



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**  
**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**  
**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES**

**“DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE MANIPULADORES PARA LA  
CARACTERIZACIÓN DE PROPIEDADES ELÉCTRICAS DE MATERIALES”**

**TESIS**  
**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:**  
**MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**

**PRESENTA:**  
**ING. PEDRO ALBERTO SEGURA CHÁVEZ**

**TUTOR**  
**DR. JOSÉ VALENZUELA BENAVIDES**  
**CENTRO DE NANOCIENCIAS Y NANOTECNOLOGÍA**

**COMITÉ TUTOR**  
**DR. JESÚS ANTONIO DÍAZ HERNÁNDEZ**  
**CENTRO DE NANOCIENCIAS Y NANOTECNOLOGÍA**  
**DR. DAVID SALAZAR MIRANDA**  
**POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**

**ENSENADA, BAJA CALIFORNIA**

**SEPTIEMBRE 2014**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

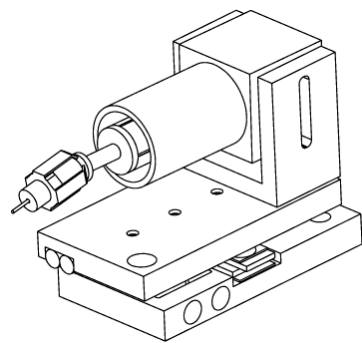


**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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



**Tutor**

Dr. José Valenzuela Benavides

**Comité Tutor**

Dr. Jesús Antonio Díaz Hernández

Dr. David Salazar Miranda

**Fecha de Obtención de Título**

09.2014

*"Gracias a vos, he reconquistado el sentido del esfuerzo, de la realidad y de la complejidad de las cosas. Y, con un poco de piedad, con un poco de envidia y mucho de buena voluntad os tiendo las manos y os digo: Buenas noches"*

*-Virginia Woolf*

# Agradecimientos

Muchas gracias a todas las personas que me han ayudado/soportado durante esta época para poder desarrollar este proyecto de la mejor manera y especialmente quiero agradecer:

A Lucía por estar aquí, por acompañarme, y por ayudarme con muchas cosas para darle avance a la tesis y a mi vida en estos últimos años.

A mis papás: Fernando y María, y a mis hermanos: Fer, Toña, Chucho y Lupe por siempre darme su apoyo y cariño en mis decisiones.

A José por brindarme la oportunidad de realizar este proyecto que sale un poco de lo convencional, así como por brindarme su amistad, las valiosas correcciones y las cervezas que se discutió en varias ocasiones :P .

Así también quiero agradecer a Manuel Herrera por brindarme su amistad y estar siempre atento de las cosas del laboratorio y por aceptar a Lucía dentro del laboratorio en su momento...

Así también a mis amigos Tizoc, Gabriel, al Cuban guy (Javier), al otro Cuban guy (José), a mis amigos del DF, a mis amigos del CNYN y a las demás personas que tuvieron que ver en mayor o menor medida con el desarrollo de este trabajo... y aunque no hayan tenido que ver con el desarrollo del trabajo pero que estuvieron ahí, de alguna manera...

A Isabel Pérez que me ha ayudado mucho en muchas cosas, desde planear viajes para ver ballenas, editar escritos y por brindarme su amistad.

A mi comité tutorial gracias Dr. David Salazar Miranda y Dr. Jesús Antonio Díaz Hernández.

A los technicians: Alejandro Tiznado e Israel Gradilla por su ayuda para la realización de este trabajo.

Gracias a mi jurado por darse el tiempo para revisar el trabajo.

Y gracias a toda la planta del CNYN, por la convivencia que han tenido para conmigo en este ciclo de mucho aprendizaje.

# Índice

## Página

1 Introducción y antecedentes	1
1.1 Descripción	1
1.2 Introducción	1
1.3 Objetivo	2
1.4 Concepto de nanomanipulador	2
1.5 Tecnología con piezoeléctricos	3
1.6 Mecanismo de desplazamiento “stick-slip”	4
1.7 Tipos de nanomanipuladores	6
1.7.1 Unidades comerciales	6
1.7.2 Unidades no-comerciales	7
1.7.3 Antecedentes en el CNyN	8
1.8 Sondas	9
1.8.1 Puntas metálicas	10
1.8.2 Ménsulas	12
1.8.3 Pinzas MEMS	12
1.9 Aplicaciones de nanomanipuladores	13
1.9.1 Nanoposicionamiento	14
1.9.2 Pruebas mecánicas en nanoestructuras	14
1.9.3 Pruebas eléctricas	16
1.9.3.1 Curvas de corriente-voltaje (I-V)	16
1.9.3.2 Comportamiento eléctrico en nanoalambres	17
1.9.3.3 Pruebas en circuitos integrados	20
1.10 Contaminación dentro del SEM	22
2 Materiales y procedimiento	27
2.1 Introducción	27
2.2 Materiales	27
2.3 Herramientas e instrumental	30
2.4 Consideraciones generales	31
2.5 Diseño del manipulador M1	32
2.5.1 Construcción del manipulador M1	35
2.5.2 Pruebas del manipulador M1	37
2.5.3 Otros diseños del cabezal de M1	40
2.6 Diseño del manipulador M2	42
2.6.1 Construcción del manipulador M2	43
2.6.2 Pruebas del manipulador M2	45

3 Resultados y discusión	49
3.1 Introducción	49
3.2 Pruebas sobre un circuito integrado (CI)	49
3.3 Pruebas en un transistor	51
3.4 Pruebas sobre una oblea de silicio	56
3.5 Manipulación de una nanoestructura	57
3.6 Manipulación de una microestructura	58
3.7 Mediciones eléctricas de nanotubos de carbono	61
3.8 Medición de los desplazamientos de los manipuladores	69
4 Conclusiones	75
Apéndice A. Dibujos técnicos de la estación de manipulación	79
A.1 Piezas de la estación que se acoplan al microscopio Jeol 5300	79
A.2 Manipulador M1	81
A.2.1 Parte superior manipulador M1	81
A.2.2 Montura lineal	85
A.2.3 Ensamble manipulador M1	91
A.3 Piezas del Manipulador M2	92
A.4 Ensamble de la estación de manipulación	96
A.5 Conexiones eléctricas de los manipuladores	97
A.6 Diagramas de conexiones	98





# 1 Introducción y antecedentes

## 1.1 Descripción

En este capítulo se da una breve introducción al trabajo de esta tesis. Se describe el principio de funcionamiento de manipuladores, principalmente aquellos contruidos a base de cerámicas piezoeléctricas. Sus aplicaciones en el mundo de la nanotecnología, sus capacidades y limitaciones, así como una revisión no exhaustiva de dispositivos disponibles comercialmente.

## 1.2 Introducción

En la actualidad la tecnología ha tendido hacia la miniaturización de dispositivos, ya sea por cuestiones intrínsecas de los materiales, para mejorar su eficiencia, o reducir costos de fabricación, entre otras causas. La miniaturización lograda con el avance de la tecnología ha ido de la mano de un importante desarrollo científico, y ha generado la necesidad de obtener nuevos materiales de pequeñas dimensiones, lo que a su vez ha conllevado el problema de cómo tener acceso a esas micro y nanoestructuras para estudiarlas. Agregado a esto, observamos que al reducir las dimensiones de los materiales, sus propiedades se comportan de una manera diferente a las que tienen cuando sus dimensiones son aquellas a las que estamos acostumbrados. Es típico que al final de un proceso de síntesis o crecimiento de nanoestructuras como nanorodillos, nanoalambres, nanocintas, éstas se obtengan en cantidades de bulto, es decir, en grandes cantidades y no de forma individual. Lo deseable para un científico experimental es poder medir sus propiedades de manera individual, ya que éstas pueden ser radicalmente diferentes a las que se miden en bulto. Como ejemplo, la resistividad eléctrica de un manojo de nanotubos de carbono es completamente diferente a la de un nanotubo individual. Por esta razón, es muy deseable poder contar con un instrumento o dispositivo que permita manipular una micro o nanoestructura, posicionarla, y hacer múltiples contactos del tipo eléctrico con

ella. Esto permitiría caracterizarlas eléctricamente para conocer su resistividad, su comportamiento metálico o semiconductor a través de mediciones de corriente-voltaje (curvas I-V), o conocer sus propiedades mecánicas, como el módulo de Young, entre otro tipo de caracterizaciones.

### **1.3 Objetivo**

Diseñar y construir un dispositivo electromecánico a base de cristales piezoeléctricos para la manipulación y caracterización de materiales a escala micro y nanométrica. El dispositivo deberá contar con un mínimo de tres grados de libertad, y ser compatible con un ambiente de alto vacío al instalarse dentro de un microscopio electrónico de barrido (SEM). El dispositivo permitirá establecer contacto físico con las nanoestructuras a través de puntas metálicas afiladas para la medición de sus propiedades eléctricas.

### **1.4 Concepto de nanomanipulador**

Un nanomanipulador se encuentra definido como un dispositivo electromecánico usado para posicionar, mover, tocar, modificar, objetos con una resolución menor a 100 nm [1,2].

Antes que se introdujeran los nanomanipuladores, los científicos y tecnólogos estaban obligados a realizar técnicas arduas y de gran consumo de tiempo para caracterizar micro o nanoestructuras, por ejemplo: depositando nanotubos en una superficie específica y confiar en la buena suerte para encontrar un nanotubo aislado, para después moverlo y colocarlo sobre contactos eléctricos previamente fabricados con técnicas litográficas, todo con el uso del microscopio de fuerza atómica (AFM). Los sistemas de nanomanipulación operados dentro de un SEM simplificaron esta labor, porque permitieron localizar fácilmente nanoestructuras, hacer contacto con ellas, y realizar mediciones mecánicas o eléctricas.

## 1.5 Tecnología con piezoeléctricos

Un material piezoeléctrico es aquel que al ser sometido a presiones mecánicas genera una polarización eléctrica, apareciendo cargas eléctricas o una diferencia de potencial en su superficie. El fenómeno también se presenta en forma inversa, i.e., la aplicación de un campo eléctrico puede generar deformaciones del material, como elongaciones o contracciones [3,4].

Existen varios compuestos naturales y sintéticos que muestran propiedades piezoeléctricas, el más común que presenta esta propiedad en forma natural es el cuarzo. Los compuestos piezoeléctricos sintéticos más usados son: titanato de bario ( $\text{BaOTiO}_2$ ), una combinación de zirconato de plomo ( $\text{PbZrO}_3$ ) y titanato de plomo ( $\text{PbTiO}_3$ ). A esta combinación se le conoce en la industria como PZT (titanato de zirconio plomo), y es fabricado por compresión del polvo a alta temperatura, moldeado y sinterizado en un horno. Es el material más utilizado por su alta temperatura de Curie y por tener una constante piezoeléctrica relativamente alta. Valores típicos para la temperatura de Curie andan entre 150 y 350°C. .

La mayoría de los materiales piezoeléctricos tienen estructura perovskita, caracterizada por presentar un centro de simetría de cargas eléctricas positivas no coincidente con el centro de simetría de las cargas negativas, dando origen a un dipolo eléctrico. La existencia de este dipolo provoca que la estructura cristalina se deforme en presencia de un campo eléctrico (efecto piezoeléctrico inverso) y genere un desplazamiento eléctrico cuando es sometida a una deformación mecánica (efecto piezoeléctrico directo). Debido a que estas cerámicas se sinterizan a partir de polvos, es relativamente fácil darles diferentes formas según sea su aplicación, pudiéndose obtener comercialmente en forma de tubo, lámina, barra, discos, etc. [5,6,7]

Dispositivos comerciales que aprovechan el efecto piezoeléctrico inverso o directo de los materiales los podemos encontrar en: pequeños motores ultrasónicos, bombas de microfluidos, transformadores piezoeléctricos, impresoras de inyección de tinta, válvulas de inyección en motores de combustión interna, limpiadores ultrasónicos, sensores para instrumentos musicales, generadores de sonido,

generadores de chispa en encendedores de flama, sonares, y, sobre todo, posicionadores [8,9]. Algunas de sus ventajas son:

- Alta resolución: Los actuadores piezoeléctricos, inducen movimientos en escala submicrométrica (fracciones de angstroms), con desgaste mínimo pues no tienen partes móviles que entren en contacto con otras (evitando vibraciones mecánicas).
- Rápida expansión y contracción.
- Gran fuerza de empuje.
- No inducen campos magnéticos; los efectos piezoeléctricos se relacionan al campo eléctrico. Los actuadores piezoeléctricos no generan campos magnéticos y no son afectados por ellos. (Esta propiedad es deseable para evitar posibles distorsiones a la imagen del microscopio de barrido electrónico)
- Bajo consumo de energía. Convierten la energía eléctrica directamente a energía mecánica.
- Compatibles con ambientes de ultra alto vacío y cuartos limpios, no requieren de lubricación.
- Operan en un amplio intervalo de temperaturas, incluso a temperaturas criogénicas.

## **1.6 Mecanismo de desplazamiento “stick-slip”**

Entre los mecanismos más utilizados para producir movimiento utilizando cerámicas piezoeléctricas como actuadores, está el conocido como “stick-slip” (también se le conoce como movimiento de “jalón-empuje”, o también “adhesión-deslizamiento”), que produce un desplazamiento a pasos discretos, aprovechando la inercia del cuerpo que se quiere mover y la fricción entre dos superficies en contacto [10,11]. Otro método muy empleado es el que se usa en dispositivos conocidos como motores “inchworm” [12], que consiste en una secuencia de pasos muy similar al que utilizan algunos gusanos para desplazarse: 1) se fijan en la parte posterior, 2) estiran su

cuerpo, 3) se anclan en la parte frontal, 4) se sueltan de la parte posterior, y finalmente, 5) contraen su cuerpo, produciendo un desplazamiento neto por pasos al repetir la secuencia.

El mecanismo de desplazamiento “*stick-slip*” que nos interesa se logra en dos etapas que a continuación se describen [10]:

1) “*stick*” o de adhesión:

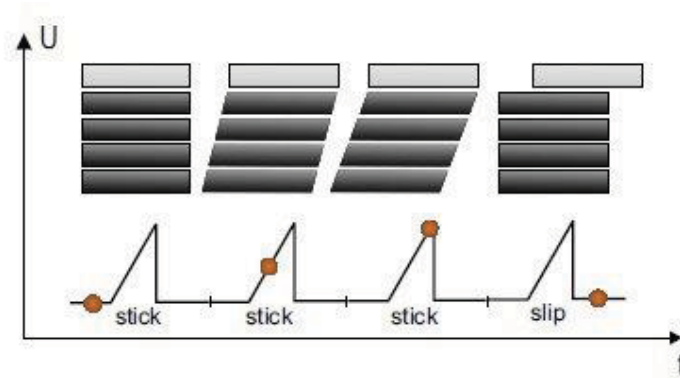
- Hay dos superficies en contacto y sin movimiento relativo entre ellas debido a la fricción estática: la superficie del objeto que se quiere desplazar y la superficie del actuador (cerámica piezoeléctrica).
- La cerámica piezoeléctrica se expande (contrae) lentamente en el sentido en que se desea el desplazamiento neto, arrastrando consigo al objeto por la fricción estática.

2) “*slip*” o deslizamiento:

- Cuando la cerámica piezoeléctrica o actuador alcanza su máxima expansión (contracción), se contrae (expande) rápidamente, regresando a su forma inicial. El movimiento debe ser lo suficientemente rápido para vencer la fuerza de fricción estática, de tal manera que el objeto que queremos desplazar permanece en reposo por su propia inercia.
- La cerámica se expande (contrae) de nuevo lentamente, desplazando el objeto a una nueva posición. En cada ciclo completo de la secuencia anterior el objeto avanza una cierta distancia (paso), que está en función de la amplitud del voltaje aplicado que expande (contrae) al actuador, las características eléctricas de la cerámica, y la constante de fricción entre las dos superficies.
- Después de varios pasos se habrán logrado desplazamientos perceptibles.

En la Figura 1.1 se esquematiza el mecanismo “*stick-slip*” entre la cerámica piezoeléctrica (actuador) y el objeto. Se observa la deformación del piezoeléctrico por la aplicación de un voltaje (generalmente en forma de diente de sierra), que es mayor

cuando aumenta la amplitud del voltaje. Cuando el voltaje disminuye abruptamente, se vence la fricción estática y el objeto se desliza.



*Figura 1.1 Mecanismo de desplazamiento "stick-slip": la barra gris clara representa el objeto que descansa sobre la cerámica piezoeléctrica representada como una pila de cuatro láminas (color más oscuro). El punto naranja denota la amplitud del voltaje aplicado al material piezoeléctrico [11].*

## 1.7 Tipos de nanomanipuladores

### 1.7.1 Unidades comerciales

Comercialmente existen en el mercado estaciones de manipuladores especialmente fabricados para introducirse en un SEM [9]. Como ejemplo, en la Figura 1.2 se muestra la estación de cuatro puntas fabricada por Omicron, GmbH de Alemania, y en la Figura 1.3 una estación comercializada por Zyvex [9]. También se encuentran en el mercado manipuladores para otros propósitos, como los fabricados por Kleindiek, también de Alemania, Nanofactory con base en Gothenburg Suecia (compañía que distribuye el instrumento del grupo SPM-TEM que se menciona en esta tesis), Danaher Precision Systems, Dynamic Structures and Materials Inc., Physik Instruments, Imina y Polytec PI, entre otras. Todas ellas a un costo muy elevado.

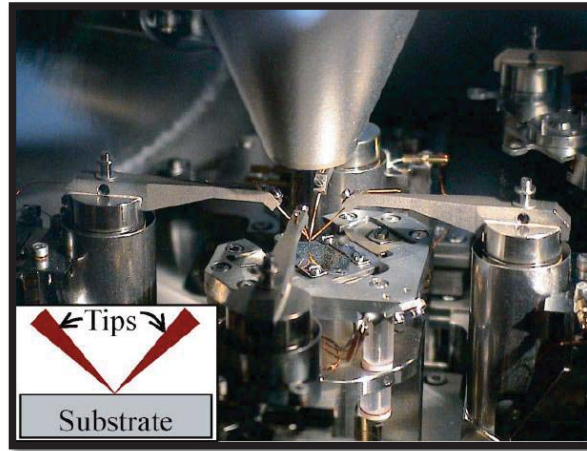


Figura 1.2 Estación de 4 micromanipuladores del Omicron-Nanoprobe dentro de un SEM, Omicron GmbH [9].

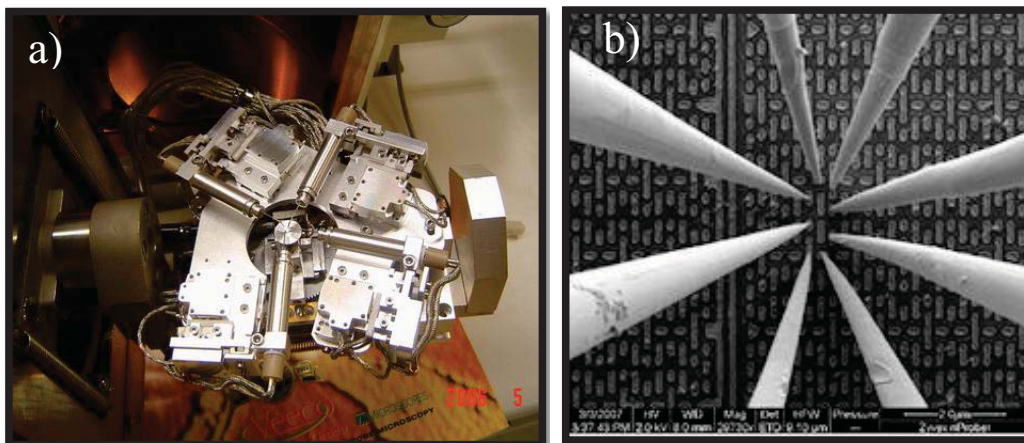


Figura 1.3 a) Manipuladores fabricados por Zyvex para su instalación dentro de un microscopio electrónico de barrido SEM; b) 8 puntas de tungsteno haciendo contacto en un circuito integrado [9].

### 1.7.2 Unidades no-comerciales

Se han reportado una multitud de diseños referentes a nanoposicionamiento y nanomanipulación de diferentes grupos de investigación (Figura 1.4). El propósito de algunos de estos proyectos fue realizar pruebas especiales de nanomanipulación o bien fueron los pioneros en este campo [1, 13-17]. Desarrollar, diseñar y construir este

tipo de dispositivos en un laboratorio de investigación tiene varias ventajas: abaratar los costos, adquirir conocimiento propio, poder adaptarlos a las propias necesidades del investigador, etc.



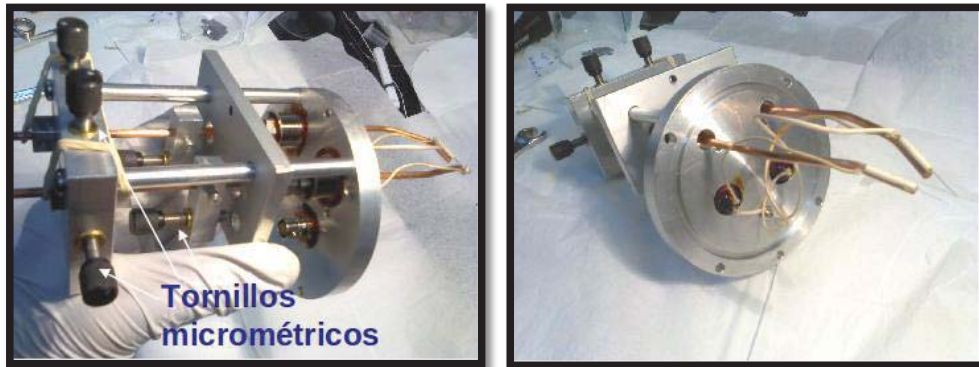
*Figura 1.4. Manipulador para experimentos dentro del SEM fabricado por un grupo de la Universidad de Washington en colaboración con Zyvex. Utiliza cuatro tornillos de rosca fina (“picomotor”) accionados por cerámicas piezoeléctricas. [17]*

### **1.7.3 Antecedentes en el CNyN**

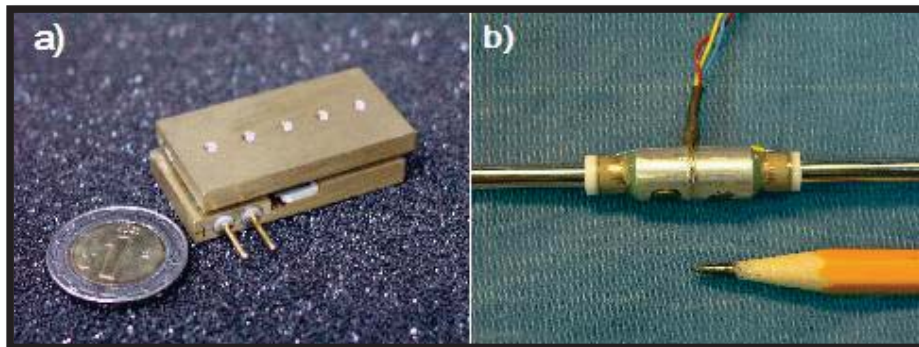
En el Laboratorio de Estructura de Superficies se hizo un primer intento para implementar manipuladores completamente mecánicos en el microscopio SEM JEOL5300 utilizando tornillos de rosca fina movidos manualmente (Figura 1.5). La limitante de este diseño fue su susceptibilidad a vibraciones externas inducidas por el mismo operador, impidiendo obtener la resolución requerida en posicionamiento y así lograr el contacto mecánico con estructuras de dimensiones micrométricas. También se ha trabajado con cerámicas piezoeléctricas en dispositivos de movimiento lineal como: monturas mecánicas y transductores lineales (Figura 1.6), aunque ninguna de las monturas construidas se diseñaron explícitamente para introducirse en el SEM. Como se puede apreciar, en el laboratorio se tiene experiencia en el uso de cerámicas piezoeléctricas para producir movimiento del orden de fracciones de nanómetros. Cabe mencionar que las cerámicas piezoeléctricas son la base del movimiento ultra-



fino que utilizan los microscopios de fuerza atómica (AFM) y de efecto túnel (STM) para lograr resolución atómica [18].



*Figura 1.5 Micromanipulador mecánico con dos puntas para SEM, desarrollado en el CNyN [19].*



*Figura 1.6.a) Montura lineal y b) transductor lineal que utiliza cerámicas piezoeléctricas, construidos en el CNyN.*

## 1.8 Sondas

La sonda, conocida como “probe” o “nanoprobe” en inglés, puede ser cualquier tipo de dispositivo pasivo o activo colocado en el extremo del manipulador con que se trabaja. Un ejemplo de sonda sencilla puede ser un afilado alambre metálico (sonda pasiva) para lograr contactos metálicos, o una pinza micromaquinada de silicio (sonda activa)

para levantar pequeños objetos [20]. A continuación se describen algunas de las principales sondas.

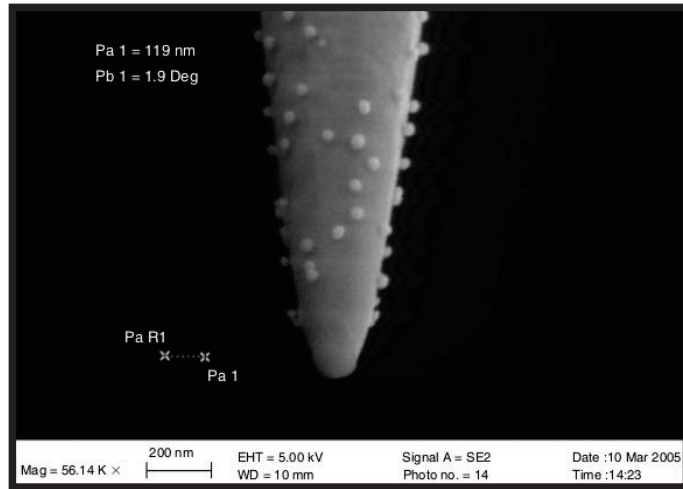
### **1.8.1 Puntas metálicas**

Son alambres puntiagudos comúnmente usados para lograr contactos eléctricos, o simple micro y nanomanipulación. Se pueden encontrar comercialmente con un gran número distribuidores o fabricarlas en el laboratorio, a partir de alambres de tungsteno, oro, o una aleación de platino/iridio. Generalmente se busca un metal duro y/o resistente a la oxidación. El metal elegido en una aplicación en particular depende de la naturaleza misma del experimento. Por ejemplo, puntas de tungsteno son muy fáciles de fabricar y adecuadas para llevar a cabo pruebas en circuitos integrados (CI). Actualmente el paladio es el metal elegido para pruebas eléctricas en nanotubos, sin embargo electro-erosionar alambres de paladio, oro y platino para la obtención de una punta afilada es más difícil que el tungsteno, pero se pueden encontrar sistemas comerciales o recetas para lograrlo. Si se requiere de la dureza del tungsteno combinado con las propiedades eléctricas de un metal noble, se puede hacer un depósito sobre una punta de tungsteno mediante la técnica de depósito físico de vapor, recubrimiento con espurreo, o depósito por FIB (Focused Ion Beam).

Coloides de variados tamaños y composiciones pueden adquirirse comercialmente para ser depositados en una punta. La Figura 1.7 muestra una punta de tungsteno afilada electroquímicamente y luego remojada en una solución coloidal con partículas de oro de 40nm de diámetro. La punta funcionalizada puede entonces ser químicamente modificada o puede actuar como un soporte de manipulación de partículas de oro.

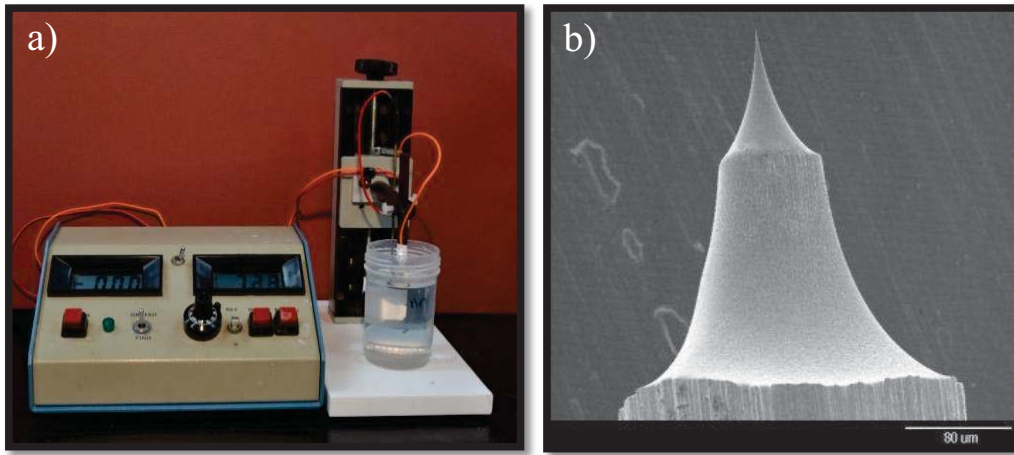
El grado de afilado que se logra obtener por el método de electroerosión en alambres de tungsteno supera a cualquier otro material. Sin embargo, el proceso provoca la formación de una capa de óxido superficial en el tungsteno que puede ser removida parcialmente lavando la punta con una solución de hidróxido de potasio (KOH) y ácido fluorhídrico (HF). Las puntas de W son muy usadas en microscopía de efecto túnel (STM) y generalmente la capa de óxido no presenta problema, a menos

que se quiera hacer espectroscopía túnel. En tal caso es necesario remover in situ (en vacío) el óxido nativo de la punta.



*Figura 1.7 Micrografía SEM de punta parcialmente recubierta con partículas de oro de 40 nm[1]*

En nuestro laboratorio se tiene bien establecida la técnica de afilado de alambres de tungsteno por electroerosión utilizando una solución de KOH, ya sea por corriente directa o por corriente alterna. En la Figura 1.8 se muestra el arreglo experimental utilizado [21]. De acuerdo con la bibliografía y la experiencia en el laboratorio, las puntas de tungsteno son una buena opción para adaptarse a los dispositivos de manipulación.



*Figura 1.8 a) Equipo para la fabricación de puntas de tungsteno por electroerosión en una solución de KOH, 6N; b) Micrografía SEM de una punta de tungsteno fabricada con doble paso de electroerosión.*

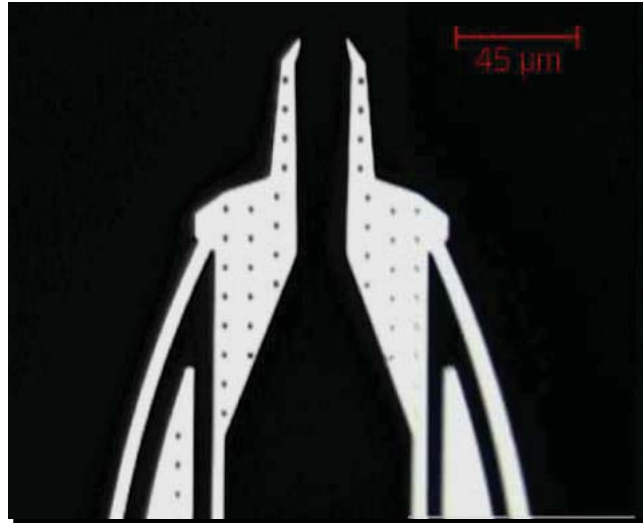
### **1.8.2 Ménsulas**

Estas puntas utilizadas por los microscopios de fuerza atómica (AFM) son muy útiles para llevar a cabo estudios de tribología a nivel nanométrico. Estas pruebas rutinariamente se puede llevar a cabo con un microscopio AFM sin embargo las ménsulas pueden adecuarse en un micromanipulador para realizar pruebas mecánicas dentro de un SEM, ver Figura 1.10, este tipo de sondas pueden comprarse en varias compañías, y se fabrican de SiN, Si, punta de diamante, o recubiertas con un metal, generalmente oro.

### **1.8.3 Pinzas MEMS**

Los actuadores basados en sistemas micro electro mecánicos (MEMS) son también herramientas de mucha ayuda en manipulación, particularmente las pinzas como la que se muestra en la Figura 1.9. Son más versátiles que las ménsulas de AFM, ya que pueden utilizarse para atrapar, sujetar, levantar y posicionar un objeto, con las limitaciones que se mencionan más adelante sobre las fuerzas que actúan a esta escala (van der Waals, electrostáticas, capilaridad). Las pinzas MEMS se accionan al

dilatarse y contraerse el material cuando se calienta y enfría el cuerpo de la pinza, por lo tanto requiere de la aplicación de una corriente a través de ellos. Generalmente el voltaje aplicado es de unos cuantos volts, hasta un máximo de 10 V. Se pueden adquirir comercialmente, y son fácilmente adaptables a un manipulador [9,20,22].



*Figura 1.9. Micrografía SEM de una pinza MEMS comercial accionada por efecto termo-mecánico [22].*

## 1.9 Aplicaciones de nanomanipuladores

La primera aplicación de los nanomanipuladores fue en la caracterización de tubos de carbono multipared (MWNT, por sus siglas en inglés). El advenimiento de otros tipos de nanoalambres, como los de BN, ZnO y GaN, hicieron que los nanomanipuladores se convirtieran en instrumentos pilares en la investigación nanotecnológica. Dentro de las aplicaciones más comunes se encuentra el de establecer contactos sobre microcircuitos integrados. Conforme los dispositivos se fueron haciendo más pequeños, fue necesario realizar análisis de fallas a nivel del dispositivo, lo que requiere visualización y exploración dentro de un SEM.

### **1.9.1 Nanoposicionamiento**

La más común de las aplicaciones de nanomanipulación es posicionar *in-situ* micro y nanoestructuras sobre electrodos metálicos previamente fabricados en un sustrato, o usar puntas de los mismos manipuladores para establecer el contacto eléctrico, o mecánico (doblar, empujar, levantar). El posicionamiento se puede llevar a cabo combinando varios nanomanipuladores en una misma estación [9]. Dado que los objetos son de escala micro y nanométrica, se requiere hacerlo con la ayuda de un microscopio electrónico SEM. Si el contacto eléctrico requerido es en microelectrodos, el uso de un buen microscopio óptico es suficiente.

Hay que tener en cuenta que a escala sub-micrométrica fuerzas del tipo van der Waals o de adhesión capilar se vuelven importantes y tienen que ser consideradas. Otro tipo de efectos también se hacen presentes. Por ejemplo, en un SEM el haz de electrones puede provocar la descomposición de moléculas orgánicas del ambiente, induciendo el depósito de carbono y otros materiales en el material o en la sonda del manipulador. Aquí la importancia de tener un sistema lo más limpio posible.

### **1.9.2 Pruebas mecánicas en nanoestructuras**

Los nanotubos de carbono tienen extraordinarias propiedades físicas, incluyendo alta resistencia a la tensión y buena conductividad eléctrica. Teóricamente se sabía que son extremadamente fuertes, pero las predicciones teóricas siempre deben estar corroboradas por experimentación.

En pruebas de manipulación de nanotubos o nanotubos multipared se han usado sondas ménsula de AFM montadas en un manipulador, en donde los datos se colectan con un complicado sistema monitoreando la deflexión de la ménsula por métodos ópticos (Figura 1.10).

Nanoestructuras de otros materiales, además de carbono, también se han estudiado. Por ejemplo, nanoalambres de tungsteno pueden hacerse vibrar y entrar en resonancia aplicando un campo eléctrico como se muestra en la Figura 1.11.

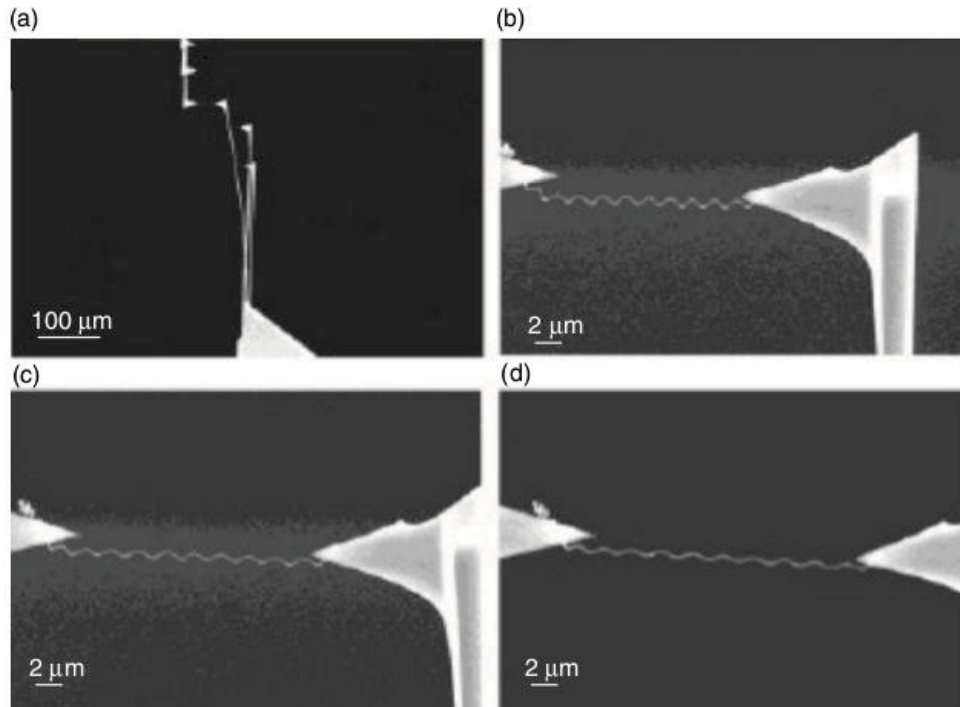


Figura 1.10 Micrografía en donde dos sondas de AFM tipo “cantiléver” estiran un nanoresorte de carbono dentro de un SEM [1]

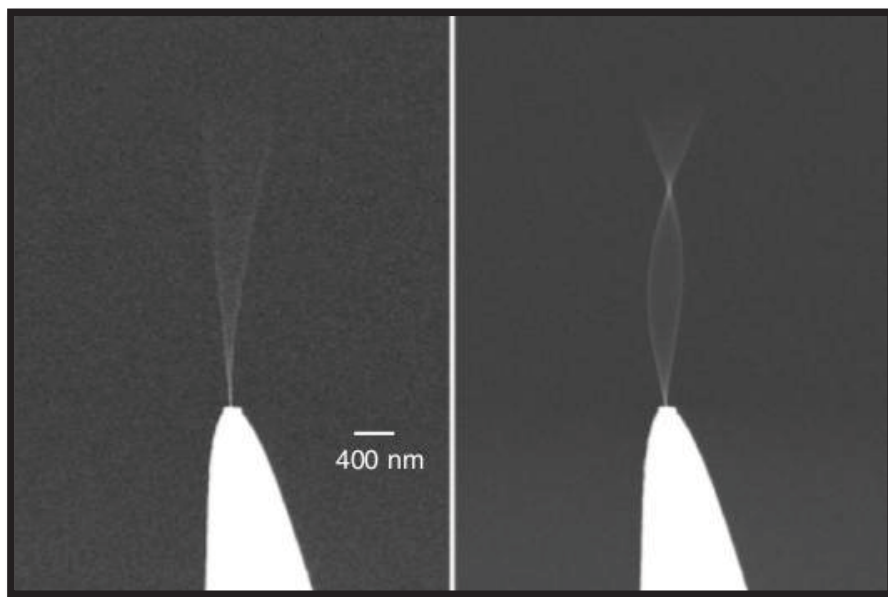


Figura 1.11 Primer y segundo armónico de un nanoalambre de tungsteno excitado electrostáticamente [1].

El módulo de Young del alambre puede estimarse simplemente determinando la frecuencia natural de vibración, y las dimensiones físicas del nanoalambre, como su longitud y su espesor.

### **1.9.3 Pruebas eléctricas**

Las pruebas eléctricas *in-situ* usando nanomanipuladores ha demostrado ser un desafío para los científicos por varias razones; un efecto muy común es el depósito inducido por el haz de electrones, conocido como “Electron Beam Induced Deposition” (EBID, por sus siglas en inglés), provocando contaminación no deseada de carbono en las superficies que se quieren caracterizar, así como en las puntas mismas que toman las mediciones. La remoción de excesivos niveles de hidrocarburos (HCs) dentro del SEM permite a los científicos trabajar por largos periodos de tiempo sin preocuparse por la contaminación.

Mientras se realizan las mediciones eléctricas pueden entrar en juego otros factores, por ejemplo, el contacto resistivo asociado a la unión entre el metal de la sonda y la nanoestructura dificulta las mediciones a corrientes bajas. Cuando se hacen mediciones eléctricas con un barrido de voltaje, la prueba debe de realizarse lentamente para sobrellevar el comportamiento RC (resistivo-capacitivo) del circuito completo. Es decir, la alta capacitancia asociada con los cables del instrumento y contactos resistivos que incrementan la constante de tiempo RC. Otras formas de reducir el comportamiento RC incluyen: uniones limpias de las puntas, una buena elección del metal del electrodo y cables cortos o preamplificadores en la cámara de vacío cerca de las puntas. El óxido de tungsteno, aún en muy pequeña cantidad también puede afectar las mediciones de baja corriente.

#### **1.9.3.1 Curvas de corriente-voltaje (I-V)**

Las curvas corriente-voltaje (I-V) son una caracterización eléctrica que se realiza en materiales, aplicándoles voltaje y midiendo el flujo de corriente a través de ellos. Las



curvas resultan muy útiles en nanociencia y ciencia de materiales, pues a partir de éstas se puede obtener información de su resistividad, densidad de estados, brechas de energía, y en general del comportamiento de transporte eléctrico del material. Por la forma de estas curvas se puede determinar si un material tiene un comportamiento óhmico o semiconductor, como se ilustra en la Figura 1.12 [23]. Generalmente estas curvas se adquieren con ayuda de equipo computarizado especialmente diseñado para esta tarea, variando parámetros como voltaje máximo aplicado, positivo y/o negativo, límite de corriente, velocidad de barrido de la rampa de voltaje, número de mediciones, etc. [24].

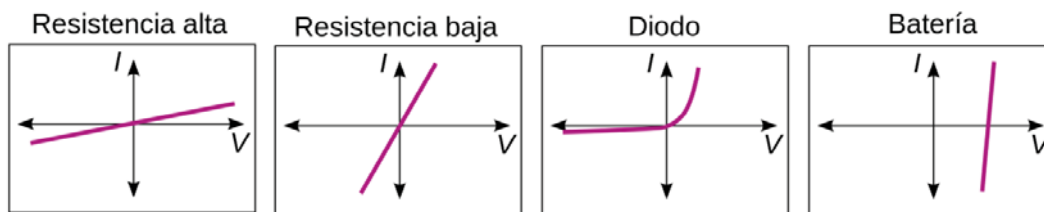


Figura 1.12. Gráficos de curvas típicas de corriente-voltaje para diferentes tipo de materiales o dispositivos: con alta resistencia, con resistencia baja, de un diodo rectificador, y una batería, respectivamente [25].

### 1.9.3.2 Comportamiento eléctrico en nanoalambres

El comportamiento del transporte de electrones en nanoalambres puede verse modificado cuando las dimensiones de la nanoestructura son muy reducidas. Parámetros como camino libre medio de los portadores, longitud de onda del electrón, y el diámetro del alambre entran en juego. Alambres con diámetros mucho mayores que el camino libre medio de los portadores exhiben propiedades de transporte similares a las que el material de bulto, independientes del tamaño de diámetro. Las colisiones o dispersión de electrones debidas a la frontera del alambre son despreciables en comparación con los demás mecanismos de dispersión. [26]

Para alambres con diámetros similares o más pequeños que el camino libre medio de los electrones, pero aún mucho mayores que la longitud de onda de de Broglie, el comportamiento del transporte en estos alambres cae en el régimen clásico, donde la estructura de bandas del nanoalambre es aún similar a la de bulto pero los eventos de dispersión de electrones son alterados por las colisiones en las fronteras diametrales del alambre, afectando estas colisiones el comportamiento del transporte de electrones. Para alambres con diámetro similar a la longitud de onda de los electrones, la densidad electrónica de estados y las propiedades de transporte se ven muy alteradas, formándose "sub-bandas" cuánticas debido a efectos de confinamiento cuántico con las fronteras del alambre[26].

El ejemplo reportado en la literatura y que se describe a continuación condensa los diversos casos que se han mencionado anteriormente sobre la caracterización mecánica y eléctrica de nanoestructuras utilizando manipuladores. Se trata de la caracterización de nanoalambres de óxido de zinc (ZnO) dentro de un SEM utilizando puntas recubiertas con manganeso (Mn). Los nanoalambres de ZnO no fueron removidos del sustrato, sino que se hizo contacto cerca de la base del alambre y de la parte superior de los alambres como se muestra en la Figura 1.13. Adicionalmente se observaron cambios en la respuesta eléctrica cuando el nanoalambre fue deformado mecánicamente. En la Figura 1.14 se muestra la configuración cuando una punta obliga a que un nanoalambre se flexione entre  $5^\circ$  y  $20^\circ$ , observándose cambios en la respuesta eléctrica. En otras pruebas también se observó que cuando la presión aumenta dentro de la cámara de vacío del SEM, el comportamiento eléctrico de los nanoalambres también cambia, dicho comportamiento posiblemente se podría aplicar en sensores de presión.

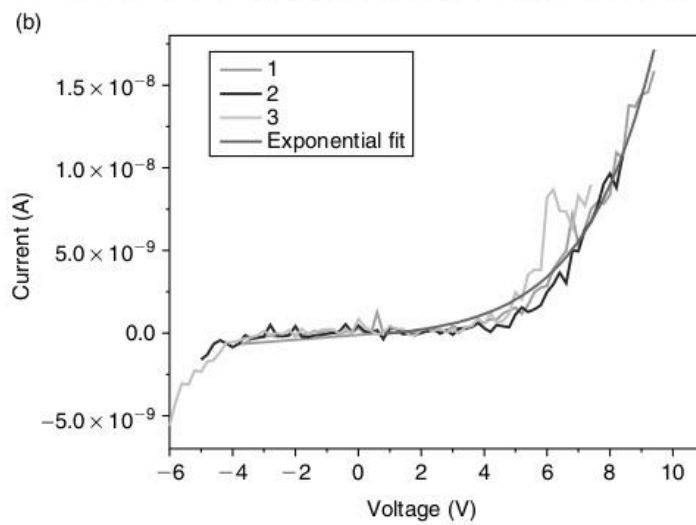
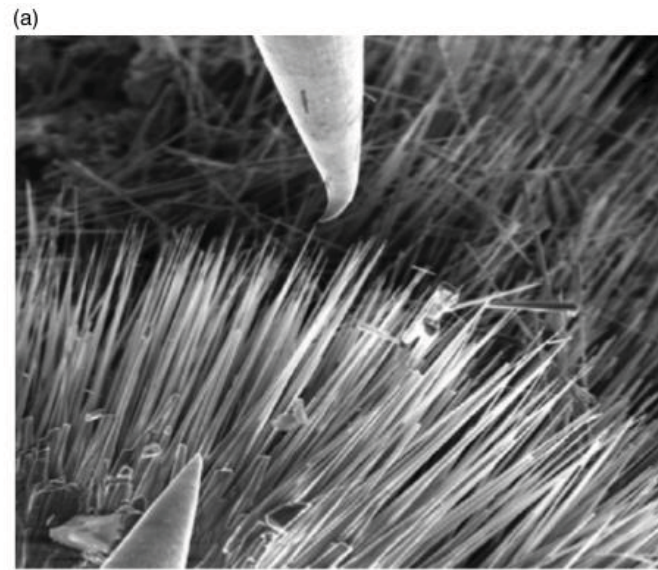


Figura 1.13a) Puntas recubiertas de Mn haciendo contacto con un nanoalambre de ZnO. b) Respuesta eléctrica bajo los contactos presentando una barrera tipo Schottky[1].

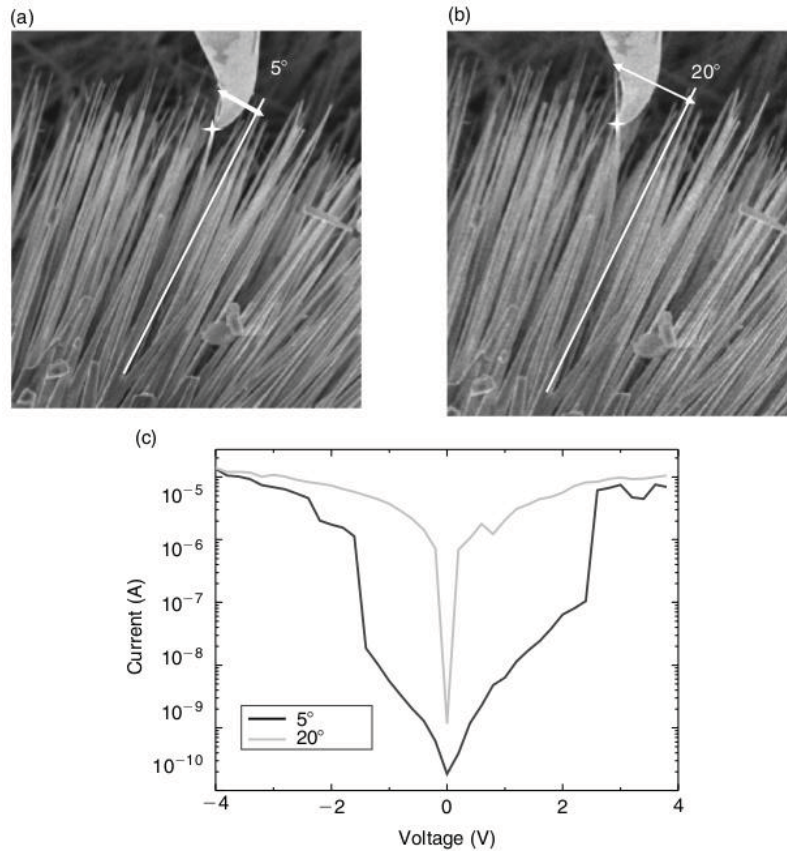


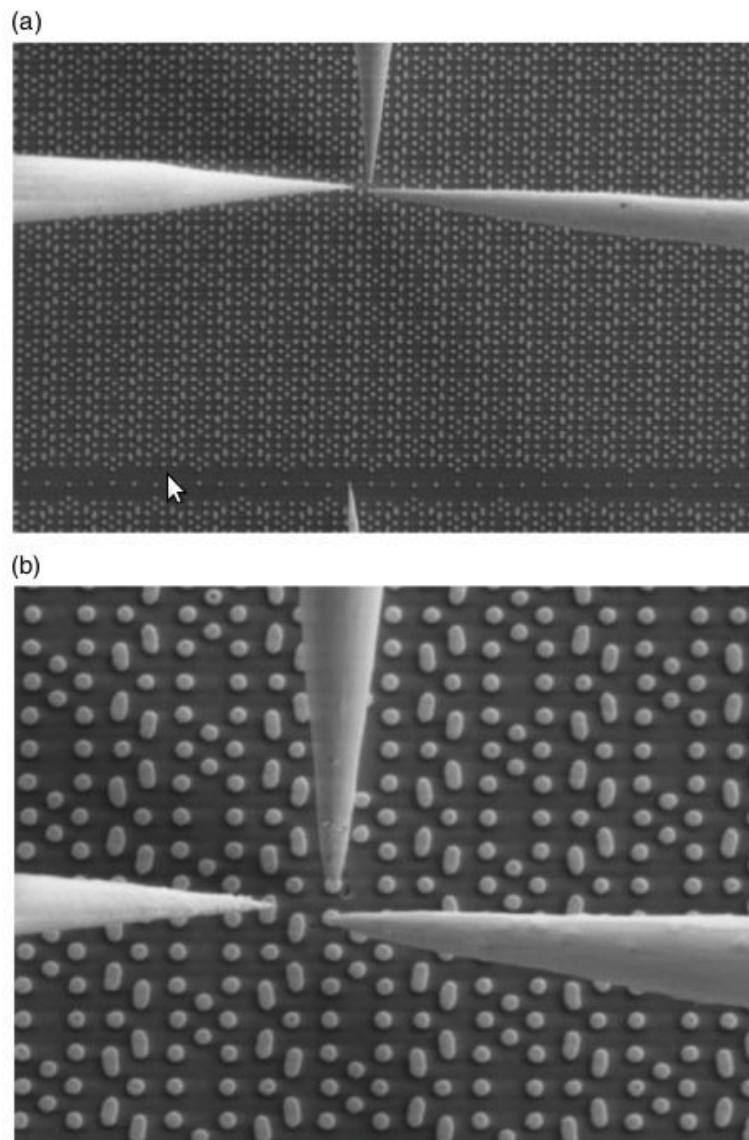
Figura 1.14. a) Punta recubierta de manganeso haciendo contacto con un alambre de ZnO flexionándolo 5°; b) el mismo alambre pero con una flexión de 20°; c) La correspondiente respuesta eléctrica para cada caso[1].

### 1.9.3.3 Pruebas en circuitos integrados

Los nanomanipuladores también se han usado para hacer pruebas de análisis de fallas (FA, Failure Analysis) en semiconductores. Determinar los mecanismos de falla y localizar los defectos en circuitos integrados (CIs) han resultado complicados, aun cuando existen muchas técnicas para lograr este fin. La complejidad del análisis de fallas está dada por la falta de procesos estandarizados; cada proceso es único para cada dispositivo que se analiza.

Cualquier proceso de verificación de falla empieza con la verificación visual, que se lleva a cabo ya sea con microscopía óptica o con SEM. Otras técnicas incluyen

análisis por infrarrojo, emisión de fotones, y exploración con sondas de puntas. Cuando la inspección visual no da suficiente información al analista, se deben emplear técnicas de evaluación no-visuales. Hacer pruebas eléctricas en los contactos de los CIs ha sido la principal técnica usada para estos fines por muchos años (Figura 1.15).



*Figura 1.15. a) Figura que muestra una micrografía SEM de una prueba sobre un CI usando un nanomanipulador de puntas b) Amplificación de la imagen [27].*

Así como la tecnología de los semiconductores ha seguido la ley de Moore al ir disminuyendo en dimensiones, la complejidad de realizar pruebas en circuitos integrados ha ido aumentando. Se necesitan cada vez microscopios más poderosos y dispositivos de posicionamiento de mayor precisión para llevar a cabo pruebas en los circuitos integrados de última generación.

## 1.10 Contaminación dentro del SEM

Antes de integrarle cualquier dispositivo foráneo al SEM o realizar experimentos *in-situ*, es importante conocer algunos problemas inherentes al uso del SEM, como la contaminación inducida por el mismo haz de electrones (EBID, por sus siglas en inglés). Dicha contaminación puede afectar la habilidad para llevar a cabo mediciones eléctricas con poco ruido y de bajas corrientes.

Como ya se describió anteriormente, el haz de electrones usado para la formación de imágenes disocia hidrocarburos (HCs) presentes en el ambiente o en las superficies observadas, resultando en carbonos depositados en la región de interés. El proceso se conoce como “contaminación de escritura” (“contamination writing”). El resultado es un material duro que es pobremente conductor. La contaminación EBID crea un oscurecimiento del área observada, pérdida de resolución, cambios de conductividad, y otros factores. El depósito de EBID puede rápidamente volverse más grueso que las características topográficas de la muestra que pudiera resolver el SEM[1].

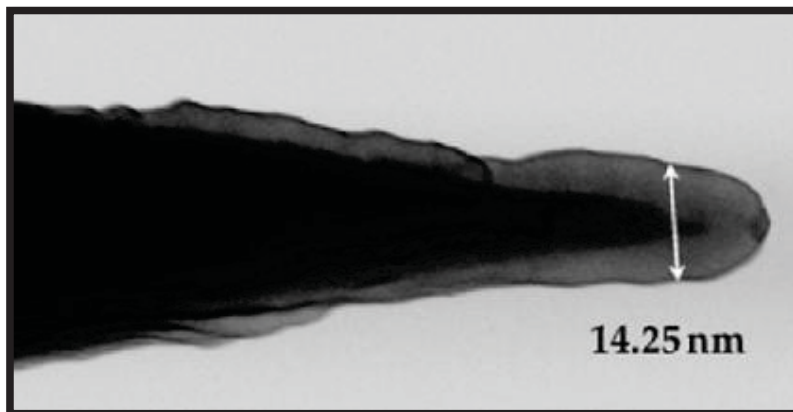
Los contaminantes típicamente se introducen en el SEM por uno de cuatro caminos: 1) La muestra contiene HCs, inherentes o contaminados; 2) la estación y sus grasas lubricantes u otra superficie introducida puede estar contaminada; 3) el sistema de bombeo quizá esté usando aceite que se difunda al sistema; y/o 4) el instrumento se pudo haber contaminado durante su ensamblaje inicial.

Todas las superficies expuestas al aire atmosférico acumulan HCs. Las superficies son posteriormente contaminadas al manipularlas sin guantes, por el uso

de materiales con bajas presiones de vapor en sistemas de vacío, o por prácticas de vacío pobres en general.

En alto vacío ( $10^{-5}$  Torr), el camino libre medio de moléculas en estado de vapor es comparable o mayor a las dimensiones de la cámara de vacío de estos instrumentos. Los contaminantes se mueven en fase de vapor de superficie a superficie a través del ambiente de vacío y son atraídas a la zona de enfoque de exploración del haz, formándose depósitos a través de un proceso de ionización y depósito. Como estos contaminantes pueden viajar largas distancias dentro de la cámara de vacío y depositarse sobre la superficie de una muestra, es importante la remoción o inmovilización de estos contaminantes tanto como sea posible antes de cualquier análisis para evitar perturbaciones en los resultados.

Cuando sólo se toman imágenes con el SEM, generalmente basta con uno o dos barridos, permitiendo que el microscopista evite la contaminación. Sin embargo la manipulación toma más tiempo y se trabaja en pequeñas distancias en las que se puede llevar media hora o más. Esto es un barrido prolongado y requiere la completa ausencia de HCs para prevenir acumulaciones de carbono. La contaminación por carbono puede formar una capa dieléctrica en las puntas usadas en experimentos haciéndolas menos filosas y menos conductoras, por lo que esta contaminación distorsiona las mediciones eléctricas. La acumulación en puntas aparece como un recubrimiento traslucido (Figura 1.16).



*Figura 1.16. Micrografía SEM de una punta de tungsteno erosionada electroquímicamente. El filo semitransparente es el depósito inducido por el haz de electrones (EBID)[1].*



En la prevención y remoción de contaminantes el mejor método de limpieza de la atmósfera del SEM es uno que produzca pocos residuos. Por ejemplo, existe un método con radicales de oxígeno creados por una plasma de RF, estos radicales se enlazan con HCs produciendo agua, monóxido de carbono, y dióxido de carbono, estas moléculas entonces pueden ser bombeadas fuera de la cámara del SEM.

La remoción de contaminantes debe ser considerado el último recurso cuando se está llevando a cabo un experimento, esta remoción es un tema que aún se encuentra bajo investigación. Una de las técnicas para la remoción de EBID es la de erosión iónica; en este método se ocupa una fuente de iones de baja energía dentro del SEM, estos iones impactan en el carbono y lo remueven. Cuando se trabaja en un sistema FIB la fuente de iones ya viene integrada y se puede ocupar para limpieza de contaminantes, esta técnica es de cuidado pues podría causar daños en la muestra que se quiere estudiar, así como los iones remueven los contaminantes también pueden dañar la nanoestructura. Otras técnicas pueden ser el pulido mecánico de las superficies, el pulido químico-mecánico con una suspensión de sílice coloidal [1].



## Bibliografía

- [1] Rishi Gupta, Richard E. Stallcup. "Introduction to In-Situ Nanomanipulation for Nanomaterials Engineering", en *Scanning Microscopy for Nanotechnology* (Zhou, Weillie and Wang, Zhong Lin, ed.). Springer New York, 2007.
- [2] PhysikInstrumente (PI) GmbH & Co., "Tutorial on Piezotechnology in Nanopositioning Applications". [www.physikinstrumente.com](http://www.physikinstrumente.com)
- [3] West Anthony R. "Basic Solid State Chemistry", John Wiley & Sons, Ltd. 2nda.Edición (1999).
- [4] Kittel, Charles. "Introduction to Solid State Physics", John Wiley & Sons, Ltd. 7ta. Edición (1996).
- [5] Channel Technologies Group. <http://www.channeltechgroup.com>.
- [6] EBL Products Inc., <http://www.eblproducts.com/piezotube.html>. Fórmulas de configuraciones para cerámicas piezoeléctricas en diferentes geometrías.
- [7] PI Ceramic GmbH, <http://www.piceramic.com>.
- [8] Heywang W., Lubitz, K., Wersing, W., Uchino K. "Piezoelectric Motors and Transformers. En *Piezoelectricity*", Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [9] Fabricantes de posicionadores: Omicron NanoTechnology GmbH, <http://www.omicron.de/en/products/4-probe-spm>; Zyvex Corp. <http://www.zyvex.com>; KleindiekNanotechnik, [www.nanotechnik.com](http://www.nanotechnik.com).
- [10] Berghaus et al., "United States Patent No. 5,237,238" Aug. 17, 1993.
- [11] Vancura, Tobias A., Tesis doctoral: "Scanning probe-based local spectroscopy of semiconductor heterostructures below 300 mK " (2002).
- [12] Véase: [http://en.wikipedia.org/wiki/Inchworm\\_motor](http://en.wikipedia.org/wiki/Inchworm_motor).
- [13] K. Svensson, Y. Jompol, H. Olin, and E. Olsson. "Compact design of a transmission electron microscope-scanning tunneling microscope holder with three-dimensional coarse motion". Review of scientific instruments 74 (2003) 4945.
- [14] Magnus Hummelgard. Tesis doctoral: "In-situ TEM Probing of Nanomaterials" Mid Sweden University, (2009).

- [15] E. C. Heeres, A. J. Katan, M. H. van Es, A. F. Beker, M. Hesselberth, D. J. van der Zalm, and T. H. Oosterkamp. "A compact multipurpose nanomanipulator for use inside a scanning electron microscope", *Review of Scientific Instruments* 81 (2010).
- [16] Robert Hendricks and D.T. Gray. "Designing a semiconductor characterization system for an undergraduate fabrication lab", Keithley white paper No 2524 (2004).
- [17] MinFeng Yu, Mark J Dyer, George D Skidmore, Henry W Rohrs, XueKun Lu, Kevin D Ausman, James R Von Ehr, and Rodney S Ruoff, "Three-dimensional manipulation of carbon nanotubes under a scanning electron microscope", *Nanotechnology* 10 (1999) 244.
- [18] Ch. Gerber, G. Binnig, H. Fuchs, O. Marti, and H. Rohrer, "Scanning tunneling microscope combined with a scanning electron microscope", *Review of Scientific Instruments* 57 221 (1985).
- [19] M. Herrera, "*Micromanipulador mecánico de dos puntas para SEM*", (2010). Sin publicar.
- [20] <http://memspi.com>. Memsprecisioninstruments (proveedor de micropinzas).
- [21] Reyes Valenzuela Antelmo, *Tesis: "Diseño de un control electrónico para la fabricación de puntas metálicas para un microscopio de efecto túnel"*, UABC (2003).
- [22] Kimberly Tuck, "*Using Microgrippers with the S100*" Zyvx Application Note 9703 (2006) <http://www.zyvex.com/Documents/9703.PDF>
- [23] Dieter K. Schroder. "Semiconductor Material And Device Characterization", IEEE Press, third edition, (2006).
- [24] <http://www.keithley.com/products/dcac/voltagesource/broadpurpose/?mn=2400>
- [25] Véase: [http://en.wikipedia.org/wiki/Current-voltage\\_characteristic](http://en.wikipedia.org/wiki/Current-voltage_characteristic)
- [26] Mildred S. Dresselhaus, Yu-Ming Lin, Oded Rabin, Marcie R. Black, Jing Kong, and Gene Dresselhaus, "*Springer Handbook of Nanotechnology*", Springer Berlin Heidelberg, (2010).
- [27] Zyvx website, [www.zyvex.com/Documents/sProber.pdf](http://www.zyvex.com/Documents/sProber.pdf)

# 2 Materiales y procedimiento

## 2.1 Introducción

El objetivo de esta tesis es el de diseñar y construir dispositivos electromecánicos utilizando cerámicas piezoeléctricas como actuadores, con los grados de libertad necesarios para llevar a cabo tareas de manipulación y posicionamiento con resolución sub-micrométrica. Debido a la resolución espacial que se exige, los dispositivos deberán adaptarse a un microscopio electrónico de barrido (SEM) para su operación, tomando en consideración la compatibilidad requerida de los materiales usados en la fabricación con el ambiente de alto vacío dentro del SEM, manteniendo siempre la filosofía que se cumpla con un diseño sencillo, flexible, fácilmente reproducible en un laboratorio que cuente con las herramientas básicas de un taller mecánico, y que utilice materiales relativamente baratos y de fácil adquisición.

Para esto, se realizó una búsqueda a través de internet de dispositivos manipuladores/posicionadores disponibles comercialmente, o que hayan sido reportados como contruidos en laboratorios de investigación para algún uso en específico, con el propósito de hacernos de ideas, seguir un diseño probado, y, si fuese necesario, hacer las modificaciones requeridas para adaptarlos a nuestras necesidades y posibilidades.

En este capítulo se describe el diseño de dos dispositivos manipuladores y los materiales usados en su fabricación.

## 2.2 Materiales

Para la construcción de las piezas de los manipuladores se eligieron materiales que nos permitieran una fácil manufactura, que fueran accesibles y funcionales, y principalmente que fueran compatibles con un ambiente de alto vacío, i.e. de baja presión de vapor. En lo que se refiere a metales, posibles candidatos son: acero inoxidable, latón y aluminio. Para materiales aislantes: teflón, zafiro, cerámica maquinable (Macor) y algunos plásticos.

A continuación se describen las ventajas y desventajas de los metales mencionados:

Latón:

- Ventajas: es una aleación de cobre y zinc, fácil de maquinar lográndose buenos acabados, resistente a la oxidación, mayor densidad ( $8.4-8.7 \text{ g/cm}^3$ ) que el aluminio y el acero lo que le da buena rigidez, compatible con ultra alto vacío por su baja presión de vapor (aunque no se recomienda para ultra alto vacío por su contenido de zinc). No tan duro como el acero, pero más que el aluminio. Relativamente barato.
- Desventajas: algunas aleaciones se oscurecen con el tiempo, lo que representa un inconveniente meramente estético. Se raya fácilmente.

Aluminio:

- Ventajas: fácil de maquinar, lográndose buenos acabados, resistente a la oxidación debido al fenómeno de pasivación de la superficie. Compatible con ultra alto vacío. Material barato.
- Desventajas: muy liviano ( $2.7 \text{ g/cm}^3$ ), contrario de lo que se desea para usarse en manipuladores. Se raya fácilmente.

Acero:

- Ventajas: algunas aleaciones son muy resistentes a la oxidación, compatibles con ultra alto vacío, alta densidad ( $7.75-8.05 \text{ g/cm}^3$ , menor que latón), buenos acabados. En algunos dispositivos obsoletos como reproductores de discos compactos (*cd players*) y de discos flexibles (*floppy disk*) se pueden extraer varillas de acero pulido y de alta dureza, muy útiles para nuestro propósito.
- Desventajas: difícil de maquinar por su alta dureza (tipo 304). Relativamente caro, sobre todos la aleación tipo 304.

Invar:

- Ventajas: Su nombre viene de la palabra “*invariable*”. Es una aleación de Fe(64%)-Ni (36%), se caracteriza por tener el coeficiente de expansión térmica más bajo de los aceros, de 1.2ppm/°C, mientras otros aceros tiene entre 11-15ppm/°C. Aunque esta es una característica deseable, no creemos que su uso sea absolutamente necesario en nuestra aplicación, siempre y cuando los dispositivos no se expongan a variaciones extremas de temperatura. En instrumentos como los microscopios efecto túnel donde la separación entre la punta y la superficie es del orden de angstroms, su uso es altamente recomendado.
- Desventajas: material caro, duro, y difícil de maquinar.

Para las conexiones eléctricas se utilizó cable de cobre con aislamiento de teflón. El teflón es compatible con alto vacío, y su constante dieléctrica es relativamente alta, lo que garantiza que no habrá un rompimiento eléctrico del aislamiento que pudiera causar daño al SEM durante la aplicación de los pulsos eléctricos de alto voltaje.

Cuando se requirió de maquinar alguna pieza aislante y compatible con el ambiente de alto vacío, se recurrió al material conocido como Macor. Es una cerámica desarrollada por Corning, Inc., cuya base es de borosilicato. Se puede maquinar con muy buena precisión, y prácticamente es de cero porosidad. Teflón en diferentes formas (tubo, hoja, lámina) también se utilizó como aislante eléctrico. Alúmina en forma de placas se utilizó como soporte y aislante eléctrico de las cerámicas piezoeléctricas.

El uso de zafiro (óxido de aluminio) tiene un papel importante en el diseño de manipuladores. Por su alta dureza y bajo desgaste es muy utilizado como superficie de contacto entre las piezas que se deslizan, mismas razones por las que es requerido en la maquinaria de relojes finos. El zafiro sintético se puede adquirir en diferentes presentaciones: esferas, barras, placas, tubos, y puede cortarse (no maquinarse) con un disco con incrustaciones de polvo de diamante.

## 2.3 Herramientas e instrumental

La mayoría de las partes de maquinaaron en nuestro laboratorio, utilizando el minitorno Sherline modelo 4000, y la minifresadora Sherline modelo 5400 [1] y una variedad de accesorios (ver Figura 2.1). Todas las piezas maquinadas se lavaron antes de ensamblarse en agua jabonosa y después en acetona, ambos en baño ultrasónico para remover residuos de aceite y grasa.

La soldadora de puntos Hotspot II TC Welder [2] resultó muy útil para unir delgadas láminas de acero con piezas de acero de mayor tamaño.

El cortador de disco de polvo [3], de diamante fue necesario para el corte de: Placas de alúmina, cerámica macor, cerámicas piezoeléctricas, barras de acero de alta dureza.

Para pegar piezas de cerámica (macor, PZT, zafiro, alúmina) con metal o cerámica con cerámica, se utilizó un pegamento epóxico de dos componentes de muy baja presión de vapor [4].



*Figura 2.1 Torno y fresadora Sherline modelos 4000 y 5400 respectivamente, utilizados en el maquinado de piezas en este trabajo.*

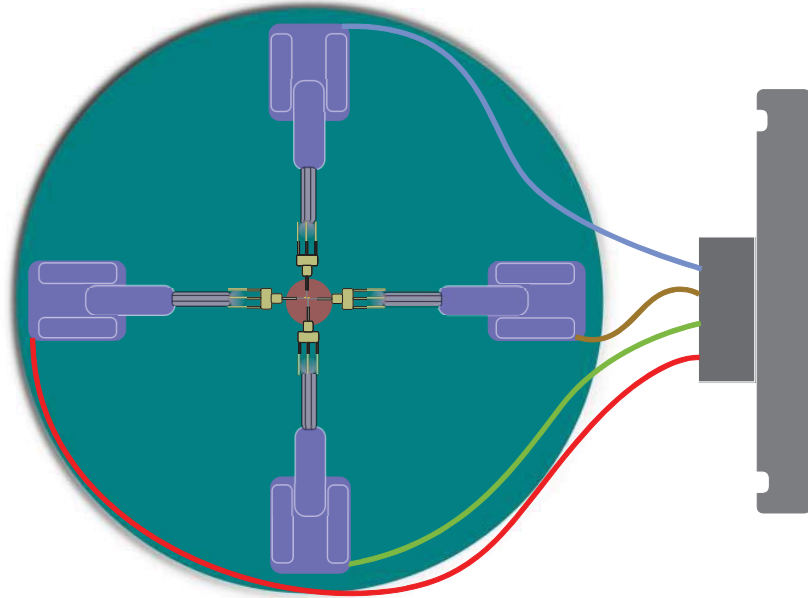
## 2.4 Consideraciones generales

Cualquier diseño de una estación de manipuladores deberá cumplir las siguientes generalidades:

- Consistir de una platina o base rígida, con la montura apropiada para adaptarse al microscopio SEM JEOL, Mod. JSM-5300.
- Sobre esta platina se fijarán los manipuladores, que deberán tener movimiento con tres grados de libertad, utilizando el mecanismo de “*stick-slip*”.
- La platina deberá contar con todos los conectores eléctricos requeridos que proporcionan las señales eléctricas a los dispositivos: señales de movimiento, señales a la punta, de polarización de la muestra, etc.
- Deberá contener un portamuestras, fijo o con movimiento independiente, con posibilidad de polarizar la muestra.
- Se requiere de una brida con los conectores eléctricos, que llevarán todas las señales eléctricas del exterior al interior del SEM.
- Los cables eléctricos, especialmente los de alto voltaje, deberán ser blindados apropiadamente, así como los cables de baja señal.
- Los materiales usados deberán ser compatibles con alto vacío.
- Cualquier adaptación o modificación al SEM no deberá comprometer la integridad del vacío.

La Figura 2.2 muestra esquemáticamente las partes fundamentales de una estación de manipuladores.

Con los requerimientos claramente establecidos, se comienza a trabajar con las primeras partes funcionales del manipulador, las más básicas primero. Ya con estas partes funcionando, se procede a desarrollar las siguientes piezas para adaptarse a las anteriores. Éstas se van integrando hasta obtener los dispositivos que cumplan con los objetivos.



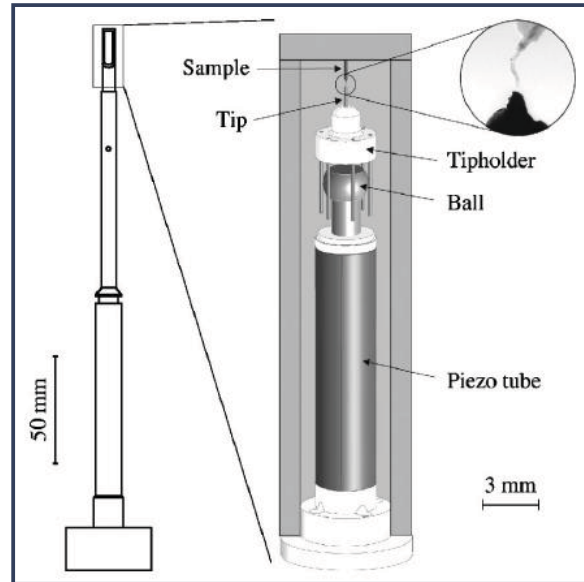
*Figura 2.2. Aspecto general de la estación de manipuladores. Contiene: platina o base, manipuladores, conexiones eléctricas, portamuestras, brida con pasamuros eléctricos.*

## 2.5 Diseño del manipulador M1

La mayoría de los fabricantes de manipuladores comerciales no describen qué mecanismo utilizan en sus dispositivos para producir movimiento con resolución sub-micrométrico [5]. Sin embargo, es natural suponer que utilicen el mecanismo de “stick-slip” que se describió en detalle en el capítulo anterior, o una variante de éste, ya que ha demostrado ser confiable en la reproducibilidad de los movimientos y de fácil implementación. Un diseño de manipulador en particular que nos llamó la atención por su simplicidad de construcción es el desarrollado en la Universidad de Mid en Suecia [6,7]. Su funcionamiento fue demostrado dentro de un TEM (microscopio electrónico de transmisión) (ver Figura 2.3) en una variedad de aplicaciones [6]. Dado que nuestro propósito es el diseño de una estación de



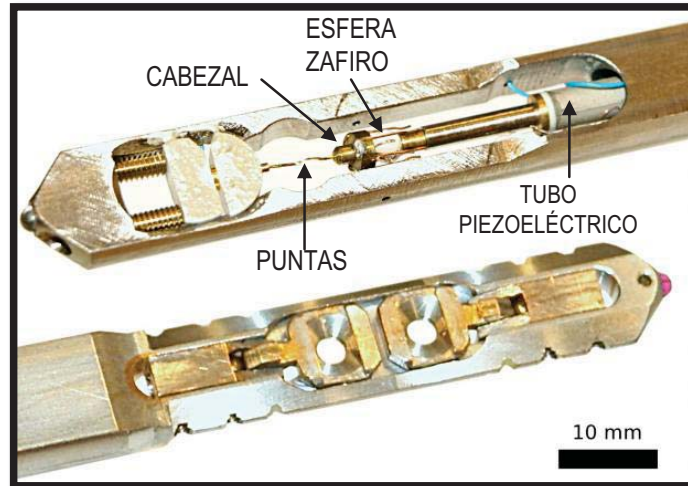
manipuladores para un SEM, se decidió explorar este diseño, sujeto a modificaciones y adaptaciones que fuesen necesarias, como se describen más adelante.



*Figura 2.3. Diseño de manipulador con base en cerámicas piezoeléctricas y movimientos "stick-slip" de K. Svensson. [7]*

El manipulador de la Figura 2.3 consiste de un tubo piezoeléctrico de 2.2mm de diámetro y 25mm de largo, con electrodos externos fraccionados en cuatro segmentos, en cuyo extremo tiene una barra con una esfera de zafiro. Montado sobre esta esfera está la cabeza móvil o portapuntas, una especie de rótula o cabezal con seis patas de alambre que sujetan la esfera de zafiro y proporcionan la fuerza de fricción. Para mover la cabeza o portapuntas, se le aplican pulsos eléctricos al tubo piezoeléctrico que lo obligan a doblarse en direcciones radiales (X,Y), y contraerse o estirarse en dirección axial (Z). Enfrente de la punta del manipulador se encuentra otra punta, sin movimiento, que generalmente tiene la muestra bajo estudio en forma de nanoalambres, nanotubos de carbono, varillas, etc. Los diminutos movimientos por pasos discretos son visualizados en tiempo real a una cierta amplificación dentro del TEM. La Figura 2.4 muestra la localización del pequeño manipulador en el extremo del manipulador portamuestras tradicional del microscopio de transmisión.

Como se puede apreciar, el diseño es relativamente sencillo, y proporciona a la punta los tres grados de libertad requeridos. Sin embargo, el alcance total en la dirección Z (acercamiento) podría ser limitado para nuestra aplicación, por la corta longitud de los alambres que sujetan la esfera de zafiro.



*Figura 2.4. Sujetador de muestras de TEM con nanomanipulador integrado, diseñado en la Universidad de Mid, Suecia [6].*

Se decidió entonces proceder a la construcción de nuestro propio manipulador M1, usando como guía el diseño sueco descrito anteriormente. La Figura 2.5 muestra un modelo que cumpliría con los requerimientos establecido anteriormente. El tubo piezoeléctrico y la cabeza portapuntas se fijaría en una base que le permitiría ajustar la altura del manipulador sobre la muestra.

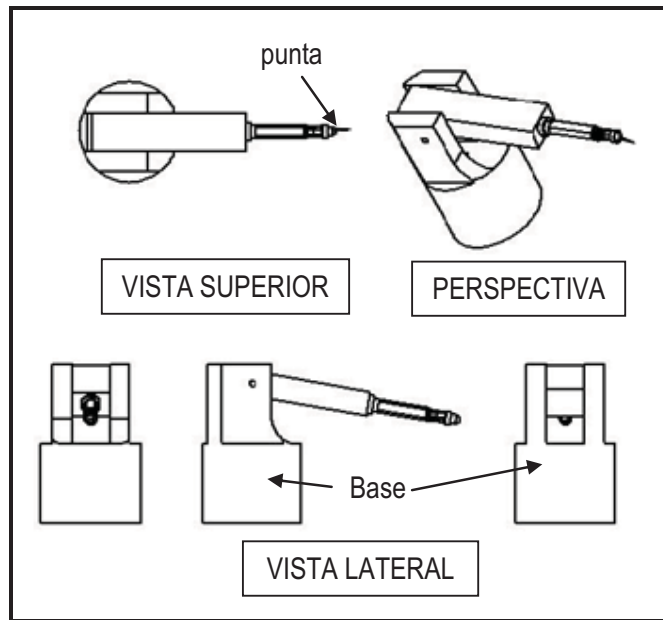
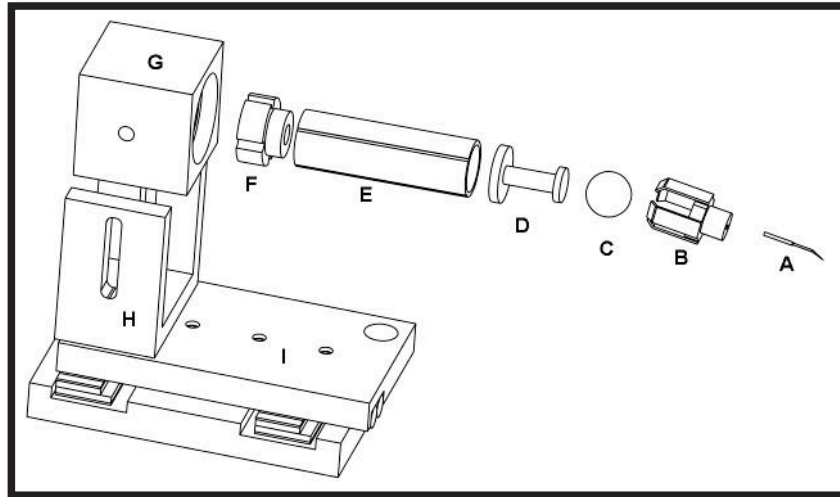


Figura 2.5. Primer propuesta de diseño para el primer prototipo de M1.

### 2.5.1 Construcción del manipulador M1

La Figura 2.6 muestra un dibujo explotado con cada una de las partes que comprenden el manipulador M1, que al final resultó una versión mecánicamente simplificada del diseño de la Figura 2.5. El tubo piezoeléctrico (E) es de 6.35mm de diámetro por 19 mm de largo, recubierto con electrodos de níquel seccionados en cuadrantes [8]. Todas las partes metálicas se maquinaron de latón. La pequeña esfera (C) en el extremo del manipulador es de zafiro de 2.3mm de diámetro [9], que se pegó al pedestal de latón (D) con pegamento epóxico. La base de cerámica (F) que soporta la base (asiento) del tubo piezoeléctrico así como la rondana aislante que une el pedestal con el tubo se maquinaron de cerámica Macor [10], y se pegaron también con pegamento epóxico.

El pequeño cubo de latón (G) que se fija a la horquilla (H) cumple la función de soporte para el tubo piezoeléctrico, dándole rigidez y movimiento angular al manipulador permitiendo un ajuste burdo de la posición de la punta sobre la muestra. En la Figura 2.6 no se muestra el tubo metálico que protege al tubo piezoeléctrico.



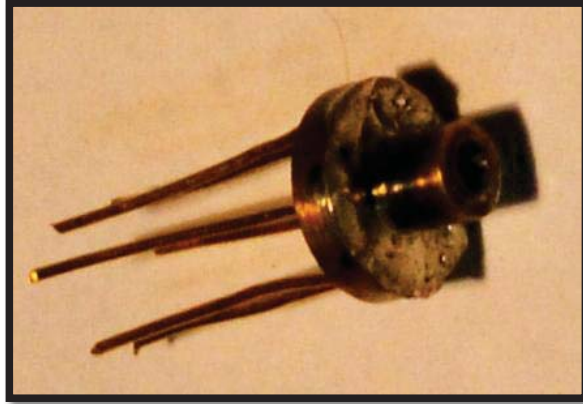
*Figura 2.6. Partes del manipulador M1. A: punta metálica; B: cabezal o portapuntas; C: esfera de zafiro; D: pedestal; E: tubo piezoeléctrico; F: asiento cerámico; G: base metálica; H: horquilla; I: montura deslizante. Por claridad, se omite mostrar el tubo de protección del piezoeléctrico.*

De este manipulador la parte más crítica fue la cabeza móvil o cabezal que lleva la punta del manipulador. El primer prototipo se muestra en la Figura 2.7. Es similar al diseñado por el grupo sueco, aunque ligeramente más grande (el diseño sueco utiliza un tubo piezoeléctrico de 2.2mm de diámetro, el nuestro es del doble, de 6.4mm de diámetro). El cabezal consiste de un cilindro de latón, con 6 alambres en forma de araña que se enganchan en la esfera de zafiro a una cierta presión. Las dimensiones físicas de todas las piezas se proporcionan en la sección de Anexos.

El maquinado del cabezal resultó difícil por su tamaño y las tolerancias requeridas. Por ejemplo, para la instalación de los alambres o patas del cabezal se requerían perforaciones de 0.254mm de diámetro (0.010"). Las brocas de este diámetro son frágiles y susceptibles a quebrarse, arruinando la pieza maquinada.

Para las patas del cabezal se pensó utilizar alambre de tungsteno, por su dureza y rigidez. Esto resultó ser problemático al tratar de soldar el alambre en sus posiciones, ya que la soldadura común de Sn/Pb no se adhiere al tungsteno. Se probó entonces con alambre de cobre con recubrimiento de oro (típicamente usado en dispositivos electrónicos, como transistores y circuitos integrados). Las 6 patas se

soldaron en la parte superior del cabezal con soldadura de estaño/plomo. Buena limpieza de las partes antes de soldar fue necesaria para un buen “mojado” de la soldadura.



*Figura 2.7. Foto del primer cabezal terminado con patas de alambre de cobre.*

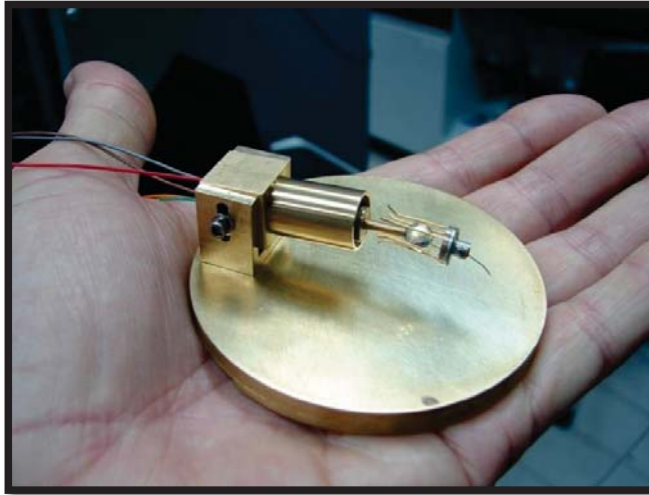
Se exploró la posibilidad de usar como rótula una esfera de carburo de tungsteno, pues también cumplía con las características requeridas: alta dureza, resistencia al desgaste, y superficie lisa. Esta idea se descartó porque el carburo de tungsteno es conductor, y su uso implicaría que el cabezal no estuviera eléctricamente aislado del resto del manipulador. Razón por la cual se decidió continuar usando esfera de zafiro en la rótula del manipulador.

Todas las uniones con pegamento epóxico requirieron de horneado para el curado entre 95°C y 100°C por media hora dentro de un pequeño horno o con pistola de aire caliente, lo que resultara más práctico en el momento.

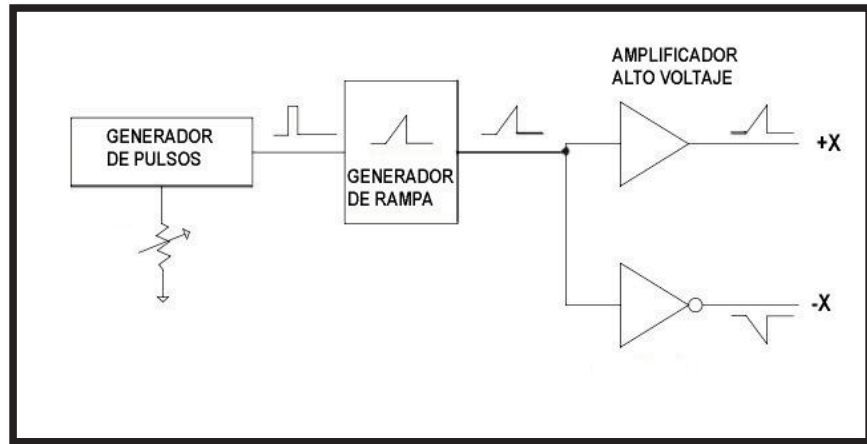
## **2.5.2 Pruebas del manipulador M1**

La Figura 2.8 muestra el manipulador M1 totalmente ensamblado sobre una platina de soporte y listo para las primeras pruebas de movimiento. Nótese que tiene colocado el tubo de protección del piezoeléctrico. En esta etapa aún no se había colocado la montura deslizante I mostrada en la Figura 1.6.

Para las primeras pruebas de movimiento se conectó el manipulador M1 al generador de pulsos que se muestra en la Figura 2.9, que es un controlador electrónico que genera pulsos de alto voltaje en forma de rampa a frecuencia variable.



*Figura 2.8 Primera versión del manipulador M1 basado en el diseño de K. Svensson [7].*



a)

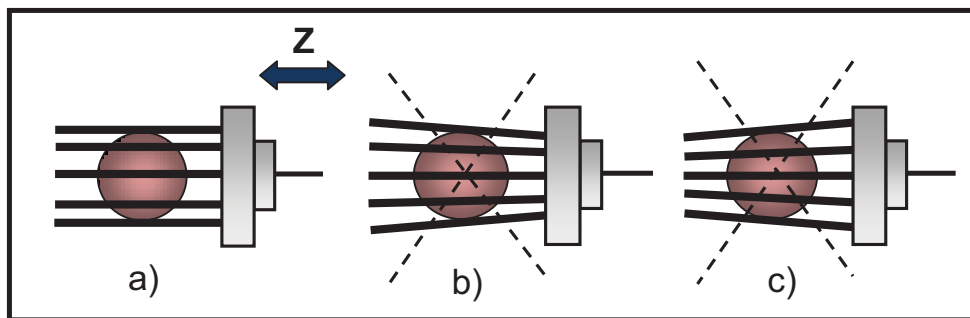


b)

*Figura 2.9. a) Diagrama de bloques de controlador electrónico utilizado para proporcionar pulsos eléctricos a los actuadores para producir el movimiento en dirección X. El circuito se repite para los ejes Y y Z. b) Aspecto del generador de pulsos fabricado en el laboratorio. Los botones rojos activan los pulsos para los movimientos en las direcciones +X (derecho), -X (izquierdo), +Y (superior), -Y (inferior). La perilla negra varía la frecuencia de los pulsos, y así la velocidad del manipulador.*

Se observó que el cabezal de 6 patas se movía de izquierda a derecha y de arriba hacia abajo según la dirección que deseada, pero no de manera reproducible, los movimientos eran intermitentes, y en algunas posiciones el cabezal parecía atorarse. Fue necesario ajustar la fuerza de fricción entre las patas del cabezal y la esfera zafiro, doblándolas apropiadamente hasta lograr un mejor movimiento. El movimiento Z de

acercamiento/alejamiento era aún más errático. Se encontró que para un desplazamiento ideal, las patas del cabezal tendrían que estar todas perfectamente paralelas, axialmente, y en una posición alrededor de un diámetro interno igual al diámetro de la esfera de zafiro. Este requerimiento es difícil ponerlo en práctica al maquinar las piezas, especialmente para una pieza tan pequeña como el cabezal. La Figura 2.10 ilustra el problema. La figura b) muestra el caso en que la posición de los alambres o patas forman un diámetro menor a la de la esfera de zafiro, y en c) el caso inverso. La geometría ideal es a), para lograr un movimiento más uniforme en ambos sentidos en la dirección Z. En b), el cabezal tendrá mayor dificultad de moverse hacia la izquierda que hacia la derecha, en cambio en c), se moverá con mayor dificultad hacia la derecha. En todos los casos suponemos que la esfera de zafiro está fija, y el movimiento del cabezal es relativo a ésta.



*Figura 2.10. Diversas geometrías de la patas del cabezal del manipulador M1. a) Representa el caso ideal para un movimiento uniforme en la dirección Z. b) y c) son configuraciones no deseadas para la geometría de las patas.*

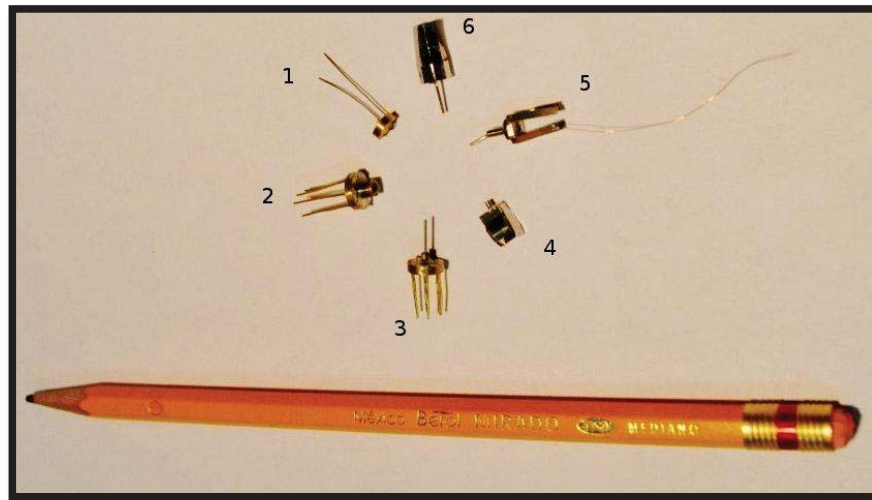
También se estudió el movimiento bajo la amplificación de un microscopio óptico. Primeramente, encontramos que los pasos individuales (proporcionando un solo pulso eléctrico) de desplazamiento del cabezal no son discernibles bajo un microscopio óptico, esto era de esperarse. Segundo, para desplazamientos de varias micras, el manipulador (cabezal) se desplazaba satisfactoriamente. Hay que aclarar que un microscopio óptico tiene muy poca profundidad de campo, por lo tanto los



movimientos de arriba/debajo (con respecto al objetivo del microscopio) provocaban que la punta rápidamente se saliera de foco y en ocasiones se perdiera su localización.

### 2.5.3 Otros diseños del cabezal de M1

Con la intención de mejorar el movimiento del cabezal, se probaron otros diseños como los que se muestran en la Figura 2.11. Algunos con patas de alambre (1,2,3), otros con laminillas de acero (4,5,6) electro soldadas en una pieza cuadrada (4,6), u octagonal (5). El uso de un pequeño tubo hipodérmico para insertar la punta metálica de tungsteno resultó práctico (3,6). En todos ellos la fricción entre el cabezal y la esfera de zafiro fue crítica y tenía que ajustarse adecuadamente doblando los alambres o laminillas. Poca fricción y el cabezal se caía por su propio peso; fricción excesiva y el cabezal se movía con dificultad.



*Figura 2.11. Variaciones en el diseño del cabezal móvil para el manipulador M1.*

Después de muchas pruebas y diversos diseños, se llegó a la conclusión que cualquier cabezal que se llegase a usar, su desplazamiento en la dirección Z estaría limitado sólo a algunos milímetros o menos. Esto pondría serias restricciones en el uso del

manipulador. La mejor solución a este problema fue proporcionarle el desplazamiento Z al manipulador M1 externamente, por medio de una platina deslizante, y no a través del cabezal. La Figura 2.12 muestra el manipulador M1 adaptado a la platina deslizante. Tiene una carrera de más de 1 cm en una sola dirección, y funciona también con actuadores piezoeléctricos a través del mecanismo “*slip-stick*”, utilizando la fricción entre pequeñas barras de acero y cerámica macor como superficies de contacto. Esta platina lineal fue previamente diseñada y construida en el laboratorio de Estructura de Superficies. Los detalles mecánicos se encuentran en la sección de Anexos al final de esta tesis.

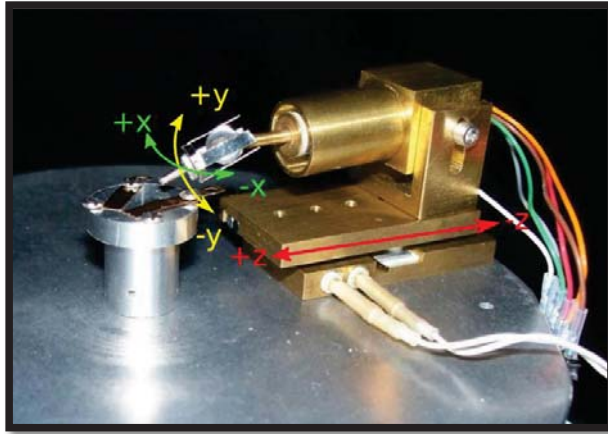


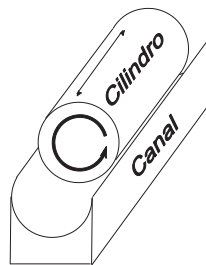
Figura 2.12. Manipulador M1 con tres grados de libertad: movimientos  $\pm X$  y  $\pm Y$  a través del cabezal, y  $\pm Z$  a través de una platina deslizante.

## 2.6 Diseño del manipulador M2

Para el diseño del manipulador M2 se buscaron alternativas basadas en el mecanismo “*stick-slip*”. Nos pareció apropiado que para el movimiento en la dirección Z se implementara el diseño del motor lineal previamente probado en nuestro laboratorio que utiliza de un par de tubos piezoeléctricos de manera parecida al

movimiento de los actuadores en los motores inchworm[11]. Este diseño se muestra en la Figura 1.6b de la sección anterior. Además, se pensó introducir elementos que permitan variar la fuerza de fricción estática que permita afinar los movimientos.

Para el caso del movimiento X y Y se pensó en un mecanismo similar al de la montura lineal que utiliza el manipulador M1 con láminas piezoeléctricas del tipo “de corte” (*shearpiezo*, en inglés) en lugar de tubos piezoeléctricos, de tal manera que se pudieran integrar 2 grados de libertad en un mismo objeto: de traslación o axial (a lo largo de su eje), y de rotación (alrededor de su mismo eje), ambos bajo la acción de la misma fuerza de fricción estática entre dos superficies, de tal manera que cualquier ajuste en la magnitud de la fricción afectaría ambos movimientos. Con esto se ideó un arreglo de láminas piezoeléctricas en tándem orientadas de acuerdo a las direcciones en que se tendrá el movimiento del cilindro. El cilindro estaría apoyado en una estructura tipo canal que sólo permite su rotación y traslación. La Figura 2.13 muestra conceptualmente el dispositivo M2 con movimientos lateral (axial) y azimutal (rotación).

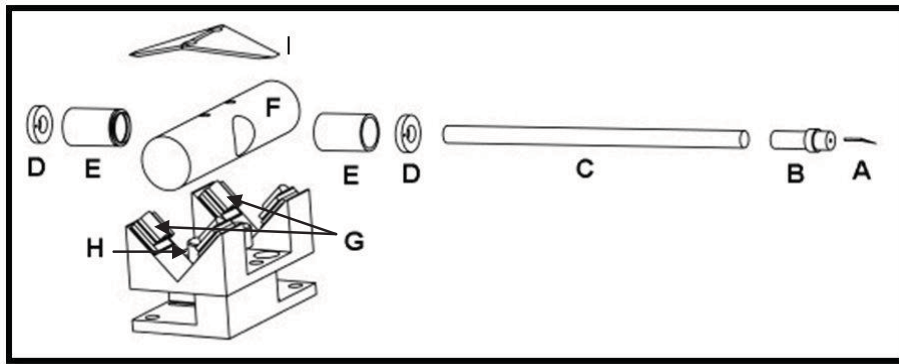


*Fig. 2.13 Cilindro con 2 grados de libertad: movimiento axial y rotacional, para implementarse con el mecanismo de “stick-slip” usando láminas piezoeléctricas.*

### **2.6.1 Construcción del manipulador M2**

Al conjuntar el concepto de la figura anterior con el movimiento del motor lineal (Figura 1.6b) obtenemos los 3 grados de libertad necesarios para posicionamiento. La Figura 2.14 muestra el diseño del manipulador M2 que se construyó con los tres grados de libertad que se requieren. Las partes C, D, E, I, forman el motor lineal (Figura 1.6b). El cilindro F descansa sobre los actuadores piezoeléctricos G, los cuales lo giran y trasladan axialmente. La altura del par de

imanes H se ajusta para variar la fuerza de fricción entre el cilindro F y los actuadores G donde descansa. La tensión de la laminilla I también se ajusta para variar la fuerza de fricción entre la barra C y los soportes D de cerámica Macor. Los tubos piezoeléctricos E se polarizan en sentidos contrarios. Cuando a uno de ellos se le aplica un pulso positivo para estirarlo, al otro tubo se aplica un pulso negativo, que lo contrae. El movimiento coordinado de estos dos piezoeléctricos desplaza la barra C hacia enfrente y hacia atrás. Son de 6.3mm de diámetro por 9.3mm de largo y sus electrodos no están seccionados.



*Figura 2.14. Componentes del manipulador M2. A: punta metálica; B: cabezal o portapuntas; C: Barra de acero pulido; D: Asientos de cerámica; E: Tubos piezoeléctricos; F: Barra de movimiento axial y rotatorio; G: piezoeléctricos; H: Tornillos con imán; I: Laminilla opresora.*

El cilindro F es de acero pulido tipo 304 de 12.3mm de diámetro. Los cables para la conexión eléctrica a los tubos piezoeléctricos se introducen por la parte inferior de F.

Como ya se mencionó, la barra F de movimiento rotatorio y axial se apoya en 4 cuatro actuadores cuyo diseño se muestra en la Figura 2.15. Son fabricados con dos láminas piezoeléctricas(C,D) orientadas con sus polarizaciones ortogonales entre sí, dos placas de cerámica de alúmina (B,E) y un soporte cerámico semicilíndrico de Macor (A) que es el punto de fricción. Para girar la barra se aplican pulsos de voltaje a las cerámicas D, y para trasladarlo, a los piezoeléctricos C.

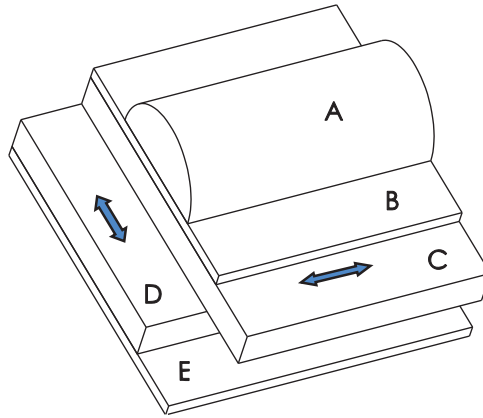


Figura 2.15. Construcción de los actuadores de M2. A: Semicilindro de macor; B y E: placas de alúmina; C y D: placa piezoeléctrica. Las flechas indican la dirección de polarización de las piezo- cerámicas.

## 2.6.2 Pruebas del manipulador M2

El manipulador terminado M2 se muestra en la Figura 2.16. Se realizaron pruebas para comprobar su funcionamiento variando los mecanismos que modifican la fricción estática. Con los tornillos con imán se buscó un punto en el cual el manipulador se moviera lo más uniformemente posible en las direcciones  $\pm X$  y  $\pm Y$ . Para la laminilla, ésta se tensionó para que aplicara suficiente fuerza normal y así aumentar la fricción entre la varilla y las arandelas cerámicas para evitar el deslizamiento de la varilla por acción de la gravedad en ángulos pronunciados.

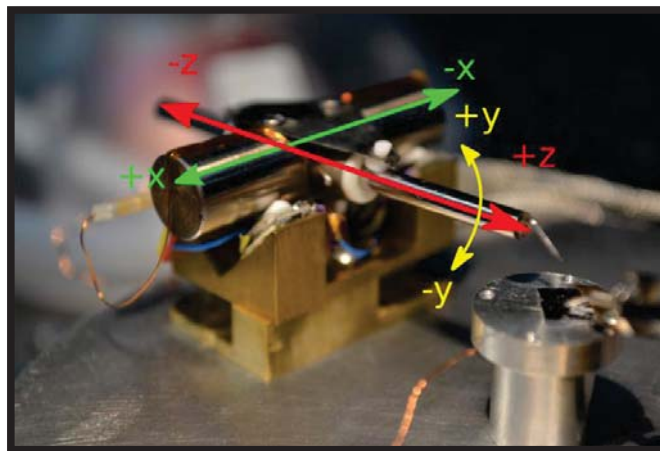


Figura 2.16 Manipulador M2 mostrando los movimientos con tres grados de libertad.

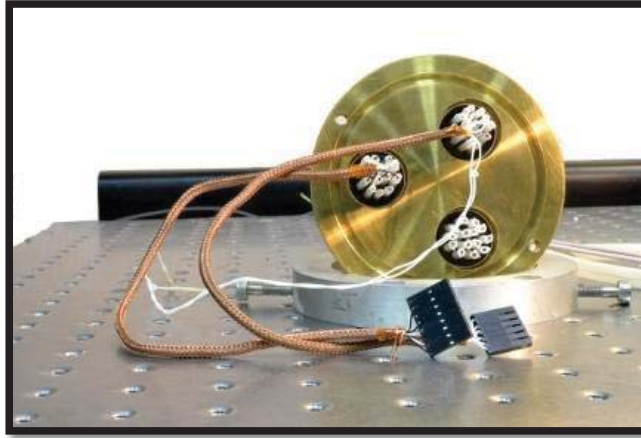
La Figura 2.17 muestra los dos manipuladores M1, M2, sobre la platina fabricada para que fuese compatible con el portamuestras del SEM. Para proceder con las primeras pruebas dentro del SEM fue también necesario fabricar una brida para los pasamuros que conducen todas las señales eléctricas del exterior (controlador) al interior (manipuladores).

La Figura 2.18 muestra la brida fabricada de una placa de latón con sello de anillo *viton*. Tiene tres pasamuros independientes de 14 conexiones cada uno, para un total de 42 conexiones eléctricas disponibles.



*Figura 2.17. Estación con los dos manipuladores M1 (derecha) y M2 (izquierda). El portamuestra se encuentra en medio de los dos manipuladores.*

Cada manipulador requiere entre 7 y 8 conexiones eléctricas, y sólo dos movimientos se pueden activar simultáneamente. Esta no es una restricción del diseño mecánico, sino de la disponibilidad de los amplificadores de alto voltaje en el controlador.

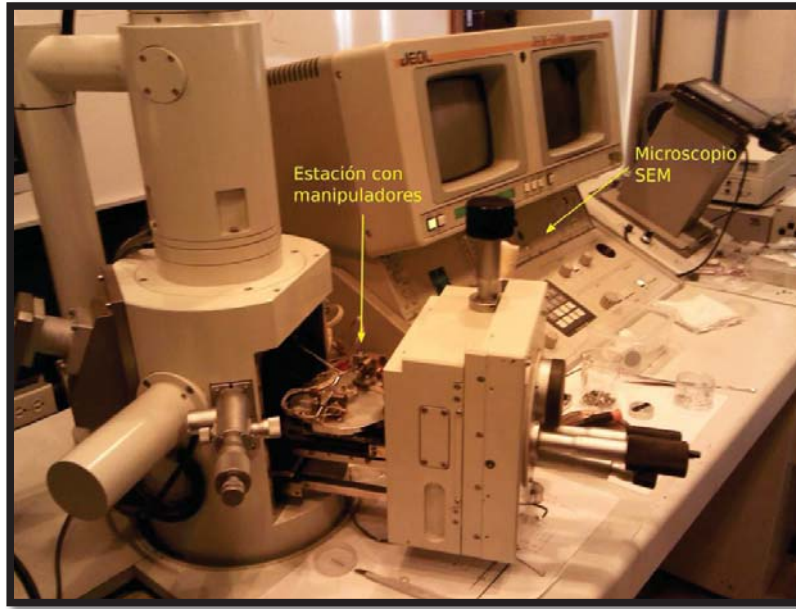


*Figura 2.18. Brida con sello de viton especialmente construida para el SEM Jeol JSM-5300. Tiene 3 pasamuros eléctricos, para un total de 42 conexiones eléctricas individuales.*

Esta brida se coloca en un puerto disponible en el lado derecho de la columna del SEM Jeol JSM-5300. Todos los cables internos son de cobre calibre 32 (AWG-32) con aislamiento de teflón [12]. El manojo de cables de cada manipulador se recubrió adicionalmente con una malla de cobre que se aterrizó físicamente.

Estos elementos se instalan temporalmente dentro del SEM como se muestra en la Figura 2.19, pues la estación de manipuladores no está pensada para que opere dentro del SEM permanentemente.





*Figura 2.19. Estación de manipuladores instalada en el carruaje portamuestras de microscopio SEM.*



# Bibliografía

- [1] Turna (Mod: 4000) and mill (5400) SherlineProducts, Inc., Vista CA, EUA.
- [2] DCC Corp., Pennsauken, NJ, EUA.
- [3] Hotspot II TC Welder, Allied High TechProducts, Inc. CA, EUA.
- [4] LCA-4LV y BA-5, Bacon Industries, OK, EUA.
- [5] Fabricantes de posicionadores: Omicron NanoTechnology GmbH, <http://www.omicron.de/en/products/4-probe-spm>; Zyvex Corp. <http://www.zyvex.com>; Kleindiek Nanotechnik, [www.nanotechnik.com](http://www.nanotechnik.com).
- [6] Magnus Hummelgard. "*In-situ TEM Probing of Nanomaterials*". Mid Sweden University, 2009. (Tesis doctoral). [www.miun.se/en/personnel/MagnusHummelgard/](http://www.miun.se/en/personnel/MagnusHummelgard/)
- [7] K. Svensson, Y. Jompol, H. Olin, E. Olsson. Compact design of a transmission electron microscope-scanning tunneling microscope holder with three-dimensional coarse motion. *Review of Scientific Instruments*, 74:4945, 2003.
- [8] EBL-2 Piezotube and piezo plate, StaveleySensors, Inc. <http://www.eblproducts.com>
- [9] Synthetic Sapphire Sphere, Small Parts, Inc.
- [10] MACOR, Morgan Ceramics.
- [11] Véase: [http://en.wikipedia.org/wiki/Inchworm\\_motor](http://en.wikipedia.org/wiki/Inchworm_motor).
- [12] Wire Model: HW2840/7, Omega Engineering, Inc.

# 3 Resultados y discusión

## 3.1 Introducción

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos con los manipuladores M1 y M2. Primero, pruebas de contacto eléctrico en un circuito integrado. Posteriormente mediciones eléctricas en un transistor, así también los resultados de realizar pruebas eléctricas sobre una oblea de silicio. Posteriormente se presenta una sencilla caracterización de los desplazamientos de las sondas con la estación dentro del SEM. Finalmente se presentan experiencias de manipulación y mediciones eléctricas sobre nanotubos de carbono realizadas bajo un microscopio óptico y dentro del SEM.

## 3.2 Pruebas sobre un circuito integrado (CI)

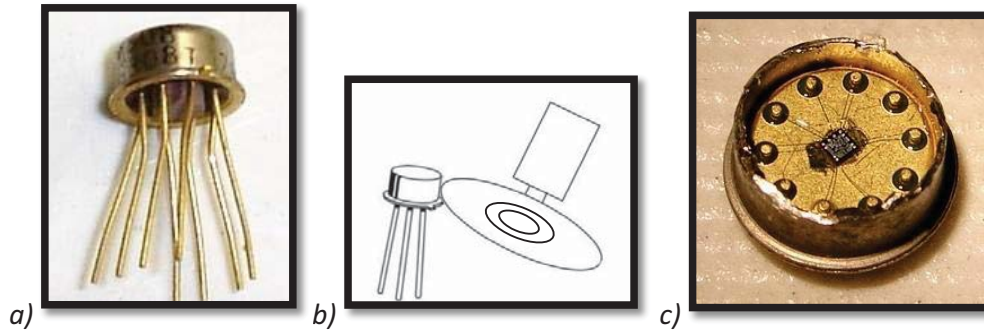
**Tipo de prueba:** posicionamiento.

Las primeras pruebas de posicionamiento se hicieron sobre la oblea de silicio (“*chip*”) o circuito integrado (CI) de un amplificador diferencial, el LM733CH de National Semiconductor [1]. Para exponer el circuito interno del dispositivo se removió el encapsulado metálico tipo TO5 con un pequeño disco de corte (Figura 3.1), teniendo cuidado de no dañar el circuito semiconductor, dejando expuestos el circuito y los cables de oro que lo conectan, como se muestra en la Figura 3.2. El CI se colocó sobre la platina de un microscopio óptico modelo Olympus CH30, junto con el manipulador M1 (Figura 3.12). Las imágenes y video se adquirieron con una videocámara comercial Sony Handycam que se adaptó al ocular del microscopio.

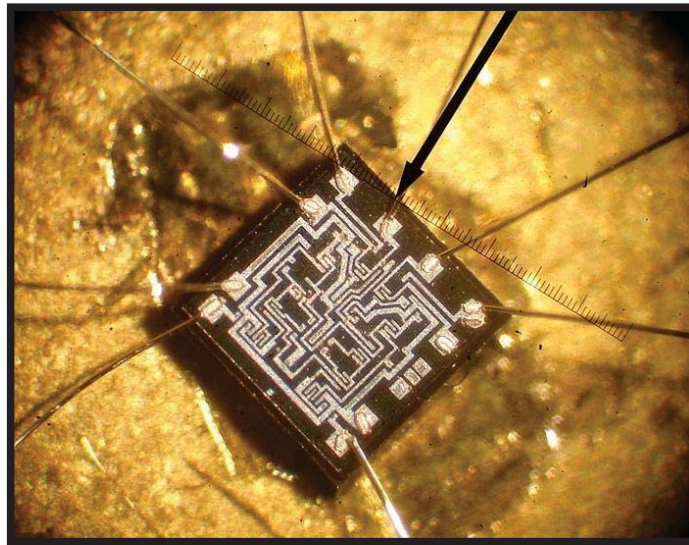
La Figura 3.3 muestra una secuencia de imágenes donde la punta de tungsteno del manipulador M1 se posiciona sobre pistas individuales. Se estimó que el ancho de una pista metálica es de aproximadamente  $14\mu\text{m}$ . La punta del manipulador está desenfocada debido a la baja profundidad de campo del microscopio óptico, lo que presenta una dificultad al momento de estimar la posición vertical de la punta. El

microscopio electrónico SEM no tiene este problema debido a su amplia profundidad de campo.

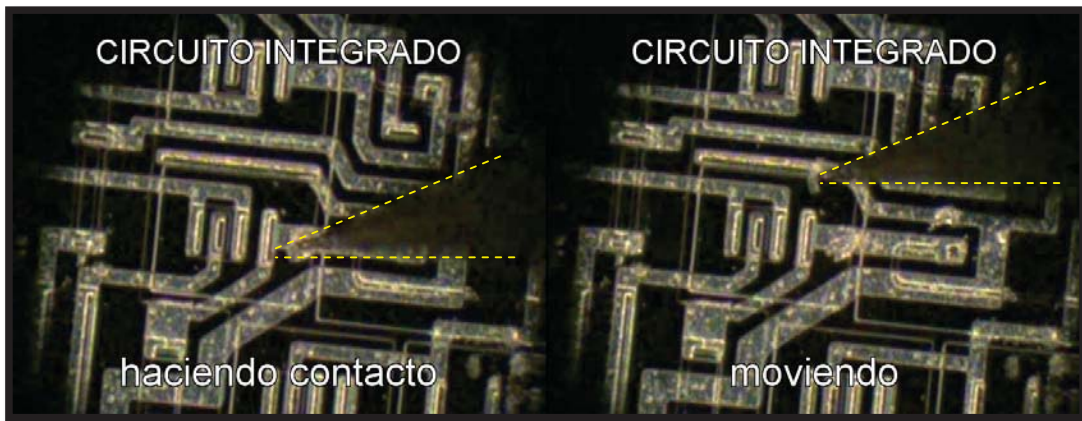
En esta primera prueba el manipulador se comportó razonablemente bien, quedando demostrada su capacidad para establecer contactos eléctricos, cuando menos a esta escala micrométrica.



*Figura 3.1 a) Encapsulado metálico tipo TO5 del amplificador diferencial LM733CH; b) Procedimiento de remoción del encapsulado con disco abrasivo; c) Aspecto del interior del dispositivo electrónico.*



*Figura 3.2 Circuito integrado del amplificador diferencial LM733CH sobre el que se realizaron las primeras pruebas de posicionamiento. El área del CI ("chip") es de aproximadamente 1mm x 1mm.*



*Figura 3.3 Imágenes tomadas bajo un microscopio óptico mostrando la punta del manipulador M1 haciendo contacto en dos puntos de un circuito integrado. Las líneas amarillas delinean el perfil de la punta del manipulador.*

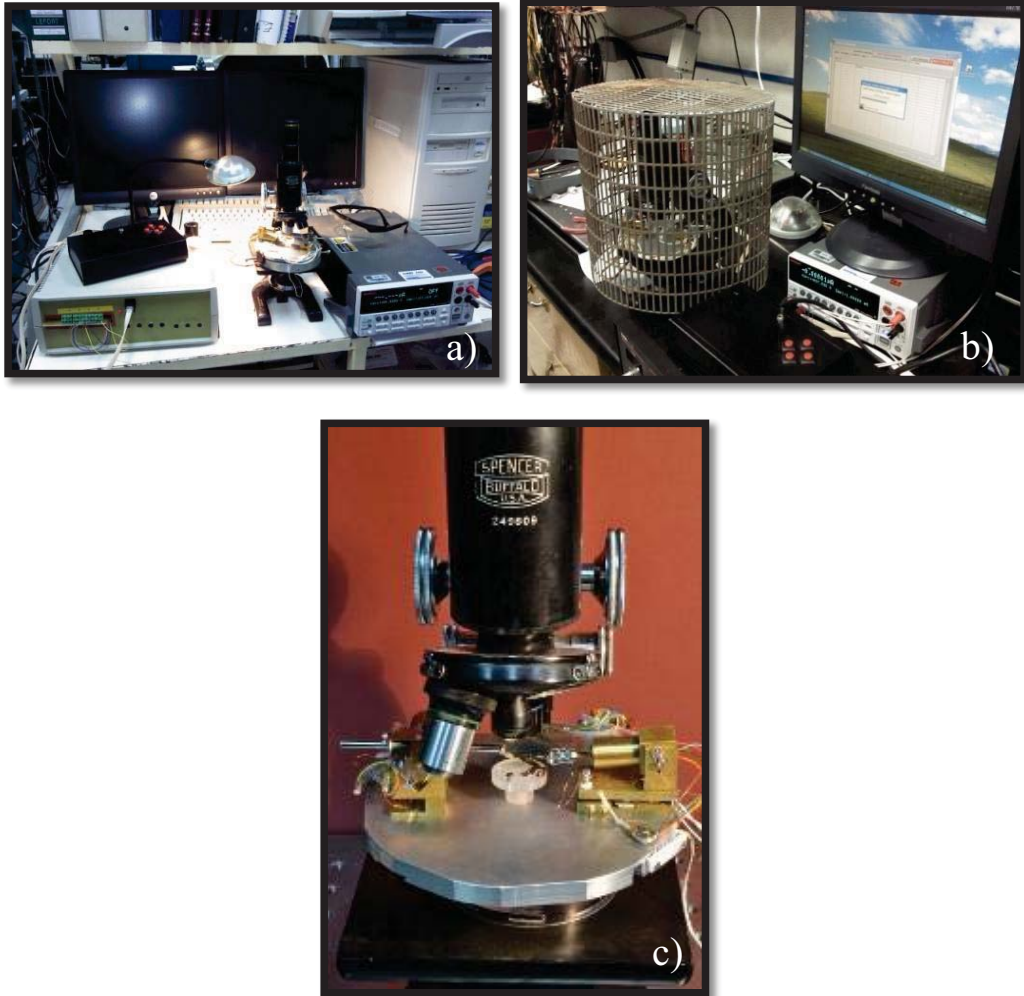
### 3.3 Pruebas en un transistor

**Tipo de prueba:** posicionamiento y caracterización eléctrica.

Para esta prueba se seleccionó el CI del transistor bipolar 2N4047 tipo NPN con encapsulado TO-39 [2]. Este dispositivo, por tratarse de un transistor, es más sencillo que el amplificador descrito anteriormente, sólo consta del emisor, base, y colector.

Igual que el amplificador, se removió el encapsulado metálico con un disco de corte y se fijó el transistor en el porta muestras de la estación de manipulación, bajo el microscopio óptico marca Spencer con objetivos x10, x25. En esta ocasión se probaron los dos manipuladores, M1 y M2, sobre la misma platina. Las puntas de los manipuladores se conectaron a la unidad de caracterización marca Keithley modelo SMU2400 [3]. Esta unidad, a través de un programa para PC, se utiliza para la adquisición de curvas tipo  $I-V$  de dispositivos.

Video e imágenes fueron adquiridas con una cámara CCD adaptada al ocular del microscopio, y almacenadas en computadora utilizando software especializado. La Figura 3.4 muestra el arreglo experimental para este experimento en particular. Se muestra la estación de manipuladores montada en el microscopio óptico, la unidad Keithley de caracterización, unidad de pulsos eléctricos, etc.

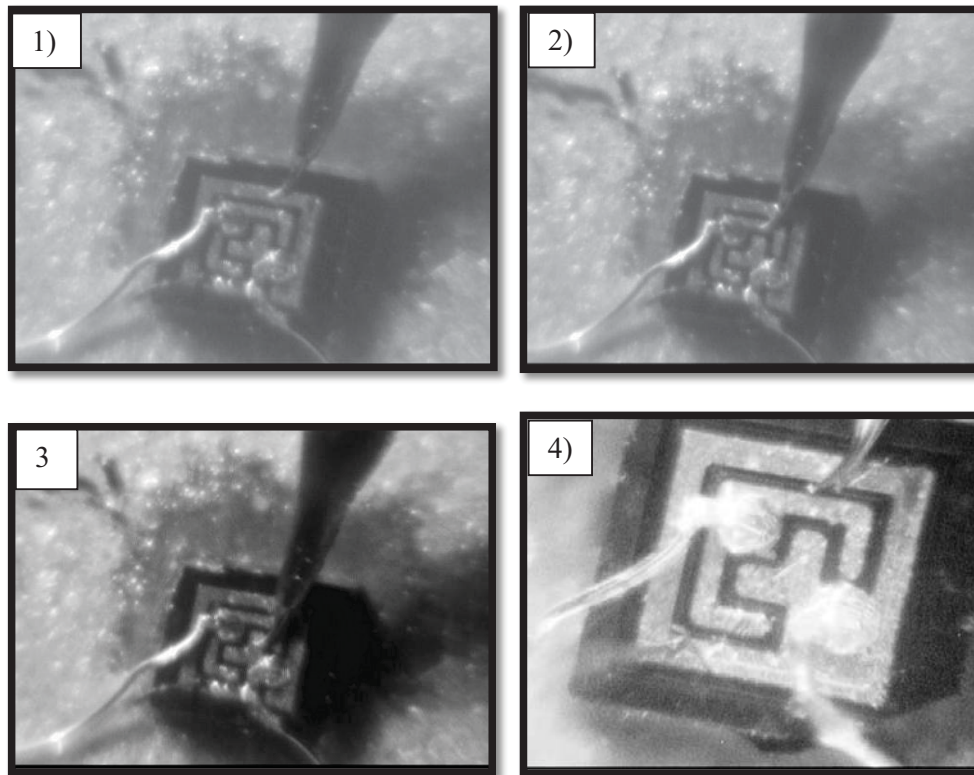


*Figura 3.4 a) Elementos y configuración del equipo para la caracterización de transistor; b) Igual que a) pero con jaula de Faraday colocada para disminuir el ruido en las señales de baja intensidad; c) Microscopio óptico con la estación de manipuladores.*

En la Figura 3.5-4) se muestra la disposición de los electrodos del circuito integrado del transistor. Un electrodo externo con geometría cuadrada rodea el dispositivo, el electrodo interno en forma de “Y” forma es una extensión de este mismo electrodo. Le sigue otro electrodo interno en forma de cuadrado truncado. En 1) la punta hace contacto sobre el electrodo exterior, en 2) la misma punta sobre el electrodo interior, en 3) la punta se sitúa sobre la pista “Y”. En 4) la punta se sitúa en una parte intermedia de las pistas. No se pudo asegurar que no está haciendo contacto con



alguno de los electrodos que la rodean. La Figura 3.6 muestra las mediciones eléctricas que se tomaron en todos los puntos de contacto de la Figura 3.5.



*Figura 3.5 Imágenes que muestran diferentes posiciones de contacto en donde se realizaron las mediciones eléctricas del transistor. La punta superior es del manipulador M1. La punta del manipulador M2 está posicionada en la parte inferior izquierda (fuera de foco) haciendo contacto permanente en el electrodo externo (emisor).*

De las curvas 1,3 y 4 de la Figura 3.6, se puede inferir que la punta hace contacto puramente resistivo en el dispositivo, y no se está polarizando ningún elemento del transistor. En realidad, los dos manipuladores están haciendo contacto con el mismo electrodo (emisor) pero en diferentes posiciones de la metalización. Por otro lado, la curva 4 muestra claramente el comportamiento típico de un diodo que conduce cuando la unión  $pn$  se hace más positiva que  $+ 0.7V$ , y no conduce para polarización inversa. Para esta curva el manipulador M2 está haciendo contacto con el emisor ( $n$ ), y M1 con la base ( $p$ ).

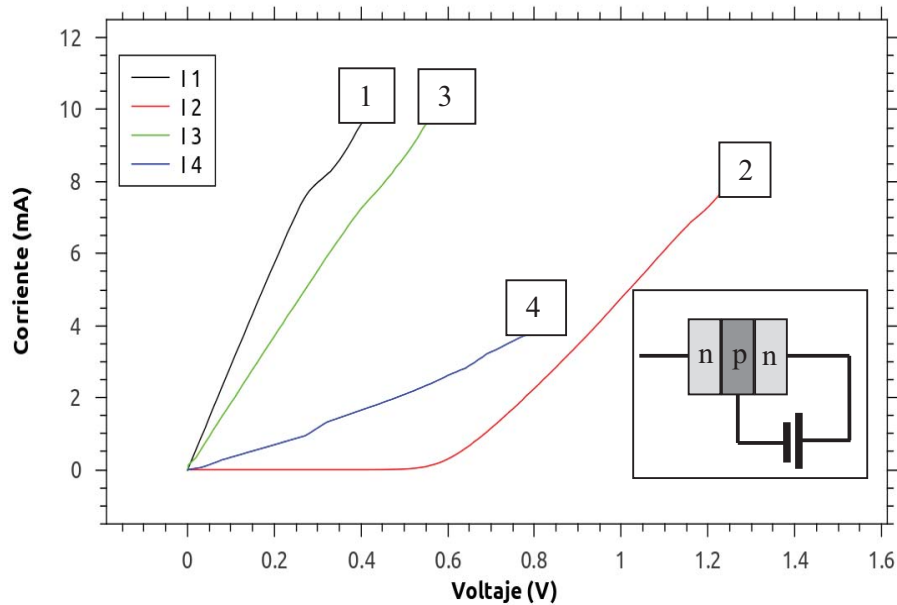


Figura 3.6 Curvas de I-V del transistor 2N4047 para diferentes posiciones de contacto de los manipuladores sobre el transistor (ver Figura 3.5). Curvas 1,3,4 muestran un comportamiento resistivo. En curva 2 el comportamiento es el típico de un diodo (unión np del recuadro) de silicio polarizado directamente, con un voltaje de brecha de energía cercano a 0.7V.

La Figura 3.7 muestra las curvas I-V de la unión np (emisor-base) de dos transistores, pero del mismo tipo 2N4047. En uno de ellos se conservó el encapsulado metálico, y el contacto se hizo con las respectivas patas del dispositivo. Para el otro transistor, el encapsulado fue removido y el contacto se hizo con los manipuladores. Las curvas muestran un comportamiento similar para los transistores, la ligera diferencia se puede explicar por el hecho de que, aunque los dos transistores son del mismo tipo 2N4047, existen diferencias de manufactura, i.e., ningún par de transistores son idénticos.

Durante los experimentos descritos con anterioridad, se encontró que al polarizar el transistor con un alto voltaje, éste emite luz en el espectro visible en las regiones de la unión emisor-base (pn). La Figura 3.8 muestra dos imágenes de este fenómeno. En a), no hay voltaje aplicado a la unión, mientras que en b) se aplica un voltaje superior a 100V.

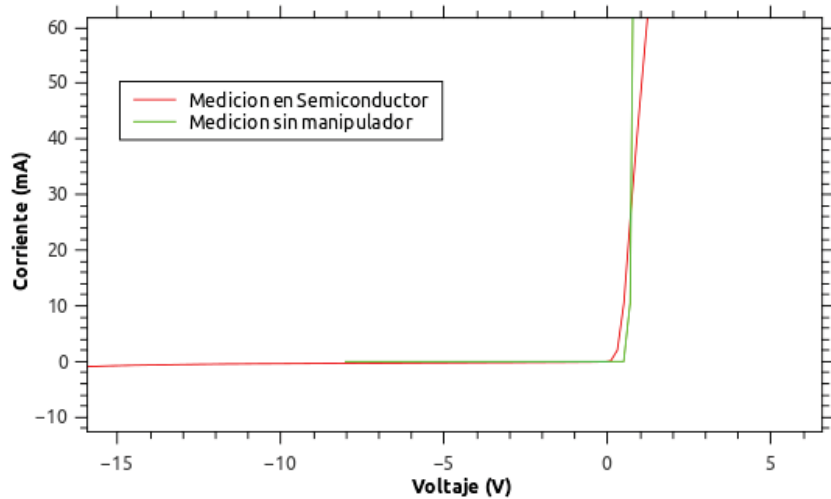
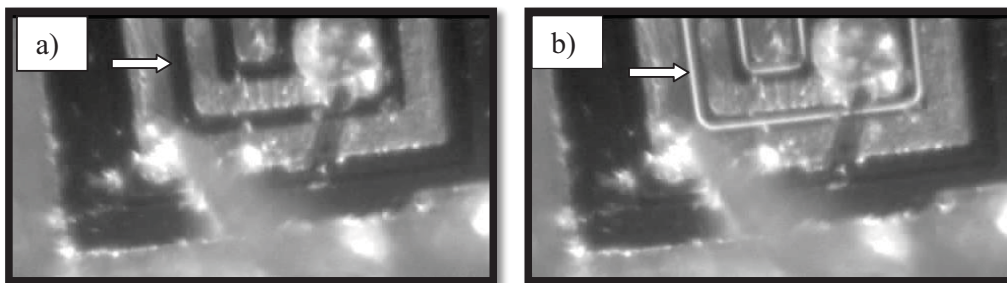


Figura 3.7 Curvas I-V tomadas con la SMU Keithley 2400 sobre el transistor 2N4047, una medición fue hecha directamente con las patas del transistor (sin manipulador) y la otra sobre el semiconductor con ayuda de los manipuladores (“en semiconductor”).

La zona de emisión (líneas brillantes) se señala con una flecha, y está claramente limitada a la región de la unión *np* del transistor. El alto voltaje crea un campo eléctrico intenso en la unión, propiciando una mayor recombinación de los portadores de carga, huecos y electrones. En esta recombinación los electrones pasan de un nivel de mayor energía a otro de menor energía, resultando en la emisión de fotones.



a) b)

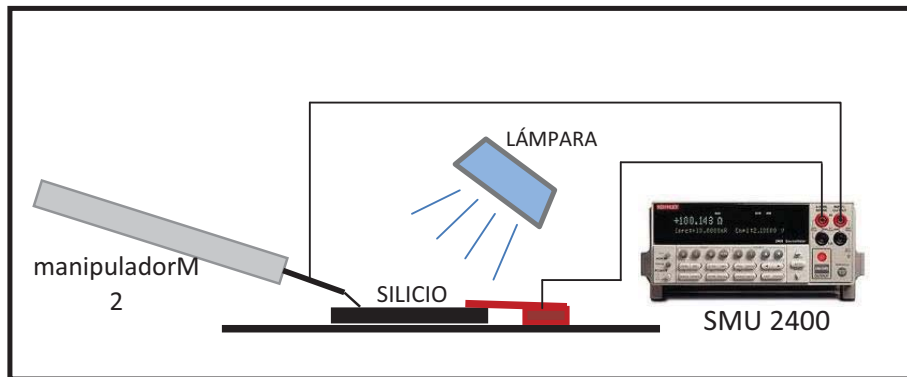
Figura 3.8 Aplicación de alto voltaje a la unión *pn*. El transistor emite luz visible cuando se aplican potenciales excesivos (>100V); a) transistor sin emisión; b) transistor emitiendo luz.



### 3.4 Pruebas sobre una oblea de silicio

**Tipo de prueba:** posicionamiento y caracterización eléctrica.

Un material semiconductor se caracteriza por la existencia de una brecha de energía que separa los niveles de la banda de valencia (BV) y de la banda de conducción (BC). Cuando se ilumina el semiconductor, algunos electrones serán excitados con la energía suficiente para brincar de la BV a la BC, estableciendo así una corriente medible que será mayor cuanto más intensa sea luz incidente. En este experimento, la punta de tungsteno del manipulador M2 se conecta a la unidad SMU y está en contacto con la superficie de una oblea de silicio, ésta a su vez tiene otro contacto eléctrico con una laminilla de cobre conectada a la SMU para cerrar el circuito. En la Figura 3.9 se muestra esquemáticamente el arreglo experimental.



*Figura 3.9 Arreglo experimental para la obtención de las curvas I-V para una oblea de silicio.*

Las curvas de  $I$ - $V$  se adquirieron bajo las siguientes condiciones de iluminación sobre la muestra:

**Curva 1:** Con iluminación normal del laboratorio (lámparas fluorescentes).

**Curva 2:** Con iluminación de una lámpara de halógeno (filamento caliente) de alta intensidad directamente sobre la muestra, aproximadamente a 30 cm de separación.

### Curva 3: Medición en la obscuridad.

Las curvas que se obtuvieron se muestran en la Figura 3.10, donde claramente se observa el efecto de la luz incidente en la corriente a través del material. Cuando el material no se ilumina, la corriente detectada es muy baja (<4nA), y está limitada por la resistividad del. Cuando se ilumina intensamente la corriente llega a aumentar hasta 20nA para los mismos potenciales aplicados. Se observa también la zona de la brecha de energía del material.

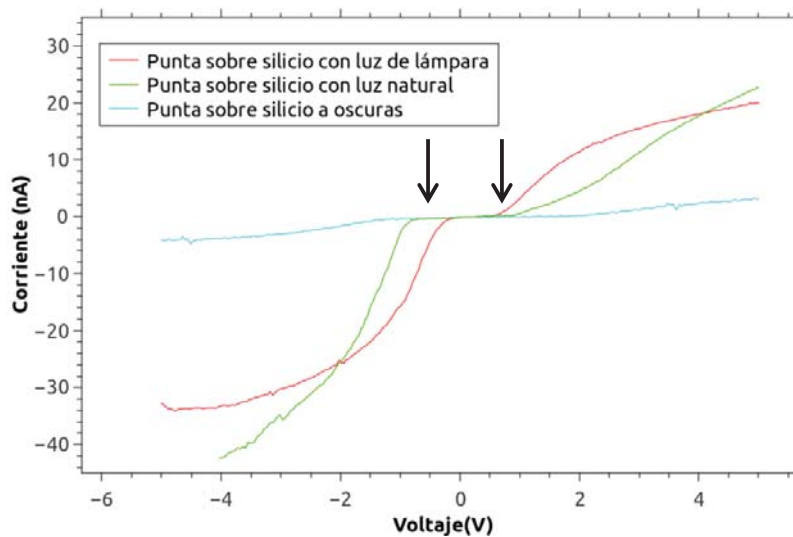


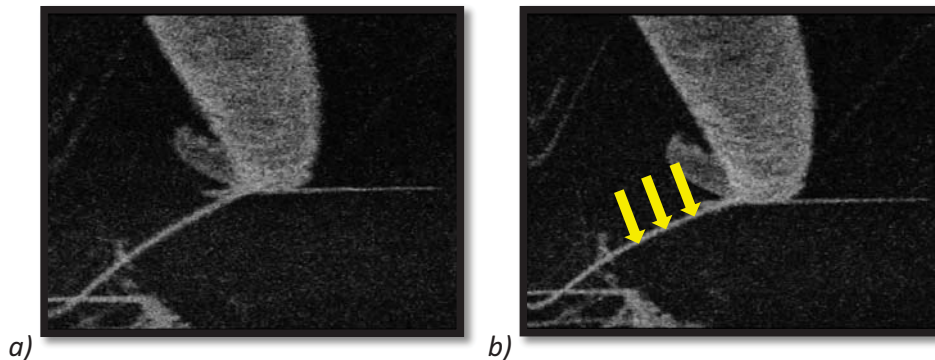
Figura 3.10. Mediciones de curvas I-V usando el manipulador M2 sobre una oblea de silicio con diferentes condiciones de iluminación. La región debido a la brecha de energía del silicio se indica entre las flechas.

## 3.5 Manipulación de una nanoestructura

**Tipo de prueba:** manipulación en un SEM.

La primera prueba realizada dentro del microscopio de barrido (SEM) consistió en acercar la punta del manipulador a un sustrato donde se crecieron nanoalambres de ZnO, tocar y flexionar una de esas nanoestructuras. Fue necesario contar con la amplificación que nos proporciona el SEM simplemente por el tamaño del objeto que

se quería manipular, lo que no hubiera sido posible bajo un microscopio óptico. La Figura 3.11 muestra cuando la punta del manipulador toca y empuja la nanoestructura, flexionándola. Desafortunadamente no se tomaron medidas eléctricas durante este experimento.



*Figura 3.11 Punta de tungsteno dentro del microscopio de barrido electrónico haciendo contacto y flexionando un nano alambre de ZnO.*

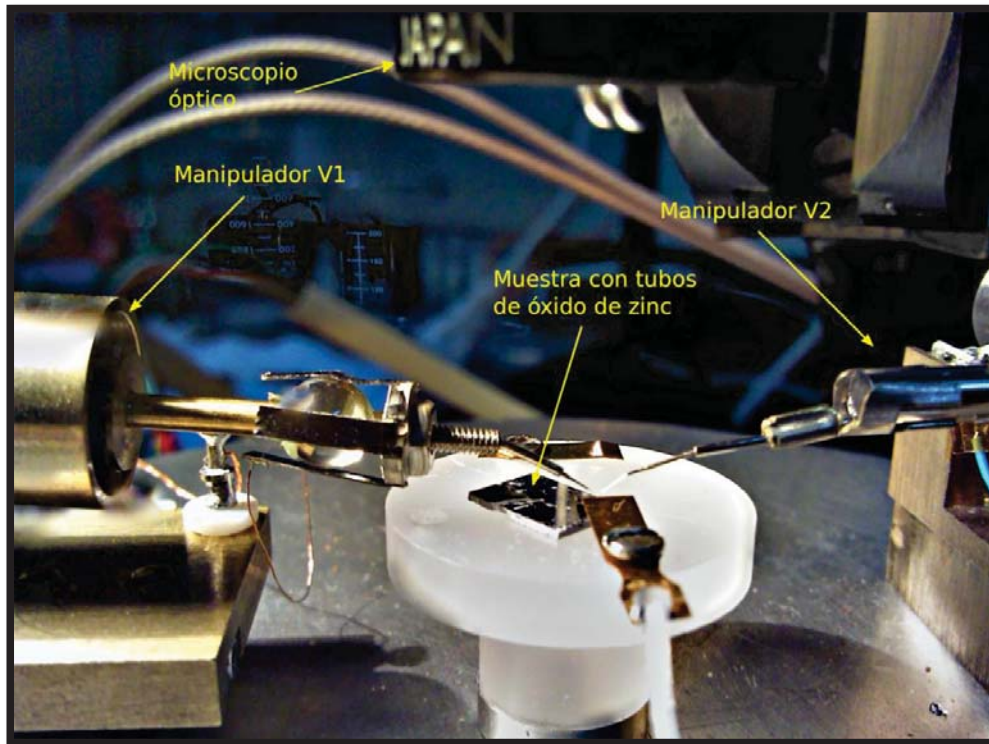
### 3.6 Manipulación de una microestructura

**Tipo de prueba:** manipulación bajo un microscopio óptico con dos manipuladores.

Aquí se describe la prueba de manipulación de una microestructura con la ayuda de un microscopio óptico en el arreglo experimental que se muestra en la Figura 3.12, con la platina de la estación de manipuladores montada bajo el microscopio. En este caso, el substrato es un fragmento de una oblea de silicio sobre el cual se dispersaron micro cristales de óxido de zinc crecidos por CVD.

El protocolo experimental fue el siguiente: 1) ubicar en el substrato la micro estructura del tamaño adecuado; 2) estando la punta del manipulador dentro del campo de visión del microscopio, acercarla lentamente al alambre; 3) tocar suavemente el alambre para que se adhiriera a la punta del manipulador; 4) levantar la punta con el micro cristal; y 5) hacer contacto con la segunda punta. En nuestra experiencia ubicar el alambre entre las puntas se logró después de varios intentos sobre diferentes alambres. Aquí tenemos que atenernos a que las fuerzas de

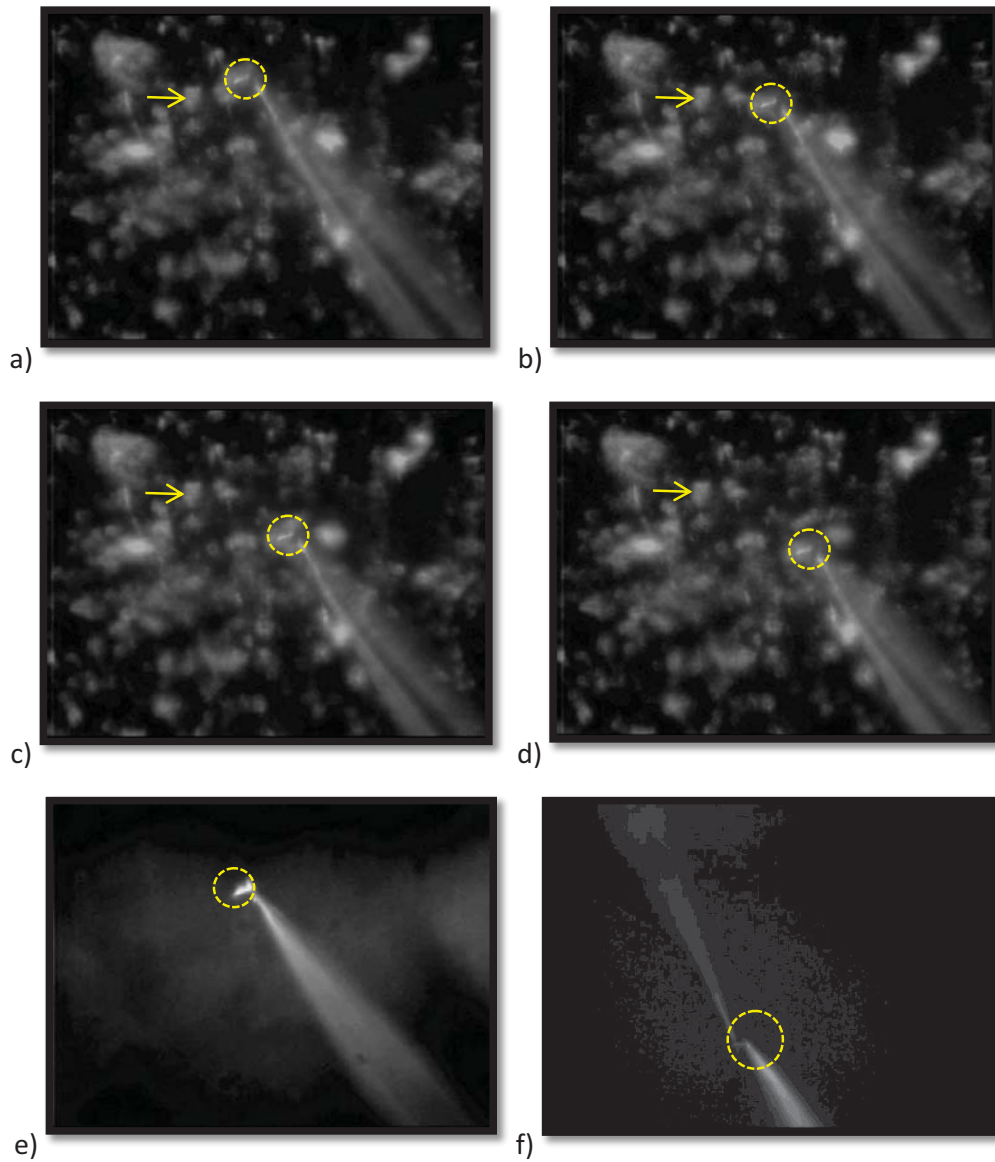
capilaridad por la humedad en el ambiente, o las fuerzas electrostáticas tipo van der Waals [4] actúen para que la microestructura se adhiera a la punta.



*Figura 3.12 Pruebas realizadas en microscopio óptico.*

En la Figura 3.13 se presenta una secuencia de imágenes que muestran el proceso de manipulación de una micro estructura ZnO. En a) se adhiere a la punta, y se desplaza la punta (b-d) y luego se levanta del sustrato (e). En f) la punta del segundo manipulador hace contacto con la primera. Es difícil discernir a esta ampliificación en qué momento la segunda punta toca la micro estructura. Para experimentos de este tipo definitivamente la ayuda del SEM es recomendable.

También se intentó llevar a cabo mediciones eléctricas cuando se llegó al punto mostrado en f), pero las mediciones no fueron concluyentes por las variaciones tan abruptas de la señal. Este comportamiento lo atribuimos a que el contacto entre punta y material no fue lo suficientemente estable.

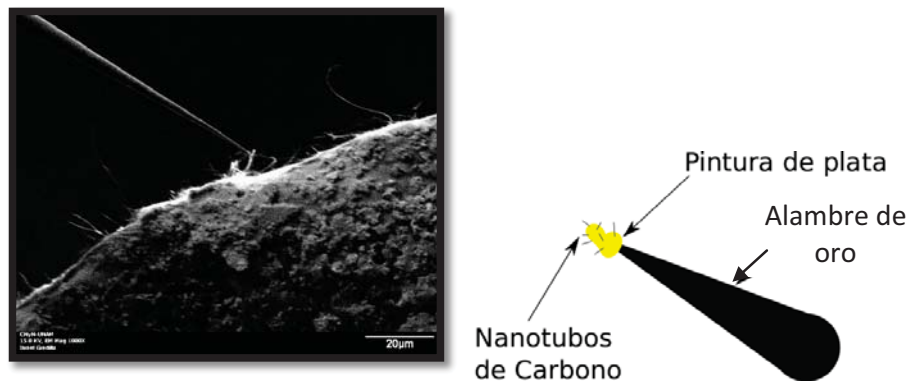


*Figura 3.13 Pruebas realizadas en microscopio óptico. El substrato contiene micro estructuras de ZnO dispersas; a) se toca un alambre de la muestra y b)-d) se desplaza para aislarlo del resto. e) se levanta la punta y f) se acerca la otra punta del manipulador.*

### 3.7 Mediciones eléctricas en nanotubos de carbono

El propósito de este experimento fue llevar a cabo mediciones eléctricas en nanotubos de carbono. Para los experimentos se preparó una muestra con nanotubos de la siguiente manera.

A un alambre de oro de 0.25mm de diámetro se le hizo un corte a 45° con tijeras, procurando jalar a la vez que se cortaba para propiciar la formación de una punta, aprovechando la alta ductilidad del oro. Después se depositó una pequeña gota de pintura de plata sobre un “vidrio de reloj” y se dejó secar por un par de minutos para que se evaporara parcialmente el solvente y adquiriera una consistencia espesa. Con la punta del alambre de oro se tocó el pegamento de plata y después la madeja de nanotubos de carbono. Las puntas así preparadas se evaluaron visualmente con el microscopio óptico, y se escogieron aquellas que no tuvieran una excesiva cantidad de “pelambre” de nanotubos. La Figura 3.14 muestra una imagen de SEM de los nanotubos en un alambre de oro preparados de la manera antes descrita.



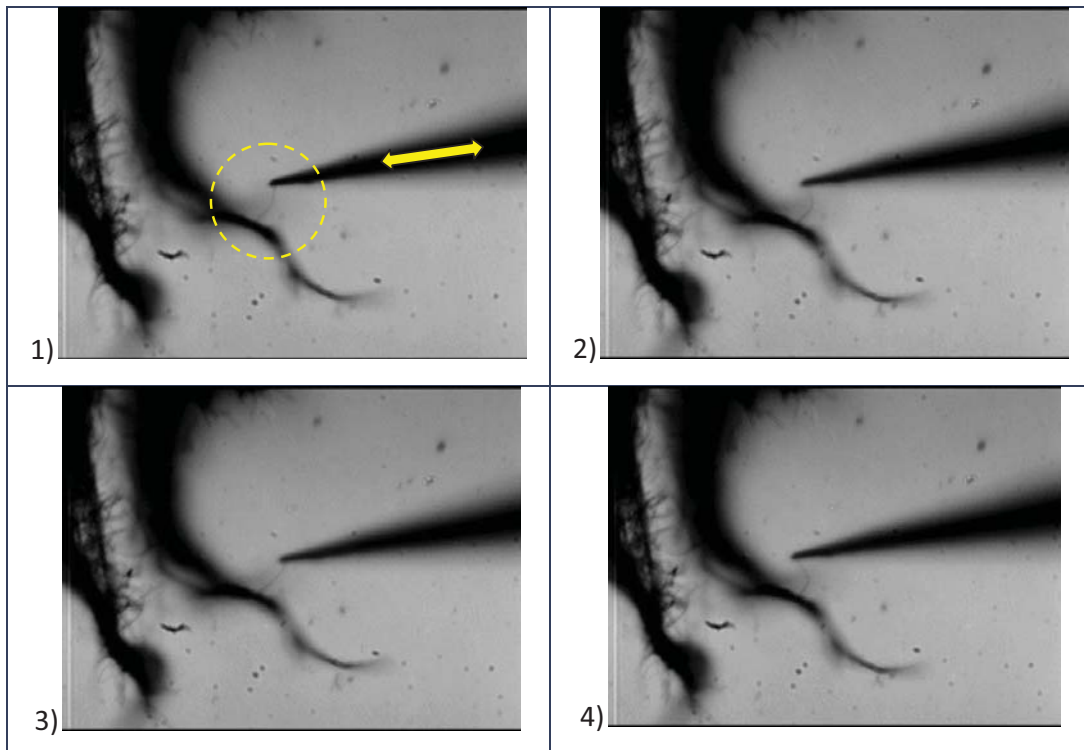
*Figura 3.14 Micrografía de SEM de la muestra con nanotubos de carbono adheridos a un alambre de oro. Los hilos delgados son nanotubos de carbono que sobresalen del pegamento de pintura de plata.*

El alambre de oro con la muestra de nanotubos se colocó al manipulador M1, y con ayuda del microscopio óptico se seleccionó una zona donde hubiera algún manojito de nanotubos relativamente aislado de los demás. Una segunda punta, esta vez de

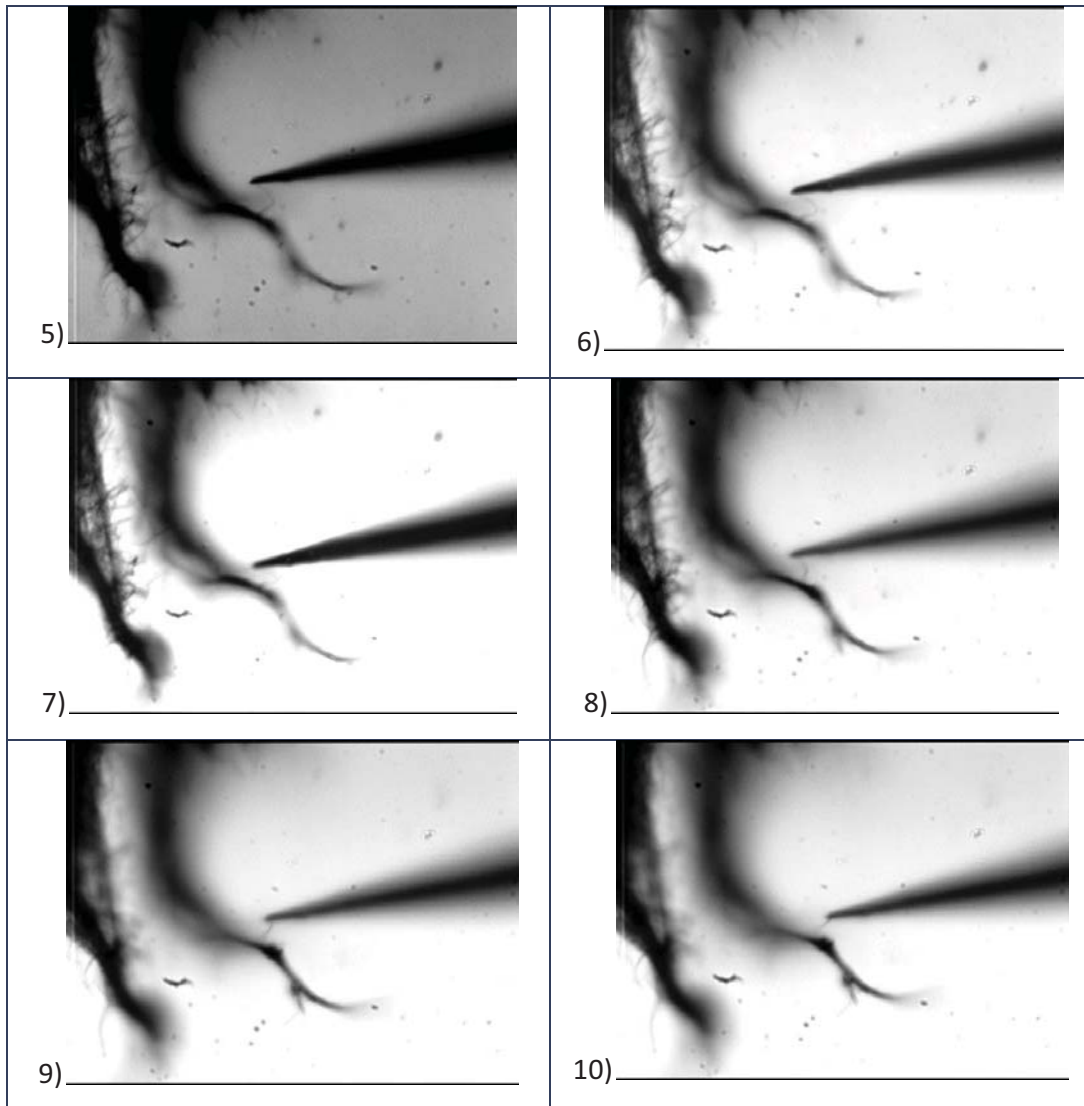
tungsteno montada en el manipulador M2 se aproximó al manojo de nanotubos seleccionado, monitoreando simultáneamente la resistencia del circuito. Una caída súbita de la resistencia nos indicaría el contacto.

Cuando se logró el primer contacto punta-nanotubos se tomó la primera fotografía y se realizó una medición barrido corriente-voltaje ( $I-V$ ) con la unidad de adquisición SMU-2400. Al final de esta primera medición eléctrica se movió la punta del manipulador M2 de forma que flexionara los nanotubos y se realizó nuevamente una medición corriente-voltaje. Se repitió el proceso para varios grados de flexión del manojo de nanotubos, doblándolos y jalándolos, aprovechando que los nanotubos se adherían fuertemente a la punta.

La Figura 3.15 muestra la secuencia de imágenes tomadas con el microscopio óptico, y en la Figura 3.16 las curvas de  $I-V$ .



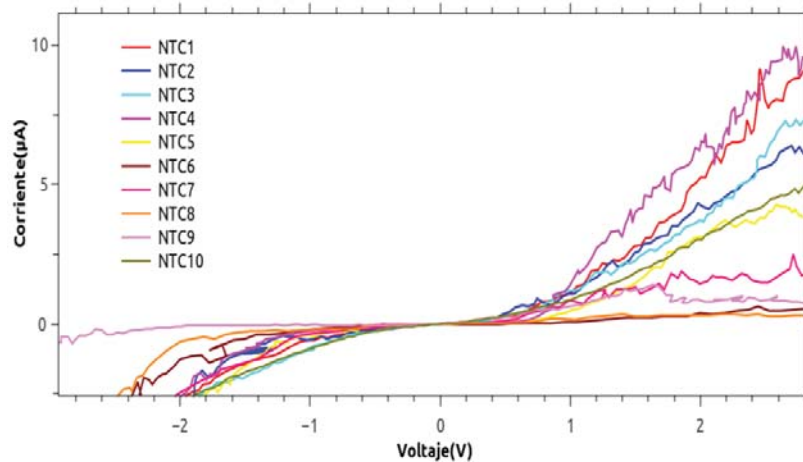




*Figura 3.15 Secuencia del proceso de “doblar-jalar” un manojo de nanotubos de carbono pegados en un alambre de oro en M1 y manipulados con M2. La punta del manipulador M2 se aproximó por la derecha.*

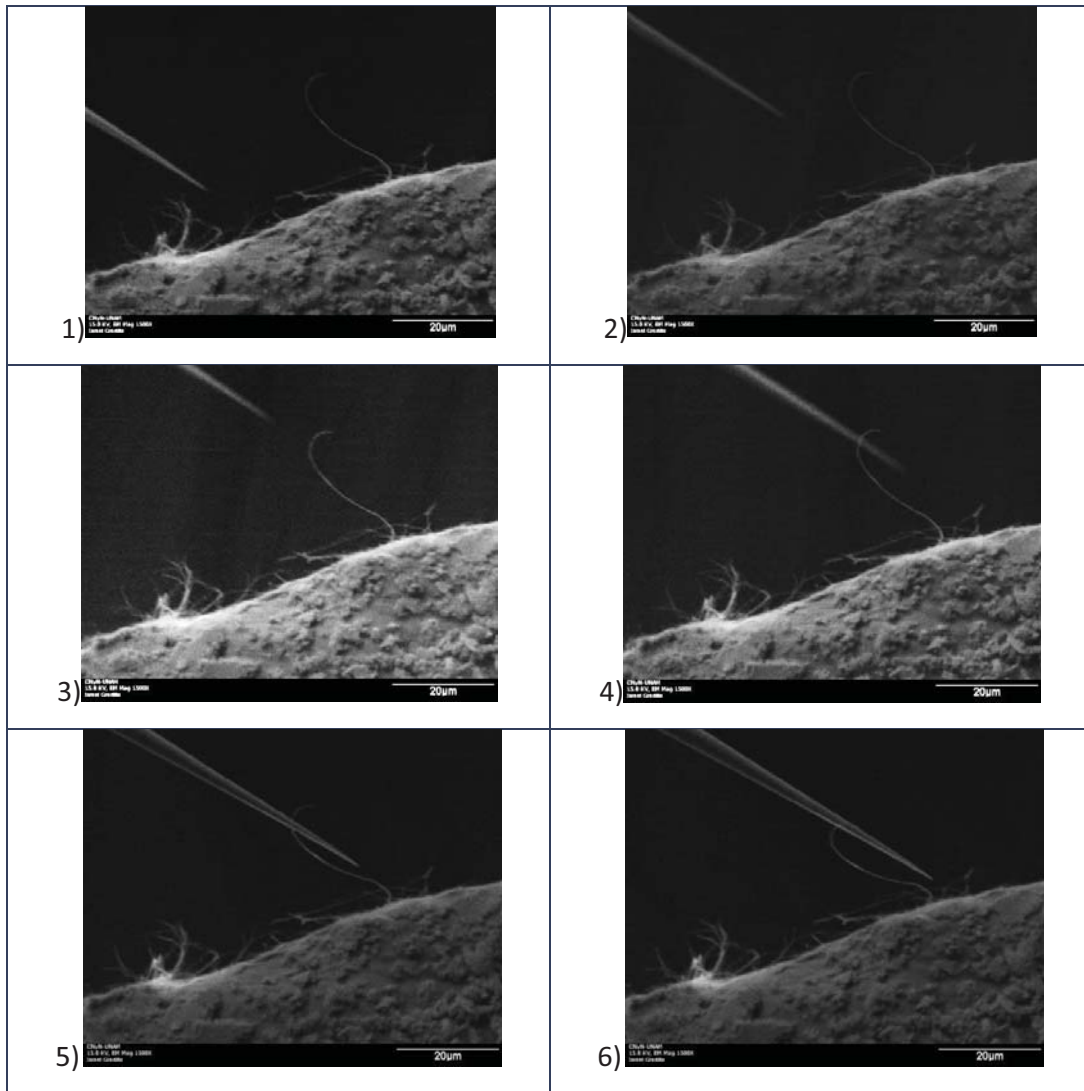
También se repitió el experimento con nanotubos dentro del SEM. Se preparó una punta con nanotubos de carbono como las descritas anteriormente, y se eligió una con pocos nanotubos adheridos a la pintura de plata para realizar una exploración in-situ con el SEM. Por la estimación de los diámetros muy probablemente que los nanotubos encontrados son tipo multipared.





*Figura 3.16 Curvas I-V de un manojito de nanotubos de carbono tomadas para diferentes curvaturas.*

Se seleccionó uno de ellos para empezar el acercamiento con la punta del manipulador. La Figura 3.17 muestra la secuencia, donde la punta de tungsteno aparece del lado izquierdo superior y se mueve hacia la derecha para tocar una estructura de nanotubos en forma de “s”. En la imagen 4) la punta se encuentra detrás del nanotubo, y en 5) y 6) enfrente.



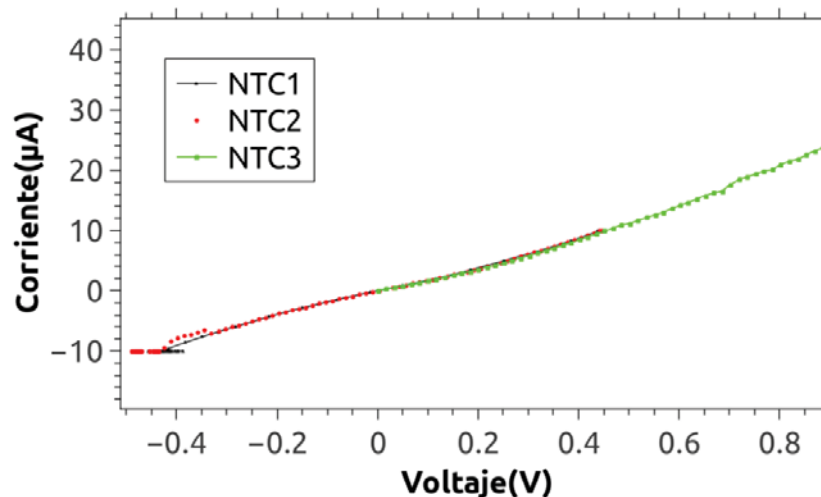
*Figura 3.17 Micrografías del acercamiento de la punta del manipulador a un nanotubo de carbono para realizar mediciones eléctricas.*

En esta posición con la punta tocando el nanotubo se tomaron varias curvas de  $I$ - $V$  que se muestran en la gráfica de la Figura 3.18. Se observa la repetitividad de las mediciones para un voltaje aplicado de  $-0.5V$  a  $+0.9V$ . Por la forma de la curva se deduce un comportamiento metálico (resistivo) del nanotubo. En esta medición eléctrica se cuidó de no aplicar excesiva corriente al material que pudiera destruirlo.

Después de estas mediciones se buscaron las condiciones de la potencia necesaria para provocar la destrucción (rompimiento) del nanotubo por efecto joule (calentamiento excesivo). La Figura 3.19 muestra las imágenes de antes y después del

rompimiento del nanotubo al aplicarle una corriente excesiva. En la Figura 3.20 se muestra la curva de  $I-V$ , se aprecia un crecimiento exponencial de la corriente antes de la ruptura. La corriente máxima que circuló por el nanotubo fue  $350\mu\text{A}$ , que le corresponde una potencia aproximada de  $1\text{mW}$ . Haciendo una estimación del diámetro del nanotubo multipared utilizando la micrografía, se calculó una densidad de corriente máxima de  $2 \times 10^6 \text{A}/\text{cm}^2$  justo antes del rompimiento. Por comparar, la densidad de corriente que puede soportar un alambre de cobre del mismo diámetro es 1000 veces menor [5].

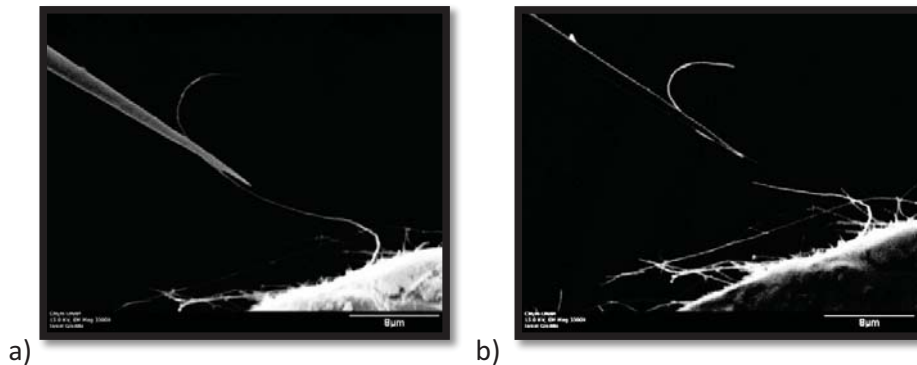
En la misma curva se muestra el valor de la resistencia, calculado directamente de los valores de la curva  $I-V$ . El comportamiento exponencial de la corriente no corresponde al comportamiento típico de un material conductor, sino parecida al de un semiconductor. Cuando aumenta la temperatura en un metal que conduce una corriente, los electrones sufren un mayor número de colisiones con los iones,



*Figura 3.18 Varias curvas  $I-V$  del nanotubo adquiridas dentro de un SEM. Se aprecia la reproducibilidad en las mediciones.*

provocando que aumente la resistividad del material. Para un semiconductor, el comportamiento de la resistividad con la temperatura es diferente. Cuando se calienta un material semiconductor, donde existe una brecha de energía que separa la banda de valencia y de conducción, los electrones en el borde de la banda de valencia adquieren la energía térmica suficiente para brincar hacia la banda de conducción. Esta mayor disponibilidad de electrones provoca que la resistividad del semiconductor

disminuya exponencialmente con la temperatura, ya que hay más electrones disponibles para la conducción eléctrica. Este fenómeno, donde la resistencia disminuye con la temperatura se conoce en la literatura como coeficiente térmico negativo (NTC, *negative temperature coefficient*). Los dispositivos conocidos como termistores tienen esta propiedad y se fabrican de un semiconductor, con una gran variedad de aplicaciones [6].



*Figura 3.19 a) Micrografía de la punta del manipulador en contacto con un nanotubo de carbono para realizar mediciones eléctricas, b) el mismo nanotubo después de su ruptura por efecto Joule provocado por una corriente excesiva.*

La Figura 3.21 muestra la gráfica de  $I-V$  para un manojito de nanotubos obtenida por Bockrath et al [7]. Se muestra claramente cómo la conductividad, que es proporcional a la inclinación de las curvas, aumenta conforme aumenta la temperatura del manojito de nanotubos, i.e., disminuye la resistividad con la temperatura. Nuestro resultado de la Figura 3.20 puede entonces explicarse en los siguientes términos: la aplicación de una corriente relativamente alta en el nanotubo provoca su calentamiento (aumenta la temperatura por el efecto joule), lo que a su vez provoca que disminuya su resistividad, que conduce simultáneamente a un aumento de corriente, y a la vez de la temperatura. Esto se conoce en la literatura como calentamiento catastrófico. Es muy común enfrentarse con este fenómeno, por ejemplo, cuando se quiere limpiar la superficie de silicio a  $T \sim 1100^{\circ}\text{C}$  haciendo pasar una corriente a través de la pequeña oblea. El experimentalista tiene que cuidar el calentamiento catastrófico del material cuando el silicio se empieza a calentar, ya que disminuye su resistividad

exponencialmente, y puede subir la temperatura rápidamente hasta fundir el material, arruinando el experimento. Es muy probable que esto fue lo que sucedió con el nanotubo de carbono de la Figura 3.19.

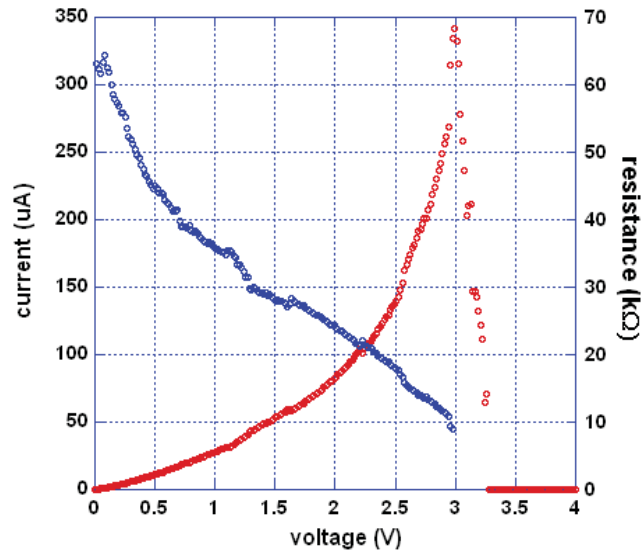


Figura 3.20 Curvas de corriente-voltaje y de resistencia del nanotubo multipared de carbono. El rompimiento ocurre para una corriente máxima de  $350 \mu\text{A}$  a  $3\text{V}$ , que corresponde a una potencia máxima de  $1\text{mW}$ . Nótese el comportamiento negativo de la resistencia.

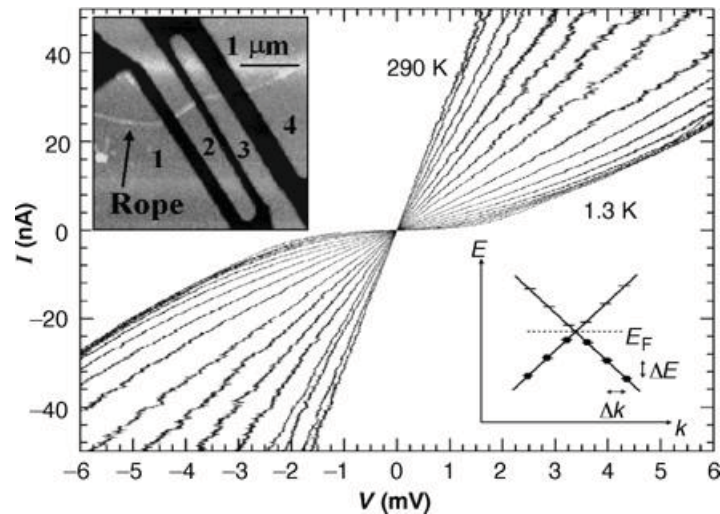
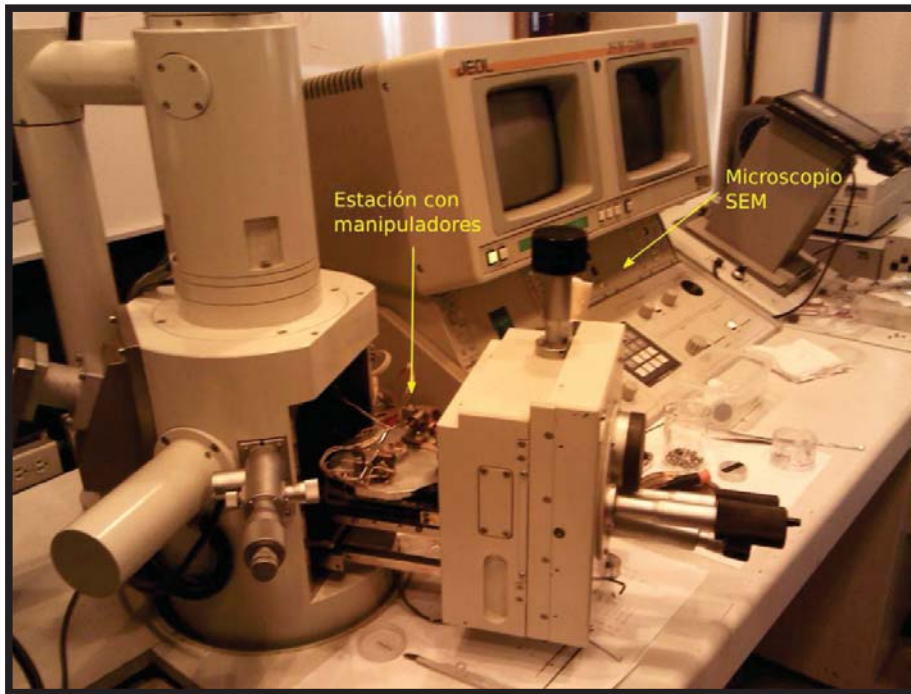


Figura 3.21. Curvas de I-V tomadas para un manajo de nanotubos de carbono. (Tomada de [7]).

### 3.8 Medición de los desplazamientos de los manipuladores

Aquí se describe cómo se aprovecha el poder de amplificación del microscopio electrónico para estimar los desplazamientos lineales de los manipuladores en respuesta a un determinado número de pulsos eléctricos. Anteriormente se describió un experimento realizado dentro del SEM con manipuladores, pero no se profundizó en los detalles del montaje experimental.

Para este experimento fue necesario instalar en la columna del microscopio la brida especialmente construida para llevar las señales eléctricas a los dispositivos. La platina o base con los dos manipuladores también se instaló en el portamuestras dentro del SEM (ver Figura 3.22). Se tuvo especial cuidado con el cableado interno, que no hubiera cables sueltos o que no fueran a obstruir ningún movimiento del manipulador mecánico del microscopio, además se verificó que la separación entre la estación de manipuladores y la pieza polar del microscopio fuera la adecuada. Una vez concluida la instalación y la presión del microscopio alcanzó su valor esperado, y se procedió a caracterizar los movimientos de los manipuladores.



*Figura 3.22 Estación de manipuladores dentro del SEM.*

El procedimiento para caracterizarlos manipuladores que nos permitiría cuantificar sus desplazamientos fue el siguiente:

1. Se tomó una micrografía de una de las puntas de los manipuladores en una posición arbitraria.
2. Se inyectó un número conocido de pulsos al manipulador en la dirección deseada hasta que la punta se desplazó de manera plenamente visible, se tomó otra micrografía de la punta en la nueva posición.
3. Se compararon las dos imágenes: antes y después del desplazamiento. Con la ayuda de la escala de las micrografías SEM se calculó el desplazamiento neto en micras correspondiente a la cantidad de pulsos eléctricos proporcionados para determinar así el desplazamiento por pulso, o sea, el paso mínimo de movimiento en esa dirección para ese manipulador. En algunos casos se varió la amplitud del pulso eléctrico.

Para las pruebas la unidad generadora de pulsos de voltaje se ajustó a dos amplitudes diferentes, 90 y 130V. Como material de observación, se utilizó “pelambre” de



nanotubos de carbono adherido a las puntas de los manipuladores. En el pie de figura de las siguientes imágenes se describe el procedimiento y los resultados.

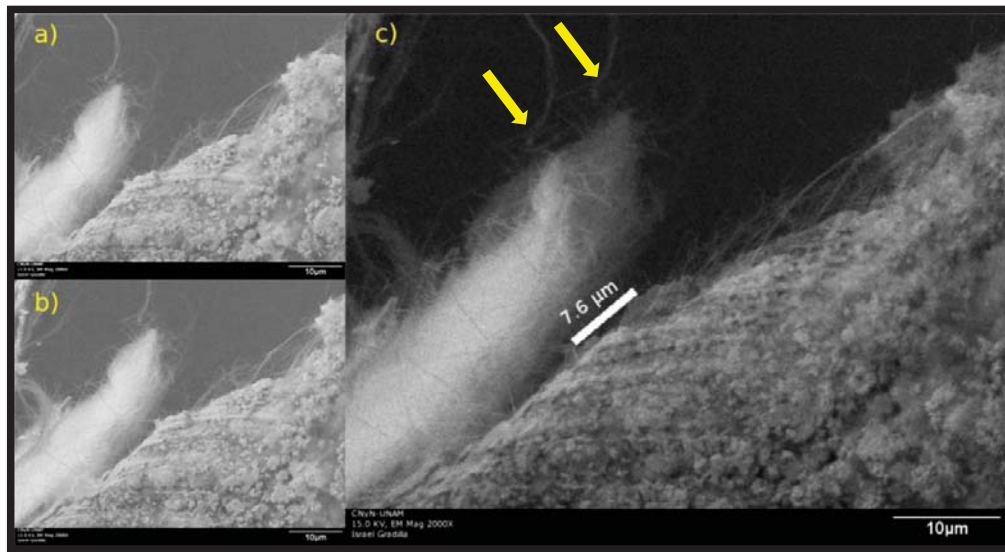


Figura 3.23 Caracterización de la sensibilidad del manipulador M1 en dirección X (ver Figura 3.12) dentro del SEM. Amplitud del pulso: 130V; a) posición antes y b) después del desplazamiento. c) Imagen compuesta de a) y b) sobrepuestas. Desplazamiento neto:  $7.6\mu\text{m}/\text{pulso}$ .

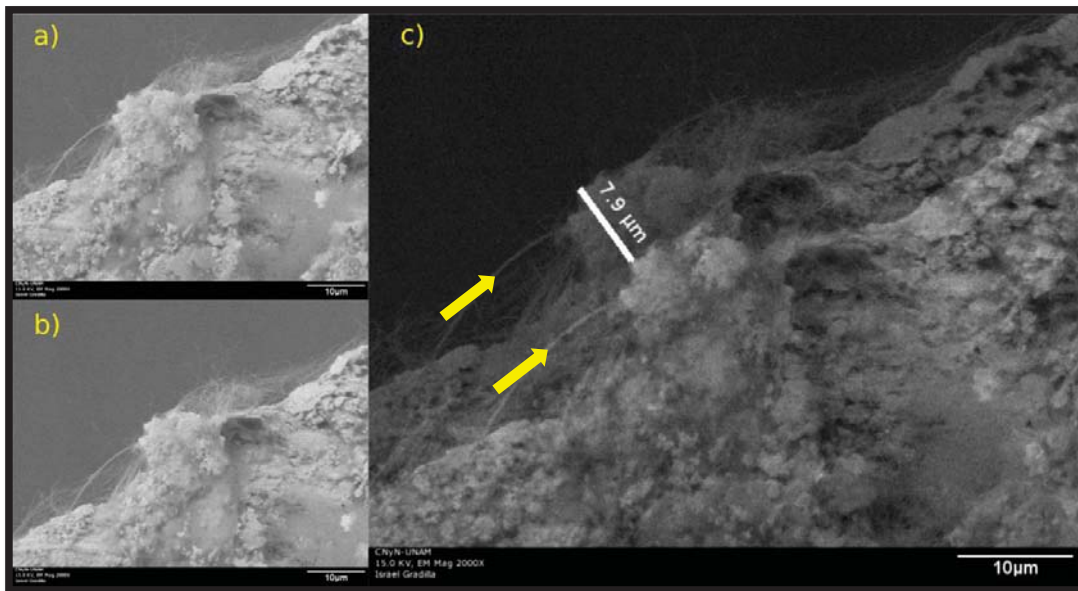


Figura 3.24 Desplazamiento del manipulador M1 en dirección Z (ver Figura 3.12). Amplitud del pulso: 130V, a) Antes y b) después del desplazamiento con 10 pulsos. c) Imagen compuesta. Desplazamiento neto:  $790\text{ nm}/\text{pulso}$ .



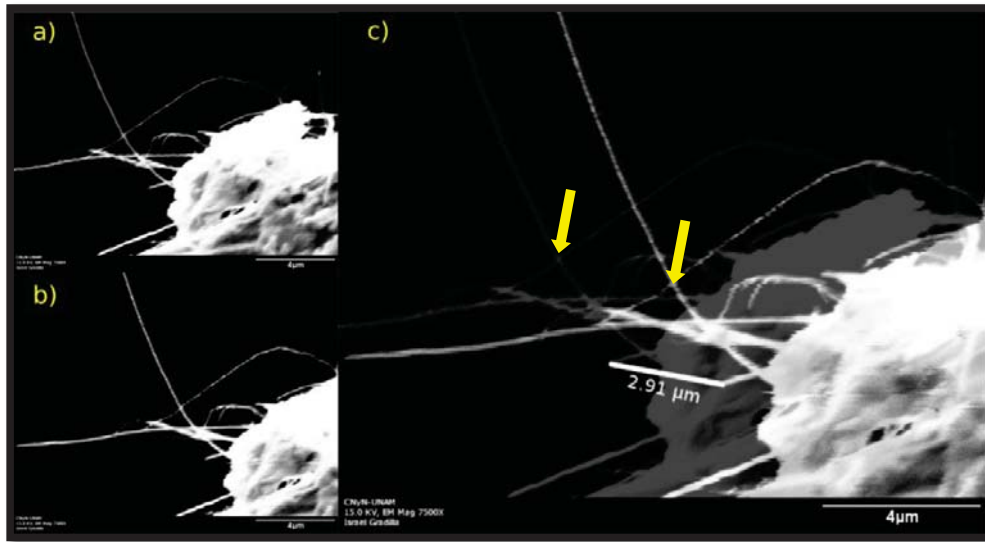


Figura 3.25 Caracterización de la sensibilidad del manipulador M1 en dirección Z (ver la Figura 3.12) dentro del SEM con pulsos de diente de sierra a 90V, a) Sonda con nanotubos de carbono en posición inicial, b) Sonda con nanotubos después de haber inyectado 10 pulsos c) Comparación entre los dos estados donde se obtiene un desplazamiento total de 2.9 μm, ó 290 nm/pulso.

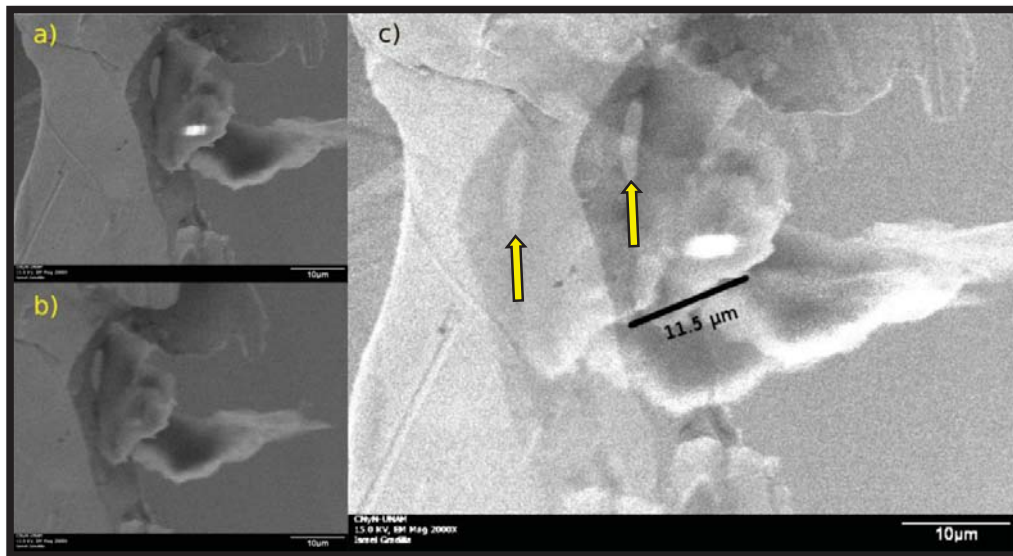


Figura 3.26 Caracterización de la sensibilidad del manipulador M2 en dirección X (ver Figura 3.16) dentro del SEM, a) Sonda con varilla de oro en posición inicial, b) Sonda con varilla de oro después de haber inyectado 10 pulsos c) Comparación entre los dos estados donde se obtiene un desplazamiento total de 11.5 μm, ó 1.15 μm/pulso.

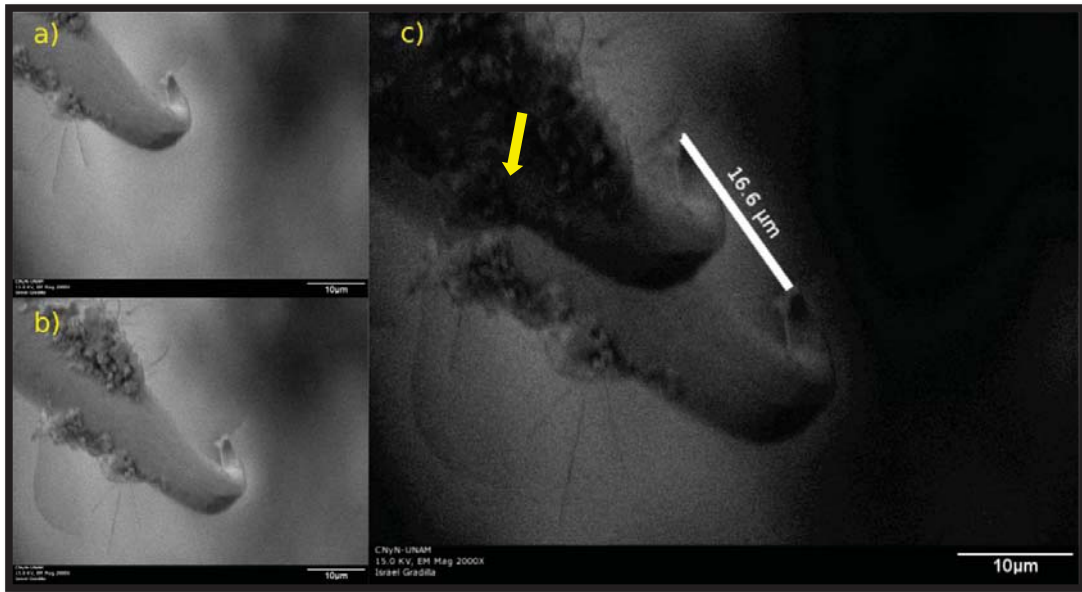


Figura 3.27 Caracterización de la sensibilidad del manipulador M2 en dirección Z (ver Figura 3.16) dentro del SEM con pulsos de diente de sierra a 130V, a) Sonda con punta de tungsteno en posición inicial, b) Sonda con punta de tungsteno después de haber inyectado 10 pulsos c) Comparación entre los dos estados donde se obtiene un desplazamiento total de 16.6  $\mu\text{m}$ , ó 1.66  $\mu\text{m}/\text{pulso}$ .

La Tabla I resume los resultados de la estimación de los desplazamientos de los manipuladores en sus diferentes direcciones. En el caso del manipulador M1, se espera un valor para Y semejante al de la dirección X. Pasos más pequeños se pueden lograr aplicando pulsos de voltaje de menor amplitud a 130V.

Tabla I.

DISPOSITIVO	DIRECCIÓN	PASO	Amplitud pulso
M1	X	7.6 $\mu\text{m}/\text{pulso}$	@ 130V
	Z	790 nm/pulso	@ 130V
	Z	290 nm/pulso	@ 90V
M2	X	1.2 $\mu\text{m}/\text{pulso}$	@ 130V
	Z	1.7 $\mu\text{m}/\text{pulso}$	@ 130V

# Bibliografía

- [1] National Semiconductor, "*Datasheet LM733CH*", [www.datasheetarchive.com](http://www.datasheetarchive.com)
- [2] Small Signal Transistors Central Semiconductor Corp. "*Datasheet 2N4047*"; National Semiconductors NPN Transistors. *Datasheet 2N4047*.
- [3] <http://www.keithley.com/products/dcac/voltagesource/broadpurpose/?mn=2400>,
- [4] Kittel, Charles. "*Introduction to Solid State Physic*", John Wiley & Sons, Ltd. 7ta.Edición (1996).
- [5] American Wire Gauge (AWG), ASTM American Society for Testing and Materials (ASTM). <http://www.astm.org>
- [6] Micro-Chip Technologies, "*NTC Thermistors*", (2010).
- [7] Marc Bockrath, David H. Cobden, Paul L. McEuen, Nasreen G. Chopra, A. Zettl, Andreas Thess, R. E. Smalley, "*Single-Electron Transport in Ropes of Carbon Nanotubes*", *Science* 275 (1997) 1922.

## 4 Conclusiones

Los manipuladores son herramientas básicas para un laboratorio de investigación en nanotecnología, son elementos que hacen posible la experimentación a nivel micro y nanométrico en materiales. Pueden considerarse como el complemento perfecto de un microscopio, ya sea un simple microscopio óptico, o un sofisticado microscopio electrónico. Con la combinación microscopio-manipulador podemos “ver y tocar”, el manipulador siendo los “brazos y manos”, y el microscopio los “ojos”. Tienen la versatilidad de poderseles adaptar varios tipos de sondas: micropipetas, puntas metálicas (electrodos), fibras ópticas, micropinzas, puntas tipo ménsula o de AFM (*cantilevers*), etc.

No se requirió de alta precisión en el maquinado de nuestros manipuladores, sólo cuidados básicos de fabricación mecánica. Sin embargo, observamos lo importante que es ajustar y afinar el mecanismo para que los posicionadores puedan moverse de manera uniforme y repetitiva. Aunque el valor del coeficiente de fricción es fijo y que está dado por los materiales utilizados, sí podemos variar la fuerza de fricción entre las superficies.

Las principales variables que afectan el desplazamiento tipo *stick-slip* son: el coeficiente y fuerza de fricción, el desgaste, y la frecuencia y amplitud de los pulsos eléctricos a los actuadores piezoeléctricos. Todos estos factores dictarán si se mueve el dispositivo o si se pierden pasos, y el tamaño del paso. Las dimensiones de las cerámicas piezoeléctricas definen el tamaño del paso que se desea por unidad de voltaje aplicado, y en cierta manera, las dimensiones finales del manipulador. Al final lo que se quiere es un voltaje pico mínimo pero que permita que los dispositivos sigan funcionando homogéneamente, con el paso de menor longitud posible.

Sobre el diseño mismo de los manipuladores podemos agregar:

En la caracterización de los desplazamientos de los manipuladores se notó que el paso que avanzan no es proporcional a la amplitud del pulso, dicho de otra manera, reduciendo el voltaje del pulso a la mitad, el dispositivo no necesariamente avanzará la

mitad del paso. Creemos que esto se debe al desgaste que sufren las superficies en contacto. En la mayoría de los actuadores que se utilizaron en esta tesis las superficies de contacto que crean la fricción son de cerámica macor contra una superficie de acero pulido. De estos dos materiales, la cerámica es la más proclive a sufrir desgaste. Este desgaste, en forma de polvo muy fino, puede quedar atrapado entre las dos superficies de contacto y provocar un deslizamiento no deseado. Esto explicaría que los dispositivos “perdieran” pasos de avance, problema que fue detectado durante la caracterización de los desplazamientos. Una solución a este problema, sería utilizar superficies de contacto más duras, como cuarzo, zafiro, o alúmina, para disminuir el desgaste, pero elevaría un poco el costo. Para las aplicaciones demostradas en este trabajo, una pérdida de desplazamiento del manipulador en respuesta a un pulso eléctrico no compromete al experimento en sí, ya que se simplemente se puede remediar enviando “otro” pulso adicional. Probablemente esto no sería tolerable en dispositivos que se fabricaran con fines comerciales.

Es necesario hacer una comparación entre los dos diseños construidos. El diseño original del grupo de la Universidad de Suecia de donde se tomó la idea del manipulador M1 funciona bien en el espacio reducido de un manipulador de muestras de un TEM, tal como lo implementaron sus creadores, pero cuando se le exige un mayor desplazamiento en la dirección axial, simplemente no tiene el alcance. Nuestra idea de incorporar la montura lineal para substituir este desplazamiento fue atinado, ya que mejoró el movimiento en esa dirección y aumentó el alcance total. Aunque hay que admitir que los movimientos X y Y del manipulador M1 dejaron mucho que desear. Son relativamente grandes, y poco confiables. Los ajustes de la fricción de las patas del cabezal son críticos para un buen desempeño. El manipulador M2 en general tiene movimientos más confiables, sus desplazamientos pueden hacerse más finos haciendo los cambios sugeridos anteriormente sobre las superficies de fricción utilizadas.

Otra modificación que valdría la pena hacer, sería mejorar el controlador electrónico. Se mencionó que los manipuladores únicamente pueden desplazarse en sólo 2 de sus ejes simultáneamente. Agregando amplificadores de alto voltaje adicionales no se tendría esta limitación. También puede implementarse en los

manipuladores la modalidad de movimientos ultra finos con voltajes variables, no sólo en pulsos. Aplicando un voltaje variable a una cerámica piezoeléctrica, podemos estirla, contraerla, torcerla, etc. Este movimiento puede ser tan fino como de 3nm por voltio aplicado para las cerámicas piezoeléctricas utilizadas en este trabajo. En efecto, por su diseño, nuestros manipuladores ya están preparados para obtener estos movimientos ultra finos, sólo hay que modificar la unidad de control apropiadamente. Esta modalidad de operación es la que utilizan los microscopios de barrido por sonda (STM, AFM, etc.).

Un diseño mejorado de los manipuladores contemplaría las siguientes modificaciones:

- Utilizar materiales más duros, por ejemplo, zafiro o cuarzo, y así minimizar el desgaste entre las superficies de contacto.
- Hacerlos más compactos. Dentro del SEM, la altura de los dispositivos puede impedir que la muestra bajo análisis no se acerque lo suficiente a la pieza polar, afectando la resolución del SEM.
- Por la confiabilidad demostrada en los movimientos y en su operación en general, se prefiere el diseño del manipulador M2 sobre el de M1 para futuros manipuladores, incorporando las modificaciones mencionadas en los puntos anteriores.

En resumen, el objetivo de esta tesis fue el de diseñar y construir manipuladores que permitieran la manipulación, posicionamiento de micro y sub-micro estructuras. Los diversos experimentos y pruebas que se han presentado en este trabajo demuestran que el objetivo se cumplió exitosamente. Se diseñaron y construyeron dos manipuladores, se probaron, y se demostró su utilidad en diferentes condiciones experimentales:

- Se demostró que los dispositivos que se construyeron pueden manipular y posicionar objetos con resolución micrométrica y sub-micrométrica.
- Se demostró el funcionamiento del equipo en ambiente de alto vacío e in situ en un SEM, y que no interfieren con el funcionamiento normal del microscopio mientras se realizan tareas de manipulación y se observa en tiempo real; sin

embargo es importante que las puntas y la muestra estén correctamente aterrizadas para evitar que se carguen por el haz de electrones ya que esto puede distorsionar las imágenes. También es importante mantener buenas prácticas de aislamiento y protección eléctrica, recordemos que los pulsos aplicados son de alto voltaje.

- Se demostró la capacidad de realizar mediciones eléctricas, como curvas de corriente-voltaje en nanotubos de carbono y semiconductores. En particular, el comportamiento eléctrico-mecánico de los nanotubos sugiere su aplicación en sensores de presión, o sensores en los que intervenga como variable la deformación mecánica del material. Para otras mediciones más sofisticadas como del tipo de “cuatro puntas”, obviamente se requiere un igual número de manipuladores.

Esta tesis no pretende presentar un estudio sistemático de las propiedades eléctricas de nanoestructuras como los nanotubos de carbono, sin embargo, su caracterización con nuestros manipuladores en el curso de esta tesis proporcionaron resultados interesantes que vale la pena analizar y ampliar en un trabajo futuro.

## Apéndice A. Dibujos técnicos de la estación de manipulación

A continuación se presentan los dibujos técnicos de los elementos que componen la estación de manipulación.

### A.1 Piezas de la estación que se acoplan al microscopio Jeol 5300

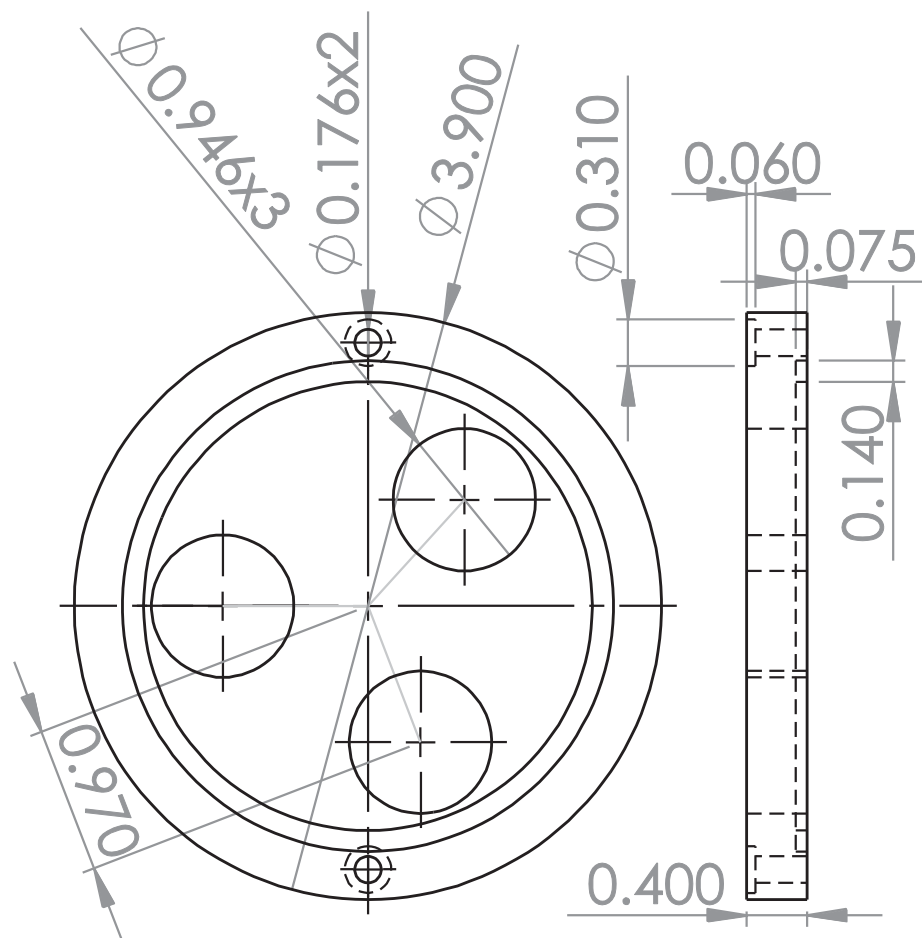


Figura A.1 Dimensiones de la tapa pasamuros o brida para el SEM Jeol 5300



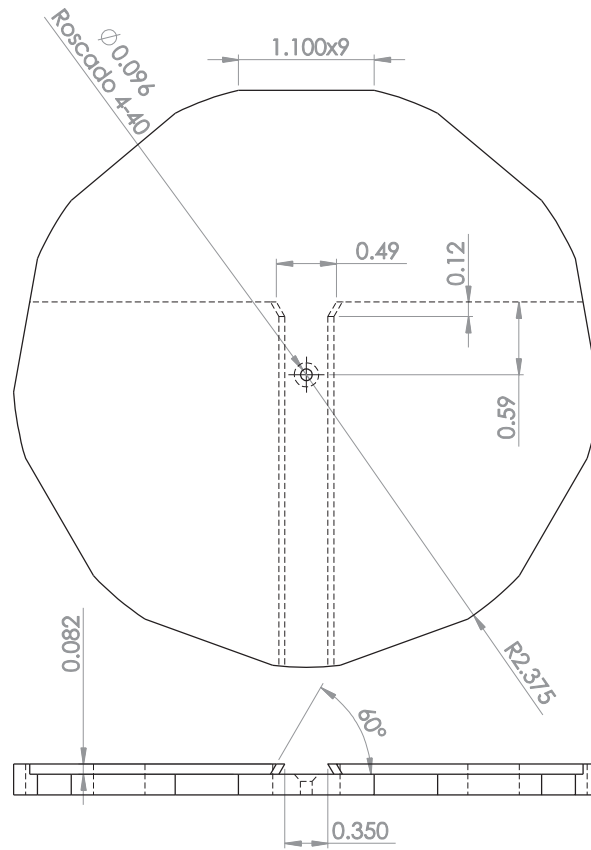


Figura A.2 Dimensiones de la platina para el SEM Jeol 5300

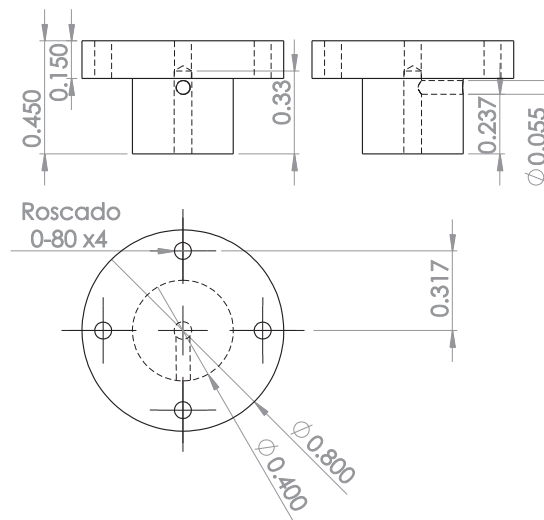


Figura A.3 Dimensiones de la porta muestras para la platina.

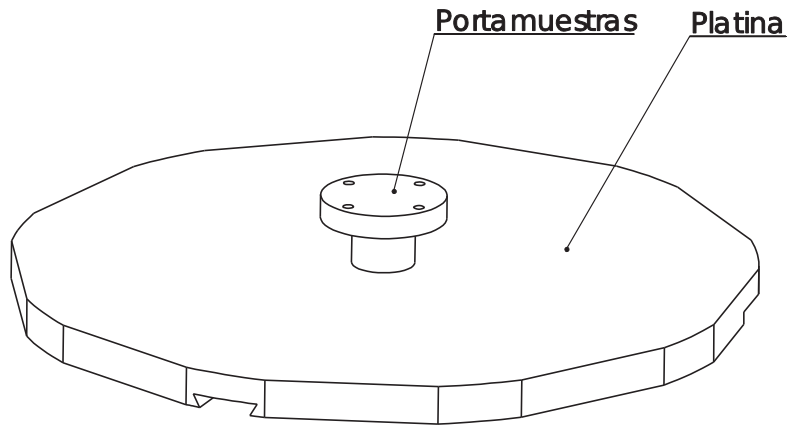


Figura A.4 Ensamble de la platina del SEM para la estación.

## A.2 Manipulador M1

### A.2.1 Parte superior manipulador M1

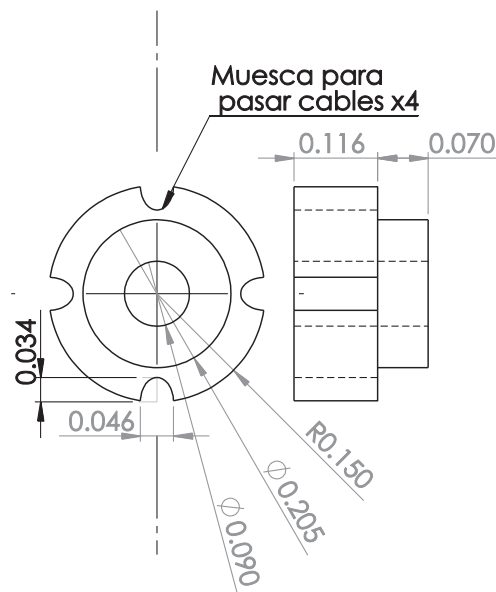


Figura A.5 Dimensiones de la arandela cerámica en que se empotra el tubo piezoeléctrico

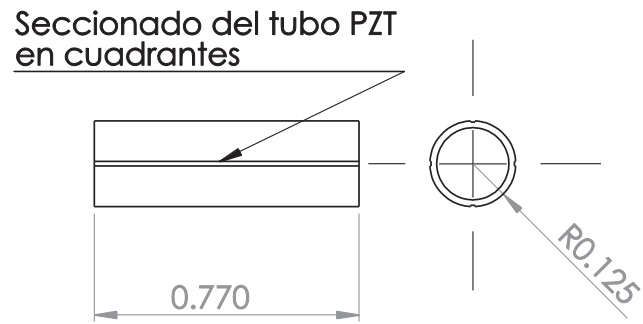


Figura A.6 Dimensiones del piezoeléctrico seccionado en cuadrantes.

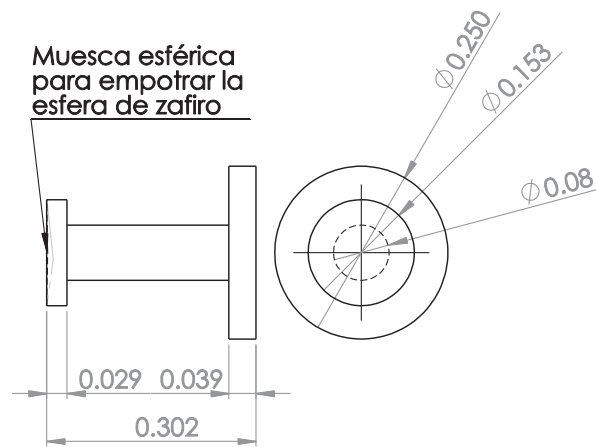


Figura A.7 Dimensiones del soporte de la esfera.

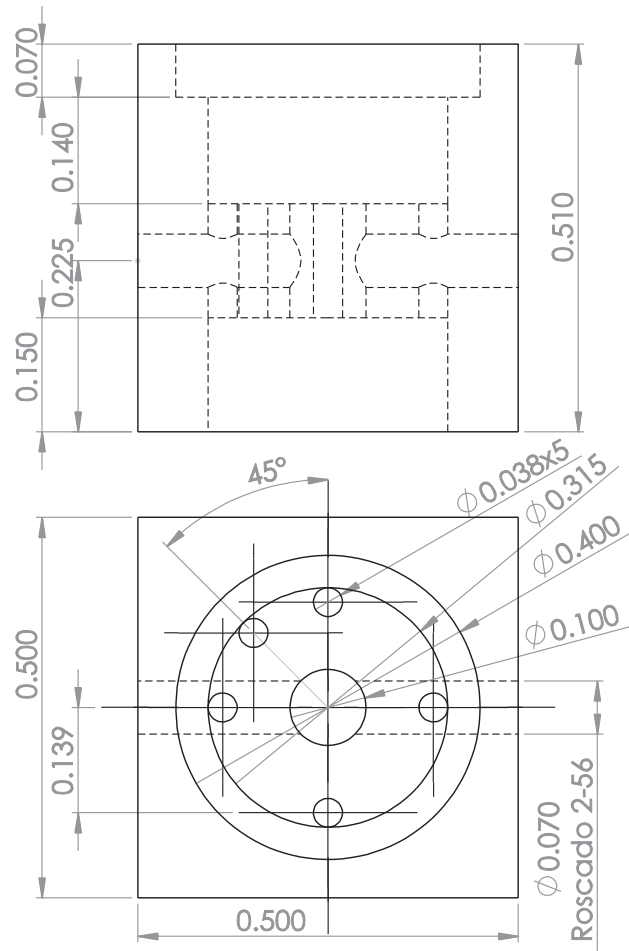


Figura A.8 Dimensiones del soporte del tubo piezoeléctrico.

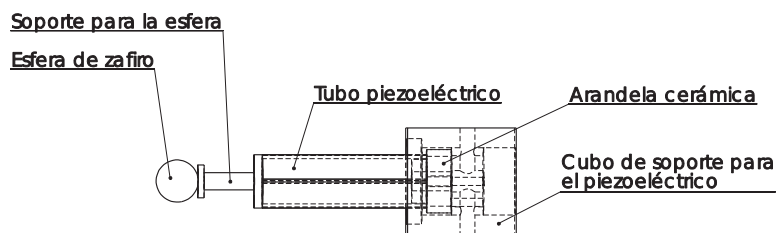


Figura A.9 Sub-ensamble del manipulador M1.

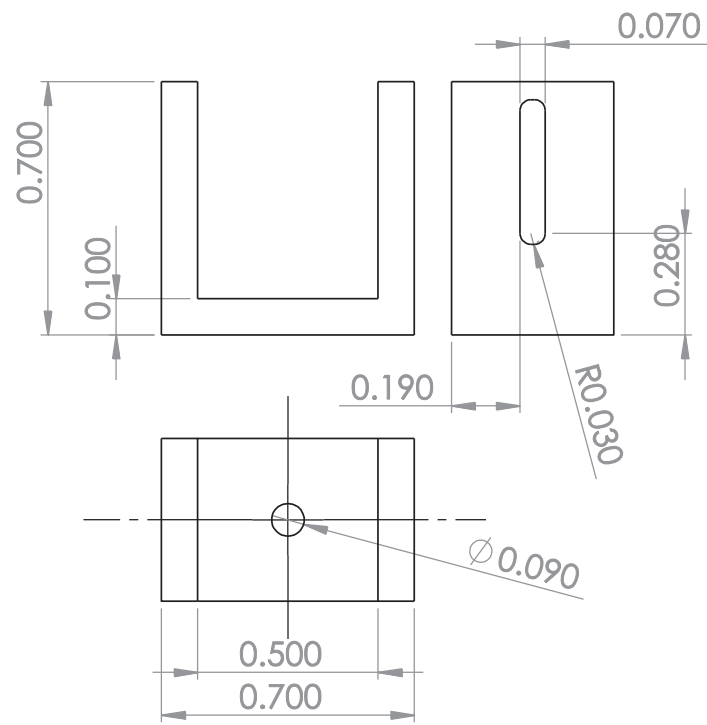


Figura A.10 Dimensiones del soporte del manipulador M1.

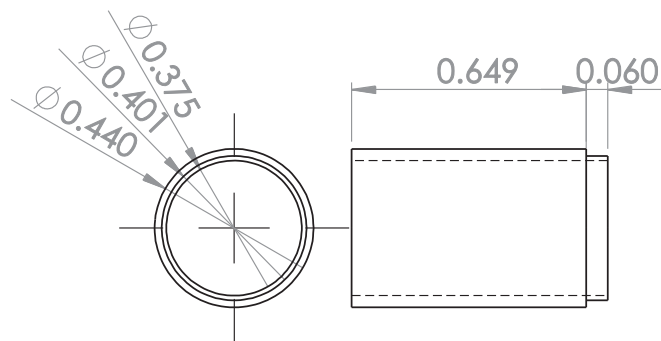


Figura A.11 Dimensiones del tubo de protección del piezoeléctrico.

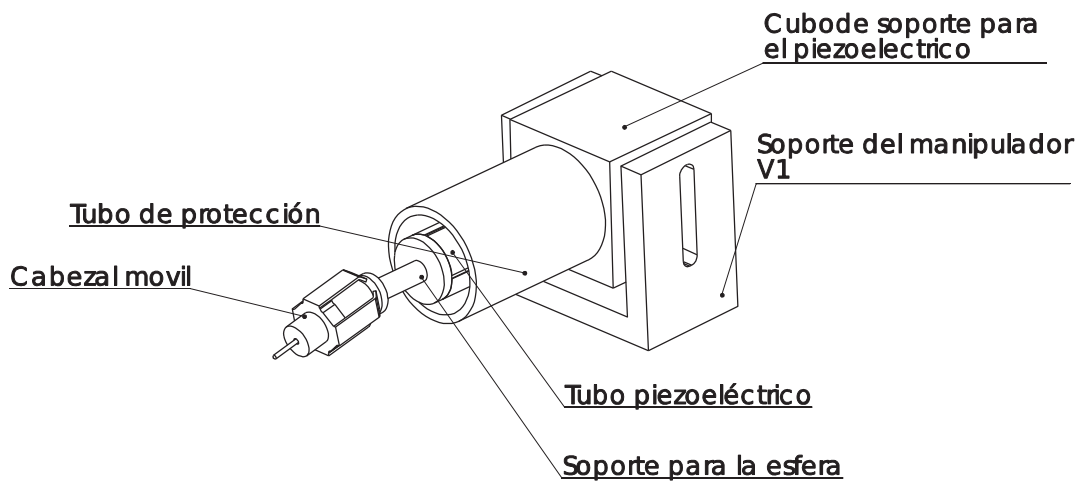


Figura A.12 Sub-ensamble del manipulador M1.

## A.2.2 Montura lineal

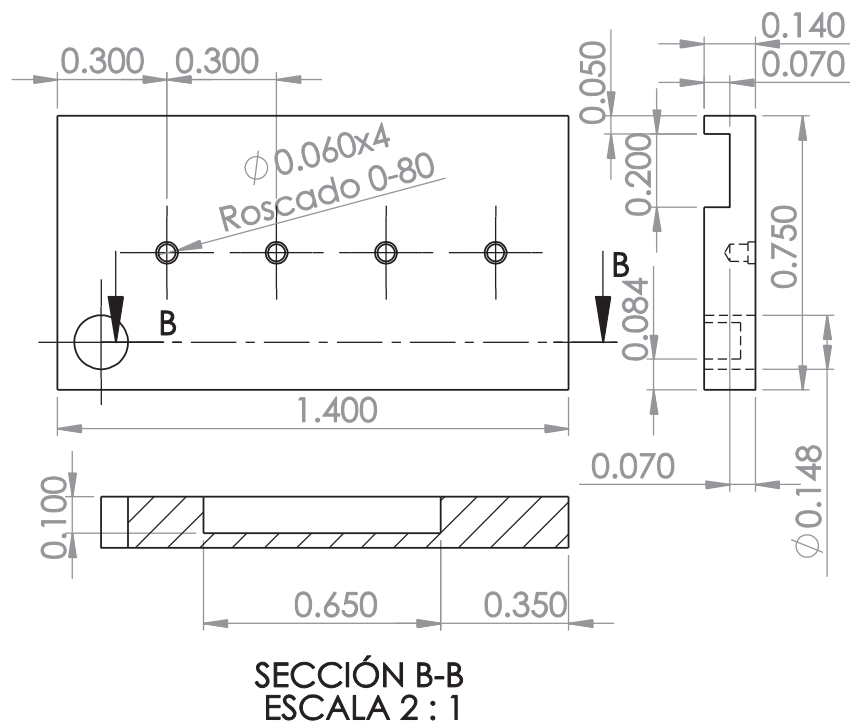


Figura A.13 Dimensiones de la parte superior de la montura lineal

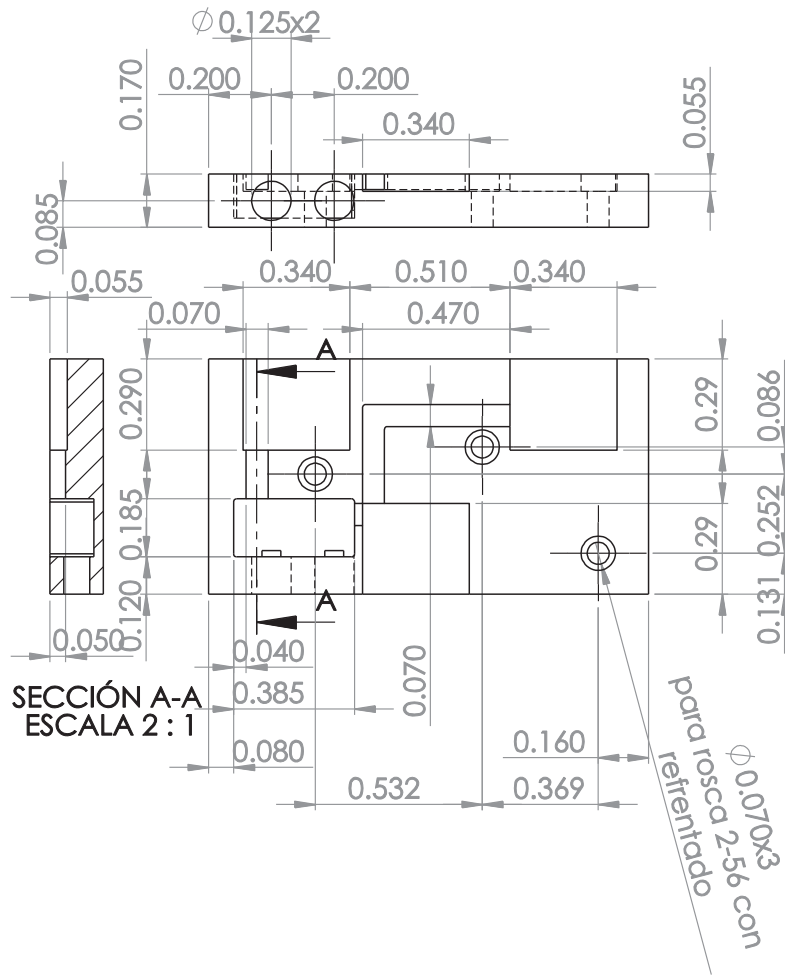


Figura A.14 Dimensiones de la parte inferior de la montura lineal.

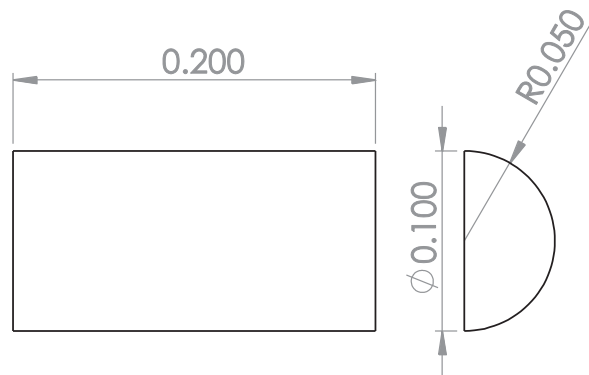


Figura A.15 Dimensiones de la cerámica de macor en donde se apoyan las varillas de acero de la montura lineal.

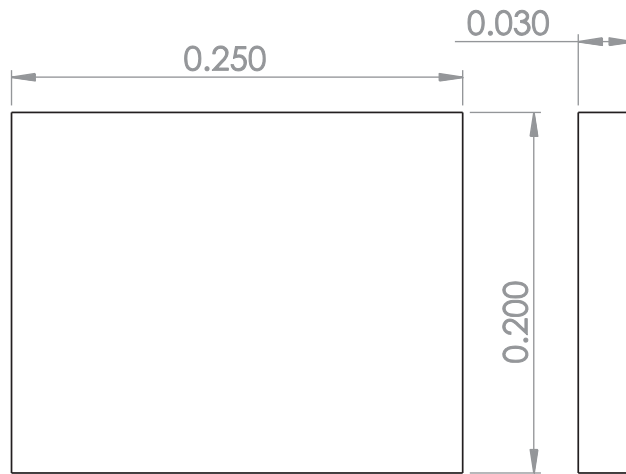


Figura A.16 Dimensiones de las placas cerámicas piezoeléctricas tipo "shearpiezo".

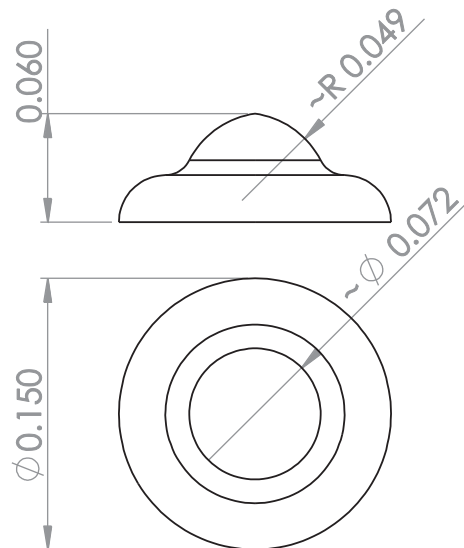


Figura A.17 Dimensiones de la cerámica circular en que se apoya la varilla de acero de la montura lineal.



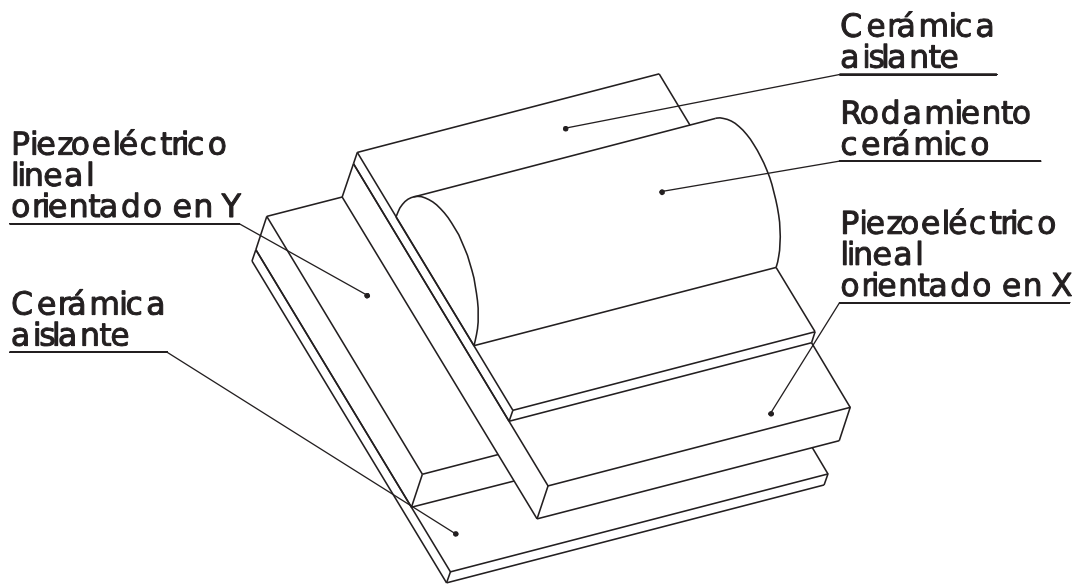


Figura A.18 Ensamble del arreglo de cerámicas piezoeléctricas en tándem para la montura lineal y el manipulador M2.

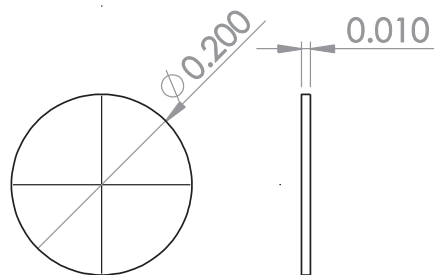


Figura A.19 Dimensiones de los dos imanes de la montura lineal.

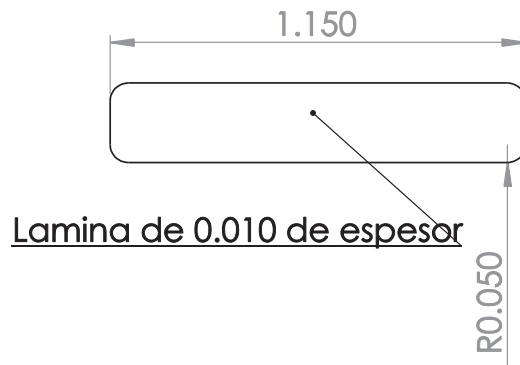


Figura A.20 Dimensiones de la laminilla de acero que lleva la montura lineal en la parte superior para ser atraída por los imanes.

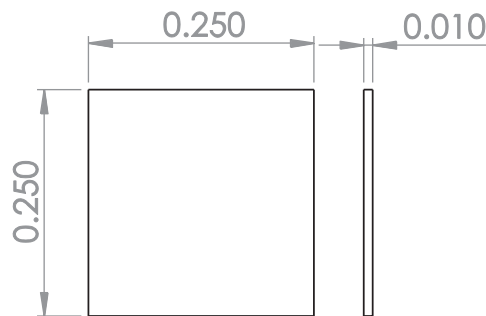


Figura A.21 Dimensiones del teflón que se encuentra entre parte de la montura lineal y las cerámicas piezoeléctricas.

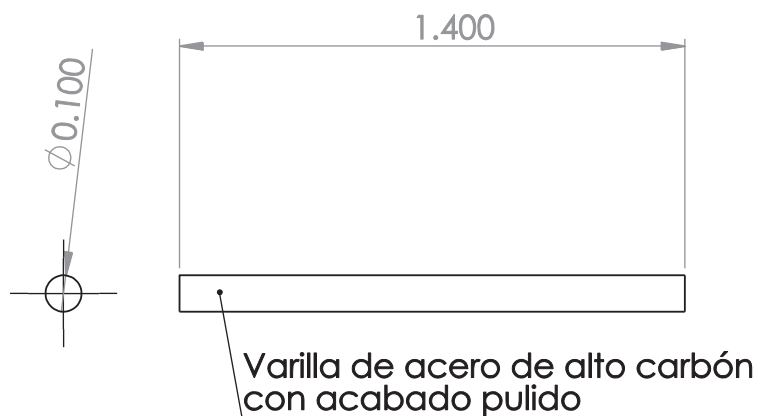


Figura A.22 Dimensiones de las dos varillas de la parte superior de la montura lineal.

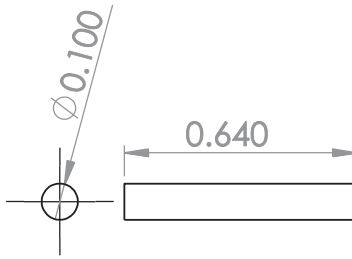


Figura A.23 Dimensiones de la varilla pequeña de la parte superior de la montura lineal.

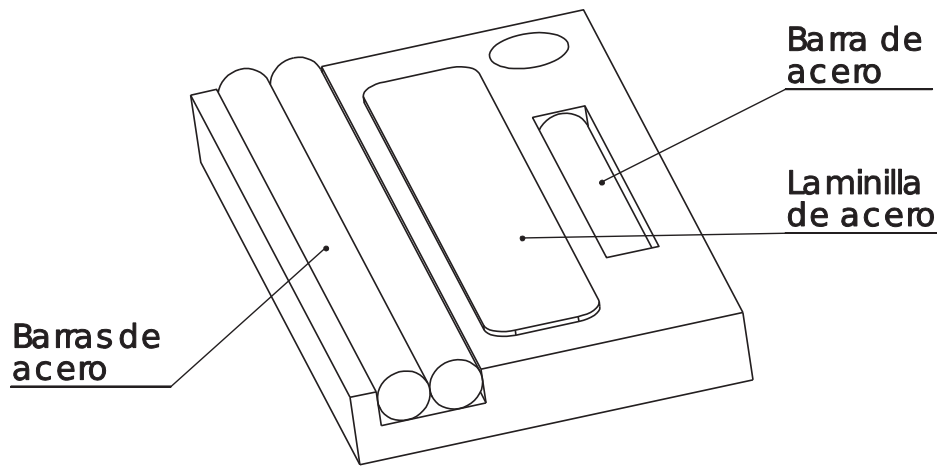


Figura A.24 Sub-ensamble inferior de la montura lineal del manipulador M1.

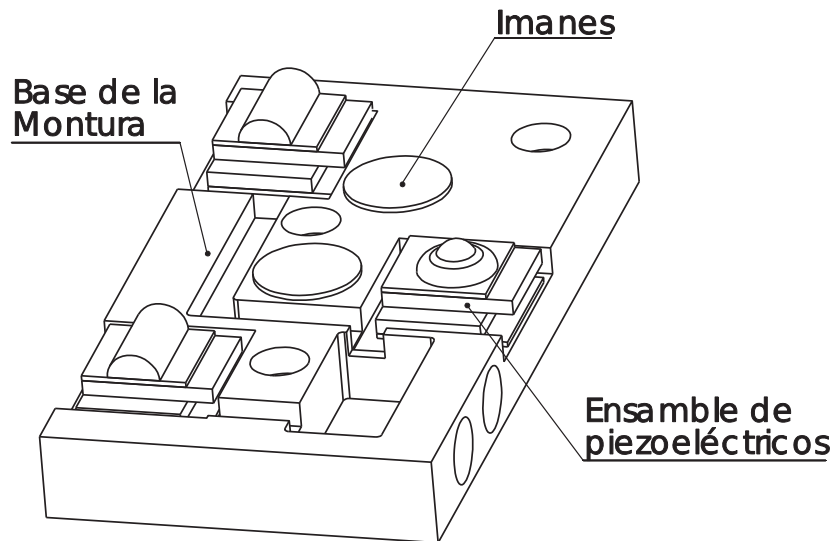
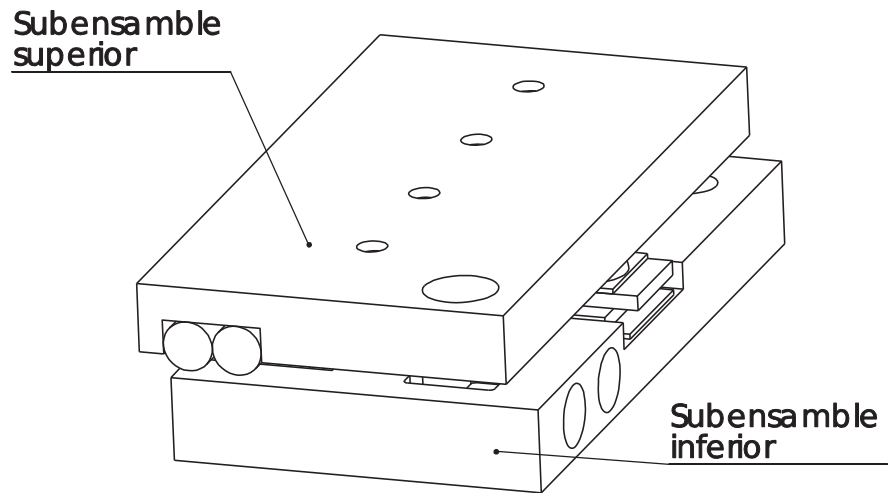
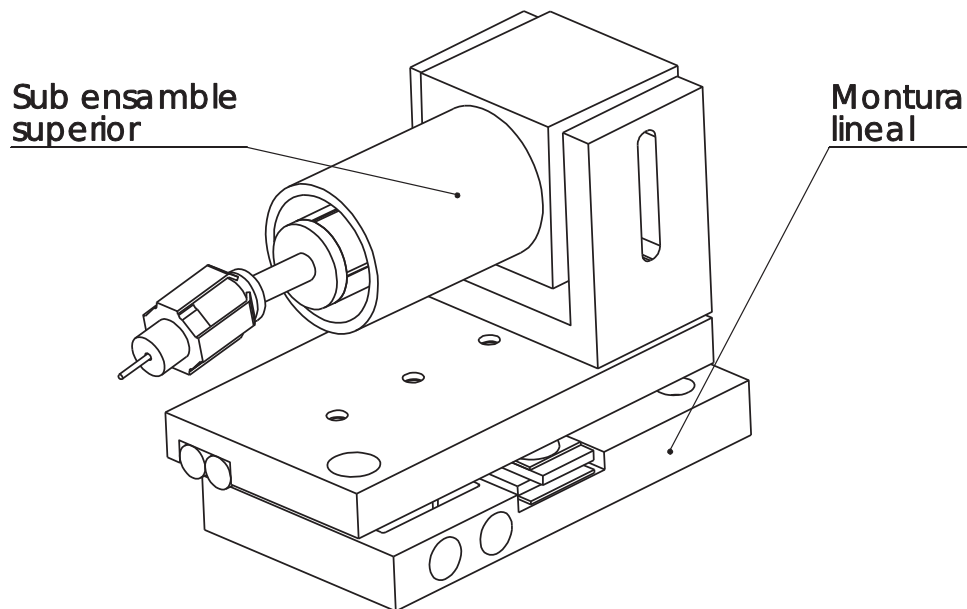


Figura A.25 Sub-ensamble superior de la montura lineal del manipulador M1.



*Figura A.26 Ensamble de la montura lineal del manipulador M1.*

### **A.2.3 Ensamble manipulador M1**



*Figura A.27 Ensamble del manipulador M1.*

### A.3 Piezas del Manipulador M2

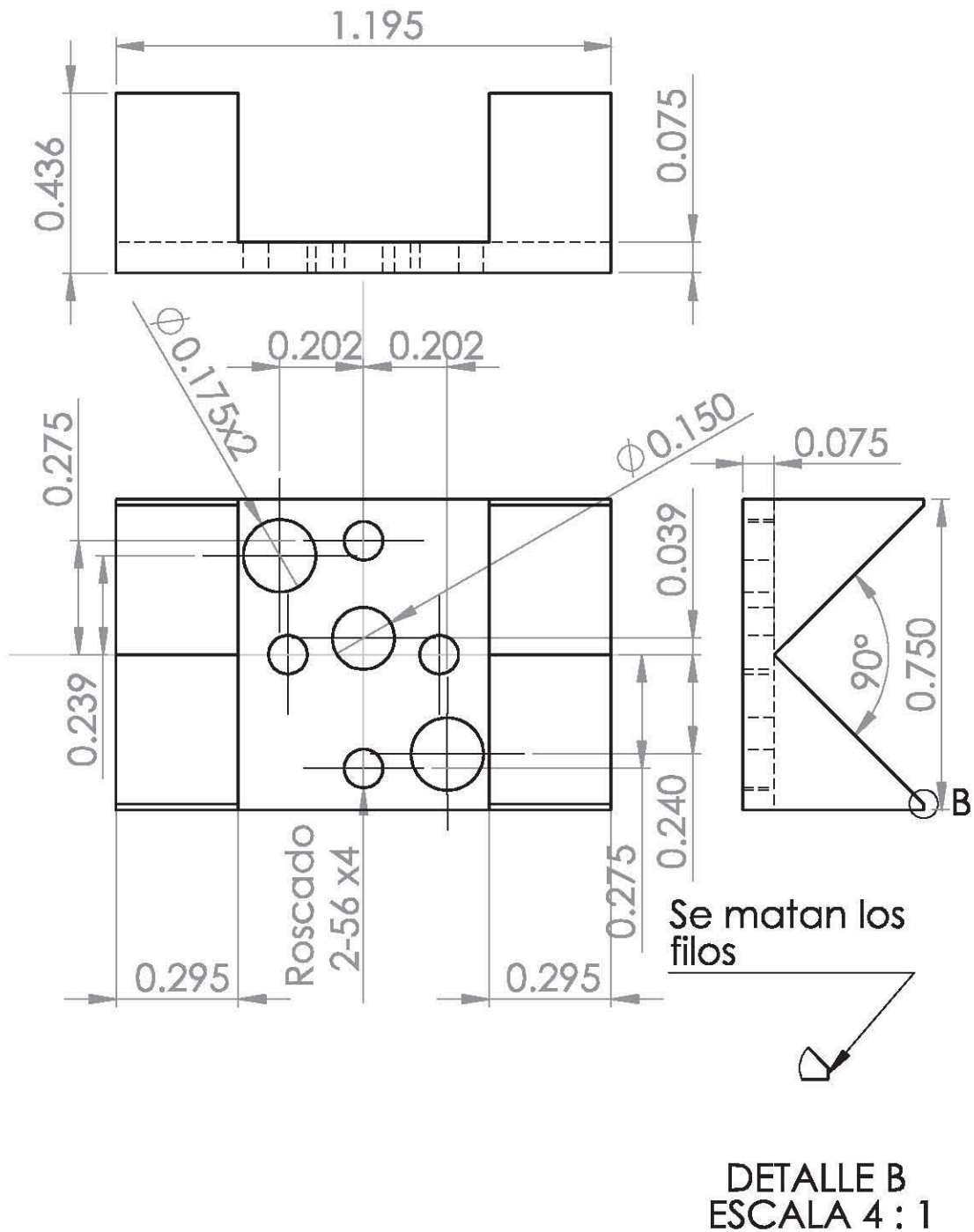


Figura A.28 Dimensiones de la base superior en que se colocan los arreglos de cerámicas piezoeléctricas.

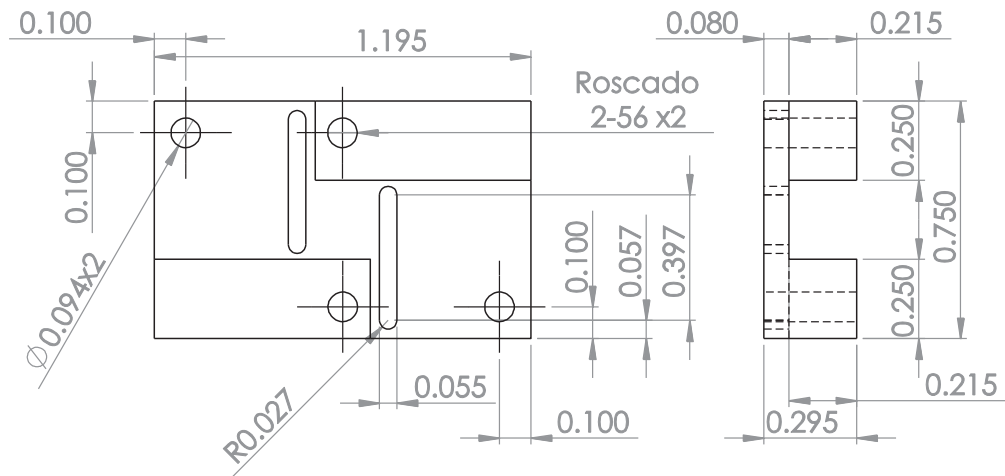


Figura A.29 Dimensiones de la base inferior del manipulador M2.

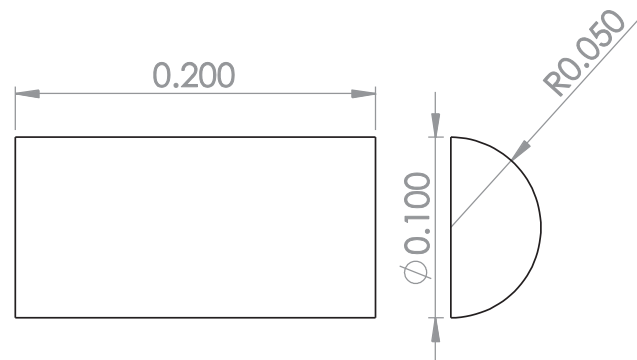


Figura A.30 Dimensiones de las 4 cerámicas en que se apoyan la varilla de movimiento radial y transversal.

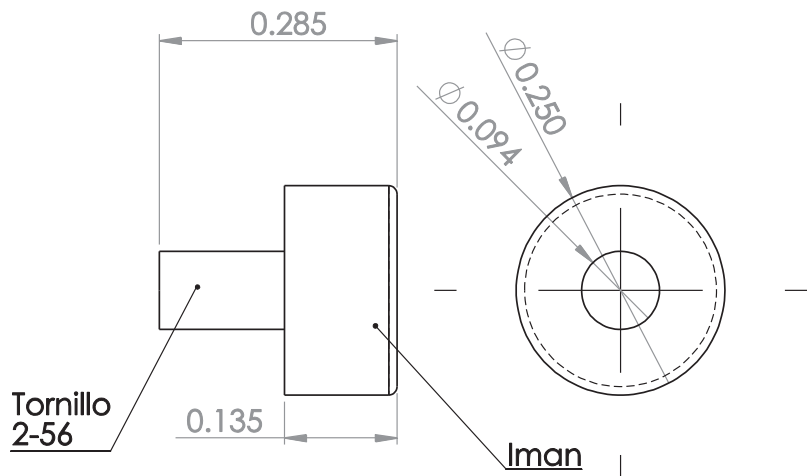


Figura A.31 Dimensiones de los tornillos con imanes adheridos para ajustar la fuerza con que se atrae la varilla de movimiento radial y transversal.

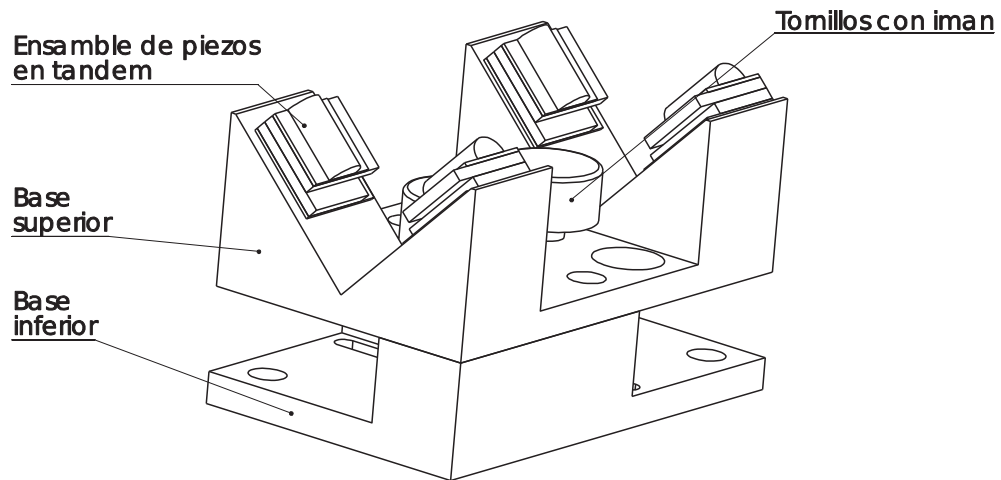


Figura A.32 Subensamblaje inferior del manipulador M2.

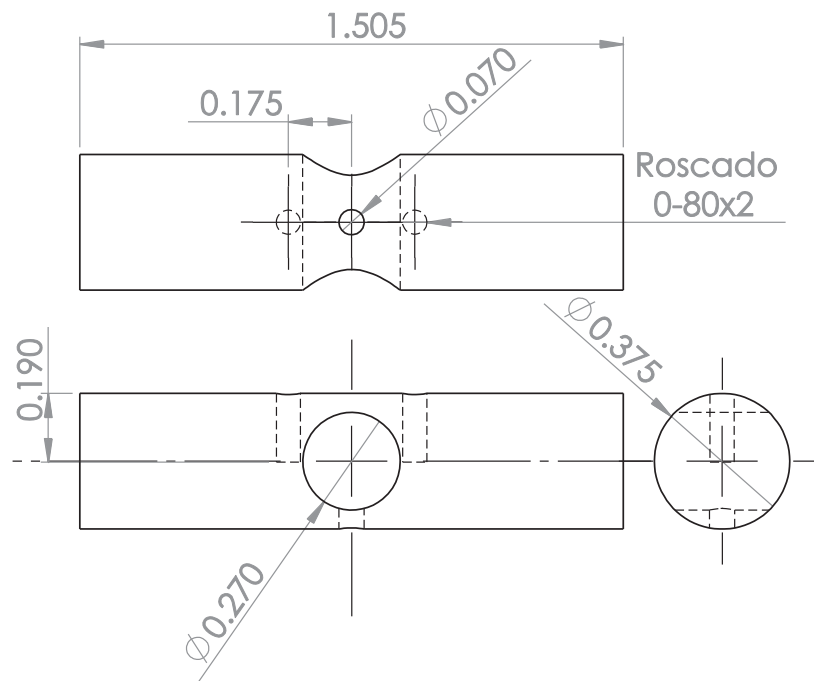


Figura A.33 Dimensiones de la varilla de movimiento radial y transversal.

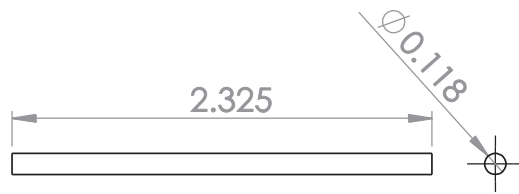


Figura A.34 Dimensiones de la varilla que va dentro del tubo piezoeléctrico.

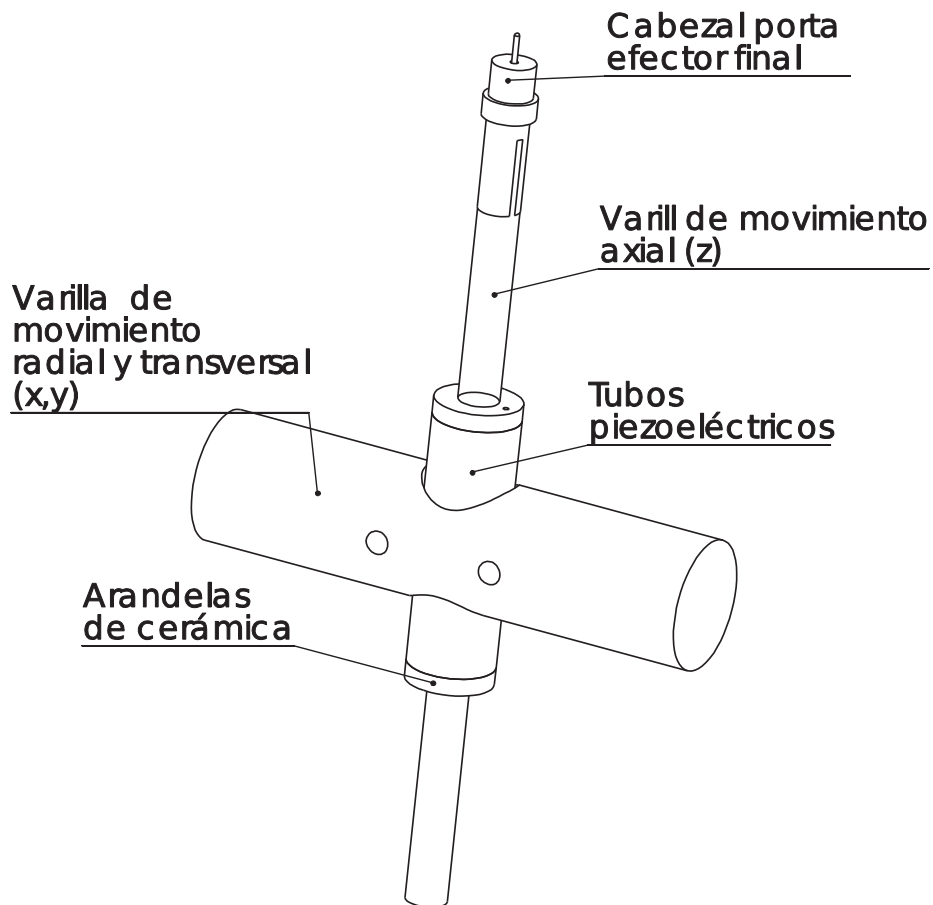


Figura A.35 Subensamble inferior del manipulador M2.



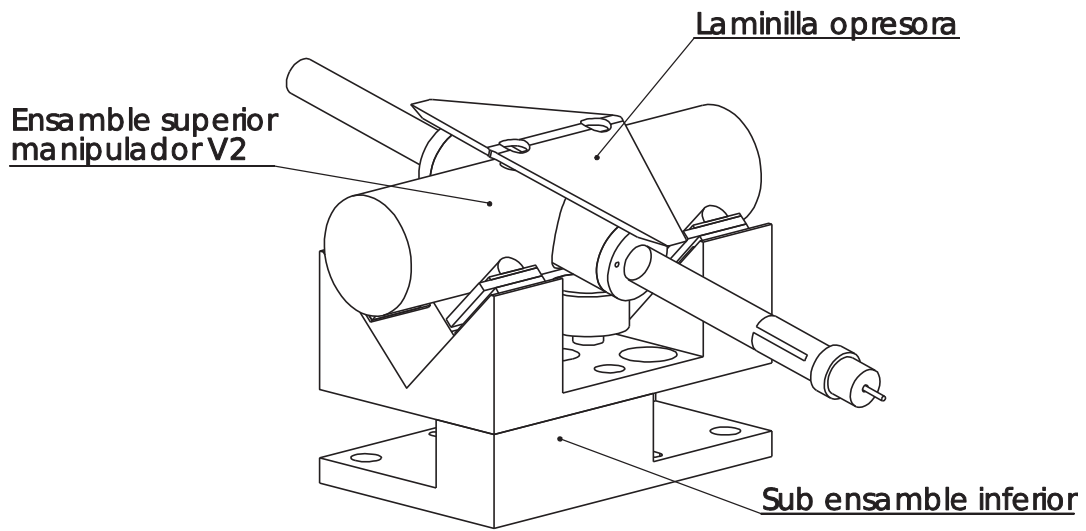


Figura A.36 Ensamble del manipulador M2.

#### A.4 Ensamble de la estación de manipulación

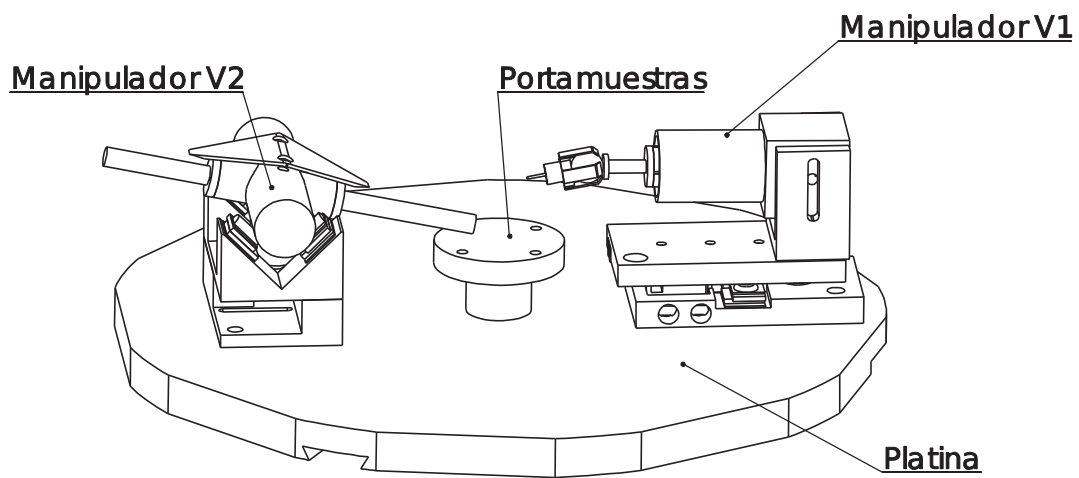
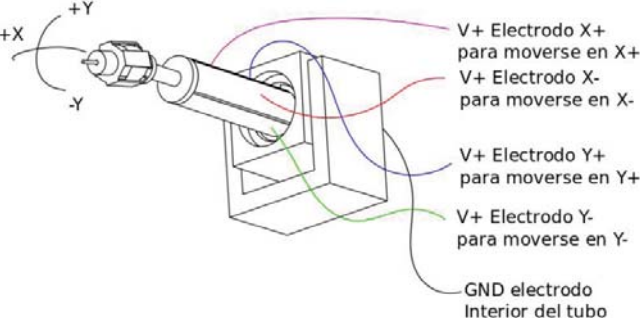
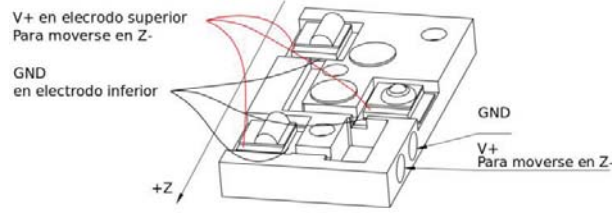
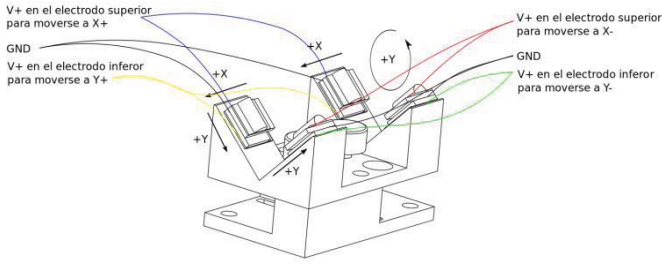


Figura A.37 Ensamble de la estación de manipulación.

## A.5 Conexiones eléctricas de los manipuladores

Descripción	Conexiones
<p>Cables que conectan al tubo piezoeléctrico del manipulador M1, en los cables se inyecta simultáneamente un pulso positivo y uno negativo en el cable opuesto.</p>	 <p>The diagram shows a piezoelectric tube with a central rod. It is connected to a base with several electrical terminals. The connections are as follows:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>V+ Electrodo X+ para moverse en X+</li> <li>V+ Electrodo X- para moverse en X-</li> <li>V+ Electrodo Y+ para moverse en Y+</li> <li>V+ Electrodo Y- para moverse en Y-</li> <li>GND electrodo Interior del tubo</li> </ul>
<p>Cables que conectan al piezoeléctrico de la montura lineal, en el cable se inyecta solo pulsos positivos o negativos.</p>	 <p>The diagram shows a linear mount assembly with a piezoelectric element. The connections are:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>V+ en electrodo superior Para moverse en Z-</li> <li>GND en electrodo inferior</li> <li>GND</li> <li>V+ Para moverse en Z-</li> </ul>
<p>Cables que conectan a los ensambles de piezoeléctricos del manipulador M2, en los cables se inyecta simultáneamente un pulso positivo y uno negativo.</p>	 <p>The diagram shows two piezoelectric assemblies for the M2 manipulator. The connections are:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>V+ en el electrodo superior para moverse a X+</li> <li>GND</li> <li>V+ en el electrodo inferior para moverse a Y+</li> <li>V+ en el electrodo superior para moverse a X-</li> <li>GND</li> <li>V+ en el electrodo inferior para moverse a Y-</li> </ul>

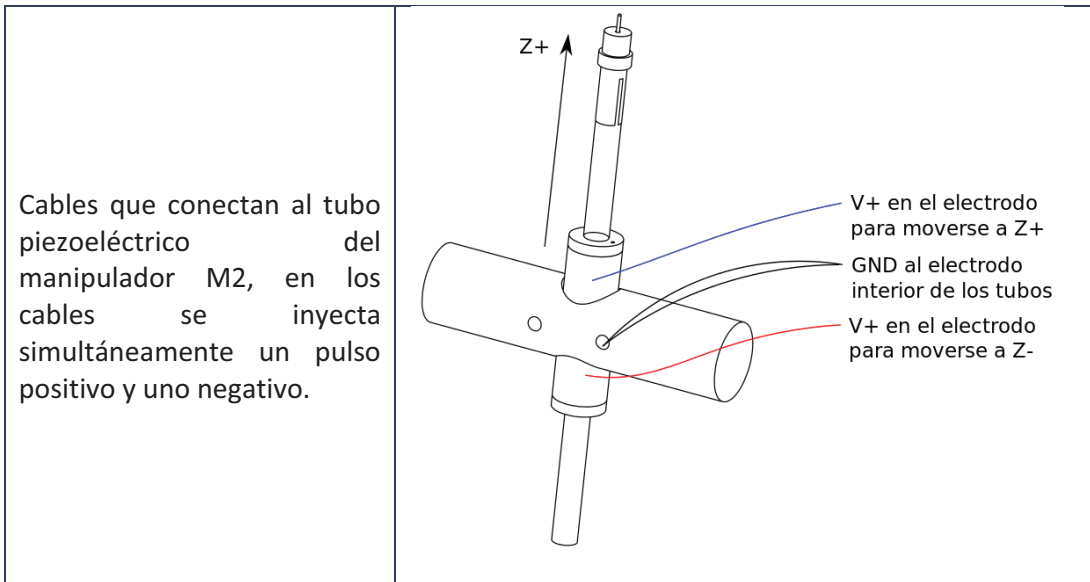


Tabla A.1 Conexiones de los elementos piezoeléctricos.

## A.6 Plano de conexiones

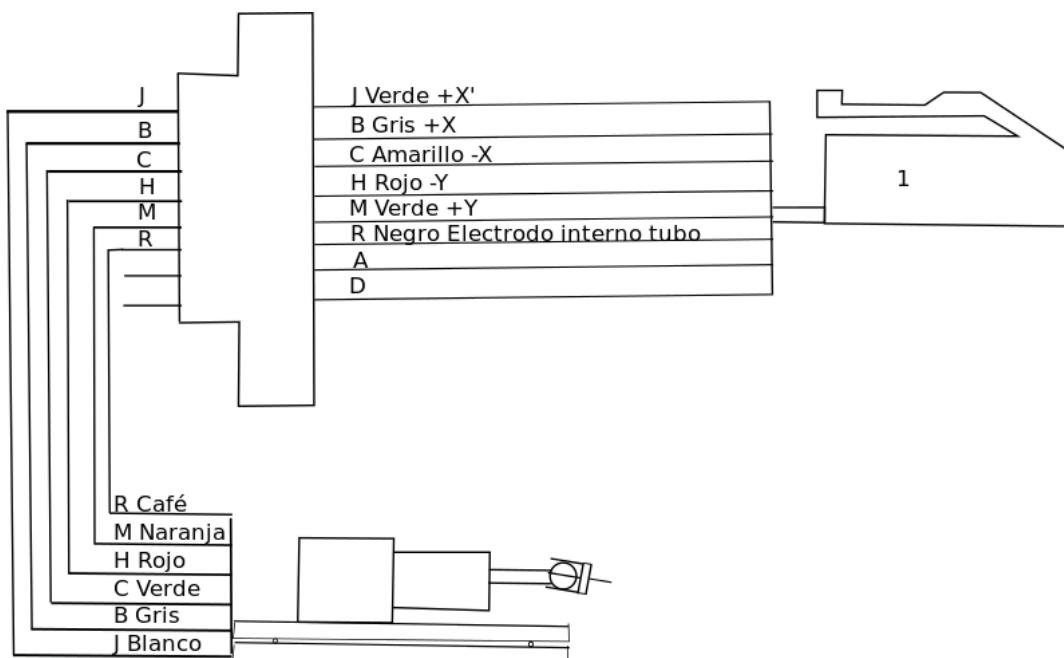
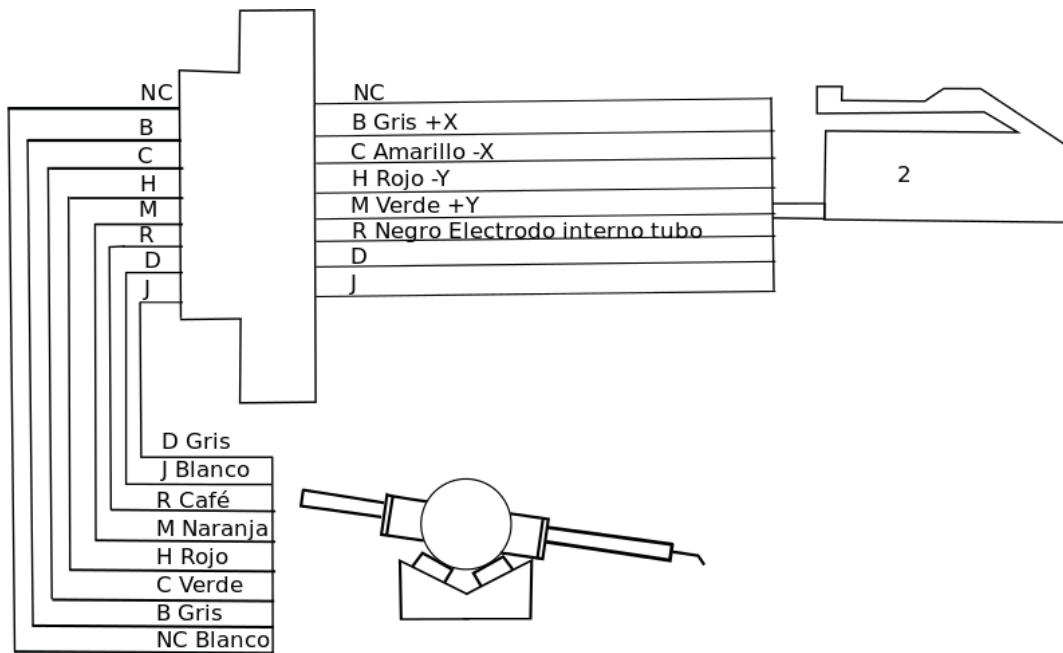


Figura A.38 Diagrama de conexiones del manipulador M1, los colores de los cables que salen del manipulador con su letra correspondiente del conector de la brida a la que se conecta.



*Figura A.39 Diagrama de conexiones del manipulador M2, los colores de los cables que salen del manipulador con su letra correspondiente del conector de la brida a la que se conecta.*

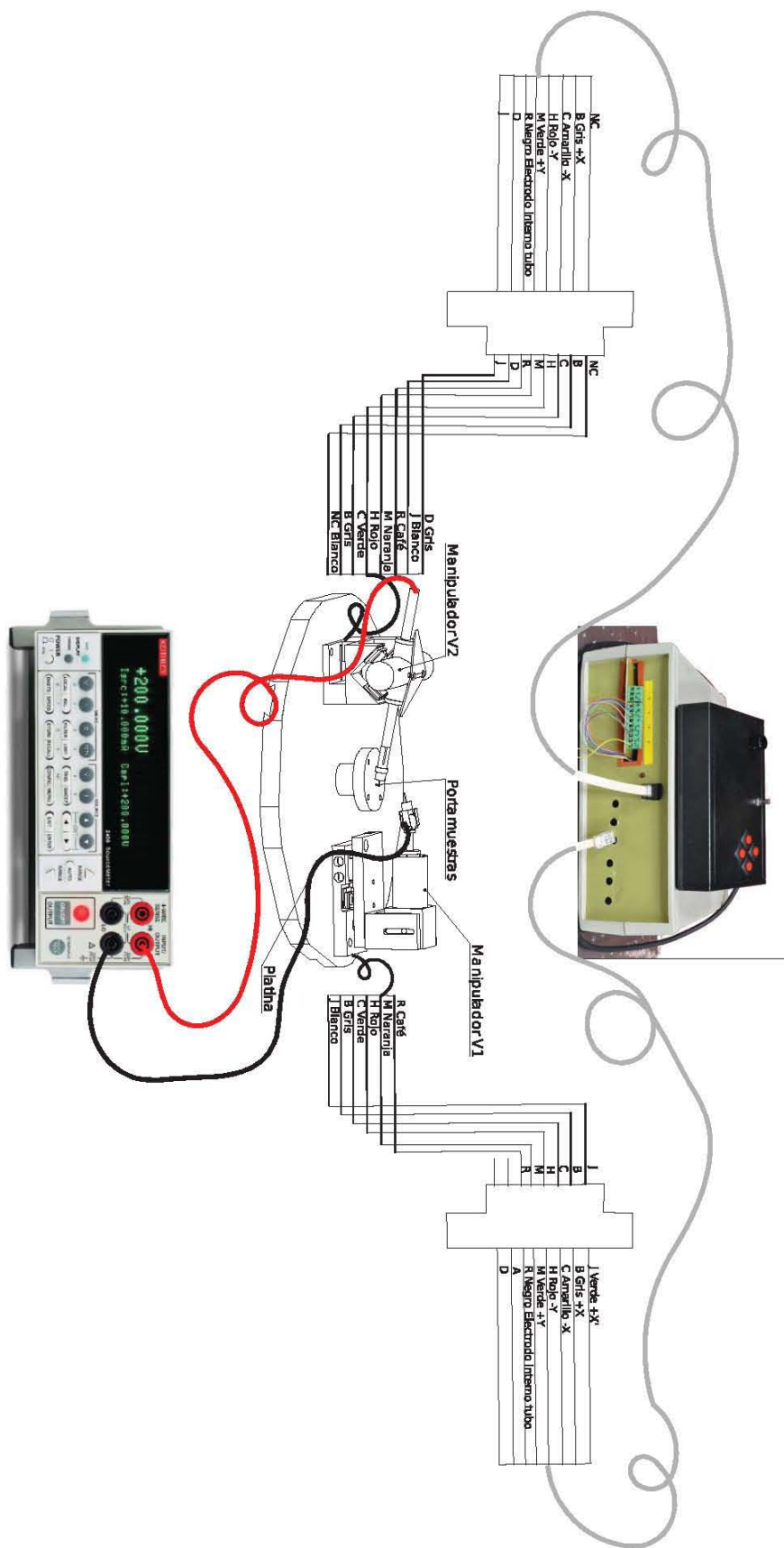


Figura A.40 Diagrama general de conexiones del manipulador.