


Diseño y construcción de un equipo para medida de transporte eléctrico en nanosistemas

 Gilberto Yactayo^{*1}, Justo Rojas² y Melissa Yactayo³

¹Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Grupo de Investigación CAIMMA, Lima, Perú

²Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Grupo de Investigación GMCAN, Lima, Perú

³Universidad Nacional Mayor de San Marcos, Facultad de Ciencias Físicas, Lima Peru.

Recibido 29 Set 2023 – Aceptado 30 Nov 2023 – Publicado 31 Dic 2023

Resumen

En este trabajo diseñamos y construimos un equipo para hacer la medida de transporte eléctrico utilizando la técnica de Van Der Pauw para estudios de nanosistemas, como son las películas delgadas de cobre y grafeno, una forma de caracterizar estos materiales muy de moda es medir sus propiedades eléctricas, que son una huella digital de cada material llamada conductividad eléctrica. Aquí inventamos un sistema conmutador que permite alternar las medidas de la corriente y voltaje que pasa por las muestras, esta técnica conocida como Van der Paw requiere una disposición de contactos aleatorios para la toma de datos permitiendo obtener la medida de la conductividad del material en estudio para este trabajo películas delgadas de cobre, grafeno depositada sobre SiO₂ a diferentes temperaturas. Se ha encontrado que el comportamiento de la resistividad de la película de Cu medida concuerda con los valores teóricos y experimentales de la resistividad con el aumento de la temperatura.

Palabras clave: Nanosistemas, Grafeno, Van der Pauw, Conductividad.

Design and construction of a device for measuring electrical transport in nanosystems

Abstract

In this work we design and build a device to measure electrical transport using the Van Der Pauw technique for studies of nanosystems, such as copper and graphene thin films. One way to characterize these very fashionable materials is to measure their properties. electrical, which are a fingerprint of each material called electrical conductivity. Here we invent a switching system that allows alternating the measurements of the current and voltage that passes through the samples, this technique known as Van der Paw requires an arrangement of random contacts for data collection, allowing the measurement of the conductivity of the material under study to be obtained. for this work thin films of copper, graphene deposited on SiO₂ at different temperatures. It has been found that the resistivity behavior of the measured Cu film agrees with the theoretical and experimental values of resistivity with increasing temperature.

Keywords: Nanosystems, Graphene, Van der Pauw, Conductivity.

Introducción

En la fabricación de nanosistemas es necesario caracterizar las muestras obtenidas con diferentes tratamientos, para ello en este trabajo medimos la propiedad eléctrica del material llamada conductividad. La necesidad de medir este parámetro de manera rápida y precisa es

mediante la Técnica de Van der Pauw nos lleva a fabricar un dispositivo con un sistema de adquisición de datos portátil y fiable. Sin embargo la medida de la conductividad en películas delgadas se ha realizado principalmente mediante el método de las dos puntas que inadvertidamente introduce errores debido a la resistencia de la sonda, la resistencia a la dispersión y la resistencia de

* gilberto.yactayo@unmsm.edu.pe

© Los autores. Este es un artículo de acceso abierto, distribuido bajo los términos de la licencia Creative Commons Atribución 4.0 Internacional (CC BY 4.0) que permite el uso, distribución y reproducción en cualquier medio, siempre que la obra original sea debidamente citada de su fuente original.



contacto entre puntas y las muestras [1]. La medida de la conductividad eléctrica [2] por el método de las cuatro puntas mediante la técnica de Van Der Pauw VDP es muy utilizada para estudiar películas delgadas de metales, semiconductores, superconductores y ahora en nanosistemas [3]. En este trabajo ensamblamos un sistema de control y adquisición de datos de un fenómeno físico, que comunica la computadora mediante una interfaz a los dispositivos periféricos y sensores utilizando el puertos USB 2.0 y el puerto GPIB, IEEE 1394 (FireWire). Esta tecnología permite medir el transporte de electrones en nanosistemas [4], que es crucial en el estudio de nuevos materiales, ayudando a comprender sus características. Entre estos nuevos materiales encontramos las películas delgadas de grafeno Graphene Thin Film (GTF) [5] que ha mostrado excelentes propiedades químicas y físicas, debido a su conductividad eléctrica y térmica, alta resistencia mecánica y alta transmisión de luz [6]. Los resultados obtenidos por muchos investigadores indican que el grafeno tiene un gran potencial en el campo de la alta tecnología [7].

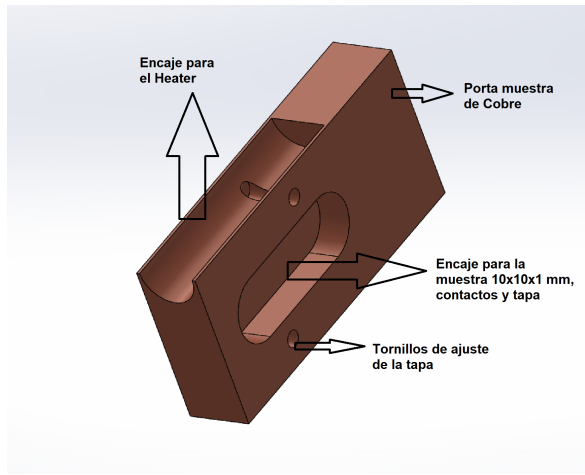


Figura 1: Porta muestras diseñado en SolidWork en material de cobre para medir la conductividad.

Material y Métodos

En este trabajo, se ha diseñado y fabricado un sistema de sonda de cuatro puntas portátil para la caracterización de películas delgadas de grafeno y cobre en sustrato de SiO₂. Estas muestras son preparadas con técnicas de deposición Chemical Vapor Deposition CVD o Sputtering [8]. Con este dispositivo y sistema de adquisición de datos investigamos el efecto de la variación de temperatura en la conductividad eléctrica de las películas delgadas. En el diseño de este cabezal se utilizó el software SolidWork, es un software de diseño CAD (diseño asistido por computadora) para modelar piezas y ensamblajes en 3D

y generar planos en 2D, se puede crear, diseñar, simular, fabricar, publicar y gestionar los datos del proceso de diseño. En la figura 2 se observa el diseño del porta muestra fabricado en cobre y plástico.

En la figura 1 se muestra un esquema del cabezal porta muestras diseñado en SolidWork y fabricado con una máquina CNC mediante el software CAM de SolidWork.

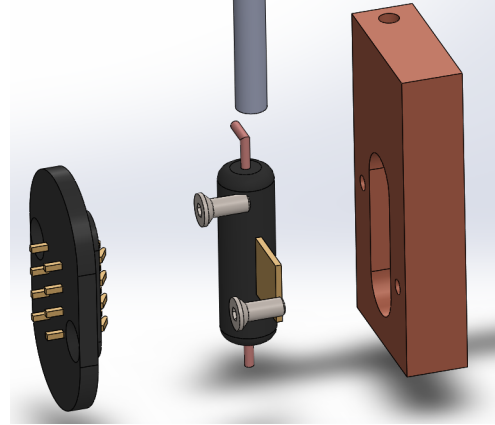


Figura 2: Ensamblaje del Cabezal porta muestras simulado en SolidWork.

El cabezal porta muestras se fabricó en cobre, baquelita, pernos de acero, varilla de acero, muelles de bronce plateado. Se perforaron dos orificios separados por 2 cm para fijar la tapa y en esta se hicieron ocho agujeros de 0.6 mm de diámetro. En los orificios se colocaron ocho muelles de bronce plateado con extremos afilados para actuar como puntas que hacen contacto sobre la superficie de la muestra. El porta muestra tiene un encaje para colocar un Heater (calentador) este dispositivo es una resistencia de carbón que mediante una corriente controlada la temperatura haciendo que podamos mantener constante un valor de temperatura, también vemos en este cabezal un encaje para la muestra de 10x10x1 mm en la parte central del material de cobre como muestra el diseño.

Para utilizar el método de Van der Pauw [9] se usa muestras muy delgadas y de forma arbitraria. Los contactos deben ser pequeños y colocados en la superficie de la muestra simétricamente. La muestra también debe tener un grosor uniforme y no debe contener agujeros aislados. Se requiere hacer un total de ocho mediciones de voltaje como se muestra en la figura 3. Los valores de resistividad, ρ_A y ρ_B se calculan de la siguiente manera:

$$\rho_A = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{f_A t}{I} \frac{(V_2 + V_4 - V_1 - V_3)}{4} \quad (1)$$

$$\rho_B = \frac{\pi}{\ln 2} \frac{f_B t}{I} \frac{(V_6 + V_8 - V_5 - V_7)}{4} \quad (2)$$

Si simplificamos ecuaciones anteriores, obtendremos las ecuaciones 3 y 4.

$$\rho_A = \frac{1.1331 f_A t}{I} (V_2 + V_4 - V_1 - V_3) \quad (3)$$

$$\rho_B = \frac{1.1331 f_B t}{I} (V_6 + V_8 - V_5 - V_7) \quad (4)$$

en esta nueva ecuación ρ_A y ρ_B son las resistividades en ohm cm, t es el espesor de la muestra en cm, V_1 a V_8 representa los voltajes medidos por el nanovoltímetro, I es la corriente que pasa través de la muestra en amperios, f_A y f_B son factores geométricos basados en la simetría de la muestra y están relacionados con las dos variables de resistencia Q_A y Q_B , dadas por las ecuaciones 5 y 6 respectivamente.

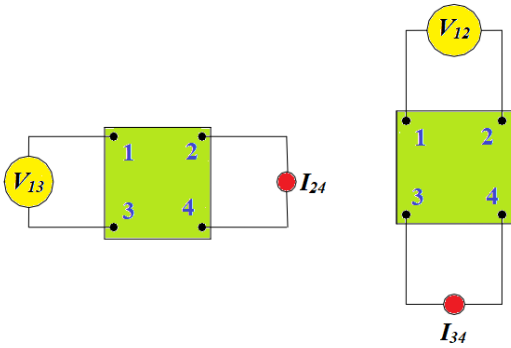


Figura 3: Medida de conductividad con la sonda de cuatro puntas por el método de Van Der Pauw.

Para una muestra perfectamente simétrica, $f_A = f_B = 1$. Q_A y Q_B se pueden calcular utilizando los voltajes medidos como se muestra en la figura 3.

$$Q_A = \frac{V_2 - V_1}{V_4 - V_3} \quad (5)$$

$$Q_B = \frac{V_6 - V_5}{V_8 - V_7} \quad (6)$$

Q y f están relacionados de la siguiente manera:

$$\frac{Q-1}{Q+1} = \frac{f}{0.693} \operatorname{arc} \cos h \left(\frac{e^{0.693/f}}{2} \right) \quad (7)$$

Una vez que la resistividad ρ_A y ρ_B son conocidas el promedio de la resistividad ρ_{av} se puede determinar de la manera siguiente:

$$\rho_{av} = \frac{\rho_A + \rho_B}{2} \quad (8)$$

Con este método, se puede medir la resistividad de películas de formas arbitrarias simétricas. Si la muestra tiene una medida uniforme se realizan dos medidas con la sonda, la resistencia de la lámina viene dada por la ecuación 9.

$$R_s = \frac{\pi}{\ln(2)} f(Q) \frac{V_{BC} + V_{DC}}{2I} [\Omega/Square] \quad (9)$$

donde f y Q son los factores de corrección y la simetría de Van der Pauw respectivamente. Q está dado por las condiciones en la ecuación .

$$Q = V_{DC}/V_{BC} \text{ para } V_{BC} \leq V_{DC} \quad (10)$$

$$\text{donde } Q = V_{BC}/V_{DC} \text{ para } V_{BC} \geq V_{DC} \dots\dots \quad (11)$$

f es una función de Q que es válida para $Q \leq 10$ y se expresa de la forma [9]:

$$f = 1 - 0.34657 \left(\frac{Q-1}{Q+1} \right)^2 - 0.09236 \left(\frac{Q-1}{Q+1} \right)^4 + \dots \quad (12)$$

La ecuación 12 se obtiene realizando una expansión *cosh* de la ecuación 3.26 para expresar el factor de simetría, f en términos del factor de corrección Q . Tomando solo los dos primeros términos de la ecuación 12 ya que los términos anteriores son insignificantes.

$$f = 1 - \frac{\ln 2}{2} \left(\frac{Q-1}{Q+1} \right)^2 \quad (13)$$

La conductividad de la película es σ siendo su resistividad (ρ_s) se puede expresar en términos del espesor de la película, t en nanómetros y la resistencia de la lámina, R_s de la ecuación 9 como se muestra en la ecuación 14.

$$\sigma = \frac{1}{\rho_s} = R_s 10^2 t \quad \Omega cm \quad (14)$$

Experimento

Resistividad del C_u por el método Van Der Pauw a temperatura ambiente

En el estudio de las películas delgadas hacemos medidas para encontrar la relación entre la resistividad y el espesor de la película de C_u .

El sistema de adquisición de datos es un dispositivo que ejecuta una secuencia de medidas con la técnica de Van Der Pauw, a este sistema lo llamamos Medidor-Parámetros 181-217 (MP), esta conectado a una computadora con el software LabView el cual mediante el diagrama de bloques [10] y paneles frontales mide la resistividad de la película delgada. Utilizamos una película patrón de prueba comprada a la empresa SISLAB preparada mediante la técnica CVD. Los VI (Instrumentos Virtuales) de LabView se desarrollaron para controlar completamente el dispositivo Medidor-Parámetros 181-217 hacer las mediciones de voltaje y corriente a través de la muestra de prueba que luego se utilizaron para el cálculo de la resistividad de la película.

En el software LabView se ejecuta el programa que fue hecho con programación gráfica, al iniciar las medidas con el MP se somete a la muestra a una corriente y se mide el voltaje en la muestra. La corriente que se

suministra a la muestra es de $(8.86 \times 10^{-4} A)$, con una secuencia de 10 medidas el dispositivo de conmutación pasa al estado de apagado en la posición V13 y se mide el voltaje correspondiente emitiendo inmediatamente el promedio de medidas. Estos representaban la corriente procedente de los pines 2 y 4 (I14) y las caídas de voltaje a través de los pines 1 y 3 (V13). Luego prendemos el dispositivo de conmutación para la siguiente posición de toma de medidas y luego lo ponemos en estado APAGADO, la misma cantidad de corriente pasa a través de los pines 3 y 4 (I34) se espera a que el MP realice la toma de 10 medidas de voltaje y corriente la caída de voltaje correspondiente a través de los pines 1 y 2 (V12).

El panel frontal de este MP como vemos en la Figura 4 muestra los controladores donde el usuario ingresa el espesor de la película en nanómetros y la resistividad de la lámina se lee directamente cuando se ejecuta el VI.



Figura 4: Panel frontal (MP) para medir la resistividad de la película.

Después de la toma de datos en películas de cobre encontramos que el valor de resistividad más bajo es de $1.8 \mu\Omega\text{-cm}$, obtenido para una película de Cu con un espesor de 400 nm, que es la película más gruesa. También se observa que a medida que aumenta el espesor desde 20 hasta 200 nm la resistividad disminuye significativamente, luego tiene un valor casi constante correspondiente al Cu en Bulk que es $1.8 \mu\Omega\text{cm}$.

La figura 5 muestra la variación de la resistividad en función del grosor de la película delgada de Cobre.

Resultados y Discusión

A partir de las mediciones hechas, se encontró que la muestra de prueba de 100 nm de espesor tenía una resistividad laminar de $6.21 \mu\Omega\text{ cm}$ como se muestra en el panel

frontal en la Figura 4. También tenemos como resultado que la resistividad de la película delgada de Cu disminuye aún más a $2.11 \mu\Omega\text{-cm}$ a medida que el espesor de la película aumenta a 200 nm, después de lo cual la resistividad es casi independiente del espesor de la película y el valor varía a aproximadamente $3 \mu\Omega\text{-cm}$.

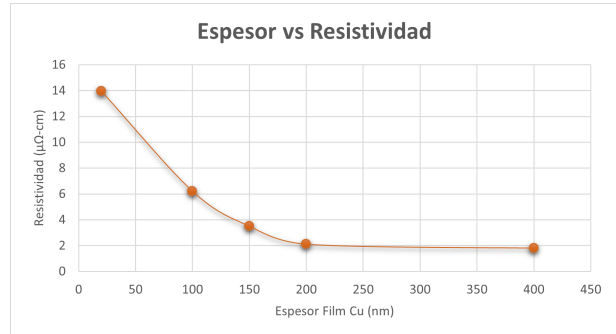


Figura 5: Dependencia de la resistividad eléctrica versus espesor de la película de Cu .

Variación de la resistividad de la película de Cu con al grosor de la película

En este tipo de deposición es común que el espesor de la capa depositada aumenta al aumentar el voltaje de deposición mientras que la rugosidad de la superficie disminuye como se puede ver en la medición de la película con un espesor entre 20 y 400 nm.

El cobre depositado alcanzó una resistencia de $1.8 \Omega.m$ Ohms por metro cercana al valor de la resistencia del cobre en bloque. En estos resultados vemos que a medida que aumenta el voltaje de CC, la rugosidad de la superficie disminuye y la estructura de la película delgada de Cu alcanza una mejor cristalinidad, haciendo que tienda a la medida de un material sólido.

Cuando se trazaron las medidas de la Conductividad de película delgada versus los grosores por pulverización catódica mediante sputtering, se obtuvo el siguiente gráfico como podemos ver en la Figura 6.

La conductividad alta es una característica de los buenos conductores, los cuales pueden poseer conductividades tan altas como 10^{-8} . Por otro lado, los aislantes pueden llegar a tener conductividades casi inexistentes, alcanzando valores tan bajos como 10^{25} .

Los estudios realizados con metales conductores nos reportan que la presión de pulverización determina la trayectoria libre media, λ para el material pulverizado. Junto con la distancia objetivo-sustrato, la presión de pulverización determina el número de colisiones que ocurren en el camino de la partícula al sustrato.

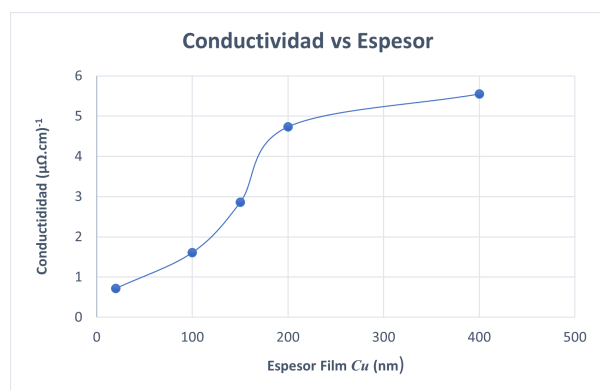


Figura 6: Gráfico de la conductividad de la lámina ($\mu\Omega \text{ cm})^{-1}$ de películas delgadas Cu versus el espesor de la película (nm).

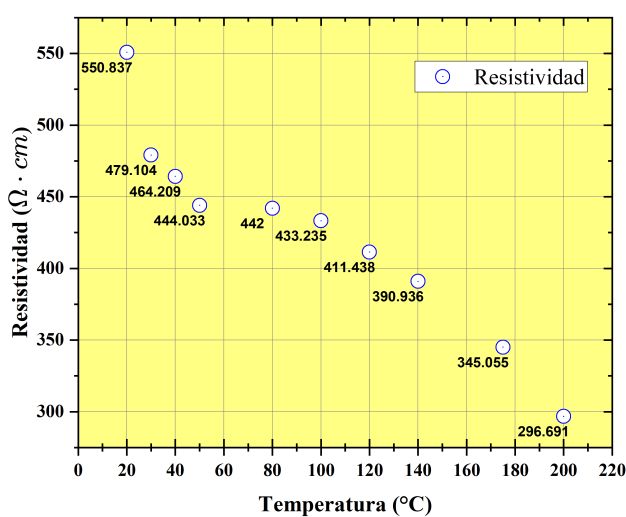


Figura 7: Gráfico de la resistividad de la película delgada ($\Omega \cdot \text{cm}$) versus la temperatura de la película.

Medida de resistividad de película de Cu con la temperatura

La resistividad laminar de la muestra de prueba medida a temperaturas variadas de 20 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C, 80 °C, 100 °C, 120 °C, 140 °C, 175 °C y 200 °C realizada con la resistencia calentadora que se encuentra al lado de la muestra y esta controlado por el medidor de temperatura LaKeShore 330 dio como resultados los datos mostrados en la Figura 7.

Podrían producirse defectos de cristal durante la deposición de película delgada y la caída de la resistividad

de la lámina de 55.0837 $\Omega \text{ cm}$ a 29.6691 $\Omega \text{ cm}$ con un aumento de temperatura desde 23 °C a 170 °C. Las altas temperaturas aumentaron la cristalinidad de la película con una sola fase de Cu_2O de mayor movilidad portadora formada. Estos valores de resistividad laminar medidos a diferentes temperaturas concuerdan con los resultados experimentales de [11], como se puede ver en la figura 7.

Conductividad de una película de Grafeno sobre SiO_2

Los espectros Raman tomados a la película de grafeno depositado sobre un sustrato de Oxido de silicio, se puede ver en el espectro que el pico G es sensible a los átomos de carbono sp^2 , el pico 2D aparece en respuesta a un proceso vibratorio de dos fonones y el pico D se activa por los bordes o defectos en el grafeno [12]. Los tres picos de grafeno se observaron en los espectros Raman (figura 8)

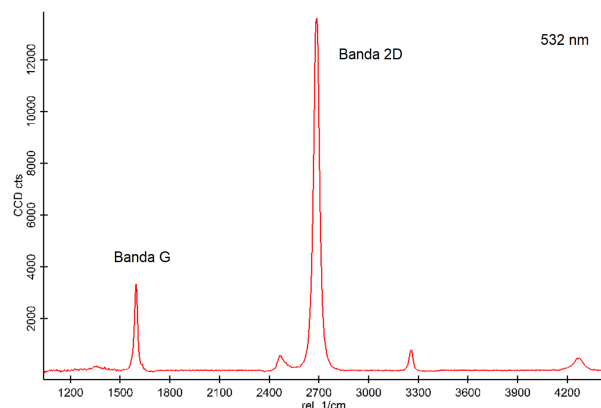


Figura 8: Microscopia Raman de una monocapa de grafeno de 300nm sobre SiO_2 .

El pico G a 1579 cm^{-1} , el pico 2D a 2692 cm^{-1} y un pico D alto a 1348 cm^{-1} se observaron en los espectros Raman para ambas áreas. Además, se encontró un pico a 1620 cm^{-1} conocido como (D), el cual está relacionado con los defectos en la estructura de la película de grafeno [13, 14]. Esto sugiere que la película de grafeno que crece sobre este sustrato tiene más defectos. La alta intensidad del pico D en ambas áreas indica que las películas de carbono están compuestas por cristalitas de escala nanométrica [13]. La presencia de este pico (D) también podría estar asociada con defectos en la estructura cristalina [14, 15]. Con este análisis de la muestra de Grafeno monocapa depositado sobre SiO_2 medimos la resistividad laminar de la muestra a temperatura de 20 °C, medido con el controlador de temperatura LaKeShore 330 y el MP los resultados los vemos en la figura 9.

Aquí la diferencia en las estimaciones del tamaño de partícula probablemente se deba a la dispersión de múltiples fonones producida por defectos dentro de los cristales.

litos de grafeno [14, 16]. Estas imperfecciones en el cristal afectan la relación de intensidad entre los picos D y G en los espectros Raman, dando como resultado un comportamiento falso de los granos más pequeños [14, 16].

Se midieron dos series de muestras usando la sonda de cuatro puntos con el MP que emplea el método de Van der Pauw y se compararon las resistencias de lámina medidas, el valor de la conductividad se haya por la inversa de la resistividad. Los valores de resistencia de la hoja sugieren que una de las series de muestras era de mayor calidad. Si tuviéramos que considerar solo esa serie, parece que el método Van der Pauw proporciona valores de resistencia de lámina. Sin embargo, parece que los resultados se separan más con el aumento de la resistencia de la lámina ($R_{sheet} > 100 \Omega / sq$).

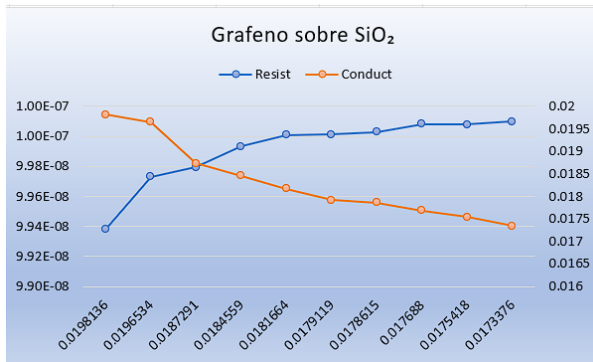


Figura 9: Gráfico de la resistividad vs conductividad de la película delgada ($\Omega - cm$) vs ($\Omega - sq$) con temperatura constante $25(^{\circ}C)$

Como podemos ver en la toma de datos obtenidos, la resistencia de la hoja de grafeno depositado sobre SiO_2/Si , con el método de Van der Pauw tiene un valor de $460 \pm 40 \text{ Ohms/sq}$ ($1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$). Cuando interceptamos la curva de resistividad y conductividad de un material, este punto se conoce como punto de transición. En este punto, el material exhibe un comportamiento lineal en términos de resistividad y conductividad. Sin embargo, es importante tener en cuenta que el punto de transición

puede variar entre diferentes materiales.

Desafortunadamente, el conjunto de datos es demasiado pequeño pero brindamos una conclusión definitiva, mediante los datos de resistividad y conductividad parece que ambos resultados generalmente brindan resultados similares que se intersectan generando un punto que muestra la calidad de el material se puede ver en la figura 9.

Conclusiones

Hemos diseñado y fabricado un sistema de medida con un porta muestras de cuatro puntas fácil, económico, portátil y asistido por computadora, sumamente necesario para las mediciones de la conductividad de nanoestructuras en películas delgadas. Este dispositivo de conmutación esta basado en el método de Van der Pauw.

La programación se ha realizado en el software gráfico LabView para interconectar el medidor de parámetros 181-217 a través del puerto USB con la interfase GPIB-USB y el dispositivo de conmutación, el Arduino Uno R3-USB se conecta para la rotación de los contactos en las muestra respectivamente. Los VI de LabVIEW también se han desarrollado para la adquisición de datos desde periféricos, análisis de datos y visualización por la computadora.

El sistema basado en software se ha utilizado para medir la conductividad de una muestra de películas delgadas de Cu, y grafeno, manteniendo constante y variando la temperatura, con esto demostramos la viabilidad y fiabilidad del sistema. Descubrimos que al aumentar el tiempo entre mediciones reduce el efecto de capacitancia.

Los datos también muestran que el uso de una corriente más pequeña reduce los efectos de la capacitancia, lo que significa que se logran las mejores mediciones con el retraso de las mediciones y con una corriente más baja. cuando uno hace las mediciones debe asegurarse que los voltajes y la corriente no deben ser muy altos ya que generan el efecto Joule y generan inexactitud de la medición de voltaje, por tanto hay que ajustar la corriente para evitar ruido y en consecuencia malas mediciones.

Referencias

- [1] M. C. Salvadori, A. R. Vaz, R.J.C. Farias, and M.S. Dorsa Cattani. Measurement of electrical resistivity of nanostructured platinum thin films and quantum mechanical estimates. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials*, 20-21:775 – 780, 2004.
- [2] T. Matsumura and Y. Sato. A theoretical study on van der pauw measurement values of inhomogeneous compound semiconductor thin films. *Journal of Modern Physics*, 01:340–347, 2010.
- [3] F. M. Smits. Measurement of sheet resistivities with the four-point probe. *The Bell System Technical Journal*, 37(3):711–718, 1958.
- [4] M.L. Higa, D.M. Tawy, and S.M. Lord. An introduction to labview exercise for an electronics class. In *32nd Annual Frontiers in Education*, volume 1, pages T1D–T1D, 2002.

- [5] V. Singh, D. Joung, L. Zhai, S. Das, S. I. Khondaker, and S. Seal. Graphene based materials: Past, present and future. *Progress in Materials Science*, 56(8):1178–1271, 2011.
- [6] N. A. Sruti and K. Jagannadham. Electrical conductivity of graphene composites with in and in-ga alloy. *Journal of Electronic Materials*, 39:1268–1276, 2010.
- [7] P. Shapira, J. L. Youtie, and S. F. Carley. Graphene research profile: Uk and us publications, 2000-2010. 2010.
- [8] A. Sivasankar Reddy, G. Venkata Rao, S. Uthanna, and P. Sreedhara Reddy. Structural and optical studies on dc reactive magnetron sputtered cu₂o films. *Materials Letters*, 60(13):1617–1621, 2006.
- [9] L. J. van der Pauw. A method of measuring specific resistivity and hall effect of discs of arbitrary shape. 1991.
- [10] J. Travis and J. Kring. *LabVIEW for Everyone: Graphical Programming Made Easy and Fun (3rd Edition) (National Instruments Virtual Instrumentation Series)*. Prentice Hall PTR, USA, 2006.
- [11] M. Onimisi. Effect of annealing on the resistivity of copper (i) oxide solar cells. *International Journal of Physical Sciences*, 3:194–196, 09 2008.
- [12] Z. H. Ni, Y. Wang, T. Yu, and Z. Shen. Raman spectroscopy and imaging of graphene. *Nano Research*, 1:273–291, 2008.
- [13] W. Yang, C. He, L. Zhang, Y. Wang, Z. Shi, M. Cheng, G. Xie, D. Wang, R. Yang, D. Shi, and G. Zhang. Growth, characterization, and properties of nanographene. *Small*, 8 9:1429–35, 2012.
- [14] J. B. Wu, M. L. Lin, X. Cong, H. N. Liu, and P. H. Tan. Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices. *Chem. Soc. Rev.*, 47:1822–1873, 2018.
- [15] R. Hawaldar, P. Merino, M. R. P. Correia, I. Bdi-kin, J. Gracio, J. Méndez, J. A. Martín-Gago, and M. K. Singh. Large-area high-throughput synthesis of monolayer graphene sheet by hot filament thermal chemical vapor deposition. *Scientific Reports*, 2, 2012.
- [16] A. C. Ferrari and D. M. Basko. Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene. *Nature Nanotechnology*, 8(4):235–246, April 2013.