



CCADET

CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO TECNOLÓGICO
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

Sistema de medición capacitivo utilizando un electrodo en punta

Proyecto: Desarrollo de sensores capacitivos de alta resolución
Grupo de Sensores Ópticos y Eléctricos
Departamento de Instrumentación y Medición

Asur Guadarrama Santana

Augusto García Valenzuela

Celia Sánchez Pérez

21 de octubre de 2013

Desarrollo tecnológico

Índice

Nomenclatura.....	3
Introducción.....	5
1. Sistema de medición capacitivo con electrodo en punta (SIMCAP).....	7
2. Determinación de la capacitancia por medio de la medición de corrientes complejas...	8
3. Etapa de compensación de fase.....	9
4. Capacitor de calibración.....	11
5. Punta conductora utilizada como electrodo sensor.....	14
6. Detección de contacto entre el apuntador y la muestra dieléctrica.....	15
7. Control de posición del electrodo sensor.....	16
8. Sistema de posición de muestras.....	17
9. Resultados experimentales.....	18
9.1. Análisis de la cancelación de la capacitancia parásita del sistema experimental.....	18
9.2. Metodología de medición experimental.....	20
9.3 Mediciones de capacitancia diferencial de recubrimientos.....	23
Conclusiones.....	28
Agradecimientos.....	29
Referencias Bibliográficas.....	30

Sistema de medición capacitivo utilizando un electrodo en punta

Asur Guadarrama Santana, Augusto García Valenzuela, Celia Sánchez Pèrez

Resumen

En este trabajo presentamos un Sistema de Medición Capacitivo utilizando un apuntador conductor utilizado como sensor capacitivo sobre un recubrimiento dieléctrico con espesor finito sobre un substrato conductor. Se muestra que el valor de la capacitancia es independiente del espesor de la muestra cuando el radio de curvatura de la punta es varias veces menor que el espesor de la muestra. Los valores de capacitancia reportados fueron en el orden de las decenas de atto-Faradios con un radio de electrodo esférico aproximado de $40\mu\text{m}$. Además, se demostró que es posible obtener la constante dieléctrica local de una muestra dieléctrica sólida macroscópica de una forma no destructiva y sin el preciso conocimiento de sus dimensiones por medio de una punta conductora utilizada como electrodo capacitivo sensor. Básicamente, la hipótesis de la metodología propuesta aquí es que cuando se utiliza una punta como electrodo sensor con un radio de curvatura suficientemente pequeño y muy próxima a la superficie de una muestra dieléctrica con un espesor varias veces mayor que el radio de curvatura de la punta, se puede extraer la contribución de la capacitancia de la curvatura de la punta con la superficie del recubrimiento dieléctrico, la cual es insensible a las dimensiones de la muestra dieléctrica pero sensible a la permitividad relativa local de esta. Las variaciones de capacitancia que se presentan solamente con la curvatura de la punta sensora y con el substrato conductor no son significativas. Después de un procedimiento de calibración se puede medir exactamente la constante dieléctrica de muestras sólidas con dimensiones suficientemente grandes en comparación con el radio de curvatura de la punta sensora, en este caso en el orden de las decenas de micras. Se propone una metodología no destructiva en el sentido de que no se requiere de una preparación previa de la muestra en su geometría ni en el segundo electrodo requerido para establecer una diferencia de potencial. Se discute en detalle un procedimiento de calibración para mediciones cuantitativas de la constante dieléctrica. Aunque, las variaciones de capacitancia que se deben medir en la presente aplicación están en rango de los atto-Faradios, los requerimientos en la etapa mecánica para manejar la posición del electrodo sensor son menos demandantes que en las aplicaciones que utilizan microscopía capacitiva. Se realiza una estimación de la mínima dimensión que debe tener el espesor de la muestra dieléctrica con respecto del radio de la curvatura de la punta sensora para alcanzar una exactitud razonable en la determinación de la constante dieléctrica con la metodología propuesta. Por otro lado, el radio mínimo de la curvatura de la punta se determina por la mínima variación de la capacitancia que se puede medir.

Nomenclatura

$V_{ac}(\omega)$ – voltaje alterno

ω – frecuencia angular

R_m - resistencia finita del dieléctrico

C_{am} – capacitancia entre la curvatura del electrodo sensor y de la superficie del dieléctrico

C_{cal} - capacitor de calibración

C_p - capacitancia parásita total del sistema

C_{ap} - capacitancia total del sistema

$-i_{cal}$ - corriente de calibración desfasada 180°

$j i_p$ - corriente parásita

i_0 – corriente que pasa por la muestra dieléctrica

i_{dis} - corriente disipativa

$j\Delta i$ - corriente de desplazamiento diferencial

V_{rms} – voltaje rms

i_{am} – corriente entre el electrodo sensor y la superficie de la muestra dieléctrica

s - distancia de separación de referencia de la curvatura de la punta con respecto de la superficie de la muestra dieléctrica

$\Delta I_{lock-in}(\omega)$ - corriente diferencial en $s = 0$ medida con el amplificador Lock-in

ΔC capacitancia diferencial en función de $\Delta I_{lock-in}(\omega)$

ΔI_s - corriente diferencial en s medida con el amplificador Lock-in

σ – ruido rms

C_{mu} - capacitancia mutua entre dos pistas planas

$l = 7.75\text{mm}$ - longitud de pistas planas paralelas

$w = 1\text{mm}$ - ancho de las pistas

$g = 1.5\text{mm}$ - separación entre las pistas planas paralelas

$h = 1.5\text{mm}$ - espesor de la placa fenólica

$\epsilon_r = 4.87$ - permitividad eléctrica relativa de la placa fenólica

ϵ_0 – permitividad eléctrica del vacío

λ – longitud de onda

V_A, V_B, V_C, V_D – voltajes del fotodetector de cuadrante

V_T – voltaje total del fotodetector de cuadrante

$F(t)$ – variaciones en la señal de voltaje de la etapa opto-electrónica en función del tiempo

d - espesor del material dieléctrico

I_{nrms} - corriente de ruido rms

I_n - corriente de ruido

C_n – capacitancia de ruido

$\Delta C(s)$ – Capacitancia diferencial experimental características de cada muestra dieléctrica de calibración

$\gamma(s)$ - tangente a cada curva experimental

$\Delta C_{am}(s)$ - capacitancia diferencial compensada entre la curvatura de la punta sensora y la superficie del material dieléctrico

k_2 – constante dieléctrica del material dieléctrico

$\Delta C_{am}(s_{am})$ – Capacitancia diferencial experimental a una distancia de separación s_{am} determinada

s_{am} - distancia de separación experimental de referencia de la curvatura de la punta con respecto de la superficie de la muestra dieléctrica

a - radio de un electrodo esférico

C_1 – Capacitância teórica entre una esfera y la superficie de un dieléctrico cuando $d \gg a$

$\Delta C_{am}(k_2)$ – capacitancia experimental de calibración a determinada constante dieléctrica del material

Introducción

Los recubrimientos dieléctricos tienen diversas aplicaciones en la industria, óptica, electrónica, etc., y generalmente se utilizan como capas protectoras. Sin embargo, existen aplicaciones en las que se utilizan como sensores de gas, temperatura, humedad, etc. A causa de las múltiples aplicaciones en todas estas áreas y de los avances en la ingeniería de los materiales se ha incrementado la necesidad de desarrollar e implementar nuevas técnicas de caracterización eléctrica de materiales utilizados en diferentes aplicaciones. Uno de los tantos parámetros de interés es el estudio de la constante dieléctrica principalmente para el desarrollo de semiconductores utilizados en el campo de la microelectrónica. Aquí es donde los materiales con constantes dieléctricas altas han tenido un desarrollo continuo, esto ha permitido que la Ley de Moore siga cumpliéndose al aumentar la densidad de transistores en áreas más reducidas dentro de los microprocesadores, Alan *et al.* (3) y Naarain y Li (28). Los nuevos materiales con constantes dieléctricas altas requieren de nuevos métodos de caracterización en escalas nanométricas con el fin de poder satisfacer los requerimientos de diseño de la nueva generación de semiconductores.

Actualmente la caracterización de semiconductores se realiza por medio de técnicas como la Microscopía Capacitiva de Barrido (MCB), Microscopía Dieléctrica (MD) o Microscopía de Fuerza Atómica (MFA), obteniendo imágenes digitales de la superficie del material semiconductor en estudio, (5,20,17,18,35,8,19,21,9,23). Existen otras técnicas de caracterización como la de impedancias o la Tomografía Capacitiva (TM) que también se utilizan para determinar la constante dieléctrica a bajas frecuencias de líquidos y gases, (29,7,4,27,16,12). Estos métodos también se utilizan para realizar estudios biológicos con el fin de identificar bacterias o virus en sustancias, (10,14,25,32). Para cubrir las necesidades actuales de la mayoría de estas investigaciones se han propuesto y desarrollado nuevos métodos de medición utilizando instrumentación electrónica reciente con el fin de alcanzar mayor resolución en sus mediciones.

Cuando se determina la constante dieléctrica de muestras sólidas por medio de técnicas capacitivas, se debe preparar una muestra con una geometría y dimensiones específicas. Por ejemplo, se puede tener la necesidad de formar un capacitor de placas paralelas con la muestra a medir, Cooke y Ford (6). A este respecto las técnicas capacitivas utilizadas con muestras sólidas son destructivas, ya que la muestra debe ser cortada y preparada antes de la medición. La geometría del electrodo capacitivo es muy importante porque el valor de la capacitancia esta directamente en función de ésta. Algunas publicaciones recientes en esta materia han mostrado que las mediciones capacitivas realizadas por medio de puntas conductoras son más exactas, Ren-jie *et al.* (31). Sin embargo, entre más pequeña es la dimensión de la curvatura de la punta, menor será el valor de la capacitancia que se tiene que medir. Se ha mostrado en algunos trabajos, que una punta fina utilizada como electrodo sensor muy próxima a una superficie puede ser representada por un electrodo esférico, Goto y Hane (18) y Fumagalli *et al.* (25). Recientemente, varios grupos han mostrado que es posible realizar mediciones capacitivas con valores en el orden de las unidades de atto-Faradios con instrumentación moderna. Actualmente, la imagen capacitiva de la superficie de una película delgada de algún semiconductor es una aplicación de interés en donde las mediciones en atto-Faradios son reportadas por varios grupos, (34,8,23,26). En este trabajo, se comprobó experimentalmente que el valor de la capacitancia de un electrodo esférico en contacto con un recubrimiento dieléctrico con espesor finito es independiente del espesor de la muestra cuando el radio de curvatura de la punta es varias veces menor que el espesor de la muestra. Los valores de capacitancia reportados fueron en el orden de las decenas de atto-Faradios con un radio de electrodo esférico aproximado de 40 μm , Guadarrama y García (1). Además, se demuestra que es posible obtener la constante dieléctrica de una muestra dieléctrica sólida macroscópica de una forma no destructiva y sin el preciso conocimiento de sus dimensiones por medio de una punta conductora utilizada como electrodo capacitivo sensor. Básicamente, la hipótesis de la metodología propuesta aquí es que cuando se utiliza

una punta como electrodo sensor con un radio de curvatura suficientemente pequeño y muy próxima a la superficie de una muestra con un espesor varias veces mayor que el radio de curvatura de la punta, se puede extraer la contribución de la capacitancia de la curvatura de la punta con la superficie del recubrimiento dieléctrico la cual es insensible a las dimensiones de la muestra pero sensible a la permitividad relativa local de la muestra dieléctrica, Guadarrama y García (2). Después de un procedimiento de calibración se puede medir exactamente la constante dieléctrica de muestras sólidas con dimensiones suficientemente grandes en comparación con el radio de curvatura de la punta sensora, en este caso en el orden de las decenas de micras. Se propone una metodología no destructiva en el sentido de que no se requiere de una preparación previa de la muestra en su geometría ni en el segundo electrodo requerido para establecer una diferencia de potencial.

En este informe presentamos un sistema capacitivo en el cual las variaciones de capacitancia debidas a la interacción de la curvatura de la punta con el substrato conductor no son significativas. Se discute en detalle un procedimiento de calibración para mediciones cuantitativas de la constante dieléctrica. Aunque, las variaciones de capacitancia que se deben medir en la presente aplicación están en rango de los atto-Faradios, los requerimientos en la etapa mecánica para manejar la posición del electrodo sensor son menos demandantes que en las aplicaciones que utilizan microscopía capacitiva. Se realiza una estimación del mínimo rango entre el radio de la curvatura de la punta sensora y el espesor de la muestra dieléctrica para alcanzar una exactitud razonable en la determinación de la constante dieléctrica con la metodología propuesta. Por otro lado, el radio mínimo de la curvatura de la punta se determina por la mínima variación de la capacitancia que se puede medir.

1 Sistema de medición capacitivo con electrodo en punta (SIMCAP)

Con el fin de comprobar experimentalmente los resultados teóricos obtenidos en un estudio previo se propuso diseñar un prototipo experimental de un Sistema de Medición Capacitivo utilizando como electrodo sensor un apuntador conductor por medio del cual se puede medir la corriente compleja que pasa por una muestra dieléctrica sólida utilizando la técnica de amplificación Lock-in y de esta forma, calcular indirectamente el valor de la capacitancia que se genera solamente con la curvatura de la punta y la superficie del dieléctrico. Cada etapa que conforma el sistema de medición se representa en un diagrama de bloques y se describe a detalle la función que desempeña cada una.

El diseño del desarrollo experimental del Sistema de Medición Capacitivo con Apuntador (SIMCAP) está basado en forma general en el diagrama de bloques de la figura 1. Se puede ver que el sistema está conformado por la muestra dieléctrica sobre un sustrato conductor que sirve como electrodo plano, el apuntador conductor que funciona como electrodo sensor, una etapa opto-electrónica que sirve para detectar la posición del electrodo sensor por medio de un fotodetector de cuadrante FD y un diodo láser DL, una etapa de compensación de fase para eliminar la mayor parte de la capacitancia parásita, Lee y Pelz (8) y la etapa de amplificación lock-in para filtrar y reducir ruido del sistema y así obtener la parte imaginaria de la corriente que pasa por la muestra dieléctrica.

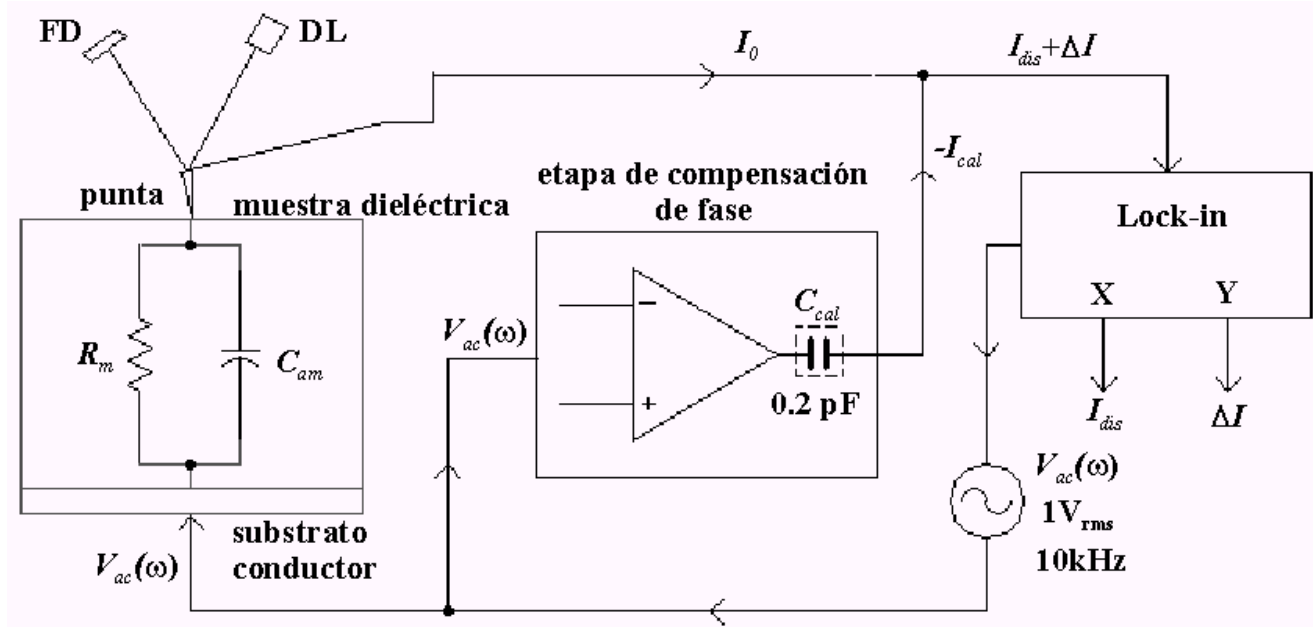


Figura 1. Diagrama de bloques del sistema de medición capacitivo propuesto, en el cual se muestra el sistema óptico de posición de la punta sensora que esta formado por un fotodetector de cuadrante FD y un diodo láser DL y el flujo de la corriente eléctrica sensada que pasa por el sistema. Como se puede apreciar, la corriente I_0 pasa por la muestra dieléctrica y la punta conductora. La corriente $-I_{cal}$ pasa por un capacitor de calibración que forma parte de la etapa de compensación de fase. Estas dos corrientes se suman en un nodo común y finalmente la suma de estas dos corrientes entra en la etapa de amplificación lock-in en donde la parte disipativa (parte real) y de desplazamiento (parte imaginaria) de la corriente se separan como $I_{dis} + \Delta I$, respectivamente.

En general con este sistema capacitivo propuesto se obtiene la capacitancia de la muestra con la punta conductora en función de la corriente de desplazamiento medida que circula por el sistema capacitivo (punta – dieléctrico – sustrato).

2 Determinación de la capacitancia por medio de la medición de corrientes complejas.

En la práctica, para obtener la capacitancia de una punta conductora y una muestra dieléctrica sobre un sustrato conductor se utiliza la técnica de medición de corrientes de desplazamiento. Al aplicar un voltaje $V_{ac}(\omega)$ por el lado del sustrato conductor, del sistema capacitivo propuesto, aparece una corriente i_0 que pasa por la muestra dieléctrica y por la punta conductora como se muestra en la figura 1. Esta corriente representa la corriente total que pasa por la muestra dieléctrica, la cual está formada por una corriente disipativa (real) asociada a una resistencia finita del dieléctrico R_m y por una corriente de desplazamiento (imaginaria) asociada a una impedancia capacitiva en función de la capacitancia C_{am} que se forma con la curvatura de la punta del electrodo sensor y de la superficie del dieléctrico. El mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ se aplica a un capacitor de calibración C_{cal} con un valor muy cercano al valor de la capacitancia parásita total del sistema C_p con el fin de obtener una corriente de desplazamiento $-i_{cal}$ muy cercana al valor de la corriente parásita $j i_p$ pero desfasada 180° . Cuando las corrientes i_0 y $-i_{cal}$ llegan a un nodo común estas se suman dando como resultado una corriente disipativa y una corriente de desplazamiento $i_{dis} + j\Delta i$ respectivamente, las cuales son filtradas y separadas por un amplificador lock-in en su parte real y su parte imaginaria. El voltaje $V_{ac}(\omega)$ aplicado al dieléctrico y a la etapa de compensación de fase es proporcionado por el amplificador *Lock-in* como voltaje de referencia a una frecuencia de 10KHz y con una amplitud de $1V_{rms}$, Lee y Pelz (8), como se muestra en la figura 1.

Un análisis de admitancias del circuito RC equivalente del sistema capacitivo completo se obtienen las corrientes i_0 e i_{cal} en función de las capacitancias C_{am} , C_p y C_{cal} como,

$$i_0 = \left(\frac{1}{R_m} + j\omega C_{am} + j\omega C_p \right) V_{ac}(\omega), \quad (1)$$

$$i_{cal} = -j\omega C_{cal} V(\omega). \quad (2)$$

La corriente i_{cal} se encuentra desfasada 180° con respecto de la i_p y su parte imaginaria es proporcional a la capacitancia del sistema. Podemos referirnos a la corriente parásita i_p y corriente que pasa por la curvatura de la punta y la muestra dieléctrica i_{am} respectivamente como,

$$i_p = j\omega C_p V_{ac}(\omega), \quad (3)$$

y

$$i_{am} = j\omega C_{am} V_{ac}(\omega), \quad (4)$$

ambas puramente imaginarias.

Por lo tanto, en la práctica se puede medir la capacitancia aplicando un voltaje con amplitud constante a una frecuencia fija y medir la parte imaginaria de la corriente con un amplificador Lock-in. La capacitancia parásita C_p está en ordenes mayores de magnitud que C_{am} y a causa del rango dinámico que cualquier amplificador presenta es necesario restar la mayoría de la corriente que se presenta arriba de la corriente parásita. De otra forma no sería posible resolver las pequeñas variaciones de C_{am} . Para reducir la corriente parásita, el mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ pero desfasado 180° se aplica a un capacitor de calibración con una capacitancia C_{cal} cercana a C_p a una distancia de separación s de referencia de la curvatura de la punta con respecto de la superficie de la muestra dieléctrica. La corriente de desplazamiento que pasa por el capacitor de calibración, i_{cal} , y la corriente i_0 llegan a un nodo común en donde estas corrientes se suman. La diferencia $i_0 - i_{cal} \equiv \Delta i$ debe estar en el orden de magnitud de i_{am} . Después de este nodo las contribuciones a la parte imaginaria de la corriente es la corriente i_{am} más la pequeña diferencia de corriente entre las corrientes parásitas y de calibración Δi . La corriente total entrante al amplificador Lock-in es,

$$I_{Lock-in} = i_{dis} + i_{am} + \Delta i, \quad (5)$$

en donde,

$$i_{dis} = \frac{V_{ac}(\omega)}{R_m}, \quad (6)$$

es la corriente disipativa (real), como se muestra en la figura 1.

El valor de la capacitancia es,

$$\Delta C = C_{am} + (C_p - C_{cal}). \quad (7)$$

A una distancia de separación s se calcula con la siguiente expresión,

$$\Delta C = \frac{\text{Im}[\Delta I_{lock-in}(\omega)]}{\omega V_{ac}(\omega)}, \quad (8)$$

en donde $\Delta I_{lock-in}(\omega)$ es la diferencia de corrientes en $s = 0$. Un control fino de la malla de cancelación de corriente parásita se incluye de tal forma que $i_{am} + \Delta i$ se ajustan a cero a la distancia de separación de referencia $s = 0$.

Finalmente, las mediciones de la corriente $\Delta I_{Lock-in}$ se realizan con el amplificador *Lock-in* SR850 de Stanford Research de dos canales, el cual filtra y separa la corriente en su parte real e imaginaria siendo esta última la de interés puesto que la capacitancia ΔC está en función de esta.

3 Etapa de compensación de fase.

La función principal de la etapa de compensación de fase es de cancelar al máximo la corriente parásita que se encuentra en el sistema capacitivo completo y efectuar una calibración de cero antes de realizar alguna medición de corriente, Lee y Pelz (8). Para explicar su funcionamiento y solo como ejemplo se representan la capacitancia total del sistema C_{ap} y la capacitancia parásita C_p equivalente a la capacitancia del capacitor de calibración que se muestra en el esquema del circuito electrónico de la figura 1.

Se aplica un voltaje alterno $V_{ac} = 1V_{rms}$ simultáneamente al sistema capacitivo C_{ap} y a la etapa de amplificación de compensación de fase a una frecuencia de 10kHz, como se muestra en la figura 2. La función de esta etapa es controlar hasta 180° el desfaseamiento del voltaje alterno $V_{ac}(\omega)$ aplicado y compensarlo en amplitud. Finalmente este voltaje alterno desfasado 180° y compensado en amplitud se aplica a un capacitor de calibración C_p , de valor igual al de la capacitancia parásita C_{ap} del sistema capacitivo completo, con el fin de que las corrientes $i_p(\omega)$ e $i_{ap}(\omega)$, iguales en amplitud pero desfasadas 180°, se sumen en un nodo común quedando únicamente la corriente $i_{am}(\omega)$ que pasa por el dieléctrico, como se muestra en la simulación del circuito de la figura 3. Esta corriente es registrada por la etapa de amplificación Lock-in como la parte compleja $ji_{am}(\omega)$ cuyo valor es necesario para calcular la capacitancia C_{am} que se genera únicamente con la curvatura de la punta que hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica. Como ya se mencionó, esta etapa nos permite realizar una calibración a cero cuando la punta está en contacto con la superficie del dieléctrico.

En la práctica se mide una $\Delta i(\omega)$ resultante de la suma de dos corrientes desfasadas 180° con el amplificador Lock-in y con la $\Delta i_{\text{Lock-in}}(\omega)$ resultante se obtiene la ΔC con la ecuación (8) que es el valor de la capacitancia de interés.

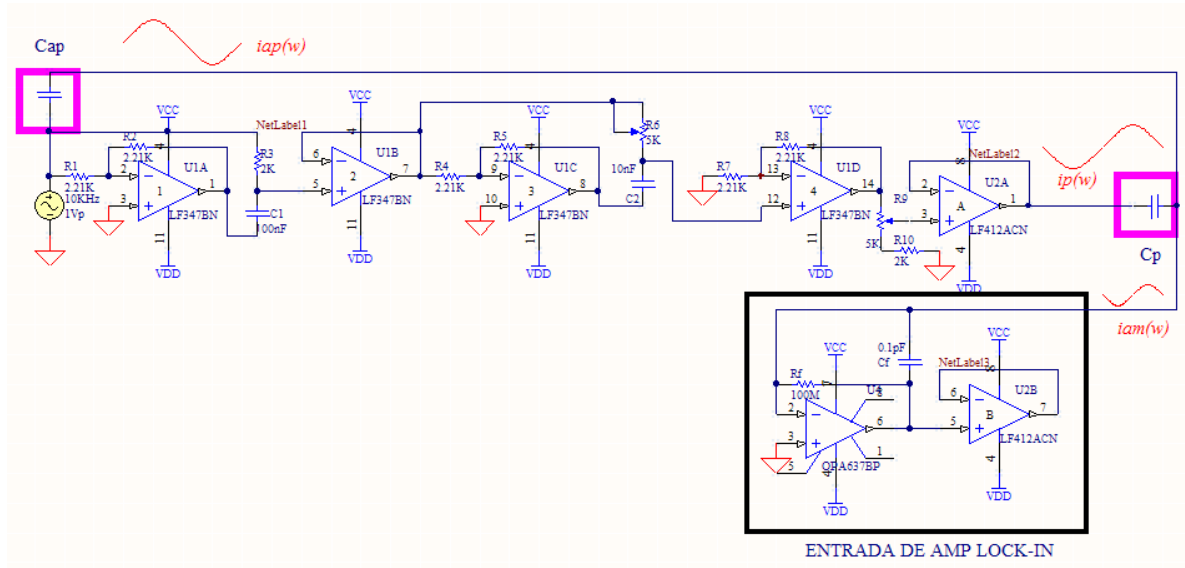


Figura 2. Circuito electrónico completo de la etapa de compensación de fase y la entrada de transimpedancia de la etapa de amplificación Lock-in.

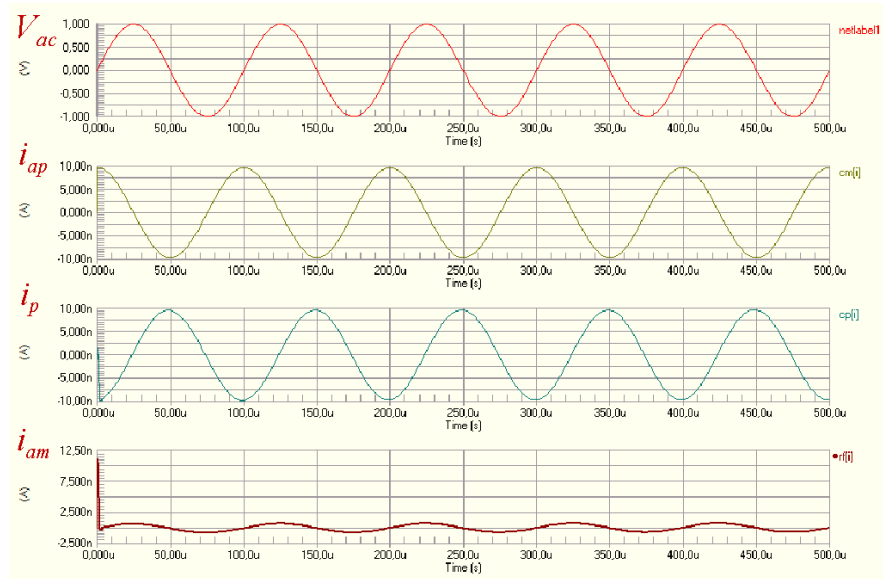


Figura 3. Simulación del circuito amplificador de compensación de fase en donde la primera señal senoidal, en orden descendente, corresponde al voltaje alterno $V_{ac}(\omega)$ de $1V_{rms}$, la segunda señal es la corriente $i_{ap}(\omega)$ que pasa por la muestra dieléctrica y la punta sensora del sistema capacitivo, la tercera señal senoidal es la corriente de desfaseamiento $i_p(\omega)$ que pasa por el capacitor de calibración con valor equivalente al de la capacitancia parásita C_p y la última señal senoidal es la suma de las corrientes $i_{ap}(\omega) - i_p(\omega)$, cuyo resultado es la corriente $i_{am}(\omega)$ que pasa por la muestra dieléctrica.

4 Capacitor de calibración.

La capacitancia parásita total del arreglo experimental que se logró obtener fue de aproximadamente 0.2pF la cual es comparable a valores de capacitancias parásitas reportadas por otros grupos que realizan imágenes capacitivas de películas delgadas de Oxido de Silicio por medio de un Microscopio de Fuerza Atómica comercial o utilizando técnicas de Barrido con Microscopia de Tunelaje, Kobayashi *et al.* (19) y Pelz y Koch (15). Esta capacitancia se midió con un puente digital de impedancias LCR Stanford Research SR715 a una frecuencia de 10kHz y $1V_{rms}$. Este valor de capacitancia parásita total es la que se tiene que compensar idealmente con un capacitor de igual valor para poder realizar una calibración a cero con el arreglo experimental propuesto antes de realizar las mediciones de corriente, como se muestra en la figura 1. Debido a que este capacitor de calibración es imprescindible para obtener las mediciones de corriente imaginaria resultante y como el valor de esta capacitancia es comparable a capacitancias parásitas que se encuentran entre pistas de un circuito impreso, se calculó y diseñó un capacitor de calibración con un valor muy aproximado al de la capacitancia parásita del arreglo experimental.

La propuesta del diseño del capacitor de calibración fue de integrarlo en el circuito impreso del amplificador de compensación de fase para evitar conexiones externas y alterar el valor de la capacitancia parásita total.

Para el diseño del capacitor de calibración se utilizó el cálculo de capacitancia mutua entre dos pistas planas paralelas en circuito impreso con plano de tierra, Williams *et al.* (5), Payas (30) y Baxter (24), como se muestra en la figura 4.

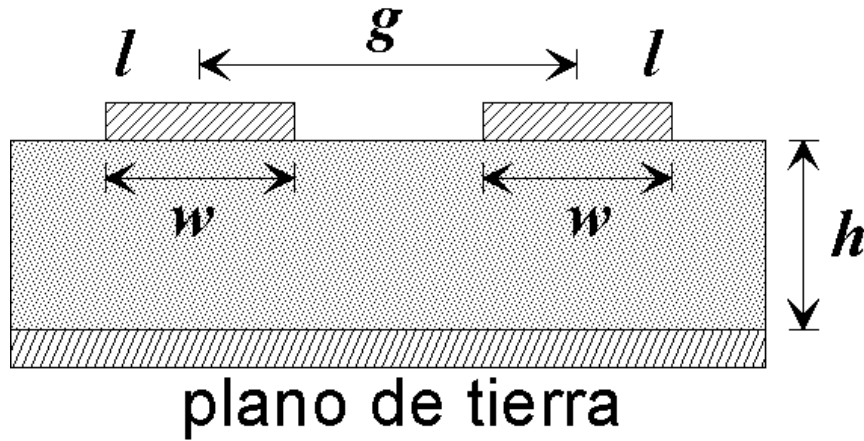


Figura 4. Esquema de dos pistas planas paralelas en un circuito impreso de doble cara utilizando un plano de tierra.

Aquí se puede observar que la capacitancia mutua entre dos pistas planas paralelas está en función de su geometría, de la separación entre estas, de la permitividad relativa y espesor de la placa fenólica y del plano de tierra.

Una aproximación de la capacitancia mutua C_{mu} entre dos pistas planas se calcula como:

$$\frac{C_{mu}}{l} = \frac{\epsilon \beta_1 \beta_2 \ln \left[1 + \left(\frac{2a}{d} \right)^2 \right]}{4\pi \left(\frac{a}{w} \right)}, \quad (9)$$

$$\text{si } \frac{d}{2a} > 3 \text{ entonces } \frac{C_{mu}}{l} \approx \frac{\varepsilon}{\pi} \beta_1 \beta_2 \left(\frac{w}{d} \right)^2, \quad (10)$$

en donde las constantes β se calculan como,

$$\beta_1 \approx \frac{7}{16} \frac{2a}{w} + 1, \quad (11)$$

$$\beta_2 \approx 0.66 \frac{2a}{w} + 1.55. \quad (12)$$

Longitud de las pistas planas paralelas $l = 7.75\text{mm}$.

Ancho de las pistas $w = 1\text{mm}$.

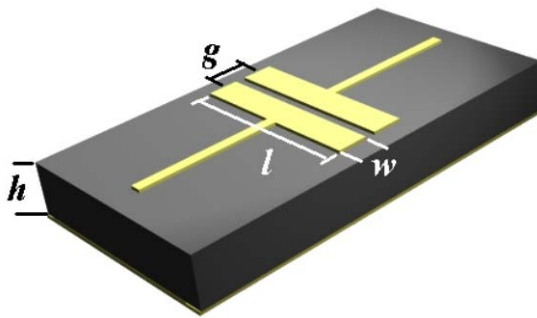
Separación entre las pistas planas paralelas $g = 1.5\text{mm}$.

Espesor de la placa fenólica $h = 1.5\text{mm}$.

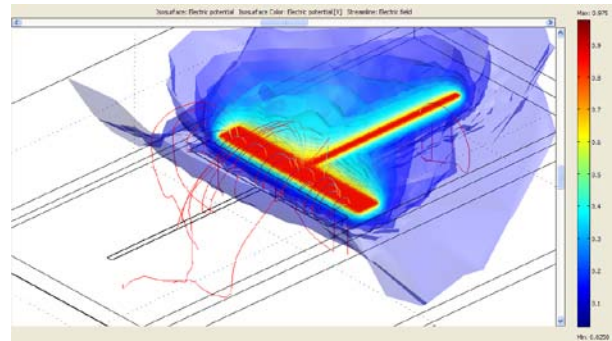
Permitividad relativa de la placa fenólica $\varepsilon_r = \varepsilon/\varepsilon_0 = 4.87$.

La capacitancia mutua entre dos pistas planas paralelas fue $C_{mu} = 0.155\text{ pF}$.

Con estas expresiones se calculó una primera aproximación de C_{mu} . Este resultado es sólo una aproximación puesto que fue necesario añadir otras dos pistas perpendiculares a las paralelas calculadas anteriormente para que la corriente fluyera, como se muestra en la figura 5(a). Con las nuevas pistas el valor de la capacitancia calculada presentó una contribución extra al valor calculado con las pistas paralelas. Esto significó realizar una modificación en la superficie y la separación entre pistas paralelas para obtener el valor exacto de la capacitancia total buscada. Para calcular las dimensiones requeridas de todas las pistas se realizaron simulaciones con el Método de Elemento Finito (MEF) en 3D, como se muestra en la figura 5(b). Se modificaron las superficies y la separación entre pistas paralelas hasta alcanzar un valor de capacitancia muy aproximado al de $C_{ap} = 0.2\text{pF}$ equivalente al valor de la capacitancia parásita total del sistema experimental.



(a)



(b)

Figura 5. (a) Diseño del capacitor de calibración y (b) Simulación del capacitor de calibración con el MEF para determinar sus dimensiones finales.

Las dimensiones finales del capacitor de calibración fueron las siguientes:

Longitud de las pistas planas paralelas $l = 15\text{mm}$.

Ancho de las pistas paralelas $w = 2\text{mm}$.

Longitud de las pistas planas perpendiculares $l = 15\text{mm}$.

Ancho de las pistas perpendiculares $w = 0.5\text{mm}$.
 Separación entre las pistas planas paralelas $g=3\text{mm}$.
 Espesor de la placa fenólica $h = 1.5\text{mm}$.
 Permitividad relativa de la placa fenólica $\epsilon_r = 4.87$.
 Capacitancia mutua resultante entre dos pistas planas paralelas, $C_{mu} = 0.205\text{pF}$.

Finalmente, el diseño del circuito impreso del amplificador compensador de fase contiene integrado el capacitor de calibración con las dimensiones finales de sus electrodos, como se muestra en la figura 6.

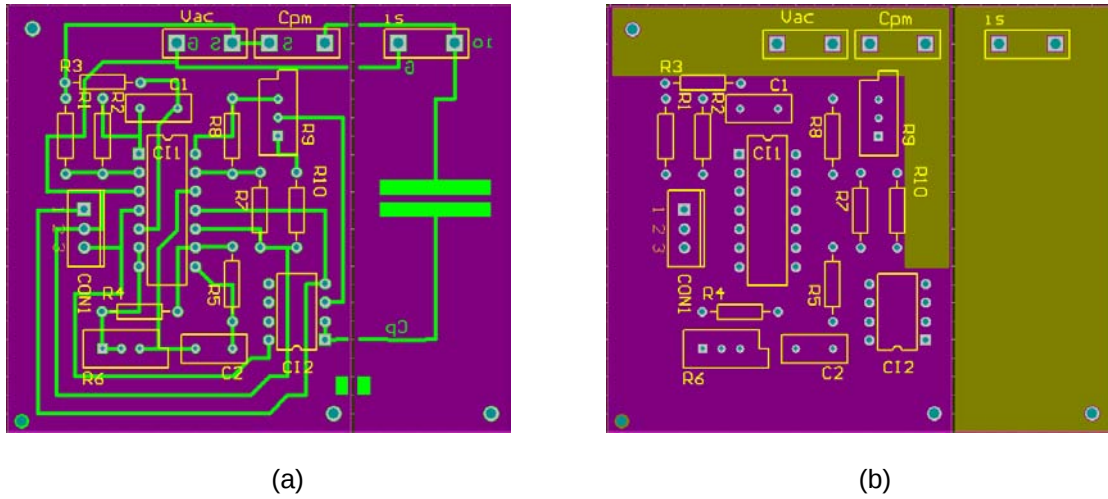


Figura 6. Diseño del circuito impreso de la etapa de compensación de fase con el capacitor de calibración integrado. (a) Lado inferior en el que se encuentra el capacitor de calibración y (b) lado superior en el que se encuentran los planos de tierra.

5 Punta conductora utilizada como electrodo sensor.

Como se mencionó anteriormente, se utilizó un apuntador conductor con $40\text{ }\mu\text{m}$ de radio de curvatura aproximadamente y 3mm de longitud como electrodo sensor, este se encuentra sujeto a un cantilever y este a su vez a un brazo metálico que sirve como guarda para el conductor el cual pasa a través de brazo y que lleva la corriente a sensor, como se muestra en la figura. 7.

La estructura metálica está conectada a tierra física con el fin de que el brazo metálico sirva como guarda al conductor que lleva la señal de $1V_{rms}$ a una frecuencia de 10kHz y de esta forma reducir las corrientes parásitas que se encuentran en toda la estructura que forma el sensor capacitivo. Sobre el apuntador se encuentra una superficie reflejante especular de silicio en la que un haz láser concentrado, por medio de una lente óptica, se refleja hacia un foto-detector de cuadrante cuya función es monitorear los cambios de posición del haz láser producidos por los desplazamientos horizontal (X) o vertical (Y) del apuntador. La función principal es detectar cuando el apuntador hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica al desplazar esta a lo largo de su eje Y y que provoca un cambio de ángulo del haz láser con la superficie reflejante.

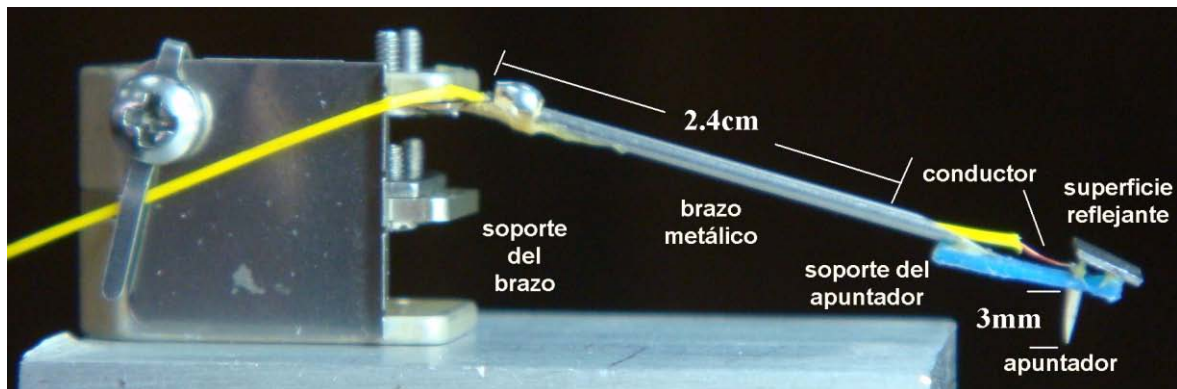


Figura 7. Montura completa del electrodo sensor (apuntador) en el cual se muestra una superficie reflejante especular, sobre el apuntador, en la que un haz láser incide y es reflejado hacia un foto-detector de cuadrante con el fin de monitorear la posición de la punta sensora.

6 Detección de contacto entre el apuntador y la muestra dieléctrica.

Para determinar cuando el apuntador hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica se utilizó un diodo láser DL con $\lambda = 670\text{nm}$ y una potencia 0.95mW , un foto-detector de cuadrante FD y un circuito electrónico de trans-impedancia que cumple con las funciones que se muestran en la figura 8.

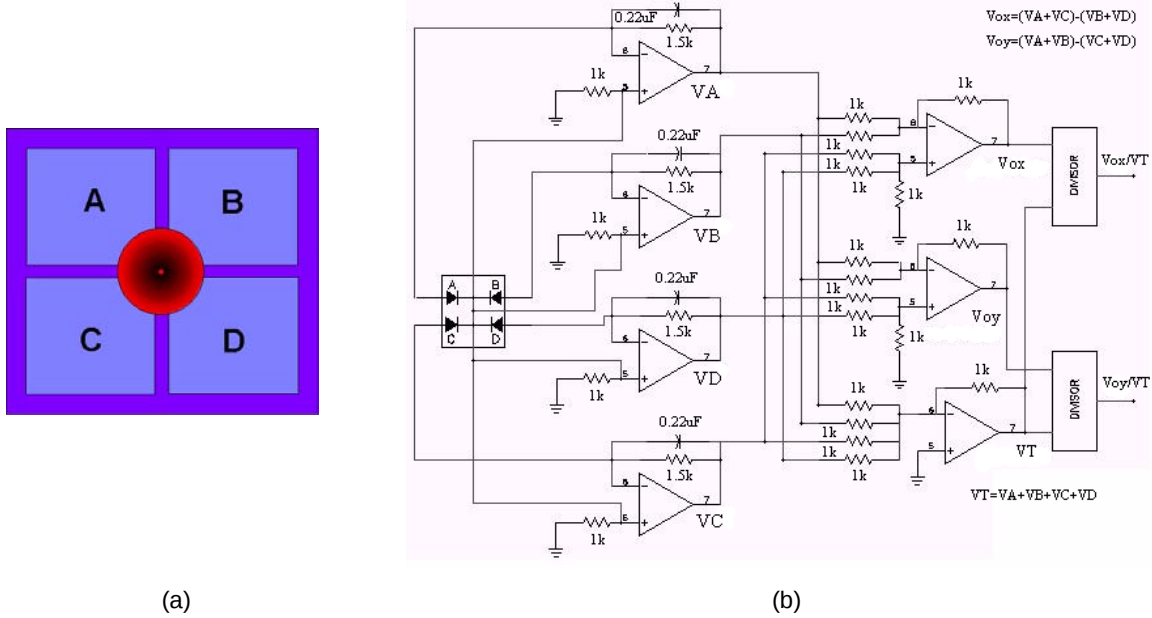


Figura 8. (a) Fotodetector de cuadrante FD, (b) Diagrama esquemático del circuito electrónico de monitoreo de desplazamiento del electrodo sensor.

Las señales de salida V_{OX} y V_{OY} que se muestran en la figura 8(b), se normalizan para disminuir las variaciones de voltaje en el tiempo por la etapa foto-electrónica, y así obtener una lectura más estable. El monitoreo de la posición del apuntador se lleva a cabo con un osciloscopio de dos canales el cual registra las variaciones de las componentes de voltaje de dc para un desplazamiento en un plano XY. Cuando el haz láser se encuentra en el centro del detector de cuadrante la lectura da un promedio de cero voltios, figura 8(a), este voltaje nos indica la posición de inicio del apuntador. Cuando la muestra se eleva y hace contacto con la punta sensora existe un cambio de ángulo de inclinación de la superficie reflejante y por consecuencia un cambio de ángulo de incidencia del haz láser en el área sensible del foto-detector FD causando un desplazamiento el haz láser en el eje Y y provocando un cambio en el voltaje de salida V_{OY} del circuito de monitoreo. De esta forma se puede determinar un mínimo cambio de ángulo en la superficie reflejante. La sensibilidad alcanzada por el circuito foto-electrónico de monitoreo fue de aproximadamente 20mV por 50nm de desplazamiento del apuntador.

Como se puede observar el circuito está formado por tres etapas principales que son la de transimpedancia para convertir la corriente de los fotodetectores a voltaje en las salidas A, B, C y D de los amplificadores, la etapa aritmética (sumadora y diferenciadora) en la cual se realizan las operaciones de suma y resta de voltajes A, B, C y D para determinar la posición en el fotodetector de cuadrante del haz láser y la tercera etapa de normalización de los voltajes de salida V_{OX} y V_{OY} en donde se realiza la división del voltaje de cada posición del punto del haz láser sobre el voltaje total V_T de los cuatro áreas fotosensibles del detector de cuadrante para disminuir las variaciones de las señales de voltaje de la etapa opto-electrónica en el tiempo representadas por $F(t)$.

Las funciones de los voltajes de salida normalizadas del circuito se definen como,

$$V_T F(t) = (V_A + V_B + V_C + V_D) F(t) \quad (13)$$

$$V_{OX} = \frac{[(V_A + V_C) - (V_B + V_D)]F(t)}{V_T F(t)} \quad (14)$$

$$V_{OY} = \frac{[(V_A + V_B) - (V_C + V_D)]F(t)}{V_T F(t)} \quad (15)$$

7 Control de posición del electrodo sensor.

El desplazamiento lineal en el eje Y de la montura mecánica del apuntador se realiza con un motor de pasos el cual es controlado electrónicamente por el circuito de la figura 9.

El diseño del circuito del motor de pasos bifilar está basado en el circuito integrado MC3479. La función principal de este circuito es controlar el desplazamiento lineal de alrededor de 1.5cm del apuntador a lo largo de su eje Y sobre la muestra dieléctrica y que ayuda a variar la capacitancia parásita C_p del sistema en función de su posición. La punta sensora, el cantilever y el brazo con la muestra dieléctrica se comportan como un capacitor C_p variable dependiendo de su posición lineal y separación entre la punta y la muestra dieléctrica. Toda la montura mecánica del apuntador se puede desplazar linealmente por medio de un motor de pasos el cual es controlado electrónicamente por el circuito electrónico que muestra en la figura 9. Este desplazamiento tiene dos funciones principales, una es realizar un ajuste grueso de capacitancia parásita total del sistema a una separación s de la muestra dieléctrica y que permite determinar la capacitancia parásita C_p que se tiene que compensar. La segunda función es la de mantener la posición final del apuntador en el eje Y para realizar la alineación óptica del haz láser con el detector de cuadrante y calibrar la posición inicial antes de realizar las mediciones de corriente.

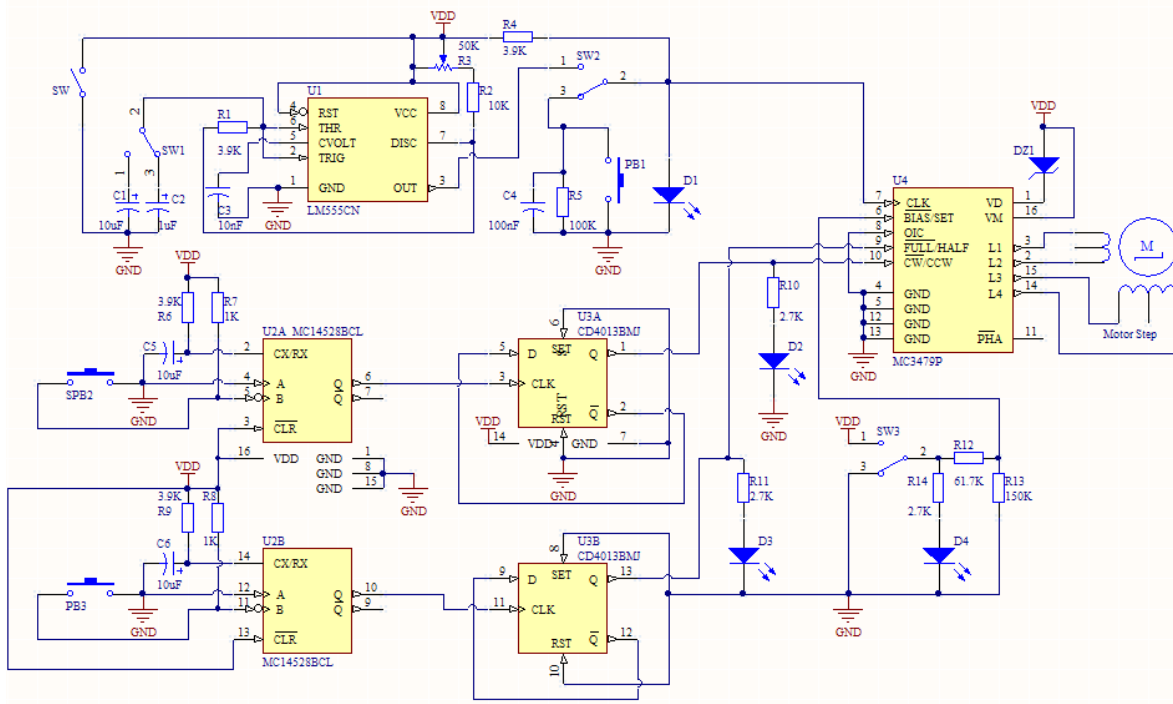
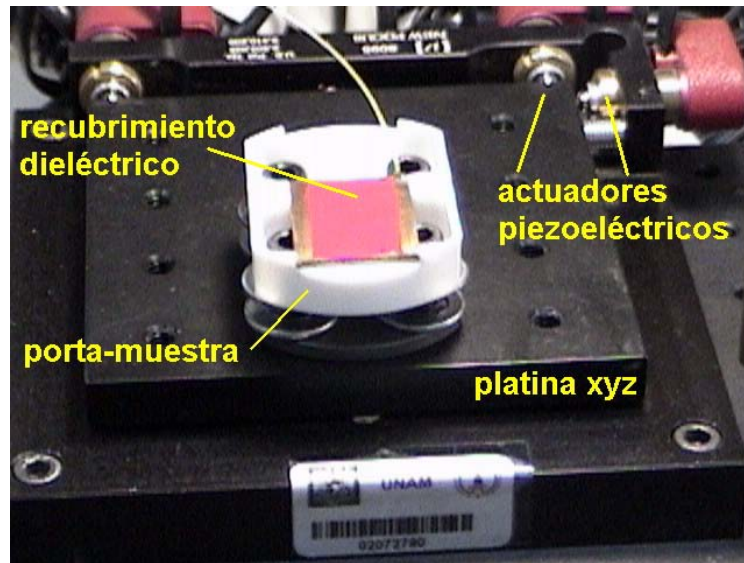


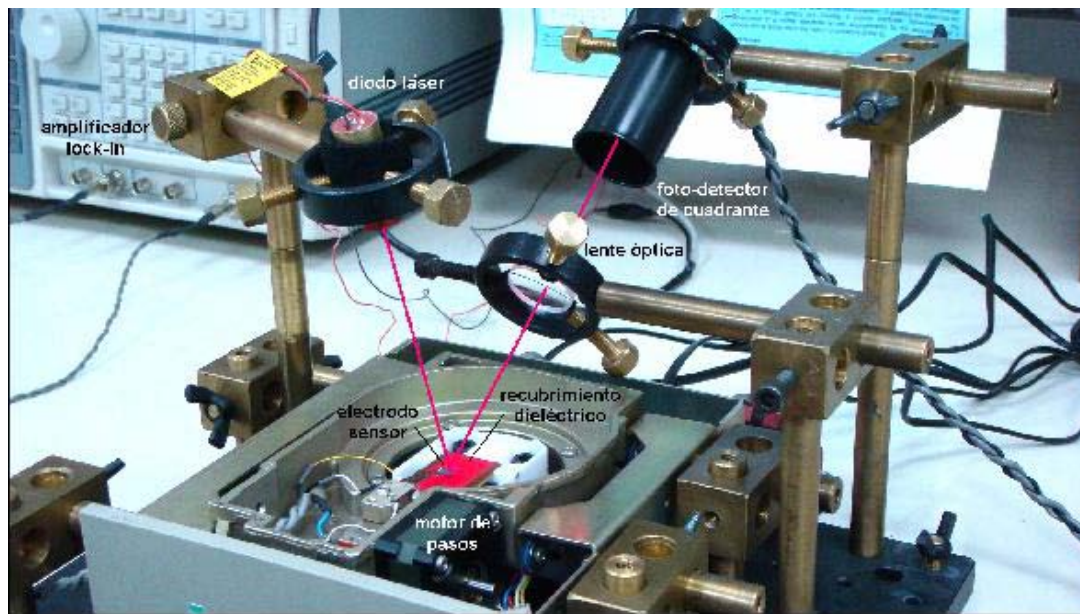
Figura 9. Diagrama esquemático del circuito electrónico de la etapa de control de posición del electrodo sensor.

8 Sistema de posición de muestras.

Las muestras dieléctricas con dimensiones de 2cm x 2.5cm fueron montadas sobre un porta-muestras de teflón y este a su vez se montó sobre una platina nanométrica XYZ New Focus modelo 8095 con pasos mínimos sin carga de alrededor de 30nm, según especificaciones del fabricante, como se muestra en la figura. 10(a).



(a)



(b)

Figura 10. (a) Porta-muestra sobre platina nanométrica xyz. (b) Sistema mecánico completo de la etapa de posición de la muestra dieléctrica, punta sensora y monitoreo opto-electrónico de posición.

Los desplazamientos de la platina son realizados por medio de actuadores del tipo piezoeléctrico los cuales son controlados mediante dos amplificadores de pulsos New Focus 8753 y una PC con un software provisto por el fabricante. De esta forma se controlan los desplazamientos verticales, en eje Z, de la muestra hasta hacer contacto con la punta sensora. El desplazamiento del paso de los actuadores con la muestra y el porta-muestra como carga sobre la platina fue estimado en 16 ± 3 nm.

La parte mecánica completa del sistema capacitivo (SIMCAP) se muestra en la figura 10(b), en donde se pueden observar los dispositivos que forman la parte opto-electrónica de la etapa sensado de posición del apuntador. El haz láser forma un ángulo cuando incide sobre la superficie reflectora que se encuentra sobre el apuntador lo que permite que el haz láser sea reflejado sobre la superficie del detector de cuadrante. Este haz pasa por una lente con distancia focal de 9cm con el fin de disminuir el tamaño del spot del haz láser y obtener mayor resolución en los desplazamientos del apuntador cuando hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica.

En conjunto todas las etapas descritas forman el Sistema de Medición Capacitivo con Apuntador (SIMCAP) completo. Las etapas que conforman el sistema fueron conectadas con cables blindados aterrizados, de tal forma que la capacitancia parásita del cableado fuera lo más baja posible, 0.2pF aproximadamente. Esto se debe a que las corrientes parásitas están en función de las capacitancias parásitas y entre más pequeñas son mejores los resultados obtenidos en las mediciones capacitivas. El sistema capacitivo requiere de una metodología de medición capacitiva propuesta y de una calibración de cero antes de realizar las mediciones de corriente. Con los datos obtenidos de las mediciones realizadas con muestras dieléctricas sólidas de calibración se obtiene una curva de calibración que sirve para obtener la constante dieléctrica no conocida de una muestra dieléctrica.

9 Resultados Experimentales

9.1. Análisis de la cancelación de la capacitancia parásita del sistema experimental.

Como se mencionó anteriormente, las mediciones experimentales se realizan con una punta conductora como electrodo sensor. Al aplicar un voltaje $V_{ac}(\omega)$ entre el electrodo sensor y el sustrato conductor de la muestra dieléctrica se genera una corriente $I_0(\omega)$ que pasa por la muestra dieléctrica, el electrodo sensor y los conductores asociados al sistema, como se muestra en la figura 11(a). El sistema punta, muestra-dieléctrica, sustrato conductor, se puede representar como un circuito equivalente RC, figura 11(b). Con un análisis de admitancias realizado al circuito RC equivalente del sistema de medición capacitivo se obtuvo la corriente total del sistema como,

$$I_0(\omega) = \left(\frac{1}{R_m} + j\omega C_{am} + j\omega C_p \right) V_{ac}(\omega), \quad (16)$$

En donde $I_{am}(\omega) = j\omega C_{am} V_{ac}(\omega)$ es la corriente que pasa por la impedancia capacitiva generada solamente por la curvatura de la punta sensora y la superficie de la muestra dieléctrica.

La corriente $I_p(\omega) = j\omega C_p V_{ac}(\omega)$ es la corriente parásita que se genera a causa de la capacitancia parásita de todo el sistema capacitivo, como ya se mencionó anteriormente. Ambas corrientes $I_{am}(\omega)$ e $I_p(\omega)$ son puramente imaginarias o de desplazamiento. La corriente $I_{dis}(\omega) = (1/R_m) V_{ac}(\omega)$, es la corriente disipativa o real debido a la resistencia finita que presenta la muestra dieléctrica. Como se mencionó antes, la técnica utilizada para reducir al máximo la capacitancia parásita C_p fue utilizar un capacitor de calibración C_{cal} con valor muy cercano al de la capacitancia parásita C_p al cual se aplica el mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ pero desfasado 180° por medio de la etapa de compensación de fase y amplitud.

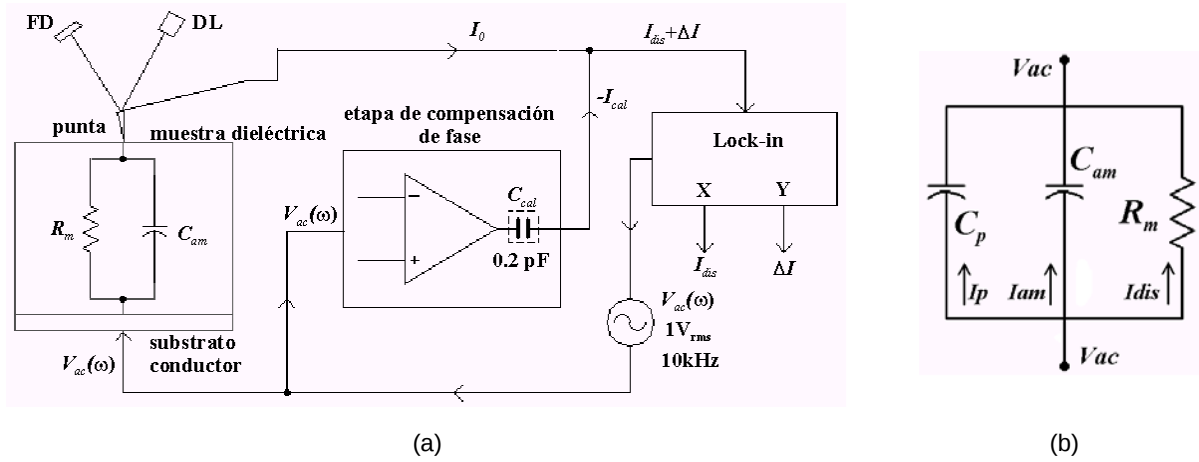


Figura 11. (a) Sistema capacitivo con punta conductora sujeta a un cantilever utilizado en mediciones prácticas. (b) Circuito equivalente RC en donde C_p representa la capacitancia parásita total producida por el cono de la punta, cantilever, soporte mecánico y cableado. C_{am} representa la capacitancia de interés, generada solamente por el sistema capacitivo (curvatura de la punta – muestra dieléctrica – substrato conductor) y R_m representa una resistencia finita asociada a la muestra dieléctrica.

De esta forma, se obtiene una corriente de calibración $I_{cal}(\omega) = -j\omega C_{cal}V_{ac}(\omega)$ que se suma con $I_0(\omega)$ en un nodo común del sistema de medición antes de entrar a la etapa de amplificación Lock-in. Con la suma de estas corrientes se obtiene la corriente diferencial,

$$\Delta I \equiv I_p - I_{cal} . \quad (17)$$

En este punto se aprecia la importancia del capacitor de calibración puesto que si $I_{cal} \rightarrow I_p$ entonces $\Delta I \rightarrow 0$, lo que quiere decir que la capacitancia parásita tiende a eliminarse, $C_p \rightarrow 0$. De esta forma, solo se tendría la corriente I_{am} de interés disminuyendo las incertidumbres presentes en las mediciones de corriente. En la práctica, la corriente total que entra a la etapa de amplificación Lock-in se puede expresar como,

$$I_{Lock-in} = I_{dis} + I_{am} + \Delta I . \quad (18)$$

En donde la corriente de interés para nosotros es,

$$\text{Im}[\Delta I_{Lock-in}] = I_{am} + \Delta I . \quad (19)$$

Finalmente de las ecuaciones (16) y (19) se obtiene,

$$\Delta C = \frac{\text{Im}[\Delta I_{Lock-in}(\omega)]}{\omega V_{ac}(\omega)} . \quad (20)$$

Con esta expresión se calculan los valores diferenciales de capacitancia $\Delta C(s)$ y $\Delta C(k_2)$ experimentales con los que se obtienen las graficas correspondientes.

9.2. Metodología de medición experimental.

El sistema capacitivo completo se ajustó mecánicamente, ópticamente y electrónicamente para empezar a realizar las mediciones de corriente con el amplificador lock-in. Primero, la punta sensora se acercó suavemente a la superficie del dieléctrico (vidrio) hasta que su curvatura hizo contacto con esta. En esta posición se realizó una calibración de cero con la etapa de compensación de fase en un período de tiempo de 100 segundos, una frecuencia de 5kHz, una amplitud de $1 V_{rms}$, a una tasa de muestreo de 64 Hz, con una constante de tiempo de 100ms y 12dB/oct de decaimiento del filtro paso bajas del amplificador Lock-in. Con estas condiciones se obtuvo el valor medio de ΔI_{cal} y la desviación estándar σ , equivalente a la corriente de ruido In_{rms} , como se muestra en la figura 12.



Figura 12. Señales de corrientes ΔI_s y ΔI_{cal} registradas por el amplificador lock-in para calcular la mínima resolución ΔI_{am} que se detectó con el arreglo experimental del sistema de medición.

Después se separó la punta sensora una determinada separación s de la superficie del dieléctrico y se midió la ΔI_s con las mismas condiciones descritas anteriormente, como se muestra en la figura 12. Se realizó la diferencia de $\Delta I_{am} = \Delta I_s - \Delta I_{cal}$ para obtener la mínima resolución de ΔI_{am} que se registró con el sistema de medición. La mínima resolución promedio que se obtuvo fue de $\Delta I_{am} = 0.955 \text{ pA} \pm 0.262 \text{ pA}$, aplicando la ecuación (20) se calculó una capacitancia $\Delta C_{am} = 30.4 \text{ aF} \pm 8.34 \text{ aF}$ a una distancia mínima de separación aproximada de $s = 50 \text{ nm}$, entre la curvatura de la punta sensora y la superficie del dieléctrico (vidrio). Estas mediciones se realizaron únicamente con el fin de determinar la mínima resolución de ΔC_{am} del sistema de medición capacitivo propuesto. Se utilizaron dos muestras de calibración rectangulares, una de vidrio y una de tabla fenólica para circuito impreso del tipo FR-4 con superficie de $2.1 \text{ cm} \times 2.6 \text{ cm}$ cada una con 1 mm de espesor para el vidrio y 1.5 mm para el FR-4, como se muestra en la figura 13.



Figura 13. Muestras de calibración utilizadas en las mediciones capacitivas. El vidrio tiene una película de cobre en una de sus superficies.

Se realizó un depósito de una película conductora de cobre sobre una de sus superficies por medio de la técnica de depósito por erosión catódica, en la Unidad de Películas Delgadas del CCADET UNAM, con el fin de formar un capacitor de placas paralelas con cada muestra y de esta forma medir su capacitancia con un puente digital LCR Stanford Research SR715 a una frecuencia de 10kHz y a 1 V_{rms} . Con este valor de capacitancia y por medio de la fórmula de capacitancia para placas paralelas se calculó una constante dieléctrica para cada muestra de 7.64 y 4.87 para el vidrio y el FR-4 respectivamente. Debido a los efectos de borde de las muestras se estimó un error del 2% para estos valores de constante dieléctrica. Para reducir este error es necesario utilizar una metodología más precisa, Wintle y Kurylowics (11), sin embargo, para los fines del trabajo en el que se desea comprobar la viabilidad de la metodología propuesta no se tomó en cuenta este error.

Las mediciones experimentales se realizaron con una punta conductora como electrodo sensor con 3mm de longitud y con radio de curvatura de la punta entre 20 μm - 40 μm . En este caso, solo es de interés la capacitancia C_{am} que se presenta con la curvatura de la punta y la superficie de la muestra dieléctrica reduciendo y compensando la capacitancia parásita C_p que genera el resto de la geometría del electrodo y el sistema de medición en general con la técnica de medición descrita anteriormente. Se aplicó un voltaje $V_{ac}(\omega) = 1V_{rms}$ de referencia a la muestra dieléctrica por el lado del substrato conductor a una frecuencia de 10 KHz. La muestra se desplazó verticalmente hacia arriba hasta hacer contacto suavemente con la curvatura de la punta conductora. En este punto se realizó una calibración equivalente a cero con los ajustes de fase y amplitud de la etapa de compensación de fase haciendo que $I_{cal} \rightarrow I_p$ para que $\Delta I \rightarrow 0$. Fue necesario realizar esta calibración para tener una referencia de inicio en las mediciones y reducir al máximo la capacitancia parásita del sistema de medición experimental en donde las variaciones de corriente que se registraron se debieron principalmente al ruido mecánico (vibraciones) e interferencia electromagnética presentes en el sistema de medición.

Una vez realizada la calibración equivalente a cero se separó la muestra dieléctrica una distancia $s = 1.6\mu m$ y se midió la parte imaginaria de la corriente $Im[\Delta I_{Lock-in}(\omega)]$ con las condiciones mencionadas anteriormente para obtener un segundo dato de $\Delta C(s)$ con la ecuación (20). Para obtener los datos de $Im[\Delta I_{Lock-in}(\omega)]$ posteriores se continuó separando la muestra dieléctrica distancias fijas de $s = 16\mu m$ hasta alcanzar un desplazamiento total de $s = 40\mu m$. En cada paso de s se calcularon las $\Delta C(s)$

correspondientes. Esta metodología de medición se repitió para cada una de las muestras de calibración con el fin de obtener su curva característica de constante dieléctrica. Se utilizaron dos muestras de calibración, las dos mencionadas anteriormente de vidrio y FR-4 con espesores d de 1mm y 1.5mm respectivamente. El aire se tomó como una tercera muestra de calibración con una distancia de separación d entre la curvatura de la punta sensora y la superficie del substrato conductor simulando una capa de aire con un espesor $d=1\text{mm}$.

Al realizar los desplazamientos de la muestra se presentó un error de corrimiento (backlash) en los motores piezoeléctricos. Este corrimiento generó un offset en las mediciones experimentales el cual se redujo disminuyendo la velocidad y la aceleración del giro de los motores con el software de control. Las mediciones se realizaron a una temperatura promedio de 23°C y a 20% de humedad relativa promedio. Cada dato de ΔI medido con el amplificador Lock-in fue registrado en un lapso de 10 segundos con una tasa de muestreo de 64 Hz, una constante de tiempo de 100 ms y 12dB/oct de decaimiento del filtro paso bajas del amplificador Lock-in. Con estas condiciones se obtuvo el valor medio de $\Delta I_{\text{Lock-in}}$ y la desviación estándar $\sigma = \pm 1\text{pA}$, equivalente a la corriente de ruido I_{nrms} . Con estos datos se calculó un ruido de corriente de entrada al amplificador Lock-in $I_n = 0.91 \text{ pA}/\sqrt{\text{Hz}}$ en un ancho de banda de ruido equivalente de 1.2 Hz con una constante de tiempo de 100 ms, SR850 DSP Lock-in Amplifier Operating Manual (33). Finalmente se calculó el ruido de capacitancia de entrada $C_n = 14.53 \text{ aF}/\sqrt{\text{Hz}}$ aplicando la ecuación (20).

Con la técnica de medición propuesta se logró alcanzar, en las mediciones de capacitancia, una resolución mínima de decenas de ato-faradio en condiciones mínimas de vibraciones mecánicas y ruido electromagnético. Estos resultados aseguraron que los datos obtenidos con las muestras dieléctricas de calibración estuvieran dentro de los rangos esperados de capacitancia eliminando al máximo las capacitancias parásitas asociadas al sistema de medición. Sin embargo, los datos obtenidos presentaron una capacitancia parásita residual que se comportó de forma constante y que se compensó de forma analítica.

9.3 Mediciones de capacitancia diferencial de recubrimientos

Los datos experimentales obtenidos reflejaron un error de offset debido al corrimiento que presentaron los motores piezoeléctricos que desplazan la platina. Este error se compensó en cada dato para obtener las curvas experimentales de $\Delta C(s)$ vs s . El comportamiento de las curvas experimentales características de cada muestra dieléctrica de calibración se muestra en la figura 14.

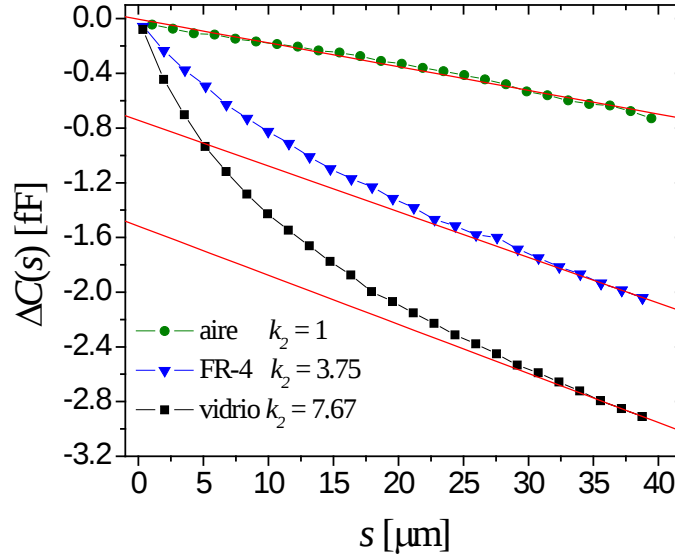


Figura 14. Curvas experimentales de $\Delta C(s)$ vs s con corrección de offset y líneas tangentes de capacitancia parásita residual presente en cada muestra de calibración.

Se puede apreciar que presentan una variación de $\Delta C(s)$ más rápida cuando la curvatura de la punta sensora se encuentra muy cerca de la superficie dieléctrica, aproximadamente abajo de la distancia de separación de $s=10\mu m$. Además, las curvas presentan una tendencia lineal conforme aumenta la distancia de separación s , esto provoca que la variación de $\Delta C(s)$ sea más lenta. A pesar de que en la calibración de cero la mayor parte de la capacitancia parásita fue compensada, las curvas experimentales mostraron que aún existía una capacitancia parásita residual debida principalmente a la geometría de la punta sensora y a su montura, esto provocó que el valor de $\Delta C(s)$ aumentara y no fuera solo la contribución de la curvatura de la punta sensora $\Delta C_{am}(s)$ con la superficie de la muestra dieléctrica. La capacitancia parásita residual se manifestó precisamente como una línea recta $\gamma(s)$ tangente a cada curva experimental. Esta se generó con los últimos datos de $\Delta C(s)$ para cada curva de k_2 . Para compensar la capacitancia parásita residual se realizó la suma de la función lineal $\gamma(s)$, en el origen, de cada curva experimental $\Delta C(s)$ característica de cada muestra dieléctrica, Casuso *et al.* (13), Fumagalli *et al.* (22) y Guadarrama y García (2), con la siguiente expresión,

$$\Delta C_{am}(s) = \Delta C(s) - \gamma(s). \quad (21)$$

La suma de estas dos funciones compensa la capacitancia parásita residual de las curvas experimentales de $\Delta C(s)$ para obtener una mejor aproximación de la contribución solamente de la capacitancia $\Delta C_{am}(s)$ entre la curvatura de la punta sensora y la superficie dieléctrica, como se muestra en la figura 15.

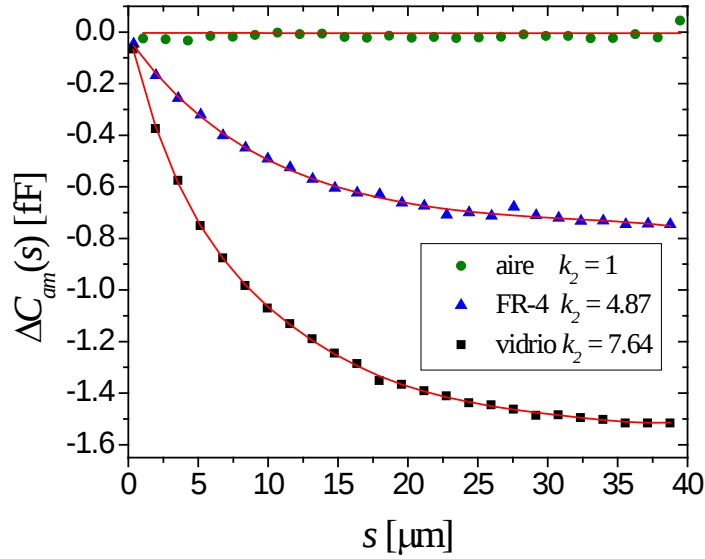
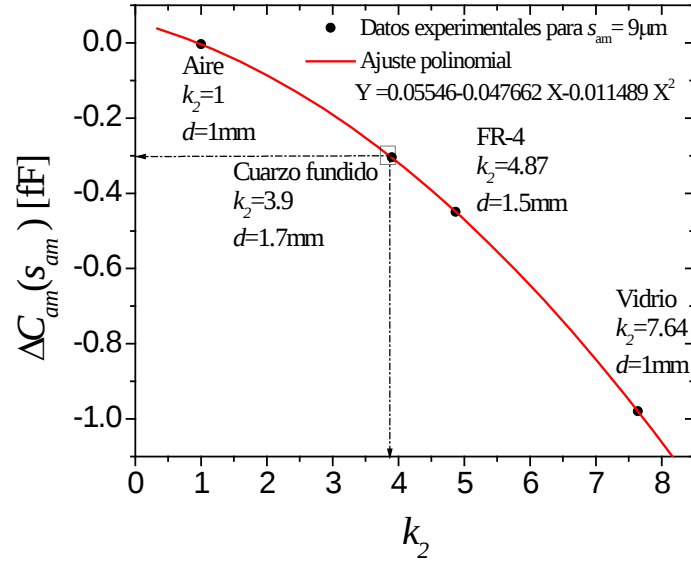


Figura 15. Curvas experimentales $\Delta C_{am}(s)$ vs s con ajuste lineal, de 5° y 7° orden para el aire, FR-4 y vidrio respectivamente.

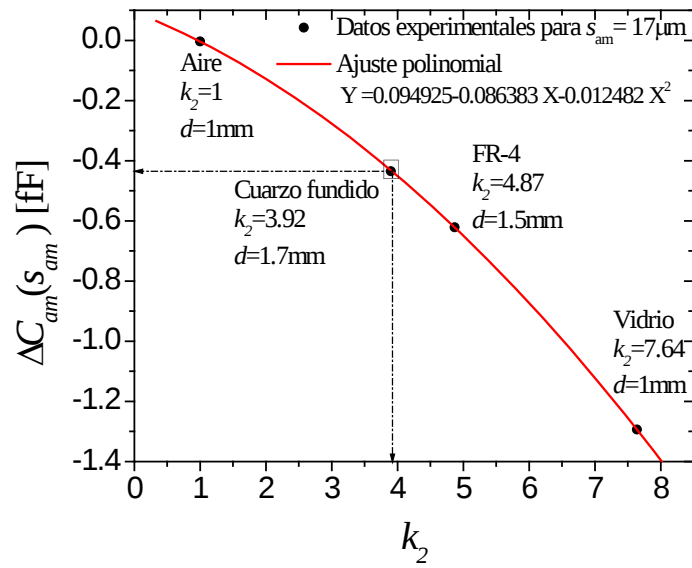
Se realizó un ajuste lineal de la curva del aire que sirvió como curva experimental de referencia y un ajuste polinomial de 5° y 7° orden a las curvas experimentales para el FR-4 y el vidrio respectivamente. Como se puede observar en la figura 15, el comportamiento de las curvas de $\Delta C_{am}(s)$ corresponde más al observado en las curvas teóricas.

De cada curva experimental de constante dieléctrica se tomó un punto de calibración $\Delta C_{am}(s_{am})$ a una distancia de separación s_{am} determinada, con estos 3 puntos de calibración se realizó un ajuste con un polinomio de 2° orden para obtener una curva de calibración en términos de k_2 . Esta metodología se realizó para las distancias $s_{am} = 9\mu\text{m}$, $17\mu\text{m}$ y $33\mu\text{m}$, como se muestra en las graficas de la figura 15. Se aplicó la metodología descrita con una muestra de cuarzo fundido con superficie de $2\text{cm} \times 2\text{cm}$ y con espesor aproximado de $d = 1.7\text{mm}$ en un rango de $s = 0\mu\text{m}$ a $s = 40\mu\text{m}$ para obtener su curva característica experimental de $\Delta C(s)$. Posteriormente se proyectaron los valores de $\Delta C_{am}(s_{am})$ para las distancias de separación $s_{am} = 9\mu\text{m}$, $17\mu\text{m}$ y $33\mu\text{m}$ en las curvas de calibración correspondientes a las gráficas $\Delta C_{am}(s_{am})$ vs k_2 , obtenidas para cada distancia de separación s_{am} de la figura 16.

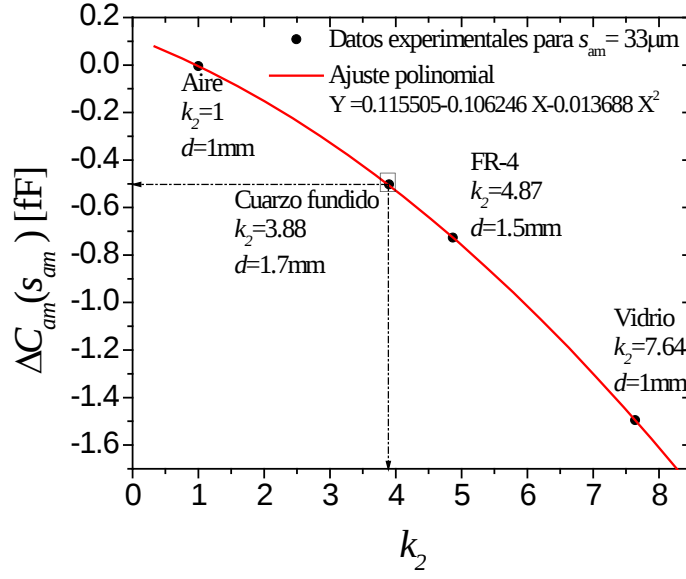
Se aplicó la metodología descrita con una muestra de cuarzo fundido con superficie de $2\text{cm} \times 2\text{cm}$ y con espesor aproximado de $d = 1.7\text{mm}$ en un rango de $s = 0\mu\text{m}$ a $s = 40\mu\text{m}$ para obtener su curva característica experimental de $\Delta C(s)$. Posteriormente se proyectaron los valores de $\Delta C_{am}(s_{am})$ para las distancias de separación $s_{am} = 9\mu\text{m}$, $17\mu\text{m}$ y $33\mu\text{m}$ en las curvas de calibración correspondientes a las gráficas $\Delta C_{am}(s_{am})$ vs k_2 , obtenidas para cada distancia de separación s_{am} de la figura 16, con el fin de obtener la constante dieléctrica k_2 de la muestra de cuarzo fundido.



(a)



(b)



(c)

Figura 16. Curvas de calibración $\Delta C_{am}(s_{am})$ versus s_{am} con el valor estimado de k_2 del cuarzo fundido. a) $s_{am} = 9\mu$, $k_2 = 3.9$, b) $s_{am} = 17\mu$, $k_2 = 3.92$ y c) $s_{am} = 33\mu$, $k_2 = 3.88$.

Los resultados obtenidos con la metodología de medición propuesta en cada una de las tres curvas de calibración a diferentes distancias de separación s_{am} muestran una repetibilidad alrededor del 1% y un error aproximado del 5% con respecto del valor de la constante dieléctrica que el fabricante reporta para el cuarzo fundido. El valor de la constante dieléctrica de la muestra de cuarzo fundido que el fabricante reporta es de 3.75 a una frecuencia de 1 MHz.

A pesar de que la distancia de separación s_{am} se incrementa hasta un valor comparable al radio de la curvatura de la punta sensora el valor de k_2 de la muestra dieléctrica tiende a mantener su valor. De la ecuación (22), Goto y Hane (18), se puede observar que si $s_{am} \rightarrow \infty$ entonces $\Delta C_{am} \rightarrow 4\pi\epsilon_0 a$ que representa la capacitancia de una esfera aislada, como se mostró anteriormente con el modelo teórico.

$$C_0 = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x'_{j-1}} + \prod_{j=1}^{i+1} \frac{aM}{2(a+d+s) - x''_{j-1}} \right\}, \quad (22)$$

en donde,

$$x'_n = \frac{a^2}{2(a+s) - x'_{n-1}}, \quad \Gamma = \left(\frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \right), \quad x''_n = \frac{a^2}{2(a+d+s) - x''_{n-1}} \quad y$$

$$M = \left(\frac{2\epsilon_1}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \right) \left(\frac{2\epsilon_2}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \right).$$

para $i = 0, 1, 2, 3, \dots, n$.

Cabe mencionar que la punta utilizada sufrió una deformación en su curvatura la cual pudo influir en los errores estimados de los resultados obtenidos. Para estimar el mínimo espesor que puede tener la muestra dieléctrica con la cual la técnica propuesta se pueda aplicar sin generar un error significativo en los resultados, se utilizó el modelo teórico de la ecuación (23), Goto y Hane (18), para obtener una gráfica de las curvas de calibración de $\Delta C(k_2)$ vs k_2 a una distancia de separación $s_{am}=15\mu\text{m}$ y con un radio de electrodo esférico de $a = 20\mu\text{m}$ con espesores $d = 1\text{mm}$, 0.5mm , 0.2mm , 0.1mm y 0.05mm , como se muestra en la gráfica de la figura 17.

$$C_1 = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x'_{j-1}} \right\}, \quad (23)$$

en donde,

$$x'_n = \frac{a^2}{2(a+s) - x'_{n-1}} \quad \text{y} \quad \Gamma = \left(\frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \right).$$

para $i = 0, 1, 2, 3, \dots, n$.

Como se puede apreciar en la gráfica 17, arriba del espesor $d = 0.1\text{mm}$ no hay un cambio significativo en las curvas de calibración sin embargo, por debajo de este espesor los valores de $\Delta C(k_2)$ presentan cambios notables, los cuales producirían errores en los resultados obtenidos. Esto quiere decir que existe un espesor de muestra dieléctrica mínimo y un radio mínimo de curvatura de la punta con los cuales la técnica de medición propuesta todavía es confiable para obtener el valor de la constante dieléctrica con las condiciones mencionadas anteriormente.

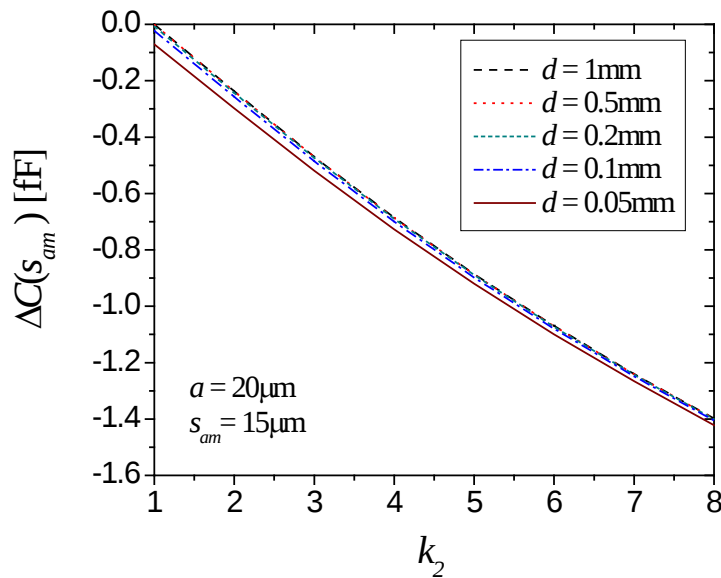


Figura 17. Curvas de calibración teóricas obtenidas con la ecuación (22) para determinar el mínimo espesor d que puede ser utilizado con la técnica de medición propuesta sin tener un error significativo en los resultados.

De acuerdo con los datos de las curvas de la figura 17, el espesor del dieléctrico tendría que tener una proporción, por lo menos, de 5 veces el radio de curvatura del electrodo sensor. Con esta información se puede realizar una estimación de las dimensiones mínimas del radio de curvatura de la punta sensora y del espesor de la muestra dieléctrica para aplicar este método de acuerdo con los datos obtenidos. Para empezar se sabe que la resolución de capacitancia alcanzada por grupos que trabajan con microscopia capacitiva se encuentra alrededor de 1aF (34,8,9,23,13,22,26). En nuestros experimentos, las mediciones presentaron una desviación estándar de $\sigma = \pm 1\text{pA}$, que representa una incertidumbre en capacitancia de $\pm 16\text{aF}$, aproximadamente.

Se sabe por simulaciones realizadas en 3D, del sistema capacitivo en estudio, que los valores de capacitancia se pueden escalar por un factor ϕ al escalar las dimensiones del sistema capacitivo por el mismo factor ϕ . Si el sistema de medición utilizado es capaz de registrar variaciones de capacitancia de 1aF entonces se puede inferir que la dimensión de la curvatura del electrodo sensor debe ser 16 veces menor que el utilizado en las curvas de la figura 17, con $a=20\mu\text{m}$. Entonces, el mínimo radio a de la curvatura del electrodo sensor debería estar aproximadamente entre $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ sin perder resolución en los valores de constante dieléctrica y por lo tanto el mínimo espesor d se encontraría entre $5\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$ respectivamente, según la proporción entre el espesor del dieléctrico y el radio de curvatura de la punta usada en las curvas de la figura 17. Si se requiriera obtener la constante dieléctrica de muestras con espesores menores se estaría condicionado a utilizar una instrumentación que fuera capaz de registrar variaciones más pequeñas de capacitancia, esta sería la condición principal para aplicar la metodología propuesta en este trabajo.

En resumen, esta técnica de medición proporciona una curva característica de calibración $\Delta C_{am}(k_2)$, obtenida con tres muestras de calibración para un rango determinado de constante dieléctrica, con la cual se puede determinar el valor de la constante dieléctrica local de una muestra sólida cuando se mide el valor de $\Delta C_{am}(s_{am})$ correspondiente a una distancia determinada de separación s_{am} entre la curvatura de la punta sensora y la superficie de la muestra dieléctrica. Esta técnica es no destructiva en el sentido de que no es necesario que la muestra deba tener una preparación especial previa ni deba tener una geometría específica siempre y cuando exista una superficie plana suficientemente mayor que el diámetro de la curvatura de la punta sensora y un espesor mínimo. La principal limitante para utilizar la técnica de medición propuesta es la resolución de capacitancia que se pueda alcanzar en las mediciones. Con este valor se determina la dimensión mínima del espesor del dieléctrico que debe ser por lo menos 5 veces el radio de curvatura de la punta, según el análisis realizado con la grafica de la figura 17. Los resultados experimentales presentados en este apartado permiten determinar las limitantes principales de la técnica de medición propuesta para obtener resultados confiables.

Conclusiones

Experimentalmente se presentó el diseño e implementación de un prototipo experimental de un sistema de medición capacitivo y una metodología de medición de constante dieléctrica basado en un modelo teórico desarrollado con electrodos esféricos que requiere de solo tres muestras de calibración que se encuentren dentro del rango de constante dieléctrica de interés de un material dieléctrico sobre un sustrato conductor. En esencia esta metodología de medición propuesta requiere de una punta como electrodo sensor, un nano-posicionador XYZ para alinear ópticamente el sensor de posición y para desplazar la muestra dieléctrica a caracterizar, una etapa de acondicionamiento electrónico para compensar corrientes parásitas, una etapa opto-electrónica para monitorear la posición de la punta sensora y una etapa de amplificación Lock-in para filtrar y reducir al mínimo el ruido de las corrientes

medidas. El ruido rms de entrada al amplificador Lock-in fue de $I_n = 0.91 \text{ pA}/\sqrt{\text{Hz}}$ lo que equivale a un ruido rms de $C_n = 14.53 \text{ aF}/\sqrt{\text{Hz}}$ con una curvatura de punta sensora de $40 \text{ }\mu\text{m}$.

Esta metodología es no destructiva puesto que no requiere de realizar depósitos de películas conductoras en una de las caras de la muestra a caracterizar, no requiere que la muestra sea cortada en alguna forma en particular siempre y cuando exista una zona plana mayor a la curvatura de la punta sensora que este en contacto con el electrodo conductor plano. Sin embargo, puede aplicarse para caracterizar propiedades eléctricas de recubrimientos dieléctricos depositados sobre superficies conductoras u otro tipo de polímero dieléctrico que sirva como sustrato biocompatible por ejemplo.

Es posible automatizar el sistema de medición capacitivo para realizar un barrido con el apuntador y así obtener una imagen dieléctrica para determinar el grado de homogeneidad del material bajo prueba.

La principal limitante de esta metodología de medición de constante dieléctrica es la mínima resolución que se pueda registrar con el equipo de instrumentación, esto es lo que va determinar las dimensiones de la curvatura del electrodo sensor y por lo tanto el mínimo espesor para el cual se puede aplicar esta técnica.

Agradecimientos

Agradecemos al Técnico en Fabricación Blas Sánchez González por su ayuda en la fabricación de las piezas mecánicas; así como a Alejandro Esparza por los depósitos de películas delgadas.

Referencias Bibliográficas

1. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzulela, (2008), *Key Engineering Materials (KEM)*, pp. 381-382 and 533-536.
2. A. Guadarrama-Santana and A. García Valenzuela, (2009), *Review of Scientific Instruments*, 80, 106101.
3. Alan Somerville, Iwan Evans and Trevor York, 1st World Congress on Industrial Process Tomography, Buxton, (1999), Greater Manchester.
4. A. P. Gregory and R. N. Clarke, (2005), *Meas. Sci. Technol.*, 16 pp. 1506-1516.
5. C. C. Williams, W. P. Hough and S. A. Rishton, (1989), *Appl. Phys. Lett.*, 55 (2), 10, pp. 203-205.
6. C Cooke and J E Ford, (1981), *J. Phys. E: Sci. Instrum*, 14.
7. C.Hagleitner, A. Hierlemann, D. Lange, A. Kummer, N. Kerness, O. Brand & H. Baltes, (2001), *Letters to nature*, Nature Vol. 414 15.
8. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, (2002), *Review of scientific Instruments*, 73 10, pp. 3525-3533.
9. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, (2006), *Nanotechnology*, 17, pp. 1484-1491.
10. D W E Allsopp, K R Miller, A P Brown and W B Betts, (1999), *J. Phys. D. Appl. Phys.*, 32 pp. 1066-1074.
11. H. J. Wintle and S.Kurylowics, (1985), *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. IM-34, No. 1, march.
12. Hongshen Ma, Jeffrey H. Lang, and Alexander H. Slocum, (2008), *Review of Scientific Instruments*, 79 035105.
13. I. Casuso, L. Fumagalli, E. Padrós and G. Gomila, (2007), *Appl. Phys. Lett.* 91, 063111.
14. Ignacio Casuso, Laura Fumagalli and Gabriel Gomila, (2007), *Applied Physics Letters*, 91, 063111.
15. J. P. Pelz and R. H. Koch, (1989), *Review of scientific Instruments*, 60 3, pp. 301-305.
16. Jiaping Wu and John P W Stark, (2006), *Meas. Sci. Technol.*, 17 pp. 781-788.
17. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, (1998), *Journal of Applied Physics*, 84 8 pp. 4043-4048.
18. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, (1997), *Review of Scientific Instruments*, 68 (1).
19. Kei Kobayashi, Hirofumi Yamada and Kazumi Matsushige, (2002), *Applied Physics Letters*, 81 Num. 14.
20. Koji Asami, (1994), *Meas. Sci. Technol.*, 5 pp. 589-592.
21. Koya Ohara and Yasuo Cho, (2002), *Jpn. Journal Applied Physics*, Vol. 41 pp. 4961-4964.
22. L. Fumagalli, G. Ferrari, M. Sampietro and G. Gomila, (2007), *Appl. Phys. Lett.* 91, 243110.
23. L Fumagalli, G Ferrari, M Sampietro, I Casuso, E Martínez, J Samitier and G Gomila, (2006), *Nanotechnology* 17 pp. 4581-1587.
24. Larry K. Baxter , (1997), "Capacitive Sensors Design and Applications", IEEE Press Series on Electronics Technology, Robert J. Herrick, Series Editor.
25. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, (2007), *Applied Physics Letters*, 91, 243110.
26. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, (2009), *Nano Letters* 9 (4), pp. 1604-1608.
27. LIU Yi-ping, NIU Gang, and WANG Jing, (2005), *Journal of Zhejiang University SCIENCE*, 6A(12): pp.1424-1429.
28. Naarain D. Arora, *Fellow*, (2004), *IEEE* and Li Song, *Member, IEEE*, *IEEE Electron Device Letters*, Vol.25, No. 2.
29. Nelson L. Buck, (1996), *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol. 45, No. 1.
30. Ramón Payas Arney, (2001), *Sensores y Acondicionadores de Señal*, 3^a edición, (Alfa mega grupo editor, S.A. de C.V) p. 155.

31. Ren-jie Zhang, Shu-guang Dai and Ping-an Mu., (1997), *Meas. Sci. Technol.* 8 pp. 1028-1033.
32. Robert I. MacCuspie, Nurxat Nuraje, Sang-Yup Lee, Anne Runge and Hiroshi Matsui, (2008), *J. AM. CHEM. SOC.*, , 130, pp. 887-891.
33. SR850 DSP Lock-in Amplifier Operating Manual.
34. Stefan Lányi, (1999), *Surface and Interface Analysis*, 27, pp. 348-353.
35. T. Tran, D. R. Oliver, D. J. Thomsom and G. E. Bridges, (2001), *Review of Scientific Instruments*, 72 6.