UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA FACULTAD DE CIENCIAS



TESIS

"DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA CON SONDA NANOMÉTRICA PARA ANÁLISIS EN MICROFLUIDOS"

PARA OBTENER EL GRADO ACADÉMICO DE MAESTRO EN CIENCIAS CON MENCIÓN EN FÍSICA

ELABORADO POR:

DOMINGO MANUEL LA ROSA TRINIDAD

ASESOR:

Dr. ABEL AURELIO GUTARRA ESPINOZA

LIMA - PERÚ 2016

A mis padres: Héctor y Máxilia. A Mis abuelos: Alfredo e Hilda.

Agradecimientos

•

En este presente trabajo me gustaría agradecer en primer lugar a Dios, a mis padres por todo el apoyo que me han brindado durante todo este logro de formación académica, a mi asesor de investigación por su apoyo y consejos que me ayudaron como persona e investigador, a CONCYTEC por apoyar e incentivar la investigación otorgando becas de posgrado, dándome la oportunidad de crecer académicamente y fomentar el deseo de seguir investigando.

Índice general

RESUM	RESUMENviii		
1. IN	FRODUCCIÓN	1	
1.1	Objetivos generales y específicos	1	
2. MA	ARCO TEÓRICO	3	
2.1	Tensión superficial	3	
2.2	Viscosidad	5	
2.3	Efectos piezoeléctricos en materiales cerámicos	7	
2.4	Modelo mecánico - eléctrico		
2.5	Interacción de la sonda con la muestra	13	
2.6	Modelo de osciladores acoplados		
2.7	Automodos del diapasón	16	
2.8	Efecto de un pequeño desequilibrio de masa y gradiente de fuerza en la dinán	nica del	
diapa	són		
2.9	Determinación de la masa de la punta		
2.10	Determinación de la constante elástica efectiva		
2.11	Linealidad de la relación entre el gradiente de fuerza y el cambio en la frecue	ncia de	
resonancia			
2.12	Fuerza de interacción de la sonda a la muestra		
2.13	Consideraciones de ruido		
3. PR	OCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES		
3.1	Calibración del disco piezoeléctrico		
3.2	Funcionamiento del sistema	30	
3.3	Sintetizador de frecuencia AD9850		
3.4	Construcción de la sonda diapasón		
3.5	Acercamiento Manual		
3.6	Circuito excitador del diapasón		
3.7	Etapa de filtrado		
3.8	Circuito de acercamiento fino	40	
3.9	Detector de Amplitud		
3.10	Tarjeta Electrónica de control		
4. RE	SULTADOS EXPERIMENTALES SOBRE LA TENSIÓN SUPERFICIAL		

5.	DISCUSIONES	68
6.	CONCLUSIONES	69
7.	REFERENCIAS	70

Índice de figuras

FIGURA 1. TENSIÓN SUPERFICIAL DE UNA GOTA SOBRE UNA SUPERFICIE (IMAGEN OBTENIDA DE		
LA REVISTA HOLIWI,[8])		
FIGURA 2. MÉTODO DE LA PLACA DE WILHELMY [9]		
FIGURA 3. MÉTODO DE LA PLACA-BALANCE DE FUERZAS [9]		
FIGURA 4. APROXIMACIÓN Y RETRACCIÓN DE LA MUESTRA A LA SONDA		
FIGURA 5. DEFORMACIÓN DE UN FLUIDO ENTRE DOS PLACAS PARALELAS (FUENTE TOMADA DE		
WIKIPEDIA, [11])		
FIGURA 6. CURVAS DE FLUJO PARA DISTINTOS TIPOS DE COMPORTAMIENTOS (FIGURA TOMADA		
DE SCIELO, [13])7		
FIGURA 7. A) FOTOGRAFÍA DEL DIAPASÓN COMERCIAL B) CIRCUITO EQUIVALENTE ELÉCTRICO		
DEL DIAPASÓN		
FIGURA 8. DIMENSIONES DE LA SONDA DIAPASÓN [2]9		
FIGURA 9. GRÁFICA DE LA ADMITANCIA VS LA FRECUENCIA DE UN CRISTAL DIAPASÓN [15] 11		
FIGURA 10. (A) ILUSTRACIÓN DE LOS MODOS EN-FASE Y ANTI-FASE DE UN DIAPASÓN. (B)		
DIAGRAMA DEL MODELO DE OSCILADORES ACOPLADOS PARA EL CASO PARTICULAR DE UN		
DIAPASÓN CON DOS BRAZOS IDÉNTICOS (A = $1 \text{ y } \text{b} = 1$).[24]15		
FIGURA 11. (A) PARTES DE UN DISCO PIEZOELÉCTRICO DONDE EL DIAFRAGMA DE LATÓN ESTÁ		
CONECTADO A TIERRA. (B) UN VOLTAJE POSITIVO FUE APLICADO A LA CAPA		
PIEZOELÉCTRICA PROVOCANDO UNA DEFORMACIÓN CÓNCAVA HACIA ARRIBA DEL DISCO		
ZUMBADOR. (C) UN VOLTAJE NEGATIVO INDUCE UNA DEFORMACIÓN CÓNCAVA HACIA		
АВАЈО		
FIGURA 12. A) DIAGRAMA DEL INTERFERÓMETRO DE MICHELSON. B) INTERFERÓMETRO		
CONSTRUIDO PARA CARACTERIZAR AL DISCO PIEZOELÉCTRICO		
FIGURA 13. FRANJAS DE INTERFERENCIA DE MICHELSON PRODUCIDAS POR EL DESPLAZAMIENTO		
DEL PIEZOELÉCTRICO		
FIGURA 14. RELACIÓN DE LA DISTANCIA DE EXPANSIÓN DEL PIEZOELÉCTRICO d_m VS VOLTAJE		
APLICADO V_a		
FIGURA 15. DIAGRAMA DE BLOQUES DEL EQUIPO DESARROLLADO		
FIGURA 16. EQUIPO DISEÑADO PARA EL ANÁLISIS DE MICROFLUIDOS		
FIGURA 17. SINTETIZADOR DE FRECUENCIA AD9850, ESTE SINTETIZADOR CONSTA DE CUATRO		
BOTONES QUE SIRVEN PARA SELECCIONAR LA FRECUENCIA DE TRABAJO, UN SWITCH PARA		

SELECCIONAR UNA ONDA CUADRADA O SENOILDAL			
FIGURA 18. SECCIÓN TRANSVERSAL DE LA FIBRA DE CARBONO CUYO DIÁMETRO ES DE			
APROXIMADAMENTE 7µM. [28]			
FIGURA 19. FOTOGRAFÍA DE LA SONDA DIAPASÓN			
FIGURA 20. PLANO DE LA PLATAFORMA DE ACERCAMIENTO MANUAL			
FIGURA 21. FOTOGRAFÍA DE LA PLATAFORMA DE ACERCAMIENTO MANUAL ENCIMA DE UNA			
MESA ANTIVIBRATORIA			
FIGURA 22. DIAGRAMA DEL CIRCUITO EXCITADOR DEL DIAPASÓN			
FIGURA 23. CIRCUITO ELÉCTRICO DEL DIAPASÓN ACOPLADO A UN AMPLIFICADOR INVERSOR 37			
FIGURA 24. CIRCUITO ELÉCTRICO DE LA ETAPA DE FILTRADO			
FIGURA 25. CIRCUITO ELÉCTRICO DE ACERCAMIENTO FINO			
FIGURA 26. CIRCUITO ELÉCTRICO DE UN DETECTOR DE PICO			
FIGURA 27. PROGRAMA PARA LA APROXIMACIÓN Y RETRACCIÓN PARA LA CONSTRUCCIÓN DE LA			
CURVA DE HISTÉRESIS			
FIGURA 28. PANEL DE CONTROL PARA LA APROXIMACIÓN Y RETRACCIÓN DE LA MUESTRA A LA			
SONDA			
FIGURA 29. PROGRAMA USADO PARA MEDIR EL TIEMPO DE ESTABILIZACIÓN DE LA SONDA			
DIAPASÓN			
FIGURA 30. PLATAFORMA DE CONTROL PARA LA OBTENCIÓN DEL TIEMPO DE ESTABILIZACIÓN.			
FIGURA 31. GRAFICA DE AMPLITUD VS # INTERVALOS DE TIEMPO, CUANDO LA SONDA DE			
DIAPASÓN ESTÁ PRIMERO FUERA DE RESONANCIA Y SE LE PASA A RESONAR			
FIGURA 32. GRÁFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA PARA EN MODO ANTIFASE DE LOS BRAZOS			
DEL DIAPASÓN, OBTENIÉNDOSE UNA FRECUENCIA DE RESONANCIA EN SERIE			
FS=W20=32760Hz y paralelo igual a $FP=32768Hz$, con un factor de calidad igual			
A Q=23174			
FIGURA 33. GRÁFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA EN MODO FASE DE LOS BRAZOS DEL			
DIAPASÓN, OBTENIÉNDOSE LA FRECUENCIA W10=32000Hz49			
FIGURA 34. GRÁFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA PARA MODO EN ANTIFASE DE LOS BRAZOS			
DEL DIAPASÓN, OBTENIÉNDOSE UNA FRECUENCIA DE RESONANCIA EN SERIE			
FS=W2=32244Hz y paralelo igual a $FP=32257Hz$, con un factor de calidad igual			
A Q=2150			
FIGURA 35. GRÁFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA PARA MODO EN FASE DE LOS BRAZOS DEL			

FIGURA 36. GRAFICA DE LA AMPLITUD VS FRECUENCIA
FIGURA 37. GRAFICAS DE AMPLITUD VS # DE INTERVALO DE POSICIÓN EN Z, PARA DIFERENTES
TIEMPOS DE INTERVALOS DE POSICIÓN
FIGURA 38. FOTOGRAFÍA DE LA SONDA DIAPASÓN EN CONTACTO CON EL ACEITE DE VACÍO 54
FIGURA 39. GRAFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA, CUANDO LA SONDA ESTÁ SUMERGIDA EN
ACEITE SHELL HELIX HX3 SAE 50
FIGURA 40. GRAFICAS DE AMPLITUD VS # DE INTERVALO DE POSICIÓN EN Z, DEL ACEITE SHELL
HELIX HX3 SAE 50, DONDE SE OBSERVA QUE EL TIEMPO QUE DEMORA EN FORMARSE EL
MENISCO ES DE 60MS
FIGURA 41. GRAFICA DE LA CURVA DE HISTÉRESIS DEL ACEITE SHELL HELIX HX3 SAE 50,
PARA VARIAS INMERSIONES Y RETIROS DE LA SONDA AL LÍQUIDO
FIGURA 42. GRAFICA DE LA CURVA DE HISTÉRESIS DEL ACEITE SHELL HELIX HX3 SAE 50 58
FIGURA 43. GRAFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA, CUANDO LA SONDA ESTÁ SUMERGIDA EN
ACEITE VEGETAL
FIGURA 44. GRAFICAS DE AMPLITUD VS # DE INTERVALO DE POSICIÓN EN Z, DEL ACEITE
VEGETAL, DONDE EL TIEMPO DE FORMACIÓN DEL MENISCO ES DE 90MS59
FIGURA 45. GRAFICA DE LA CURVA DE HISTÉRESIS DEL ACEITE VEGETAL
FIGURA 46. GRAFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA, CUANDO LA SONDA ESTÁ SUMERGIDA EN
ACEITE DE VACÍO
FIGURA 47. GRAFICAS DE AMPLITUD VS # DE INTERVALO DE POSICIÓN EN Z, DEL ACEITE DE
VACÍO, CON UN TIEMPO FORMACIÓN DEL MENISCO ES DE 100MS
FIGURA 48. CURVA DE HISTÉRESIS DEL ACEITE DE VACÍO61
FIGURA 49. GRAFICA DE AMPLITUD VS FRECUENCIA, CUANDO LA SONDA ESTÁ SUMERGIDA EN
ACEITE DE OLIVA
FIGURA 50. GRAFICAS DE AMPLITUD VS $\#$ DE INTERVALO DE POSICIÓN EN Z, DEL ACEITE DE
OLIVA, CON TIEMPO PARA LA FORMACIÓN DEL MENISCO DE 120MS62
FIGURA 51. GRAFICA DE LA CURVA DE HISTÉRESIS DEL ACEITE DE OLIVA
FIGURA 52. CURVAS DE HISTÉRESIS DE LOS ACEITES UTILIZADOS PARA EL ANÁLISIS DE FLUIDOS
NEWTONIANOS
FIGURA 53. SISTEMA MEDIDOR DE LA TENSIÓN SUPERFICIAL
FIGURA 54. CURVA DE HISTÉRESIS DE LA SHAMPO HS
FIGURA 55. CURVA DE HISTÉRESIS DE CREMA HUMECTANTE
FIGURA 56. CURVA DE HISTÉRESIS DEL REACONDICIONADOR PARA CABELLO
FIGURA 57. CURVA DE HISTÉRESIS DEL DESODORANTE

FIGURA 58. CURVA DE HISTÉRESIS DE LA POSICIÓN DE SUMERGIMIENTO VS AMPLITUD DE LA		
MUESTRA DE TEMPERA	66	
FIGURA 59. INTERACCIÓN DE LA SONDA CON LA GOTA DE TEMPERA	67	
Figura 60. Fotografía de la sonda de diapasón en contacto con una gota de		
MERCURIO	67	
FIGURA 61. CURVA DE HISTÉRESIS DEL MERCURIO A PARTIR DE LA GRÁFICA POSICIÓN VS		
AMPLITUD DE LA SONDA DE DIAPASÓN	67	

Índice de tablas

TABLA 1. EQUIVALENCIAS ENTRE COMPONENTES MECÁNICOS Y ELÉCTRICOS	. 9
Tabla 2. Relación de número de anillos y voltaje de subida (V \uparrow) y bajada (V \downarrow)	28
Tabla 3. Tabla de la posición de inmersión, frecuencia de resonancia y amplitud de	ł
RESONANCIA DEL DIAPASÓN, PARA EL ACEITE DE VACÍO	54
Tabla 4. Tabla de la posición de inmersión, frecuencia de resonancia y amplitud de	3
RESONANCIA DEL DIAPASÓN, PARA EL ACEITE DE COCINA	55
Tabla 5. Tabla de la posición de inmersión, frecuencia de resonancia y amplitud de	ł
RESONANCIA DEL DIAPASÓN, PARA EL ACEITE DE COCINA	55
TABLA 6. TENSIÓN SUPERFICIAL DE LOS LÍQUIDOS UTILIZADOS	54

RESUMEN

La Nanociencia ha permitido explotar nuevas propiedades y fenómenos que emergen a dicha escala, lo cual ha traído consigo el desarrollo de nuevas tecnologías. Por ejemplo las propiedades piezoeléctricas de los cristales de forma de diapasón vienen siendo utilizados en diferentes aplicaciones tales como, por ejemplo, biosensores [1] y sensor de fuerza (incluyendo microscopios de fuerza atómica (AFM) [2] [3]). Otras de sus cualidades incluyen su bajo consumo de energía, bajo costo, alta precisión y larga estabilidad.

En la presente tesis se investiga el uso de cristales de forma de diapasón como sensores de viscosidad de películas delgadas, con miras a sus aplicaciones como adhesivos o lubricantes. La estrategia a seguir consiste en vibrar un diapasón de cuarzo a su frecuencia de resonancia; El diapasón lleva adherido en uno de sus brazos una fibra de carbono de 7 μ m de diámetro y se aproxima a una pequeña cantidad (μ L) de fluido depositada sobre una superficie lisa.

Cuando la punta del diapasón se acerca y entra en contacto con el microfluido la amplitud de vibración decae bruscamente, lo cual es atribuido a la formación del menisco que ocurre entre el líquido y la superficie de contacto de la sonda, esta masa adicional hace que haya un cambio de frecuencia de resonancia en el diapasón, generando un cambio de amplitud brusco. El acercamiento se realiza primero a pasos del orden de micrómetros. Una vez dentro del fluido, el avance de la punta prosigue a pasos de dimensión nanométrica. Subsecuentemente se procede a retirar la sonda hasta salir del líquido. Durante todo este proceso se monitorea la amplitud de vibración y la posición de sumergimiento.

Tal como se evidencia en los resultados experimentales, el proceso de inmersión y retiro de la sonda resulta en una curva de histéresis, la cual proporciona información de la tensión superficial del microfluido.

Una de las aplicaciones de este equipo es de tipo industrial, pues permitiría analizar películas delgadas viscosas (adhesivos o lubricantes).

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, una serie de dispositivos para medir propiedades físicas de un fluido se han desarrollado sobre la base del mecanismo de resonancia, como detectores de viscosidad y densidad del líquido[4][5] [6]. El principio detrás de todos estos sensores es para detectar un cambio en la frecuencia de resonancia y un cambio en la anchura del pico de resonancia en el líquido, y de esto para deducir la viscosidad o densidad del líquido [6]. Entre los diferentes resonadores, las horquillas de cuarzo son más atractivas debido a su bajo consumo de energía, bajo costo, alta precisión [6].

La mayoría de los equipos para medir las propiedades físicas de un fluido como viscosímetros de laboratorio, o medidores de tensión superficial requieren grandes volúmenes de fluidos. En este trabajo, un sensor piezoeléctrico se elige para esta aplicación debido a su pequeño tamaño, gran estabilidad y alta sensibilidad para analizar las propiedades físicas del fluido. Lo novedoso de este método consiste en construir una curva de histéresis al sumergir y retirar una sonda piezoeléctrica de una gota de líquido (corriente de amplitud vs posición de la sonda). Midiendo las variaciones de amplitud de corriente de la sonda producidas por las perturbaciones del fluido durante el proceso de sumergimiento y retiro de la sonda, dándonos información de la tensión superficial al momento de tocar la muestra liquida, que por el fenómeno de capilaridad se forma un menisco alrededor de la fibra de la sonda, produciendo un cambio de amplitud considerablemente alto, también es posible detectar la tensión superficial en el punto de desprendimiento de la sonda del líquido. Mientras la viscosidad es visualizada en las pendientes de la gráfica que son producidas al sumergir la sonda.

1.1 Objetivos generales y específicos

El objetivo principal de este trabajo es la construcción de un sistema con sonda nanométrica para el análisis de las propiedades de un microfluido.

Otros objetivos son:

- Diseñar y construir la plataforma mecánica para el acercamiento micrométrico de la sonda al fluido.
- Construir un sistema electrónico que amplifique y filtre la señal eléctrica del diapasón.

- Calibración del desplazamiento vertical del disco piezoeléctrico.
- Usar el sistema para construir la curva de histéresis amplitud vs distancia de inmersión en fluidos muestra.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Tensión superficial

Una molécula dentro de un líquido se somete a la acción de fuerzas de atractivas en todas las direcciones, siendo la resultante nula. Pero si la molécula está en la superficie del líquido, sufre la acción de un conjunto de fuerzas de cohesión cuya resultante es perpendicular a la superficie. Por lo tanto es necesario consumir algo de trabajo para mover las moléculas a la superficie, superando la resistencia de estas fuerzas, de modo que las moléculas de la superficie tienen más energía que el interior [7]. Figura 1.



Figura 1. Tensión superficial de una gota sobre una superficie (Imagen obtenida de la revista Holiwi,[8])

El método de Whilhelmy es un procedimiento para medir la tensión superficial, este método utiliza una placa geometría rectangular suspendida verticalmente a una balanza de precisión. La parte inferior de la placa se pone en contacto con la superficie (horizontal) del líquido, produciéndose la formación del menisco dado por el fenómeno de capilaridad del líquido. A continuación, se procede a levantar la placa lentamente mientras se forma una delgada película en el interface aire-liquido. El levantamiento procede hasta que se produzca la separación. En la posición justo antes de la separación se puede calcular el equilibrio de fuerzas entre las fuerzas de tensión (que se ejercen en ambos lados de la placa) y la fuerza de levantamiento F.



Figura 2. Método de la placa de Wilhelmy [9].

En la posición 3 justo antes de la separación (Figura 2) se puede calcular el equilibrio entre las fuerzas de tensión que se ejercen en ambas partes de la placa; por ello factor 2 y la fuerza de levantamiento F (Figura 3).



Figura 3. Método de la placa-Balance de fuerzas [9].

El balance de fuerza es

$$F = 2(L+e)\sigma\cos\theta \tag{2.1}$$

usualmente la placa es levemente rugosa, de tal forma que el ángulo de contacto sea lo más pequeño posible, y se pueda suponer igual a cero $\theta = 0$ y $e \ll L$, entonces la ecuación (2.1) se reduce a:

$$\sigma = \frac{F}{2L} \tag{2.2}$$

Para nuestro sistema se empleó este método de inmersión y extracción de la fibra del microfluido, como se muestra en la figura 4. La tensión superficial σ para una barra circular está en función de la fuerza de desprendimiento y el radio de la barra [10].

$$\sigma = \frac{F_{\text{max}}}{2\pi r} \tag{2.3}$$

Donde F_{max} es la fuerza de desprendimiento de la sonda con la muestra, y r es el radio de fibra de carbono.



Figura 4. Aproximación y retracción de la muestra a la sonda

2.2 Viscosidad

La Viscosidad es la resistencia que tienen las moléculas que conforman un líquido para separarse unas de otras, es decir, es la oposición de un fluido a deformarse y esta oposición es debida a las fuerzas de adherencia que tienen unas moléculas de un líquido o fluido con respecto a las otras moléculas del mismo líquido.

Un fluido se define como una sustancia que cambia continuamente su forma cuando se le somete a un esfuerzo cortante, no importa cuán pequeño sea.

Para un flujo ordenado en el que las partículas de fluido se mueven en líneas recta y paralelas (flujo paralelo), la ley establece que para ciertos fluidos conocidos como fluidos newtonianos, el esfuerzo cortante sobre una interfaz tangente a la dirección de flujo es proporcional a la tasa de cambio de la velocidad con respecto a la distancia, donde la diferenciación se toma en una dirección normal a la interfaz.



Figura 5. Deformación de un fluido entre dos placas paralelas (fuente tomada de Wikipedia, [11])

Matemáticamente se establece como

$$\tau = \mu \frac{\partial V}{\partial y} \tag{2.4}$$

donde μ se conoce como el coeficiente de viscosidad, y τ el esfuerzo cortante.

El coeficiente de viscosidad absoluta o simplemente la viscosidad absoluta de un fluido es una medida de su resistencia al deslizamiento o a la deformación cortante o angular.

Los fluidos no newtonianos también son materiales viscosos en los cuales el esfuerzo cortante está relacionado con la tasa de corte, dV/dy, en una forma más complicada. La ley de potencia es una forma de describir el comportamiento de materiales viscosos, Para flujos paralelos está dada como:

$$\tau = k \left(\frac{dV}{dy}\right)^n \tag{2.5}$$

Para un fluido newtoniano $k = \mu$ y n = 1. Para otros valores de n se tendría un fluido no newtoniano.

Un fluido no newtoniano cuyo comportamiento se describe mediante la ecuación (2.5) con n < 1 se conoce como pseudoplástico; este nombre se origina porque con el incremento de la tasa de corte, dV/dy, existe una curiosa disminución en la viscosidad efectiva. Es decir, con un incremento en la tasa de corte el líquido se adelgaza. En la figura 6 se muestra la curva esfuerzo-tasa de corte. Muchos lodos no newtonianos son pseudoplásticos. Por otra

parte, si n > 1, el fluido se conoce como dilatante; aquí el fluido se "engruesa" con un aumento en la tasa de corte.

Además, existen los llamados materiales lineales de Bingham, donde, se presenta únicamente un desplazamiento finito para un esfuerzo cortante menor que un valor τ_1 y para el cual existe un comportamiento viscoso newtoniano cuando el esfuerzo cortante es mayor que τ_1 . [12]

Este comportamiento se muestra en la figura 6. La ecuación correspondiente es

$$\tau = \tau_1 + \mu_B \frac{dV}{dy} \tag{2.6}$$

finalmente, cabe indicar que muchos materiales poseen una combinación de características viscosas y elásticas, por lo que se conocen como materiales viscoelásticos.



Figura 6. Curvas de flujo para distintos tipos de comportamientos (Figura tomada de Scielo, [13])

2.3 Efectos piezoeléctricos en materiales cerámicos

Piezoelectricidad es el término general que describe la propiedad que exhiben algunos cristales (redes cristalinas) para llegar a polarizarse eléctricamente cuando se les aplica una tensión, bien comprensiva, bien extensiva [14]. El cuarzo es un buen ejemplo de material piezoeléctrico. Si el esfuerzo de comprensión se aplica al cristal, este desarrolla un momento eléctrico proporcional a la fuerza aplicada (efecto piezoeléctrico directo).

Opuestamente, si el cristal se introduce en un campo eléctrico, la forma del cristal cambia levemente (efecto piezoeléctrico opuesto).

En un cristal metálico, cada celdilla de la red cristalina espontáneamente esta polarizada a lo largo de las distintas direccione permitidas. Esta polarización desaparece a la temperatura critica (Punto de Curie), por encima de la cual el cristal llega a ser paraeléctrico.

Si un cristal se solidifica alrededor de la temperatura de Curie en presencia de un campo eléctrico externo, los dipolos tienden a alinearse en la dirección paralela al campo externo. Si este cristal es comprimido la red cristalina tiende a distorsionarse, introduciendo cambios en el momento dipolar del cristal (efecto piezoeléctrico). El rango de tensión aplicado será específico al material y el cambio en el momento dipolar es lineal y reversible.

Cuando quitamos el campo eléctrico los dipolos permanecen alineados y localizados, dando al material una polarización remanente, una deformación permanente y una piezoelectricidad permanente.[15]

2.4 Modelo mecánico - eléctrico

La aparición de los diapasones como sensores de fuerza de los SPM comienza en 1989 cuando Güther [16] y colaboradores pegaron una punta en uno de sus brazos, y lo utilizaron como microscopio de campo acústico.

Los diapasones de cuarzo pueden ser excitados aplicando un diferencial de potencial alterna en uno de sus electrodos y midiendo la corriente piezoelectricidad inducida por el movimiento de los brazos en el otro electrodo, conocida como autoexcitación, o bien, puede ser excitado mecánicamente, por ejemplo con otro material piezoeléctrico.



Figura 7. a) Fotografía del diapasón comercial b) Circuito equivalente eléctrico del diapasón

Y en la figura 7a se observa un diapasón piezoeléctrico de una frecuencia de resonancia

libre de 32768Hz que fue usado como sonda de exploración en este trabajo.

En la figura 7b se observa el equivalente eléctrico de un diapasón, donde la inductancia L, la capacidad C, y la resistencia R, son análogas a la masa, la inversa de la constante elástica y el factor de amortiguamiento viscoso de un sistema mecánico ver tabla 1. El condensador C_0 representa la capacidad electrostática entre los electrodos, con el cristal como dieléctrico, y su valor es siempre mucho mayor que C.

Tabla 1. Equivalencias entre componentes mecánicos y eléctricos

Oscilador eléctrico	Oscilador mecánico
L, Inductancia	m, masa
R, resistencia	λ , amortiguamiento
1/C, inverso de la capacitancia	K, constante elástica



Figura 8. Dimensiones de la sonda diapasón [2].

El diapasón tiene las siguientes dimensiones y propiedades mecánicas, [2]

W=0,30mm: Espesor de brazo

T=0,40mm: Ancho de brazo

L=3,04mm: Longitud de brazo

B=4,52mm: Longitud del diapasón

H=1,02mm: Ancho del diapasón

Propiedades mecánicas:

 ρ =2,65x10³ kg.m⁻³: Densidad del cuarzo

Y=7,87x10¹⁰ N.m⁻²: Módulo de Young

k=13,446 kN.m⁻¹: Constante Elástica

Del circuito de la Figura 7b se obtiene la siguiente ecuación

$$IR + \frac{Q}{C} + L\frac{dI_s}{dt} = V_0 \sin \omega_f t$$

$$\frac{d^2 I_s}{dt^2} + \frac{R}{L}\frac{dI_s}{dt} + \frac{I}{LC} = \frac{V_0\omega_f}{L}\cos\omega_f t$$
(2.7)

Deduciendo la solución de la ecuación (2.7)

$$I = I_0 \sin(\omega_f t - \phi) \tag{2.8}$$

Donde la corriente de amplitud es

$$I_0 = \frac{V_0}{\sqrt{R^2 + \left(\omega_f L - \frac{1}{\omega_f C}\right)^2}}$$
(2.9)

Y su ángulo de fase está representado por

$$\phi = \arctan\left(\frac{\omega_f L - \frac{1}{\omega_f C}}{R}\right)$$
(2.10)

Con una frecuencia de resonancia igual a

$$f_s = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{1}{LC}} \tag{2.11}$$

Para hallar la frecuencia en paralelo f_p , del circuito de la figura obtenemos que la impedancia es

$$Z = \frac{RX_{C_0}^2}{R^2 + (X_L - X_C - X_{C_0})} - j \frac{X_{C_0} [R^2 + (X_L - X_C) (X_L - X_C - X_{C_0})]}{R^2 + (X_L - X_C - X_{C_0})}$$
(2.12)

como el diapasón está en resonancia la parte imaginaria se hace cero, y R<< $(X_L - X_C)^2$. Por lo que la frecuencia de resonancia paralela es:

$$f_{p} = \frac{1}{2\pi\sqrt{L}}\sqrt{\frac{1}{C} + \frac{1}{C_{0}}}$$
(2.13)

Por otra parte como $C_0 >> C$, entonces

$$\sqrt{\frac{1}{C} + \frac{1}{C_0}} \approx \frac{1}{\sqrt{C}}$$
(2.14)

Con lo que $f_s \cong f_p$

En la mayoría de los cristales, la frecuencia paralela varía menos del 1 por 100 por encima de la frecuencia serie. Figura 9.



Figura 9. Gráfica de la admitancia vs la frecuencia de un cristal diapasón [15].

El factor de calidad queda expresado por

$$Q = \frac{1}{R} \sqrt{\frac{L}{C}} = \frac{f_s}{f_+ - f_-}$$
(2.15)

Donde f_+ y f_- son las frecuencias cuadrantales para las cuales la potencia transferida del generador al cristal cae a la mitad de la potencia máxima que se transferida del generador al cristal cae a la mitad de la potencia máxima que se transfiere en resonancia. [1],[2],[17],[18],[19],[20].

Usando un modelo mecánico a la masa efectiva de un brazo m, la constante de amortiguamiento γ , la constante de elasticidad κ

$$m\frac{d^2u}{dt^2} + b\frac{du}{dt} + ku = F_0 \cos \omega t$$
(2.16)

Sabiendo que $q = 2\alpha u$, [21], y reemplazando en (2.16)

$$\frac{m}{2\alpha}\frac{d^2q}{dt^2} + \frac{b}{2\alpha}\frac{dq}{dt} + \frac{k}{2}q = F_0\cos\omega t$$

Y relacionando con la ecuación eléctrica L, R y C

$$L\frac{d^2q}{dt^2} + R\frac{dq}{dt} + \frac{1}{C}q = F_0\cos\omega t$$

Se obtiene la relación del modelo mecánico con el eléctrico

$$L = \frac{m}{2\alpha^2}, \ C = \frac{2\alpha^2}{k}, \ R = \frac{m\gamma}{2\alpha^2}, \ F_0 = V_0 \alpha$$
(2.17)

De la ecuación (2.13) se puede hallar el valor de L

$$L = \frac{1}{4\pi^2 C_0 (f_p - f_s)}$$
(2.18)

donde capacitancia C_0 , es principalmente determinada por la estructura geométrica de los contactos en el cristal, las propiedades dieléctricas del cuarzo y por la capacitancia del cable.[20].

De la relación
$$\Delta \omega = \frac{b}{m} = \frac{R}{L}$$
 se puede determinar R

$$R = 2\pi\Delta fL \tag{2.19}$$

Por ultimo de la ecuación (2.11) se puede obtener C

$$C = \frac{1}{4\pi^2 f_s^2 L}$$
(2.20)

2.5 Interacción de la sonda con la muestra

En el modelo planteado por La Rosa, [3], permite explicar los efectos elásticos y de disipación entre la punta de prueba y el fluido. Si consideráramos que el potencial de interacción U(x) fuera cuadrático (aquí x es el desplazamiento lateral de la punta respecto a la muestra), entonces el termino $k=\partial^2 U/\partial x^2$ constituiría la causa un cambio en la frecuencia de resonancia.

La ecuación de movimiento de la punta (considerada como un oscilador de masa efectiva M, constante de amortiguación γ_0 , y constante de restauración k_0), es $M\ddot{x} + M\gamma_0\dot{x} + k_ox = F_{drive^-} F_{probe-sample^-} F_{drive^-} kx$. Aquí la interacción entre la prueba y la muestra es considerada como fuerza conservativa. Pero en realidad esta interacción es parte de un proceso dinámico. Si consideramos el movimiento de la punta relativo al fluido (el ultimo moviéndose a velocidad u) la ecuación de movimiento debe ser expresada más bien como $M\ddot{x} + M\gamma_0\dot{x} + k_ox = F_{drive^-} F_{probe-sample} = F_{drive^-} k(x-u)$. Dado que el desplazamiento del fluido es inducido por el movimiento de la punta, es razonable asumir $u = \tilde{A}x = |\tilde{A}|e^{i\phi}x$, donde \tilde{A} es un factor numérico complejo que describe el acoplamiento entre el movimiento de la punta y el de la muestra liquida.

$$M\ddot{x} + M\gamma_0\dot{x} + k_0x = F_{drive} - k(x - u)$$
(2.21)

13

 $u = |A|e^{i\phi}x = |A|[\cos\phi + i\sin\phi]x$ $u = |A|\cos\phi x + i|A|\sin\phi x$

Sabiendo que:

$$x = x_0 e^{i(\omega t + \delta)}$$

$$\dot{x} = i\omega x_0 e^{i(\omega t + \delta)} = i\omega x$$

$$\dot{x} = \frac{\dot{x}}{i\omega}$$

$$u = |A| \cos \phi x + \frac{i|A|\sin \phi}{i\omega} \dot{x}$$

$$u = |A| \cos \phi x + \frac{|A|\sin \phi}{\omega} \dot{x}$$

$$M\ddot{x} + M\gamma_0\dot{x} + k_0x = F_{drive} - k\left[x - |A|\cos\phi x - \frac{|A|\sin\phi}{\omega}\dot{x}\right]$$

$$M\ddot{x} + M\gamma_0\dot{x} + k_0x = F_{drive} - k[1 - |A|\cos\phi]x + \frac{|A|\sin\phi}{\omega}\dot{x}$$

Así la ecuación debe expresarse como,

$$M\ddot{x} + M\gamma_0 \dot{x} + k_0 x = F_{drive} - k[1 - \left|\widetilde{A}\right| \cos\phi] x + k \frac{\left|\widetilde{A}\right| \sin\phi}{\omega} \dot{x}$$
(2.23)

Notar que la constante efectiva de amortiguamiento resulta tener la forma

$$\gamma' = \frac{-\left|\tilde{A}\right|\sin\phi}{M\omega}k$$
(2.24)

$$k' = k \left[1 - \left| A \right| \cos \phi \right] \tag{2.25}$$

Esto es, la interacción disipativa (γ) se incrementa con respecto a la interacción conservativa entre la punta y la muestra (k). De manera que en la región cerca de la zona

(2.22)

de interacción entre la punta y la muestra, debido a un retraso de fase en la interacción punta-muestra, la interacción conservativa esta siempre acompañada de interacción disipativa, y la energía de disipación es liberada en forma de ondas acústicas.

2.6 Modelo de osciladores acoplados

••

Los sensores basados en diapasones de cuarzo han sido modelizados de forma extensa en la literatura como osciladores armónicos simples [22]. Sin embargo, los diapasones de cuarzo se comportan como un par de flejes acoplados y por tanto su dinámica está fuertemente influida por su acoplamiento y no se puede reproducir mediante un modelo de oscilador armónico simple.[23]



Figura 10. (a) Ilustración de los modos en-fase y anti-fase de un diapasón. (b) Diagrama del modelo de osciladores acoplados para el caso particular de un diapasón con dos brazos idénticos ($\alpha = 1$ y $\beta = 1$).[24]

Los brazos del diapasón se pueden modelizar como dos osciladores armónicos (1 y 2) con masa efectiva *m* y constante elástica *k*. El acoplamiento entre los brazos se modeliza mediante un muelle con constante elástica efectiva k_{ac} . El movimiento de las masas 1 y 2 (x1 y x2) representa la deflexión de los extremos de los brazos 1 y 2 del diapasón. Las ecuaciones de movimiento son

$$\alpha x_{1}^{*} + \beta k \cdot x_{1} + k_{ac} (x_{1} - x_{2}) = 0$$

$$m x_{2}^{*} + k \cdot x_{2} + k_{ac} (x_{2} - x_{1}) = 0$$
(2. 26)

donde el parámetro $\alpha = 1 + \Delta m/m$ tiene en cuenta el cambio de masa Δm que sufre el brazo

1 al añadir la punta y el parámetro $\beta = 1 + (\partial F/\partial z)/k$ tiene en cuenta el efecto de una gradiente de fuerza ($\partial F/\partial z$) actuando en la punta del sensor.

2.7 Automodos del diapasón

Hay dos automodos que son solución del sistema de ecuaciones (2.26): uno en el que ambas masas oscilan en fase (modos en-fase) y otro en el que las masas oscilan en anti-fase (modo en anti-fase). Las autofrecuencias de los modos en-fase y anti-fase (ω_1 y ω_2 respectivamente) se pueden obtener resolviendo el problema de autovalores de la expresión (2.26) empleando una solución particular de oscilación armónica:

$$\omega_{2,1}^{2} \cong \frac{1}{4\alpha} \left\{ \Omega \pm \sqrt{\Omega^{2} - 8\alpha \omega_{10}^{2} \left[\omega_{10}^{2} (\beta - 1) + \omega_{20}^{2} (\beta + 1) \right]} \right\}$$
(2.27)

con $\Omega = \left[\omega_{10}^2 \cdot (\alpha + 2\beta - 1) + \omega_{20}^2 \cdot (\alpha + 1)\right]$. Los términos ω_{10} y ω_{20} son las autofrecuencias de los modos en-fase y anti-fase en el caso de un diapasón perfectamente equilibrado ($\alpha = 1$ y $\beta = 1$). Nótese que el signo + (-) de la expresión (2.27) se corresponde con el modo anti-fase (en-fase) de oscilación. Estas autofrecuencias se pueden expresar en términos de la constante elástica de un brazo (k), la masa efectiva de un brazo (m) y de la constante elástica del acoplamiento entre los brazos (k_{ac}):

$$\omega_{10} = 2\pi f_{10} = \sqrt{\frac{k}{m}}$$

$$\omega_{20} = 2\pi f_{20} = \sqrt{\frac{k + 2k_{ac}}{m}}$$
(2. 28)

Usando la expresión (2.28), la constante elástica del acoplamiento k_{ac} se puede expresar en términos de la constante elástica efectiva de un brazo (*k*) y de las autofrecuencias del sistema de dos osciladores idénticos acoplados (ω_{10} y ω_{20})

$$k_{ac} = \frac{k}{2} \left[\left(\frac{\omega_{20}}{\omega_{10}} \right)^2 - 1 \right]$$
(2.29)

de la expresión (2.29) se deduce que cuanto mayor sea la constante elástica del

acoplamiento, mayor será la diferencia entre las frecuencias de los modos anti-fase y enfase. Por tanto, un modo muy sencillo de estimar la constante de acoplamiento entre los brazos es medir las frecuencias de los modos en-fase y anti-fase cuando el diapasón está equilibrado (sin añadirle masa ni aplicarle un gradiente de fuerza). [25].

2.8 Efecto de un pequeño desequilibrio de masa y gradiente de fuerza en la dinámica del diapasón

Según castellano [24] el cambio en la oscilación del diapasón que produce una masa Δm en el brazo 1 es equivalente, a primer orden, a un gradiente de fuerza negativo $(\partial F/\partial z)$ actuando en dicho brazo. Esta relación cobra una expresión analítica muy sencilla para el caso de un diapasón, inicialmente equilibrado, al que se desequilibra con una masa Δm y un gradiente $\partial F/\partial z$ en el brazo 1. La expresión (2.27) se puede simplificar bajo la suposición que $\alpha \rightarrow 1$ y $\beta \rightarrow 1$,

$$\omega_1^2 = \omega_{10}^2 \cdot \left(1 + \frac{\partial F/\partial z}{2k} - \frac{\Delta m}{2m} + \ldots\right)$$

$$\omega_2^2 = \omega_{20}^2 \cdot \left[1 + \left(\frac{\omega_{10}}{\omega_{20}}\right)^2 \cdot \frac{\partial F/\partial z}{2k} - \frac{\Delta m}{2m} + \ldots\right]$$
(2.30)

Usando $\sqrt{1 + ax + by} \xrightarrow[y \to 0]{x \to 0} 1 + \frac{a}{2}x + \frac{b}{2}y + \dots$ en la expresión anterior obtenemos:

$$\frac{\omega_1}{\omega_{10}} = \sqrt{1 + \frac{\partial F/\partial z}{2k} - \frac{\Delta m}{2m} + \dots} = 1 + \frac{\partial F/\partial z}{4k} - \frac{\Delta m}{4m} + \dots$$

$$\frac{\omega_2}{\omega_{20}} = \sqrt{1 + \left(\frac{\omega_{10}}{\omega_{20}}\right)^2 \cdot \frac{\partial F/\partial z}{2k} - \frac{\Delta m}{2m} + \dots} = 1 + \left(\frac{\omega_{10}}{\omega_{20}}\right)^2 \cdot \frac{\partial F/\partial z}{4k} - \frac{\Delta m}{4m} + \dots$$
(2.31)

Por tanto, el cambio en la dinámica del modo anti-fase producido por una masa Δm es equivalente al cambio producido por un cierto gradiente de fuerza $\partial F/\partial z$:

$$\frac{\partial F}{\partial z} = -\left(\frac{\omega_{20}}{\omega_{10}}\right)^2 \frac{k}{m} \cdot \Delta m = -\omega_{20}^2 \cdot \Delta m \tag{2.32}$$

Esta relación entre el gradiente de fuerza y el incremento de masa en un brazo del diapasón tiene dos consecuencias importantes. La primera es que se puede emplear un gradiente de fuerza positivo actuando en el brazo 1 del diapasón para reequilibrar el diapasón tras haberle colocado la punta al brazo 1. La segunda consecuencia es que la respuesta del diapasón al cambio de masa de una pata se puede usar para validar el modelo de osciladores acoplados.

2.9 Determinación de la masa de la punta

La punta, que se fija en el diapasón para emplearlo, cambia la dinámica del diapasón de cuarzo. El desequilibrio introducido por la masa de la punta cambia la constante elástica efectiva del sensor de fuerza.

Resulta interesante que la relación entre el cambio de la frecuencia de resonancia y el desequilibrio por masa añadida se puede emplear para estimar con precisión la masa de la punta. Nótese que una vez que se conoce la masa de la punta, se puede emplear el modelo de osciladores acoplados para predecir la dinámica del sensor de fuerza.

Si se considera un diapasón cuyo brazo 1 está desequilibrado por una masa ($\alpha = 1 + \Delta m/m$) y que no hay ningún gradiente de fuerza ($\beta = 1$), la expresión (2.27) puede escribirse como

$$\omega_{2,1}^{2} = \frac{1}{4\alpha} \left(A \pm \sqrt{A^{2} - 16\alpha \omega_{10}^{2} \omega_{20}^{2}} \right)$$
(2.33)

Con A dado por

$$A = (\alpha + 1)(\omega_{10}^2 + \omega_{20}^2)$$
(2.34)

Despejando α en la ecuación (2.33) y usando $\alpha = 1 + \Delta m/m$, la relación entre el incremento de masa debido a la punta y el cambio en la frecuencia de resonancia es:

$$\frac{\Delta m}{m} = 2 \left[\frac{\left(\omega_2^2 - \omega_{10}^2\right) \left(\omega_2^2 - \omega_{20}^2\right)}{\omega_2^2 \left(\omega_{10}^2 + \omega_{20}^2 - 2\omega_2^2\right)} \right]$$
(2.35)

Por tanto, el cociente entre la masa añadida y la masa del brazo $m = 0.2427 \rho LWT$,[26], depende únicamente de las autofrecuencias del diapasón equilibrado (ω_{10} y ω_{20}) y de la autofrecuencia del modo anti-fase tras añadir la masa ω_2 .

2.10 Determinación de la constante elástica efectiva

Si consideramos que el diapasón está inicialmente equilibrado ($\alpha = 1$ y $\beta = 1$) y que se aplica un pequeño gradiente de fuerza ($\beta \rightarrow 1$), la relación entre el gradiente de fuerza aplicado y el cambio en la frecuencia de resonancia está dada por: [25]

$$\frac{\omega_1 - \omega_{10}}{\omega_{10}} \cong \frac{\partial F/\partial z}{4k} + \dots$$

$$\frac{\omega_2 - \omega_{20}}{\omega_{20}} \cong \left(\frac{\omega_{10}}{\omega_{20}}\right)^2 \cdot \frac{\partial F/\partial z}{4k} + \dots$$
(2.36)

De la expresión (2.36) se aprecia que la relación entre el cambio de frecuencia de los modos en-fase y anti-fase con el gradiente de fuerza es similar a la obtenida para un oscilador armónico pero con unas constantes elásticas efectivas:

$$k_{ef,1} = 2k$$

$$k_{ef,2} = 2k \left(\frac{\omega_{20}}{\omega_{10}}\right)^2 = 2(k + 2k_{ac})$$
(2.37)

La constante elástica k puede calcularse usando la fórmula para flejes de sección rectangular $k = 0.25 \cdot EW(TL^{-1})^3$ con E el módulo de Young del cuarzo (78.7 GPa), T el espesor, W la anchura y L la longitud del brazo del diapasón [26]. Para determinar las dimensiones de los brazos de los diapasones con precisión se emplea microscopía óptica de

alta resolución.

La principal fuente de error de este método de calibración se debe a la fuerte dependencia de la constante elástica k con las dimensiones geométricas de los brazos. Los diapasones disponibles comercialmente tienen brazos cuya forma no es exactamente la de un fleje de sección rectangular. Por tanto, la precisión de este método se puede mejorar empleando un procedimiento para determinar la constante elástica de los brazos k independiente de las dimensiones del diapasón.

Hasta ahora se han mostrado los resultados para diapasones que están inicialmente equilibrados y se desequilibran por la acción de un pequeño gradiente de fuerza. Este caso no incluye, por ejemplo, diapasones de cuarzo a los que se ha añadido una punta para emplearse en microscopía de sonda próxima. Sin embargo, el método descrito anteriormente se puede extender fácilmente al caso de diapasones desequilibrados por una masa Δm ($\alpha > 1$) y por un pequeño gradiente de fuerza ($\beta = 1 + \partial F/\partial z \cdot k^{-1} \rightarrow 1$). La expresión (2.27) se puede desarrollar en serie de Taylor como

$$\omega_{2,1}^{2} \cong \frac{1}{4\alpha} (A \pm B) \mp (\beta - 1) \cdot (C \mp B) \cdot \frac{\omega_{10}^{2}}{2\alpha B} + \dots$$
(2.38)

Con

$$A = (\alpha + 1) \cdot (\omega_{10}^2 + \omega_{20}^2)$$

$$B = \sqrt{A^2 - 16\alpha \omega_{10}^2 \omega_{20}^2}$$

$$C = (\alpha - 1/\alpha + 1)A$$

(2. 39)

Definiendo $\omega_{2,1}$ ($\beta = 1$) $\equiv (A \pm B)/4\alpha$ y manipulando la ecuación (2.38) se obtiene:

$$\frac{\omega_{2,1}}{\omega_{2,1}(\beta=1)} \cong \sqrt{1 \mp (\beta-1) \cdot \left(\frac{C \mp B}{A \pm B}\right) \cdot \frac{2\omega_{10}^2}{B} + \dots}$$
(2.40)

Empleando el desarrollo en serie de Taylor $\sqrt{1 + \alpha x} \xrightarrow[x \to 0]{x \to 0} \rightarrow 1 + \alpha x^2/2 + ...$ la ecuación anterior se puede simplificar de la siguiente manera.

$$\frac{\Delta \omega_{2,1}}{\omega_{2,1}} \equiv \frac{\omega_{2,1} - \omega_{2,1}(\beta = 1)}{\omega_{2,1}(\beta = 1)} \cong \dots$$
$$\cong \mp (\beta - 1) \cdot \left(\frac{C \mp B}{A \pm B}\right) \cdot \frac{\omega_{10}^2}{B} + \dots$$
(2.41)

De donde se obtiene que la constante elástica efectiva del modo anti-fase es:

$$k_{ef,2} = -\frac{k}{2\omega_{10}^2} \cdot \frac{B(A+B)}{(C-B)}$$
(2.42)

Esta expresión depende únicamente de la constante elástica de un brazo del diapasón (k), del cociente entre la masa añadida inicialmente (Δm) y la masa del brazo del diapasón (m)y de las autofrecuencias del diapasón cuando está completamente equilibrado $(\omega_{10} \text{ y } \omega_{20})$.

2.11 Linealidad de la relación entre el gradiente de fuerza y el cambio en la frecuencia de resonancia

Si se considera el caso más general donde un diapasón está desequilibrado por la masa añadida por la punta Δm y por un pequeño gradiente de fuerza ($\beta = 1 + \partial F/\partial z \cdot k - 1 \rightarrow 1$), la expresión (2.27) se puede desarrollar en serie de Taylor como sigue

$$\omega_{2,1}^{2} = \frac{1}{4\alpha} (A \pm B) \mp (\beta - 1) \cdot (C \mp B) \cdot \frac{\omega_{10}^{2}}{2\alpha\beta} \pm (\beta - 1)^{2} \cdot (B^{2} - C^{2}) \cdot \frac{\omega_{10}^{4}}{2\alpha^{2}} + \dots$$
(2.43)

Con A, B y C definidos en la expresión (2.39).

Definiendo $\omega_{2,1}(\beta = 1) \equiv (A \pm B)/4\alpha$ y manipulando la ecuación (2.43) se obtiene:

$$\frac{\omega_{2,1}}{\omega_{2,1}(\beta=1)} \cong \sqrt{1 \mp (\beta-1) \cdot \left(\frac{C \mp B}{A \pm B}\right) \cdot \frac{2\omega_{10}^2}{B} \pm (\beta-1)^2 \cdot \left(\frac{B^2 - C^2}{A \pm B}\right) \cdot \frac{2\omega_{10}^2}{B^3}} + \dots$$
(2.44)

Usando el desarrollo $\sqrt{1+ax+bx^2} \longrightarrow 1 + \frac{a}{2}x + \left(\frac{b}{2} - \frac{a^2}{8}\right)x^2 + \dots$, la expresión (2.44) se aproxima por:

$$\frac{\Delta\omega_{2,1}}{\omega_{2,1}} \equiv \frac{\omega_{2,1} - \omega_{2,1}(\beta = 1)}{\omega_{2,1}(\beta = 1)} \cong \mp (\beta - 1) \cdot \left(\frac{C \mp B}{A \pm B}\right) \cdot \frac{\omega_{10}^2}{B} \pm \dots$$

$$\pm (\beta - 1)^{2} \cdot \left[\frac{B^{2} - C^{2}}{B} - \frac{(C \mp B)^{2}}{A \pm B} \right] \cdot \frac{\omega_{10}^{4}}{B^{2} (A \pm B)} + \dots$$
(2.45)

Esta expresión puede reescribirse para apreciar más claramente la parte lineal y la corrección de segundo orden en la relación entre el cambio en la frecuencia de resonancia del diapasón y el gradiente de fuerza aplicado en la punta:

$$\frac{\Delta f}{f} \approx \frac{1}{2k_{eff}} \cdot \frac{\partial F}{\partial z} + \delta \cdot \left(\frac{\partial F}{\partial z}\right)^2 + O\left(\left(\frac{\partial F}{\partial z}\right)^3\right)$$
(2.46)

con el coeficiente de segundo orden δ dado por

$$\delta = \frac{16\pi^4 f_{10}^4}{k^2 B^2 (A+B)} \left[\frac{\left(B^2 - C^2\right)}{B} - \frac{\left(C - B\right)^2}{A+B} \right]$$
(2.47)

Los gradientes de fuerza positivos "ablandan" de modo efectivo al diapasón. Esto se debe a que un gradiente de fuerza positivo contrarresta el efecto de la masa de la punta, reequilibrando al diapasón [25]. El efecto para gradiente de fuerza negativos es el opuesto por el mismo motivo.

2.12 Fuerza de interacción de la sonda a la muestra

Para explicar el fenómeno que se produce en la interacción de la sonda a la muestra, Castellano, [24], emplea un modelo de osciladores acoplados con dos términos de amortiguamiento. El primer término considera la disipación de la energía mecánica, como la proveniente de la fricción hidrodinámica de cada uno de los brazos y es denotado por un término γ . El segundo es realizado por la disipación a través de la base del diapasón, y es denotado con el término γ_{base} que es proporcional a la velocidad del centro de masas del diapasón

$$\alpha m x_{1}^{"} + \beta k \cdot x_{1} + k_{c} (x_{1} - x_{2}) + \frac{\gamma_{base} m}{1 + \alpha} \left(\alpha x_{1}^{"} + x_{2}^{"} \right) + \gamma m \cdot x_{1} = F_{1}(t)$$

$$m x_{2}^{"} + k \cdot x_{2} + k_{c} (x_{2} - x_{1}) + \frac{\gamma_{base} m}{1 + \alpha} \left(\alpha x_{1}^{"} + x_{2}^{"} \right) + \gamma m \cdot x_{2} = F_{2}(t)$$
(2.48)

con $F_i(t)$ la fuerza impulsora en la masa i = 1,2. Haciendo $\beta \cdot F_1(t) = F_2(t) = F_0 \cdot \cos(\omega t)$ se simula la excitación mecánica del diapasón a la frecuencia ω .

Todos los parámetros permanecen inalterados cuando el diapasón es desequilibrado tanto por un gradiente de fuerza como por el lastre de una masa.

2.13 Consideraciones de ruido

El ruido es una perturbación de voltaje que se superpone con la componente de señal que se procesa. Por lo que se buscan métodos para minimizar el ruido o bien mejorar la relación señal a ruido del sistema.

Si bien el ruido electrónico es el de mayor influencia en los sistemas electrónicos, para este sistema el ruido mecánico es clave dado que la fibra de carbono de la sonda debe estar sumamente cerca de la superficie a muestrear, es necesario que no haya vibraciones que provoquen colisiones y se estropeen las mediciones.

Ruido Electrónico

En el ámbito electrónico se tienen dos fuentes de ruido: el ruido de Johnson o ruido térmico y el ruido electromagnético producido por la radiación absorbida por el sistema.

El ruido de Johnson o ruido térmico se produce debido al movimiento de los electrones dentro de las resistencias.

Este ruido electromagnético es provocado por la radiación electromagnética a la cual es sometido el sistema, la radiación viene dada por las emisoras radiales, celulares y demás sistemas de transmisión eléctrica que provocan interferencia dado que en general cualquier material metálico funciona como una antena incipiente.

La manera más simple utilizada en este experimento es desarrollar una Jaula de Faraday que bloquee la radiación incidente. Estas jaulas consisten en cajas metálicas de suficiente espesor para no dejar que se introduzca ninguna onda electromagnética.

Ruido Mecánico

El ruido mecánico, se refiere a cualquier vibración mecánica que se genere en el cuerpo del sistema. Estas vibraciones dependen del material del que esté hecho nuestro sistema mecánico y de sus características mecánica. Las vibraciones producidas por sonidos, movimientos, etc. harán que nuestro sistema comience a oscilar con patrones de vibración propios de la geometría de nuestro sistema mecánico.

3. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES

3.1 Calibración del disco piezoeléctrico

El disco que se utilizó, se compone de una capa piezoeléctrica delgada y un diafragma de latón, como se muestra en la Figura 11(a). El diafragma está conectado a tierra y la capa piezoeléctrica se expande o contrae en respuesta a la tensión aplicada, deformando el zumbador de disco en una forma cóncava hacia arriba o hacia abajo dependiendo de la polaridad de la tensión, como se muestra en las Figuras 11(b) y 11(c). [27]



Figura 11. (a) Partes de un disco piezoeléctrico donde el diafragma de latón está conectado a tierra. (b) Un voltaje positivo fue aplicado a la capa piezoeléctrica provocando una deformación cóncava hacia arriba del disco zumbador. (c) un voltaje negativo induce una deformación cóncava hacia abajo.

El interferómetro de Michelson, inventado por Albert Abraham Michelson, permite medir desplazamientos con una precisión muy alta.

Su funcionamiento se basa en la división de un haz coherente de luz en dos haces para que recorran caminos diferentes y luego converjan nuevamente en un punto. De esta forma se obtiene la interferencia que permite medir pequeñas variaciones en cada uno de los caminos seguidos por los haces. Este interferómetro fue usado por Michelson junto con Edward Morley para probar precisamente la existencia del éter, en el famoso experimento de Michelson y Morley, figura 12a.


Figura 12. a) Diagrama del interferómetro de Michelson. b) Interferómetro construido para caracterizar al disco piezoeléctrico

El haz luminoso emitido por el láser incide sobre el separador de haces, el cual refleja el 50% de la onda incidente y transmite el otro 50%. Uno de los haces se transmite al espejo adherido al disco piezoeléctrico, (figura 12b) y el otro se refleja hacia el espejo fijo. Ambos espejos reflejan la luz hacia el separador de haces, de forma que los haces transmitido y reflejado por este último se recombinan sobre la pantalla de observación.

Como los dos haces que interfieren sobre la pantalla provienen de la misma fuente luminosa, la diferencia de fase se mantiene constante y depende solo de la diferencia de camino óptico recorrido por cada uno. Por lo tanto, las franjas generadas por el interferómetro se pueden visualizar sobre sobre la pantalla mediante la colocación de una lente de corta distancia focal entre el láser y el separador de haces.

Debido a las aberraciones de los componentes ópticos y deficiencia en la alineación, es posible que las franjas no sean perfectamente circulares. Sin embargo este hecho no introduce errores en las mediciones, mientras los máximos y mínimos se puedan distinguir. Figura 13.



Figura 13. Franjas de interferencia de Michelson producidas por el desplazamiento del piezoeléctrico.

También es importante que antes de empezar a contar las franjas que se crean o desaparecen debido al movimiento del espejo, es necesario enlongar el piezoeléctrico a su máxima medición de voltaje, de esta forma se consigue eliminar los errores que se observan al estirar por primera vez el piezoeléctrico.

Las franjas se contaron seleccionando una línea de referencia sobre la pantalla donde aparezca un borde entre un máximo y un mínimo. Después al piezoeléctrico se le va incrementando un diferencial de potencial desplazándolo hasta que el próximo máximo y mínimo alcancen la posición previamente determinada y se contara una franja.

Para determinar la distancia de expansión del piezoeléctrico se utiliza la expresión siguiente.

$$d_m = \frac{\lambda N}{2} \tag{3.1}$$

Donde dm es la distancia de expansión del piezoeléctrico, $\lambda = 633nm$ es la longitud de onda del láser y N es el número de anillos que se han desplazado en el patrón.

A continuación se muestra los resultados obtenidos en la tabla 2, para la configuración óptica de Michelson.

	X 7 A	X Z 1
N° de	V↑	V↓
anillos	(Volt)	(Volt)
unnos	±Δ0.1	±∆0.1
1	1,1	0,8
2	2,3	1,6
3	3,6	2,7
4	4,7	3,7
5	5,9	4,8
6	7,1	5,8
7	8,3	6,9
8	9,5	7,9
9	10,6	9,1
10	11,8	10,1
11	12,9	11,2
12	14,0	12,3
13	15,1	13,5
14	16,2	14,6
15	17,3	15,8
16	18,4	16,9
17	19,5	18,1
18	20,5	19,3
19	21,6	20,5
20	22,6	21,7
21	23,7	22,9
22	24,8	24,2
23	25,7	25,4
24	26,8	26,8

Tabla 2. Relación de número de anillos y voltaje de subida (V \uparrow) y bajada (V \downarrow).

A partir de la ecuación (3.2) se calcula la distancia de expansión del piezoeléctrico dm. La gráfica de la distancia de expansión del piezoeléctrico dm vs voltaje aplicado V_a se muestra en la figura 14.



Figura 14. Relación de la distancia de expansión del piezoeléctrico d_m vs voltaje aplicado V_a .

Donde la relación lineal de la distancia de expansión del piezoeléctrico dm en función del voltaje aplicado V_a con un error de 0.3μ m.

$$dm = 3.5V_a - 0.1 \tag{3.2}$$

3.2 Funcionamiento del sistema



Figura 15. Diagrama de bloques del equipo desarrollado.

El funcionamiento de este sistema consta en hacer vibrar al diapasón a su frecuencia de resonancia, para ello se usa un sintetizador de frecuencia, con una amplitud de 10Vpp, se hace un barrido hasta encontrar la frecuencia de resonancia del diapasón; luego se acerca la sonda a la muestra a nivel micrométrico, ayudándose con un microscopio digital, se posiciona lo más próximo posible a la muestra, luego por medio de un disco piezoeléctrico, se hace un acercamiento fino (nanométrico) de la muestra hacia la sonda, esta instrucción es dada por la computadora usando el programa LabView, para cada cambio de posición de la muestra que se va acercando a la sonda habrá una toma de datos de los cambios de corriente de amplitud que experimenta la sonda diapasón al sumergir y retirar la sonda al líquido a analizar. Esos cambios de amplitud serán amplificados, filtrado y linealizado en su valor pico. Figuras 15 y 16.



Figura 16. Equipo diseñado para el análisis de microfluidos.

3.3 Sintetizador de frecuencia AD9850

Este es un dispositivo integrado que utiliza la tecnología DDS avanzada, junto con una alta velocidad interna, y alta resolución de conversión D / A.

La Arquitectura del circuito de AD9850 permite la generación de frecuencias del rango de $0 \sim 30$ MHz, con paso de 1 Hz y salida de frecuencia estable. La forma de salida de la onda puede ser sinusoidal o cuadrada, con una amplitud de 1 Vp-p.

Para el control de frecuencia de salida hay cuatro botones para operar de forma independiente, el primer botón del lado izquierdo que se muestra en la figura 17 sirve para seleccionar el digito a cambiar, el segundo y tercero es para incrementar o decrecer el digito seleccionado, por último el cuarto botón es para actualizar el nuevo valor programado.

Este sintetizador se empleó para hacer resonar al diapasón.



Figura 17. Sintetizador de frecuencia AD9850, este sintetizador consta de cuatro botones que sirven para seleccionar la frecuencia de trabajo, un switch para seleccionar una onda cuadrada o senoildal.

3.4 Construcción de la sonda diapasón

La sonda está compuesta de un diapasón donde en uno de sus brazos esta adherido una fibra de carbono con una longitud saliente de la tercera parte de brazo y diámetro de $7\mu m$ (figura 18). Para la fabricación se utilizó dos soportes sujetadores, con uno de ellos se sujetó al diapasón y con el otro a la fibra de carbono, con ayuda de un microscopio óptico se empezó a acercar las dos partes hasta ver que la fibra de carbono quede superpuesto en un extremo de uno de los brazos del diapasón, por ultimo con un alambre de punta fina se sacó una pequeña gota de un pegamento epóxico y se vertió encima de fibra y del brazo del diapasón. Figura 19.



Figura 18. Sección transversal de la fibra de carbono cuyo diámetro es de aproximadamente 7µm. [28]



Figura 19. Fotografía de la sonda diapasón

3.5 Acercamiento Manual

El acercamiento manual se hace con tres micrómetros, donde la división de escala para cada uno de ellos es de 0.01mm. Con los dos micrómetro de adelante se hace un acercamiento mayor de la sonda a la muestra, mientras que con el tercer micrómetro hace un acercamiento de 1 a 20, es decir que por cada 0.01mm que desplazamos al micrómetro la sonda se desplazara en $0.5\mu m$. Figura 20.

 $h = 0.5 H \mu m$

(3.3)



Figura 20. Plano de la plataforma de acercamiento manual

En la figura 21 se muestra la plataforma de acercamiento manual sobre una mesa antivibratoria, la utilización de la mesa es para reducir cualquier vibración exterior que pueda perturbar al diapasón.



Figura 21. Fotografía de la plataforma de acercamiento manual encima de una mesa antivibratoria.

3.6 Circuito excitador del diapasón



Figura 22. Diagrama del circuito excitador del diapasón

En el circuito de la figura 22, en la entrada J1 llega una diferencia de potencial alterna de 1vpp a una cierta frecuencia, el cual pasa por un divisor de voltaje que hace que $V_a=10mVpp$, analizando los punto del circuito a y b. Figura 23.



Figura 23. Circuito eléctrico del diapasón acoplado a un amplificador inversor

vemos que el circuito inversor tiene una ganancia:

$$G = \frac{R_G}{Z}$$
(3.4)

donde Z es la impedancia total del circuito equivalente del diapasón, cuando alcance la resonancia, Z será igual a su parte real Z_R , de lo cual se obtendrá

$$V_b = -\frac{R_G \cdot V_a}{Z_R} \tag{3.5}$$

Analizando los puntos b y c, obtenemos que

$$V_b = -\frac{R_5 \cdot V_{out}}{R_6} = -\frac{V_{out}}{20}$$
(3.6)

Igualando las dos ecuaciones anteriores, nos queda

$$\frac{R_G \cdot V_a}{Z_R} = \frac{V_c}{20}$$

$$Z_R = 20 \frac{R_G V_a}{Vc}$$
(3.7)

$$I = \frac{V_c}{20 \cdot R_G} \tag{3.8}$$

3.7 Etapa de filtrado

Para este circuito se utilizó un filtro de variable de estado que utiliza dos integradores y un amplificador sumador para proporcionar las respuestas de segundo orden pasa bajas, pasa banda y pasa altas, estos son U1:A, U1:B y U1:C (ver Fig24). Donde la frecuencia de filtrado al igualar $R_f = R_2 = R_3$ es de

$$f = \frac{1}{2\pi R_f C} \tag{3.9}$$

$$Q = 1 + \frac{R_8}{2R_9} \tag{3.10}$$

la ganancia se obtiene por el cuarto amplificador operacional U1:D

$$G = \frac{R_5}{R_6}$$
(3.11)



Figura 24. Circuito eléctrico de la etapa de filtrado.

3.8 Circuito de acercamiento fino

Del circuito amplificador que fue diseñado para el microscopio de fuerza atómica, se le ha modificación para obtener una ganancia de factor de 6. Figura 25. El voltaje que viene del conversor DA de la tarjeta de control (rango de 0 a 5V e incremento de 19.5mV), alimentara a la entrada INPUT-Z, luego al pasar por el circuito de amplificación este voltaje se multiplicara por una ganancia de $G = \frac{R_{13}}{R_3} = 6$, entonces el voltaje de salida es

$$V_{OUT} = G \cdot V_{INPUT} \tag{3.12}$$

Donde el rango de salida es de 0 a 30V con un incremento de 117mv



Figura 25. Circuito eléctrico de acercamiento fino

3.9 Detector de Amplitud

La función de este detector de pico es capturar el valor pico de la entrada y producir un $V_o = V_i$, donde V_0 y V_i son los valores de voltaje de salida y entrada. Para alcanzar ese valor, se hace que V_o siga a V_i hasta llegar al valor pico. Este valor se mantiene hasta que se presente otro nuevo valor V_i , en cuyo caso el circuito actualizará V_o al nuevo valor pico. [4]

En la figura 26 se muestra el circuito electrónico de un detector de amplitud, que utilizan para el microscopio de fuerza atómica.



Figura 26. Circuito eléctrico de un detector de pico

3.10 Tarjeta Electrónica de control

Para tomar los datos analógicos de nuestro sistema se utilizó el Arduino DUE que dispone de entradas y salidas analógicas con resolución de hasta 12 bits; la tasa de muestreo con la que trabaja Arduino DUE es de hasta 1000 ksps (kilomuestras por segundo). Arduino DUE enumera los pines del 0 – 53, los cuales pueden ser utilizados como entradas o salidas digitales. Todas las entradas/salidas trabajan a 3.3V. Cada pin puede suministrar (soportar) una corriente de 3mA - 15 mA dependiendo del PIN, o recibir de 6 mA – 9 mA. [29]

Se empleó la entrada analógica del pin A0 para medir la señal de salida de voltaje DC del detector de amplitud, la cual se utilizó a una resolución de 12 bit (4096 valores diferentes). Es posible cambiar esta resolución ADC mediante la función *analogWriteResolution*. Tener presente que las entradas analógicas de Arduino DUE, soportan un valor máximo de 3.3 Volts.

También se usó el DAC0 para alimentar al circuito electrónico de acercamiento fino (IMPUT Z). Por medio de este pin se controla el acercamiento y retiro de la sonda, que proporciona una salida analógica con una resolución de hasta 12 bit (4096 niveles).

void setup() {

```
Serial.begin(9600); //inicia la comunicación serial
analogWriteResolution(8); //configuración de resolución
pinMode(DAC1,OUTPUT);
}
```

```
void loop() {
```

```
analogReadResolution(12); //configuración de resolución
int valor=analogRead(A5); //lee el valor analógico en A5
//float voltaje=valor*(3.3/4095.0); //Acondiciona la señal
```

```
if (Serial.available()>0)
{
    int salida=Serial.read();
```

```
analogWrite(DAC1,salida); //envía datos al DAC1
```

```
}
else{
   Serial.println(valor); //envía al puerto serial
   delay(10);
}
```

En el procesamiento de datos se diseñó un código en LabView, que grafica la curva de histéresis de la inmersión y retiro de la sonda con respecto a la muestra del fluido figura 27, esto es posible controlando la posición del acercamiento fino del sistema, alimentado al piezoeléctrico progresivamente con un pequeño diferencial de potencial hará que la muestra se acerque a la sonda diapasón y logre sumergirse, luego al disminuir progresivamente con el mismo diferencial de potencial se lograra desprender y retirar la sonda del fluido, durante este proceso el sistema ira tomando las lecturas de amplitud de corriente del diapasón para cada posición de la sonda, de esta forma se construirá la curva de histéresis del fluido, esto se podrá hacer con un intervalo de tiempo, ya que el diapasón demora en estabilizarse, por lo que se debe tomar un tiempo adecuado para obtener una buena lectura, esto se puede hacer al ingresar el valor en el casillero de "Toma de tiempo de datos" que está en milisegundos, figura 28.

Esta orden se da al deslizar el switch "Guardar" (figura 28), que graficará y guardará los datos, que luego se podrá extraer en un formato .xlsx de Excel.





1

0.75-0.5

0.25-0-1 0

STOP

25 50 75 100 125 150 Posicion (mV)

175

200

225 250 275

1.5 -

1-

0.5-

STOP

0-7476

Posición 0

Figura 27. Programa para la aproximación y retracción para la construcción de la curva de histéresis

Figura 28. Panel de control para la aproximación y retracción de la muestra a la sonda

7576

Time

Como se menciono en el parrafo anterior el diapason tiene un tiempo de estabilización, por lo que se desarrollo un programa en LabView para encontrar este valor de tiempo. Primero se hace excitar al diapasón a una frecuencia fuera de resonancia y luego se pasa a la resonancia tomando datos de corriente y de tiempo, para luego ser analizado.

El intervalo de tiempo de muestreo para la medicion de la corriente de la sonda fue de 1ms, este puede ser modificado cambiando el valor en el comando "tiempo de muestreo", estos datos se guardan en un archivo txl al deslizar en switch "Guardar", figura 29 y 30.



Figura 29. Programa usado para medir el tiempo de estabilización de la sonda diapasón.



Figura 30. Plataforma de control para la obtención del tiempo de estabilización.

4. RESULTADOS EXPERIMENTALES SOBRE LA TENSIÓN SUPERFICIAL.

Para estimar el tiempo que tarda en estabilizarse el diapasón, se excitó al diapasón a una frecuencia fuera de resonancia y luego se pasó a la resonancia, el tiempo que tardo en estabilizarse la amplitud en modo resonancia fue de unos 74ms ver figura 31, para esto se desarrolló un código en LabView, que toma los datos de amplitud cada 1ms, mientras se van guardando en un archivo txl.



Figura 31. Grafica de amplitud vs # intervalos de tiempo, cuando la sonda de diapasón está primero fuera de resonancia y se le pasa a resonar.

Utilizando el modelo de osciladores acoplados y encontrando las frecuencias de resonancia en modo de fase ω_{10} , ω_1 (diapasón sin masa adicional) y antifase ω_{20} , ω_2 (diapasón con la fibra de carbono adherida), a partir de un barrido de frecuencia, se logró determinar las constantes mecánicas de la sonda diapasón.

En la figura 32 se muestra la gráfica de la Amplitud Vs Frecuencia para el modo antifase, donde la frecuencia de resonancia en serie fue de $f_s = \omega_{20} = 32760Hz$ y la paralela igual a $f_p = 32768Hz$, con un factor de calidad igual a Q=23174.



Figura 32. Gráfica de Amplitud Vs Frecuencia para en modo antifase de los brazos del diapasón, obteniéndose una frecuencia de resonancia en serie fs=W20=32760Hz y paralelo igual a fp=32768Hz, con un factor de calidad igual a Q=23174.

El valor de ω_1 se obtuvo de la gráfica Amplitud Vs Frecuencia para modo en fase mostrada en la figura 33, donde este fue de $\omega_1 = 32000Hz$



Figura 33. Gráfica de Amplitud Vs Frecuencia en modo fase de los brazos del diapasón, obteniéndose la frecuencia W10=32000Hz.

De la gráfica Amplitud vs Frecuencia, para el modo antifase de los brazos del diapasón, donde en uno de ellos está adherida una fibra de carbono, se obtuvo que para la frecuencia de resonancia en serie fue de $f_s=W_2=32244$ Hz y en paralelo igual a $f_p=32257$ Hz, con un factor de

calidad de Q=2150. Figura 34.



Figura 34. Gráfica de Amplitud Vs Frecuencia para modo en antifase de los brazos del diapasón, obteniéndose una frecuencia de resonancia en serie fs=W2=32244Hz y paralelo igual a fp=32257Hz, con un factor de calidad igual a Q=2150.

Para el modo en fase de los brazos del diapasón donde en uno de ellos está adherida una fibra de carbono, se obtuvo que la frecuencia de resonancia en serie W_1 =12700Hz. Figura 35.



Figura 35. Gráfica de Amplitud Vs Frecuencia para modo en fase de los brazos del diapasón, obteniéndose la frecuencia W1=12700Hz.

De las gráficas anteriores, se obtienen que las frecuencias para el modo en fase fueron $w_{10} = 32760Hz$ y antifase $w_{20} = 32760Hz$, $w_2 = 32760Hz$.

A partir de estos valores y utilizando las ecuaciones (2.35) y (2.42) se pueden obtener la

constante de elasticidad k, la masa del diapasón m, la suma de la masa de la fibra de carbono y la del pegamento epóxico m_{adicional}.

 $k = 13.446 k Nm^{-1}$

m = 0.235mg

 $m_{adicional} = |\Delta m| = 0.013 mg$

También se obtuvo las constantes mecánicas de la sonda diapasón por el método del análogo eléctrico-mecánico. Para lo cual se hizo un barrido frecuencia, cuando el diapasón estaba sin ninguna masa adherida de la figura 36.



Figura 36. Grafica de la amplitud vs frecuencia

Del cual se pudo extraer los siguientes datos de la frecuencia de resonancia, las frecuencias f_- y f_+ para la mitad del valor de la amplitud de resonancia

 $f_s = 32744.2Hz$

 $f_p = 32751.3Hz$

 $f_{-} = 32741.6Hz$

 $f_{+} = 32745.8Hz$

Además sabiendo que C₀=1.2pF y utilizando las ecuaciones (2.18), (2.19), y (2.20) se hallaron los valores de L, R, C del circuito eléctrico equivalente al diapasón (figura 7b).

L=10894.3H

R=287494.5Ω

$$C = 2.2 fF$$

La constante elástica se halla de la siguiente ecuación, la cual depende de la geometría del diapasón.

 $k = 0.25 \cdot EW(TL^{-1})^3 = 13446.1 \text{ Nm}^{-1}$

Utilizando la ecuación (2.17) se puede encontrar los valores de la constante α , masa m y de la constante de amortiguamiento b.

 $k = 13446.1 Nm^{-1}$

 $\alpha = 3.8 \times 10^{-6}$

 $b = 8.4 \times 10^{-6} kg/s$

m = 0.317mg

 $F_0 = 1.9 nN$

Para la construcción de las curvas de histéresis se sumergió y retiró la sonda de la muestra, graficando los datos de la amplitud de corriente que circula por el diapasón y la posición de sumergimiento de la fibra de carbono de la sonda, observándose que al momento en que la fibra de carbono de la sonda hace contacto con la superficie de la gota, se produce una caída de amplitud brusca como se muestra en la figura 37, esto se debe al fenómeno de capilaridad que produce la formación del menisco en la fibra de carbono de la sonda, por lo que se quiso determinar el tiempo que tarda en formarse tal menisco, para eso se varió el intervalo de tiempo que tarda en pasar de una posición a otra siguiente, los intervalos de

tiempo del cambio de posición que se tomaron fueron de 5ms, 10ms, 20ms, 50ms, 75ms, 100ms, 500ms.



Figura 37. Graficas de amplitud vs # de intervalo de posición en z, para diferentes tiempos de intervalos de posición.

Contando la cantidad de pasos de la posición en z para ese decaimiento brusco, se puede calcular el tiempo de la formación del menisco, para lo cual a un menor intervalo de tiempo de cambio de posición, se tendrá una mejor estimación del tiempo de formación del menisco, también se observó que para intervalos de tiempos de posición relativamente grandes se quedó adherido parte del fluido en la punta del diapasón, como se observa en la gráfica de la curva de histéresis para el tiempo de intervalo de 500ms (grafica amarilla), donde su amplitud antes del sumergimiento fue de 2.36 u.a., mientras que al retirarlo disminuyo a 2.31 u.a.. Por lo que para todas las gráficas de la curva de histéresis, se ha tomado como referencia un tiempo de intervalo de 75ms, tomando en cuenta que este es el tiempo que tarda

tiempo de intervalo de posición de 75ms, tomando en cuenta que este es el tiempo que tarda en estabilizarse la sonda y el sistema electrónico.

Otra cosa que se observó, es cuando la fibra de carbono de la sonda toca la superficie de la muestra de aceite se observó que se producía un decaimiento brusco en la corriente de amplitud del diapasón y un corrimiento en la frecuencia de resonancia, con respecto a la del aire que fue de 32482 Hz.

Esta caída de amplitud de corriente es producida por la formación del menisco que se adhiere a la fibra, esta masa adicional hace que cambie su frecuencia de resonancia, figura 38.



Figura 38. Fotografía de la sonda diapasón en contacto con el aceite de vacío

Al seguir sumergiendo la fibra se observó que ya no variaba la frecuencia de resonancia. Ver tabla 3,4,5.

Tabla 3. Tabla de la posición de inmersión, frecuencia de resonancia y amplitud de resonancia del diapasón, para el aceite de vacío.

Posición de	Frecuencia de	Amplitud de
inmersión (µm)	resonancia (Hz)	resonancia (nA)
0	32481	33,55
1,27	32481	32,55
2,18	32481	32,18
3,08	32481	31,85
3,99	32481	31,05
4,89	32481	30,68
5,80	32481	30,43
6,71	32481	29,53

Posición de	Frecuencia de	Amplitud de
inmersión (µm)	resonancia (Hz)	resonancia (nA)
0	32481	36,83
0,86	32481	36,38
1,72	32481	36,15
2,63	32481	35,85
3,53	32481	35,63
4,44	32481	35,25
5,35	32481	34,95
6,25	32481	34,98

Tabla 4. Tabla de la posición de inmersión, frecuencia de resonancia y amplitud de resonancia del diapasón, para el aceite de cocina.

Tabla 5. Tabla de la posición de inmersión, frecuencia de resonancia y amplitud de resonancia del diapasón, para el aceite de cocina.

Posición de	Frecuencia de	Amplitud de
inmersión (µm)	resonancia (Hz)	resonancia (nA)
0,27	32481	41,01
1,18	32481	40,78
2,08	32481	40,47
2,99	32481	40,27
3,90	32481	40,07
4,80	32481	39,84
5,71	32481	39,76
6,62	32481	39,56

Se hizo un barrido de frecuencia, cuando la sonda está sumergida en el aceite Shell Helix HX3 SAE 50, donde se obtuvo que la frecuencia de resonancia en serie fue de 32481Hz y en paralelo de 32492Hz, con un de Q=3248. Figura 39.



Figura 39. Grafica de Amplitud vs frecuencia, cuando la sonda está sumergida en aceite Shell Helix HX3 SAE 50.

Para la gráfica de aceite de carro se observó que el tiempo que tarda en formase el menisco fue de unos 60ms (figura 40), esto se debe a que al tocar la fibra de la sonda al líquido ocurre el fenómeno de capilaridad, adhiriéndose masa en la fibra de la sonda, cambiando su frecuencia de resonancia y generando un decaimiento brusco en la amplitud de corriente del diapasón (gráfica 42), es ahí donde se produce la formación del menisco. La pendiente que se observa luego de formarse el menisco está relacionada con la viscosidad del aceite, ya que cada vez que se sumerge la fibra de carbono un Δz , se está variando el área de cizallamiento lo cual produce un cambio de viscosidad.

Al retirar la sonda disminuye el área de contacto de cizallamiento hasta llegar al nivel de la superficie, luego se va desprendiendo del menisco, perdiendo masa por lo que la amplitud de corriente aumenta hasta un punto donde hay un cambio brusco de amplitud y es donde se produce el desprendimiento del líquido.

Se hizo varias repeticiones de inmersión y retiro de la sonda dando una repetibilidad en las curvas de histéresis (figura 41), para todas las muestras. El punto de desprendimiento de la sonda fue de 13.41µm, ver figura 42. El aceite de carro que se utilizo fue Shell Helix HX3 SAE 50.



Figura 40. Graficas de amplitud vs # de intervalo de posición en z, del aceite Shell Helix HX3 SAE 50, donde se observa que el tiempo que demora en formarse el menisco es de 60ms.



Figura 41. Grafica de la curva de histéresis del aceite Shell Helix HX3 SAE 50, para varias inmersiones y retiros de la sonda al líquido



Figura 42. Grafica de la curva de histéresis del aceite Shell Helix HX3 SAE 50.

Para el barrido de frecuencia que se hizo en aceite vegetal, la frecuencia de resonancia en serie fue de 32481Hz y en paralelo de 32490Hz, con un de Q=3609. Figura 43.



Figura 43. Grafica de Amplitud vs frecuencia, cuando la sonda está sumergida en aceite vegetal.

Se pudo observar en la muestra de aceite vegetal que el tiempo de formación del menisco fue de unos 90ms (figura 44), después de la formación del menisco se observa una pendiente esto se relaciona con la viscosidad del fluido, y se debe a que cada vez que se sumerge la fibra de carbono un Δz , se está variando el área de cizallamiento lo cual produce un cambio de viscosidad.

Al retirar ocurre lo mismo pero en sentido contrario es decir se disminuye el área de contacto de cizallamiento hasta un punto donde hay un cambio brusco de amplitud y es donde se produce el desprendimiento del líquido, este punto de desprendimiento fue de 13.59µm figura



Figura 44. Graficas de amplitud vs # de intervalo de posición en z, del aceite vegetal, donde el tiempo de formación del menisco es de 90ms.



Figura 45. Grafica de la curva de histéresis del aceite vegetal

En el barrido de frecuencia de la sonda sumergida en aceite de vacío, se obtuvo que la frecuencia de resonancia en serie fue de 32481Hz y en paralelo de 32491Hz, con un factor de calidad de Q=4060. Figura 46.



Figura 46. Grafica de Amplitud vs frecuencia, cuando la sonda está sumergida en aceite de vacío.

En el aceite de vacío se observó que el tiempo que tarda en formarse el menisco es de 100ms, figura 47, y el punto de desprendimiento de la punta de la sonda fue de unos 12.96µm (figura 48).



Figura 47. Graficas de amplitud vs # de intervalo de posición en z, del aceite de vacío, con un tiempo formación del menisco es de 100ms.



Figura 48. Curva de histéresis del aceite de vacío

Por último se hizo un barrido de frecuencia, cuando la sonda está sumergida en aceite de oliva, donde se obtuvo que la frecuencia de resonancia en serie fue de 32481Hz y en paralelo de 32491Hz, con un factor de calidad de Q=3609. Figura 49.



Figura 49. Grafica de Amplitud vs frecuencia, cuando la sonda está sumergida en aceite de oliva.

En el aceite de oliva se observó que el tiempo que demora en formarse el menisco fue de 120ms (figura 50), mientras que punto de desprendimiento de la punta de la sonda fue de 11.06µm. (figura 51).


Figura 50. Graficas de amplitud vs # de intervalo de posición en z, del aceite de oliva, con tiempo para la formación del menisco de 120ms.



Figura 51. Grafica de la curva de histéresis del aceite de oliva.

En la figura 52 se muestra la comparación de las curvas de histéresis de los cuatro aceites utilizados, por analogía mecánico eléctrica del sistema diapasón, se sabe que la amplitud de la corriente del diapasón es inversamente proporcional a la velocidad lo cual nos da información sobre la viscosidad cuando se sumerge, y las caídas de amplitud de corriente producidas por la masa adicional del menisco que se adhiere a la fibra de carbono de la sonda, está relacionada a la tensión superficial, esto también es observable en los puntos de desprendimientos, esto se corroboro usando el método del anillo hallando la tensión superficial.



Figura 52. Curvas de histéresis de los aceites utilizados para el análisis de fluidos Newtonianos.

Para el método del anillo, se colocó un recipiente con la muestra de aceite sobre una balanza, y un anillo sujetado en el posicionador micrométrico, luego se taro la balanza cuando el anillo estaba suspendido fuera del líquido, y se procedió a sumergir el anillo a 3mm de la superficie del líquido de aceite, y por último se retiró el anillo hasta el punto de desprendimiento, tomando esas lecturas para cada muestra. Figura 53.



Figura 53. Sistema medidor de la tensión superficial

Donde se obtuvo los siguientes valores para la tensión superficial, tabla 6.

Muestra	Ƴ (kN/m) ± Δ 0. 1 kN/m
Helix HX3 SAE 50	29.1
Aceite Vegetal	37.6
Aceite de Oliva	38.3

Tabla 6. Tensión superficial de los líquidos utilizados

También se probó este sistema en fluidos no newtonianos, como el Shampo HS, crema humectante PON'S, reacondicionador Bonawell, desodorante Speed stick.

Para el Shampo HS se observó que el tiempo de formación del menisco fue de 100ms, con un punto de desprendimiento de unos 4.4µm. figura 54.



Figura 54. Curva de histéresis de la Shampo HS

En la crema humectante se observó que el tiempo de formación del menisco fue de 280ms figura 55, y su punto de desprendimiento fue de 7.4 μ m.



Figura 55. Curva de histéresis de crema humectante

Para el reacondicionador se observó que el tiempo de formación del menisco fue de 220ms figura 56, con un punto de desprendimiento de 9µm.



Figura 56. Curva de histéresis del reacondicionador para cabello

Por último en el desodorante se encontró que el tiempo de formación del menisco fue de 260ms figura 57, con un punto de desprendimiento de casi 13µm.



Figura 57. Curva de histéresis del desodorante

También se probó en una gota de tempera, figura 58, donde se encontró que la distancia de desprendimiento fue de $1.81 \,\mu m$



Figura 58. Curva de histéresis de la posición de sumergimiento vs amplitud de la muestra de tempera



Figura 59. Interacción de la sonda con la gota de tempera.

Otro tipo de fluido que se probó en el sistema fue para el caso de una muestra hidrofóbica, como es el mercurio que por su propiedad física, al ser un metal en fase liquida a temperatura ambiente y que no se moja, figura 60 y 61.



Figura 60. Fotografía de la sonda de diapasón en contacto con una gota de mercurio



Figura 61. Curva de histéresis del mercurio a partir de la gráfica posición vs amplitud de la sonda de diapasón.

5. DISCUSIONES

Como la sonda piezoeléctrica es posicionada con el sistema mecánico a unas pocas micras de la muestra del fluido; en esta posición la fibra de la sonda piezoeléctrica es susceptible a choques brusco y repentinos entre la sonda y la muestra, estos son producidos por las vibraciones externas afectando a nuestro sistema de análisis, algunas de estas fuentes de ruido mecánico son las vibraciones del edificio, los ventiladores que hacen circular el aire, motores, bombas y las vibraciones del piso por la gente que camina alrededor del laboratorio, que pueden tener amplitudes de hasta varias micras. Por lo que se utilizó amortiguadores de baja frecuencia de resonancia que actúa como un filtro pasa bajo para la plataforma mecánica del acercamiento manual, para la cual se utilizó material de caucho como amortiguador.

A partir de la construcción de la curva de histéresis se observó que el cambio brusco es producido por la formación del menisco, que se adhiere a la fibra de la sonda, esta masa adicional hace que cambie su frecuencia de resonancia, por lo que la amplitud decae bruscamente.

Se encontró que la corriente de desprendimiento del diapasón, cuando está apunto de desprenderse la sonda del fluido, está relacionado con la tensión superficial, esto se corroboro con el experimento del método del anillo.

6. CONCLUSIONES

Se logró construir la plataforma de acercamiento manual con una división de escala de 0.5µm para el acercamiento de la sonda a la muestra.

Se logró caracterizar el piezoeléctrico en el interferómetro Michelson, donde se obtuvo una relación lineal de la distancia de expansión del piezoeléctrico dm en función del voltaje aplicado V_a , $dm = 3.5V_a - 0.1$, con un error de 0.3μ m.

Se logró construir un sistema electrónico que analiza la señal eléctrica del diapasón a partir de un conversor corriente-voltaje, amplificando esta señal y reduciendo el ruido por medio de un filtro pasabanda, y filtro digital.

Se logró construir el sistema con sonda diapasón con vibración nanométrica que analiza microfluido, este análisis se produce a partir de la construcción de la curva de histéresis de la amplitud de corriente de la sonda diapasón vs posición.

7. REFERENCIAS

- X. Su, C. Dai, J. Zhang, S.J. O'Shea, "Quartz tuning fork biosensor, Biosensors and Bioelectronics 17 (2002) 111 – 117", vol. 17, p. 2002, 2002.
- [2] J. A. MORÁN, "ESTUDIO POR MICRÓSCOPIA DE EFECTO TÚNEL DE SUPERFICIES DE GRAFITO Y GRAFENO", 2011.
- [3] A. H. La Rosa, N. Li, R. Fernandez, X. Wang, R. Nordstrom, and S. K. Padigi,
 "Whispering-gallery acoustic sensing: Characterization of mesoscopic films and scanning probe microscopy applications", *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 82, no. 9, pp. 1–8, 2011.
- [4] K. Waszczuk, T. Piasecki, K. Nitsch, and T. Gotszalk, "Application of piezoelectric tuning forks in liquid viscosity and density measurements", *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 160, no. 1, pp. 517–523, 2011.
- [5] Y. Liu, R. Difoggio, K. Sanderlin, L. Perez, and J. Zhao, "Measurement of density and viscosity of dodecane and decane with a piezoelectric tuning fork over 298-448 K and 0.1-137.9 MPa", *Sensors Actuators, A Phys.*, vol. 167, no. 2, pp. 347–353, 2011.
- [6] J. Zhang, C. Dai, X. Su, and S. J. O'Shea, "Determination of liquid density with a low frequency mechanical sensor based on quartz tuning fork", *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 84, no. 2–3, pp. 123–128, 2002.
- [7] R. V. Giles, "Mecánica de los Fluidos e Hidráulica. Teoría y 75 problemas resueltos", *Rev. Int. Segur. Soc.*, vol. 62, no. 4, p. 267, 2009.
- [8] "holiwi". [Online]. Available: http://revistaholiwi.weebly.com/ciencia-para-alelos/tension-superficial-o-como-los-zapateros-caminan-sobre-el-agua.
- [9] E. Jiménez de Pablo, "Determinación Experimental de Tensión superficial del agua en cámara micro-reológica", pp. 1–104, 2012.
- [10] J. Chinnam, D. K. Das, R. S. Vajjha, and J. R. Satti, "Measurements of the surface tension of nanofluids and development of a new correlation", *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 98, pp. 68–80, 2015.
- [11] Wikipedia, "viscosidad". [Online]. Available: https://es.wikipedia.org/wiki/Viscosidad.
- [12] H. Shames, *Mecánica de Fluidos*, 1995.
- [13] Scielo, "Two proposals for pumping calculations of non-newtonian fluids, water

treatment plants disposal sludges case". [Online]. Available: http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1405-77432008000200001.

- [14] A. E. Física, A. Antônio, H. Alves, and P. Pereira, "Cerámicas piezoeléctricas : funcionamiento y propiedades", pp. 1–7, 2010.
- [15] P. Legal, "principios de piezoelectricidad", pp. 1–11, 2010.
- [16] J. Chem and K. D. P.Guther, U.Ch. Ficher, "Scanning near field acoustic microscopy". *Inf. Model*, vol. 53, no. 1, pp. 1689–1699, 2013.
- [17] E. S. Gómez, "Piezoelectric Ceramics". 2010.
- [18] E. M. Honoré and P. D. Mininni, "Estudio del comportamiento de un material piezoeléctrico en un campo eléctrico alterno", no. 3, pp. 1–10, 1996.
- [19] V. T. Tung and N. T. Vuong, "Influence of Additional Mass", pp. 236–240, 2006.
- [20] J. Rychen, T. Ihn, P. Studerus, a. Herrmann, K. Ensslin, H. J. Hug, P. J. a. van Schendel, and H. J. Guentherodt, "Operation characteristics of piezoelectric quartz tuning forks in high magnetic fields at liquid helium temperatures", pp. 15–17, 1999.
- [21] N. Gmbh, "Piezoelectric Quartz Tuning Forks for Scanning Probe Microscopy", *Nanonis GmbH*, 2003.
- [22] R. D. Karrai, K. y Grober, "Piezoelectric tip-sample distance control fornear-field optical microscopes", vol. 1844, p. 1995, 1995.
- [23] A. Castellanos, "Dynamics of quartz tuning fork force sensors used in scanning probe microscopy", 2009.
- [24] A. Castellanos, "Propiedades electrónicas, mecánicas y ópticas de cristales bidimensionales de espesor atómico"
- [25] N. Agraït, D. De Física, D. Materia, and C. C. Iii, "Force-gradient-induced mechanical dissipation of quartz tuning fork force sensors used in atomic force microscopy", vol. 111, pp. 186–190, 2011.
- [26] W. H. J. Rensen, "TUNING FORK TUNES explorin new scanning probe techniques"
- [27] R. Dabirian, W. M. Wang, D. L. Matovelle, and E. Te Hwu, "Sistema de microscopía de fuerza atómica basada en una unidad de lectura óptica digital y un escánerzumbador", *Rev. Mex. Fis.*, vol. 61, no. 4, pp. 238–244, 2015.

- [28] K. Villegas and A. Gutarra, "MICROSCOPÍA DE SONDA DE BARRIDO FABRICATION OF CARBON FIBER TIPS FOR ITS USE IN SCANNING PROBE MICROSCOPY", vol. 22, no. 1, 2012.
- [29] G. S. TOVAR and D. U. C. DELGADO, "Procesamiento Digital De Señales ' PRÁCTICAS DE LABORATORIO CON ARDUINO DUE", 2014.