrms hasta 1 Vrms en incrementos 0.1 Vrms. De los resultados obtenidos se optó por utilizar 0.7 Vrms para las mediciones posteriores.

4.2.1. Arreglo A. Mediciones puntuales

Se hicieron mediciones puntuales y barridos de imágenes acústicas sobre la muestra del Arreglo A, aplicando 0 mA y 200 mA al alambre de Nitinol. De las mediciones realizadas en un mismo punto, se observó un aumento en la frecuencia

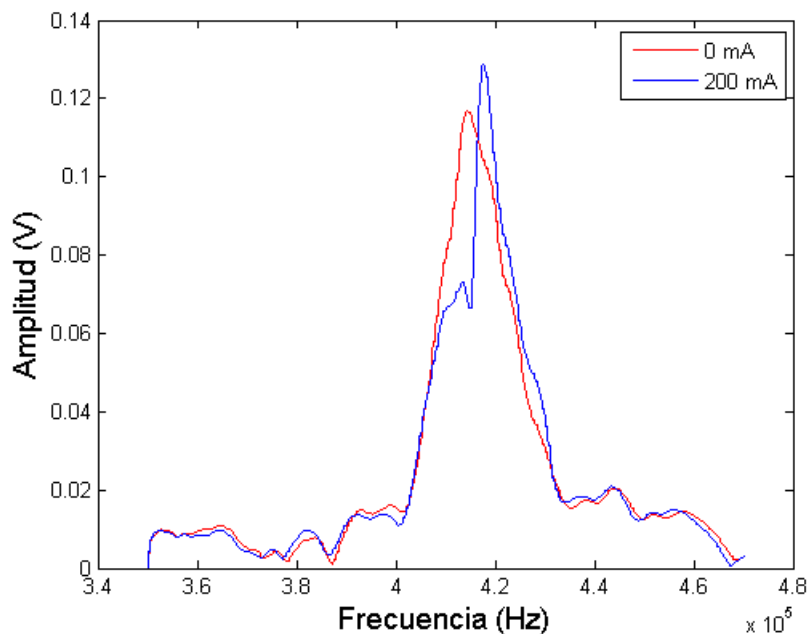


Figura 4.2: Se muestra el corrimiento del pico de la frecuencia de resonancia al aplicar 200mA a la muestra de Nitinol

de resonancia cuando al alambre se le aplicaron 200 mA. También se observó que la dependencia antes mencionada se conserva durante varias mediciones. Durante la medición al retirar la corriente obtuvimos un valor de la frecuencia de resonancia constante. Lo mismo se observó con las mediciones a 200 mA. Los resultados de estas mediciones se muestran en la Tabla 4.1. La Figura 4.2 muestra los espectros donde se aprecia el corrimiento de la frecuencia de resonancia al aplicar una corriente de 200 mA. Esto es lo que se esperaba ya la fase austenita es más rígida, por lo que deben existir corrimientos hacia frecuencias más altas en el experimento de AFAM. También se hicieron mediciones puntuales desplazándose con el offset del AFM entre los puntos $(0\mu m, 0\mu m)$, $(2\mu m, 0\mu m)$, $(2\mu m, 2\mu m)$ y $(0\mu m, 2\mu m)$ por un ciclo sin corriente y posteriormente otro ciclo aplicando 200mA a la muestra. La Tabla 4.2 muestra estos resultados.

Medición	Frecuencia de resonancia (Hz)	Corriente aplicada (mA)
1	417400	200
2	414600	0
3	417600	200
4	414200	0
5	417400	200
6	414600	0

Tabla 4.1: Resultados puntuales en arreglo A

Offset (μm)	Frecuencia de resonancia 0mA	Frecuencia de resonancia 200mA
(0,0)	413400	413400
(2,0)	410800	412800
(2,2)	410800	414800
(0,2)	413200	414800

Tabla 4.2: Valor de la frecuencia de resonancia en 4 puntos obtenidos sin corriente y aplicando 200 mA

4.2.2. Arreglo A. Imágenes acústicas

Se obtuvieron imágenes acústicas del alambre aplicando 0 mA y 200 mA. Como se mencionó anteriormente se utilizaron únicamente 200 mA porque a mayor corriente resultó imposible mantener el contacto punta-muestra, lo que pudo ocasionarse por repulsiones entre la punta y la muestra originadas por la corriente. La Figura 4.3 muestra las imágenes obtenidas y sus correspondientes histogramas. De estas se discute lo siguiente:

- La frecuencia de resonancia no aumentó uniformemente en el área escaneada. En consecuencia, no fue posible detectar en imagen acústica la variación de la dureza de la muestra de Nitinol al cambiar de fase. En la Figura 4.3.c se aprecia un aumento en el conteo de frecuencias arriba de 415 kHz en comparación con la Figura 4.3.d. Sin embargo el incremento es mínimo. El óxido presente sobre toda la superficie de Nitinol [?] unido al desplazamiento ocasionado por el cambio de forma, se sugieren como principales limitantes para obtener los resultados esperados. El óxido afecta principal-

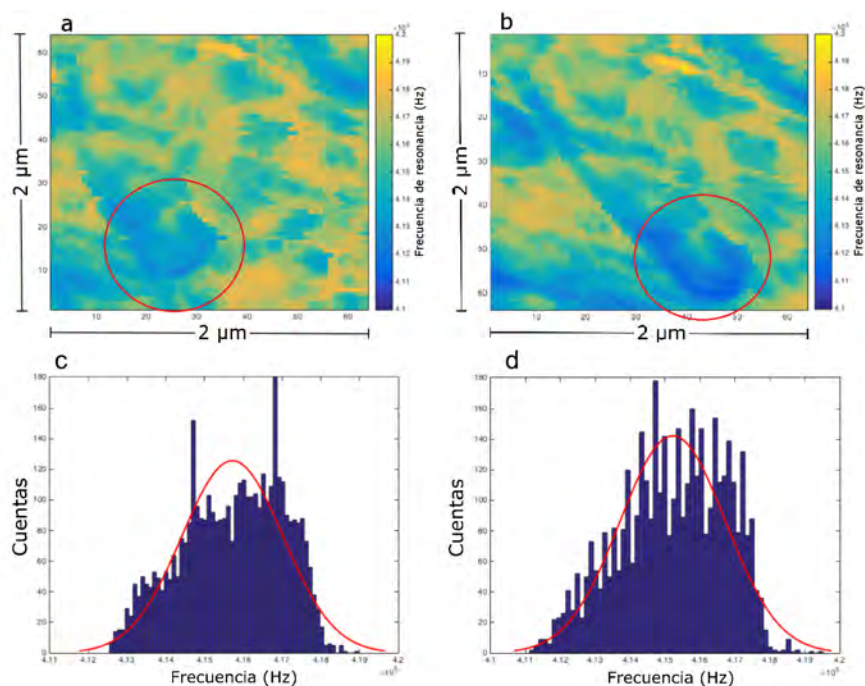


Figura 4.3: Imágenes acústicas de la muestra de Nitinol del Arreglo A Se señalan en rojo algunas de las zonas distintivas del área escaneada. a) Imagen acústica aplicando 0mA al Nitinol. b) Imagen acústica aplicando 200mA. c) Histograma aplicando 0mA al Nitinol. d) Histograma aplicando 200mA al Nitinol

mente porque el AFAM es una técnica superficial [16].

- Otro factor a considerar es el valor de corriente al cual se midió. 200 mA esta por debajo de la C_{FT} por lo que no se asegura transformación al 100 % de austenita. Las contribuciones de martensita pueden evitar que se observe un cambio en la frecuencia de resonancia [13].
- Fue posible escanear una misma área, inclusive después del movimiento ocasionado por el cambio de forma del Nitinol. Esto se observa al identificar zonas distintivas presentes a 0 mA y a 200 mA, tal como se señala en la Figura 4.3. Esto es un buen indicio del correcto funcionamiento del sistema experimental para la medición de AFAM, ya que sugiere la capacidad para identificar localmente la frecuencia de resonancia del material.

4.2.3. Arreglo B. Imágenes acústicas

Se hicieron barridos de imagen acústica en la muestra 1 y la muestra 2 del Arreglo B. La Figura 4.4 presenta barridos de $2\mu m$ y $1\mu m$. El objetivo de este experimento era comparar muestras de Nitinol en distintas fases cristalinas. Se esperaba medir en la muestra 2 (martensita) una frecuencia menor a la medida en la muestra 1, la cual se esperaba que estuviera en fase austenita. Sin embargo, de las mediciones se observó una mayor frecuencia en la muestra 2. Esto debido a que, como se describe en la bibliografía, el Nitinol se regresa a fase martensita al enfriarse. Por otro lado, como las mediciones se realizaron en zonas arbitrarias de cada muestra, la comparación entre ellas es poco significativa.

Por último, en la Figura 4.5 se muestran imágenes acústicas obtenidas en el Cinvestav Querétaro sobre muestras similares a la *muestra 1* y *muestra 3* de este trabajo. Estas imágenes fueron enviadas para comparar los resultados de implementación de la técnica en la unidad de nano-caracterización del CNYN. Las imágenes del Cinvestav son de más resolución (256x256 píxeles, comparadas a las imágenes de 64x64 píxeles, obtenidas en el CNYN). Vale la pena mencionar que la rutina de Matlab desarrollada es capaz de procesar imágenes de esta resolución y también utilizarse para manipular datos adquiridos con distintas configuraciones. Aun más, tiene el potencial para ser aplicado en otras técnicas con mínimas modificaciones, como en la técnica conocida como *resonance tracking Piezo-responce Force Microscopy* [12].

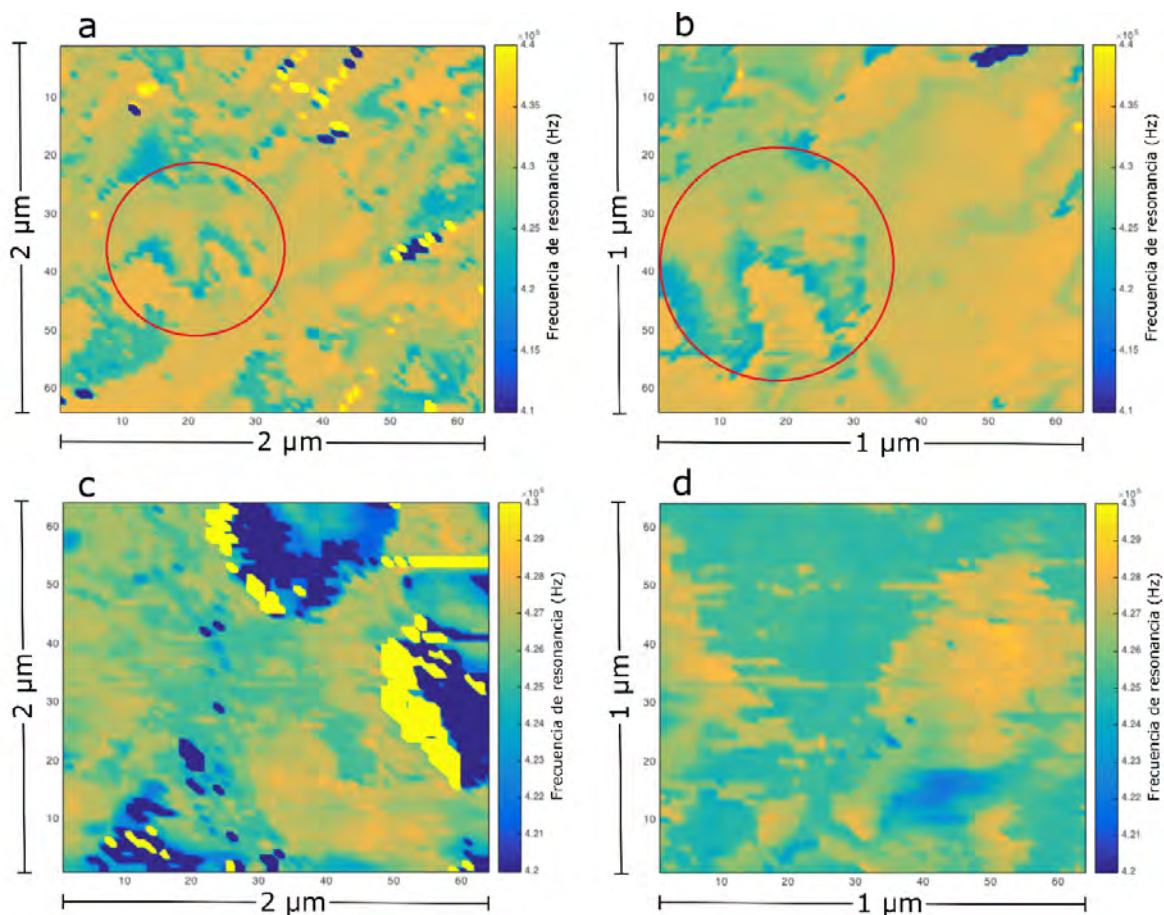


Figura 4.4: Imágenes acústicas del Arreglo B. a) Barrido de la muestra 1 (*alambre quemado*) de $2\ \mu\text{m}$ b) Barrido de la muestra 1 (*alambre quemado*) de $1\ \mu\text{m}$ c) Barrido de la muestra 2 (*alambre estirado*) de $2\ \mu\text{m}$ d) Barrido de la muestra 2 (*alambre estirado*) de $1\ \mu\text{m}$. Se señalan en rojo algunas de las zonas distintivas del área escaneada.

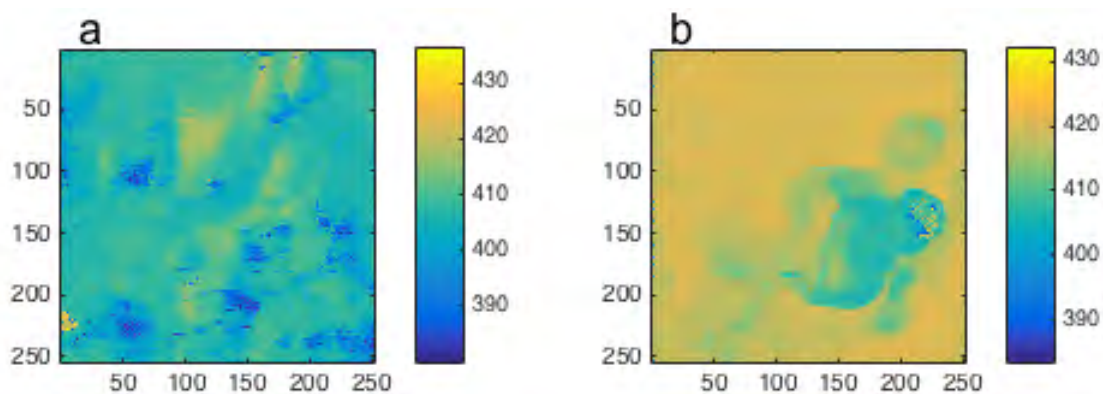


Figura 4.5: Imágenes acústicas realizadas en el CINVESTAV Querétaro. a) Frecuencias de resonancia de una muestra de Nitinol doblada sin ser calentada; similar a la *muestra 3* . b) Frecuencias de resonancia de una muestra de Nitinol que se enderezo aumentando la temperatura; similar a la *muestra 1*

Conclusiones

Se logró implementar la técnica de AFAM exitosamente, tanto para obtener mediciones puntuales como para adquirir imágenes acústicas.

Tanto el arreglo experimental propuesto como el programa desarrollado para procesar los datos, suponen una contribución importante para el avance de la técnica de AFAM en el CNyN.

El arreglo experimental y la rutina de Matlab pueden ser utilizados para otras técnicas.

Por último, se logró caracterizar puntualmente las frecuencia de resonancia del Nitinol en dos fases distintas, austenita y martensita. Es posible observar corrimientos en la frecuencia de resonancia si se estudian materiales de diferente dureza. También se observaron contrastes de frecuencia en la imágenes acústicas.

Se sugiere ampliar el estudio a otros materiales, posiblemente otras aleaciones con memoria de forma.

En relación al Hardware, se sugiere el estudiar el funcionamiento de otros transductores ultrasónicos, explorar otras formas de fijar la muestra al transductor y probar otras puntas. Por el lado del software, se recomienda adquirir imágenes de mayor resolución y con una mayor frecuencia de muestreo.

Microscopio de fuerza atómica

La microscopía de sonda de barrido (SPM por sus siglas en inglés (*Scanning Probe Microscope*) con su excepcional resolución no solo hizo posible estudiar en la nanoescala sino también modificar la superficie de un material a nivel atómico; inclusive, permitió al usuario cambiar la posición de átomos individuales. Entre los microscopios SPM, el primero en ser inventado fue el STM (*Scanning Tunneling Microscope*). Sin embargo, una de las mayores limitaciones es que solo se pueden estudiar muestras conductoras. Las desventajas y limitaciones del STM fueron superadas por el microscopio de fuerza atómica o AFM (por sus siglas en inglés) que se puede usar para medir casi cualquier muestra.

El AFM es un método para ver la forma de una superficie tridimensionalmente, incluso, a escala nanométrica. Puede hacer imágenes de materiales diversos (suaves y duros) y en distintos medios (aire, líquidos o vacío). La analogía más común es referir al AFM como un microscopio ciego que estudia la muestra a través del tacto.

El AFM lee la topografía de la muestra a través de una punta diminuta que está conectada a un cantiléver flexible. Este arreglo es equivalente a que la punta estuviera conectada a un resorte, así, al escanear la muestra, el cantiléver se dobla arriba y abajo. Estos desplazamientos del cantiléver suceden porque dependiendo de la distancia entre los átomos de la punta y los átomos de la muestra existen distintas fuerzas atractivas o repulsivas. Cuando la distancia es pequeña, la interacción es repulsiva por repulsión electrostática. Cuando la distancia es algo mayor, las fuerzas interatómicas son atractivas debido a las fuerzas de Van der Waals. Estas interacciones se utilizan para medir la superficie de la muestra. La

fuerza entre los átomos de la muestra y los de la punta pueden ser detectados monitoreando la flexión del cantiléver. Este cambio del cantiléver puede ser cuantificado al medir un láser que es reflejado desde la parte superior del cantiléver al fotodetector de cuatro regiones sensible a la posición (PSDD). De esta forma el AFM logra medir desde varios micrómetros hasta fracciones de nanómetros de altura y desde varias decenas de micrómetros hasta un nanómetro lateralmente.

Otra parte importante de la operación del AFM es el procesamiento de datos. Hay que tener en cuenta que las imágenes del AFM son matrices y que estas se presentan con colores y sombras, normalmente, usando algún gradiente y variaciones de RGB. La etapa de procesamiento de datos permite obtener las imágenes y además recuperar información cuantitativa de la muestra. Hay que considerar que para poder calcular mediciones significativas de los datos de la imagen, uno necesita asegurar que las contribuciones externas sean removidas o minimizadas; tal como el ruido y las no linealidades de los escáneres. Este etapa fue de suma importancia para el presente trabajo.

A continuación se describe el microscopio XE-70. En la Figura A.2 se muestra la configuración básica de la mayoría de los AFM.

En este trabajo se utilizó el AFM XE-70. El sistema SPM XE-70 consiste básicamente de tres componentes primarios: la etapa SPM, los controles electrónicos y la computadora. La etapa SPM es donde se efectúan las mediciones y la etapa de control electrónico dirige los movimientos de la etapa SPM de acuerdo a los comando de la computadora. El monitor que muestra la imagen del microscopio óptico se usa para localizar el "punto exacto" que se quiere medir en la superficie y para ver el cantiléver que se está utilizando. De la etapa SPM se pueden destacar los siguientes puntos:

- Microscopio óptico. Se usa para enfocar el rayo láser en el cantiléver y para posicionar el cantiléver en la región interesante de la muestra. El microscopio cuenta con una cámara CCD y tiene una magnificación de 500x.
- La cabeza del AFM es la parte que interactúa con la muestra. El scanner z de este equipo permite (al ser independiente al escáner x-y) seguir mas fielmente la topografía de la muestra, incrementa la velocidad de medida y protege la punta. El escáner Z está montado en la cabeza de XE-70 y este

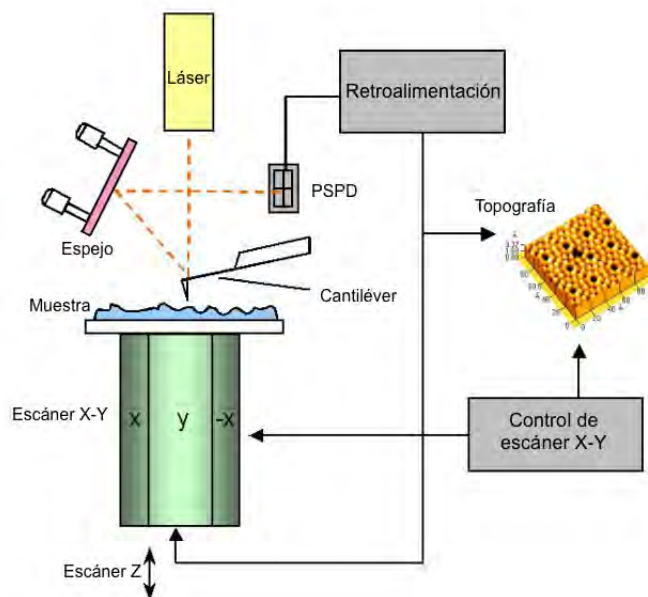


Figura A.1: Configuración básica del AFM XE-70 de Parks Systems

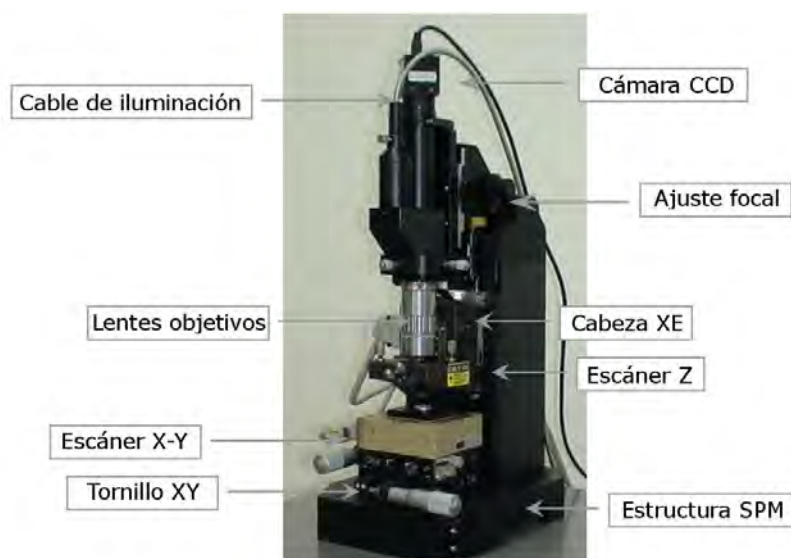


Figura A.2: Configuración básica de la mayoría de los AFM

permite mantener condiciones de respuesta (*feedback*) constantes de fuerza o distancia. El escáner Z se puede mover hasta $12\mu m$.

- El escáner x-y localizado bajo la muestra mueve la muestra en la dirección horizontal x- y. Repetidamente escanea la muestra línea por línea, mientras se registra la señal del PSPD.
- El sensor de fuerza es la punta unida al cantiléver que se desplaza verticalmente en presencia de fuerza. La fuerza se mide como el desplazamiento vertical, S_z , por la constante de resorte K del cantilever, siendo $F = kS_z$. Un valor de k nominal suele ser provisto por el fabricante pero solo representa la dureza del cantiléver para fuerzas aplicadas (perpendicularmente) normal a la punta. La dureza (k) operativa incluye el efecto de inclinación (α) relativa a la superficie que se estudia, normalmente $\alpha \approx 10 - 12^\circ$. Esta corrección de k es típicamente del 3 al 4 %
- Normalmente, el chip, el cantiléver y la punta están hechos de Silicio o Si_2N_4 y son manufacturados usando técnicas de microfabricación. El chip es grande para facilitar la manipulación.
- Por último, el AFM XE-70 trabaja con dos programas: XEP que es un programa de adquisición de datos y XEI que es un programa de procesamiento de imagen. [17, 18]

Amplificador Lock-in

Un amplificador Lock-in es un dispositivo que se utiliza para filtrar y medir una señal pequeña inmersa en ruido. Estas señales de ruido pueden ser varias veces más grandes que la señal a la que se quiere medir. Para lograr esto, el amplificador utiliza una serie de recursos para aislar y amplificar la señal. El más importante es la técnica llamada PSD (por sus siglas en inglés, *Phase Sensitive Detection*). Los dispositivos Lock-in utilizan el PSD para aislar los componentes de la señal a una frecuencia y fase de referencia específicas.

Cuando las señales son amplificadas, incluso buenos amplificadores de bajo ruido generan ruido; y cuando estamos hablando de señales muy pequeñas de salida, resulta imprescindible filtrar a una frecuencia deseada. Para lograr filtrar la señal, como ya se mencionó anteriormente, las mediciones del lock-in requieren una frecuencia de referencia. Típicamente un experimento es excitado a una frecuencia fija y el lock-in detecta la respuesta del experimento a la frecuencia de referencia.

En esencia, un amplificador lock-in toma la señal de entrada, la multiplica por la señal de referencia (provista por el oscilador interno o una fuente externa, como un generador de funciones) e integra sobre un tiempo específico. La señal resultante, es una señal DC donde la contribución de cualquier señal que no esté a la misma frecuencia que la señal de referencia es atenuada cerca de cero. La componente fuera de fase de la señal de referencia también se atenúa (porque funciones seno son ortogonales a las funciones seno de la misma frecuencia) haciendo al lock-in un detector sensible a las fases (PSD) [19].

Código de Matlab para procesamiento de imágenes acústicas

```
1 %% Programa para obtener imagen acustica mediante AFAM V5
2 %% Por Jairo Adalberto Ramirez Sarabia
3 %% Centro de Nanociencias y nanotecnologia-UNAM
4 %%
5 clear all;
6 close all;
7 clc;
8 %% Importar datos del archivo CSV
9 filename = '/Volumes/Nanitos 2.0/jairo/11 de agosto/
    nitinol_viernesdeparranda_02.csv'; %Nombre y ruta del
    archivo. %Comentar si se va utilizar la ventana
    emergente.
10 %[FileName,PathName] = uigetfile; %Descomentar si se
    quiere utilizar una ventana emergente para seleccionar
    el archivo.
11 %filename=strcat(PathName,FileName); %Descomentar si se
    quiere utilizar la ventana emergente.
12 delimiter = ','; %Delimitador de los datos en el archivo
    CSV.
13 formatSpec = '%f%f%f%f%f%[\n\r]'; %Indica las columnas
    que vamos a importar. si no se quiere importar una
    columna remplzar la 'f' por '*s'.
14 %Columna 1: Amplitud. Columna 2: Fase. Columna 3: Sync.
    Columna 4: Frame. Columna 5: Line. Columna 6: Pixel.
15 fileID = fopen(filename,'r'); %Esto abre el archivo
16 dataArray = textscan(fileID, formatSpec, 'Delimiter',
    delimiter, 'EmptyValue', NaN, 'ReturnOnError', false);
```

```

17 fclose(fileID); %cierra el archivo
18 %Se importan cada una de las variables como vectores
    columna
19 frameData = dataArray(:, 4); %Frame
20 ampData = dataArray(:, 1); %Amplitud
21 faseData = dataArray(:, 2); %Fase
22 syncData = dataArray(:, 3); %Sync
23 lineData = dataArray(:, 5); %Line
24 pixData = dataArray(:, 6); %Pixel
25
26 L=length(frameData); %Obtiene la longitud del vector.El
    numero de datos
27
28
29 %%Determinar inicio y fin de la medicion con base en el
    Frame y al line.
30 %Encuentra el primer flanco de bajada de frame
31 for i=1:L
32     if (frameData(i)>3) && (frameData(i+1)<3)
33         in=i;
34         break
35     end
36 end
37 %Encuentra el primer flanco de subida del line a partir
    del In. Con esto se descarta el primer line que no esta
    completo. Tanto trazo como retrazo.
38 for i=in:L
39     if lineData(i)<3 && lineData(i+1)>3
40         in2=i; %inicio de la medicion, es decir
            del barrido del AFM.
41         break
42     end
43 end
44 %Encuentra el pirmer flanco de subida del frame despues
    del inicio
45 for i=in:L
46     if (frameData(i)<3) && (frameData(i+1)>3)
47         out=i;
48         break
49     end
50 end

```

```

51 %Encuentra el final del ultimo line de retrazo completo.
52 for i=out:-1:in
53     if lineData(i)>3 && lineData(i-1)<3
54         out2=i; %Fin de la medicion, es decir del
                    barrido del AFM.
55         break
56     end
57 end
58 %% Encontrar e interpolar la posicion de los primeros
    pixeles de cada line.
59 n=0;
60 pix=0;
61 for i=in2:out2-2
62     if lineData(i)<3 && lineData(i+1)>3
63         n=n+1;
64         N(n,1)=i;
65         pix=1;
66     end
67     if pix ==1 && pixData(i) >0.06
68         B(n,1)=i;
69         pix=2;
70     end
71 end
72 J=B-N;
73 r=mode(J);
74 re=r+20;
75 for l=1:64
76     if J(l)>re
77         B(l)=N(l)+r;
78     end
79 end
80 %% Encuentra e interpola los 63 pixeles restantes apartir
    del primer pixel.
81 k=1;
82 for i=1:64
83     j=B(i);
84     B2(k,1)=j;
85     j=j+1;
86     k=k+1;
87     n=1;
88     while n<64

```

```

89         if lineData(j)>3 && pixData(j) >0.06
90             B2(k,1)=j;
91             dpix=B2(k,1)-B2(k-1,1);
92             if dpix > 1790
93                 B2(k,1)= B2(k-1,1)+1780;
94                 j=B2(k,1);
95                 n=n+1;
96                 k=k+1;
97             else
98                 n=n+1;
99                 j=j+1;
100                k=k+1;
101            end
102        else
103            j=j+1;
104        end
105    end
106 end
107 %% Encuentra la ubicacion de la de la amplitud maxima para
108     cada pixel.
109 s=1;
110 for i=1:4096
111     for j=B2(i):out2
112         if syncData(j)<3 && syncData(j+1)>3
113             syncIn=j+1;
114             break
115         end
116     for j=syncIn+1:out2
117         if syncData(j)<3 && syncData(j+1)>3
118             syncOut=j+1;
119             break
120         end
121     end
122     M=ampData(syncIn);
123     for n=syncIn:syncOut
124         if ampData(n)>M
125             M=ampData(n);
126             k=n;
127         end
128     end

```

```

129     %% Asigna la frecuencia correspondiente a los maximos
        de amplitud
130     delta=syncOut-syncIn;
131     pos=k-syncIn;
132     df=120000/delta; %%Aqui se puede introducir el
        intervalo del SWEEP para poderlo usar en diferentes
        archivos.
133     frec=pos*df+350000;
134     B3(s,1)=frec;
135     s=s+1;
136 end
137 %% Convierte el vector a una matriz de 64x64
138 Z=vec2mat(B3,64);
139 %% Graficar
140 figure
141 surf(Z); shading interp
142 colorbar
143 c.Label.String = 'Frecuencia de resonancia (Hz)';
144 caxis([390000,440000])
145 figure
146 pcolor(Z); shading interp
147 colorbar

```

Bibliografía

- [1] Bharat Bhushan. *Springer Handbook of Nanotechnology*. Springer. 1
- [2] Springer handbook of nanomaterials. 1
- [3] M. Kopycinska-Müller, A. Clausner, K.-B. Yeap, B. Köhler, N. Kuzeyeva, S. Mahajan, T. Savage, E. Zschech, and K.-J. Wolter. Mechanical characterization of porous nano-thin films by use of atomic force acoustic microscopy. 162:82–90. 1, 2
- [4] D. C. Hurley, K. Shen, N. M. Jennett, and J. A. Turner. Atomic force acoustic microscopy methods to determine thin-film elastic properties. 94(4):2347–2354. 1, 2
- [5] M. Kalyan Phani, Anish Kumar, W. Arnold, and K. Samwer. Elastic stiffness and damping measurements in titanium alloys using atomic force acoustic microscopy. 676:397–406. 1, 5
- [6] U. Rabe, S. Amelio, E. Kester, V. Scherer, S. Hirsekorn, and W. Arnold. Quantitative determination of contact stiffness using atomic force acoustic microscopy. 38(1):430–437. 1, 5
- [7] William D. Callister and David G. Rethwisch. *Materials Science and Engineering: An Introduction, 9th Edition: Ninth Edition*. Wiley. Google-Books-ID: TmxbAgAAQBAJ. 2
- [8] U. Rabe, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, and W. Arnold. Evaluation of the contact resonance frequencies in atomic force microscopy as a method for surface characterisation (invited). 40(1):49–54. 3, 5
- [9] Abdul Wadood. Brief overview on nitinol as biomaterial. 2016. 3, 6
- [10] U. Rabe and W. Arnold. Acoustic microscopy by atomic force microscopy. 64(12):1493–1495. 4

- [11] Ute Rabe. Atomic force acoustic microscopy. pages 37–90. 4
- [12] 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. 23(49):495705. 5, 21
- [13] Aime Margarita Gutierrez-Peralta. CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL y MECANICA DE ALEACIONES ni-ti y ni-ti-hf. 6, 16, 20
- [14] M. J. Mahtabi, Nima Shamsaei, and M. R. Mitchell. Fatigue of nitinol: The state-of-the-art and ongoing challenges. 50:228–254. 6
- [15] F. Oulevey, G. Gremaud, D. Mari, A. J. Kulik, N. A. Burnham, and W. Benoit. Martensitic transformation of NiTi studied at the nanometer scale by local mechanical spectroscopy. 42(1):31–36. 6, 7
- [16] Series Editors, P Avouris B Bhushan, and K Von Klitzing H Sakaki. *Acoustic scanning probe microscopy*, volume 6. DOI: 10.1007/978-3-642-01495-6. 20
- [17] Andrew Briggs. *An introduction to scanning acoustic microscopy*. Microscopy handbooks: 12. Oxford : Oxford University Press : Royal Microscopical Society, 1985. 28
- [18] Park Systems. AFM XE-70 user’s manual. 28
- [19] Stanford Research Systems. SR865a 2mhz DSP lock-in amplifier user’s manual. 29