



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO
EN INGENIERÍA**

**CARACTERIZACIÓN NO DESTRUCTIVA DE
RECUBRIMIENTOS CON SENSORES DE
CAPACITANCIA ELÉCTRICA**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

DOCTOR EN INGENIERÍA

INGENIERÍA ELÉCTRICA - INSTRUMENTACIÓN

PRESENTA:

ASUR GUADARRAMA SANTANA

DIRIGIDA POR:

DR. AUGUSTO GARCÍA VALENZUELA

CD. UNIVERSITARIA, MÉXICO D.F., MAYO 2010



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.

A mis padres y hermanos

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Augusto García Valenzuela que gracias a su tutoría, experiencia y apoyo se logró alcanzar el objetivo de este proyecto.

Al resto del comité tutorial formado por el Dr. Neil Charles Bruce Davidson y el Dr. Juan Hernández Cordero por su tutoría y sugerencias durante el período de tiempo que se llevo acabo el trabajo de tesis.

A los sinodales, Dr. Naser Qureshi y Dr. Marco Antonio Camacho por sus recomendaciones y sugerencias al trabajo de tesis.

A la subcomisión del PASPA del CCADET.

A la Dirección General de Asuntos del Personal Académico de la UNAM.

Al Programa de Maestría y Doctorado en Ingeniería.

Al Dr. José M. Saniger Blesa por su apoyo para la realización del trabajo de tesis.

Al Grupo de Sensores Ópticos y Eléctricos del CCADET en especial a la Dra. Celia Sánchez Pérez y al Dr. Eduardo Sandoval Romero por su apoyo para la realización del trabajo de tesis.

Al técnico en fabricación Blas Sánchez Gonzáles jefe del taller mecánico del Grupo de Óptica y Microondas del CCADET.

Al M.C. Alejandro Esparza responsable de la unidad de películas delgadas del Grupo de Tecnociencias del CCADET.

*El descubrimiento consiste en ver lo que todo el mundo ha visto y pensar lo
nadie ha pensado.*

Albert von Szent - Gyorgyi

ÍNDICE

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN.....	1
Referencias del capítulo 1.	3
CAPÍTULO 2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA.....	7
2.1. Análisis teórico de un sistema capacitivo (esfera conductora – dieléctrico) cuando el espesor del dieléctrico tiende a ser infinito y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.	7
2.2. Desarrollo del modelo teórico basado en el Método de Imágenes.	8
2.3. Aplicación del Método de Imágenes al sistema capacitivo (esfera conductora - dieléctrico) cuando $d \rightarrow \infty$ y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.	9
2.4. Sistema capacitivo (esfera conductora - recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) con espesor finito cuando $d \gg a$ y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.	11
2.5. Aplicación del Método de Imágenes al sistema capacitivo (esfera conductora- recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) cuando $d \gg a$ y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.	12
2.6. Modelo teórico del sistema capacitivo (esfera conductora – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) cuando $d \gg a$ y $s = 0$.	14
2.7. Demostración teórica del escalamiento lineal de la capacitancia.	20
2.8. Análisis teórico del sistema capacitivo (punta conductora – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor).	25
2.9. Análisis teórico de cancelación de capacitancia parásita.	26
Referencias del capítulo 2.	28

CAPÍTULO 3. SISTEMA DE MEDICIÓN CAPACITIVO CON PUNTA (SIMCAP).....	29
3.1. Sistema de Medición Capacitivo con Punta (SIMCAP).	29
3.2. Determinación de la capacitancia por medio de la medición de corrientes.	30
3.3. Etapa de compensación de fase.	32
3.4. Capacitor de calibración.	34
3.5. Punta conductora utilizada como electrodo sensor.	37
3.6. Detección de contacto entre la punta sensora y la muestra dieléctrica.	37
3.7. Control de posición del electrodo sensor.	39
3.8. Sistema de posición de muestras.	40
Referencias del capítulo 3.	42
CAPÍTULO 4. METODOLOGÍA DE MEDICIÓN.....	43
4.1. Metodología de medición basada en el principio teórico del sistema capacitivo con electrodo esférico en términos de la distancia de separación s .	43
4.2. Simulación de la metodología de medición propuesta.	45
4.3. Análisis de la cancelación de la capacitancia parásita del sistema experimental.	47
4.4. Metodología de medición experimental.	48
Referencias del capítulo 4.	52
CAPÍTULO 5. RESULTADOS EXPERIMENTALES.....	53
Referencias del capítulo 5.	59

CAPÍTULO 6. MÉTODO PROPUESTO PARA DETERMINAR ESPESOR Y CONSTANTE DIELECTRICA DE RECUBRIMIENTOS.....	61
6.1. Descripción del método propuesto.	61
6.2. Simulaciones del método propuesto.	62
6.3. Factor de escalamiento.	69
6.4. Valor de la capacitancia C_m generado por el electrodo esférico de menor radio a_m cuando $d \gg a_m$.	71
6.5. Criterio para determinar el radio máximo del electrodo esférico menor.	73
6.6. Cálculo de la dimensión máxima del electrodo esférico mayor.	80
Referencias del capítulo 6.	91
CAPÍTULO 7. CONCLUSIONES Y DISCUSIÓN.....	93
Referencias del capítulo 7.	96
APÉNDICE I. ELECTRODOS ESFÉRICOS EN PARALELO.....	97
A1.1. Electrodo esférico en paralelo.	97
A1.2. Cálculo de la separación mínima ideal entre dos electrodos esféricos de 50nm de radio sobre una superficie dieléctrica con espesor de $2\mu\text{m}$ y permitividad relativa de 2.	97
A1.3. Determinación de la distribución geométrica ideal de electrodos esféricos sobre una superficie dieléctrica de $2\mu\text{m}$ de espesor y permitividad relativa de 2 por medio de simulaciones en 3D con el MEF.	100
A1.4. Cálculo de la separación s_e mínima entre electrodos esféricos de 50 nm de radio sobre un espesor de recubrimiento de 500nm.	105
A1.5. Determinación de la distribución geométrica ideal de electrodos esféricos con 50nm de radio sobre un recubrimiento de 500nm de espesor por medio de simulaciones en 3D.	106

ÍNDICE

A1.6. Cálculo de la separación mínima entre electrodos esféricos de 200nm de radio sobre recubrimientos con espesores de 1μm y 10μm.	108
A1.7. Simulaciones en 3D con nano-puntas conductoras.	110
APÉNDICE II. ARTÍCULOS PUBLICADOS.....	115
REFERENCIAS	

1. INTRODUCCIÓN

Los recubrimientos dieléctricos tienen diversas aplicaciones en la industria (e.g. óptica, electrónica) y generalmente se utilizan como capas protectoras. Sin embargo, existen aplicaciones en las que se utilizan como sensores de gas, de temperatura y de humedad. A causa de las múltiples aplicaciones en todas estas áreas y de los avances en la ingeniería de los materiales se ha incrementado la necesidad de desarrollar e implementar nuevas técnicas de caracterización eléctrica de materiales utilizados en diferentes aplicaciones. Uno de los tantos parámetros de interés es el estudio de la constante dieléctrica principalmente para el desarrollo de semiconductores utilizados en el campo de la microelectrónica. Aquí es donde los materiales con constantes dieléctricas altas han tenido un desarrollo continuo. Esto ha permitido que la Ley de Moore siga cumpliéndose al aumentar la densidad de transistores en áreas más reducidas dentro de los microprocesadores [1]. Los nuevos materiales con constantes dieléctricas altas requieren de nuevos métodos de caracterización en escalas nanométricas con el fin de poder satisfacer los requerimientos de diseño de la nueva generación de semiconductores.

Actualmente la caracterización de semiconductores se realiza por medio de técnicas como la Microscopía Capacitiva de Barrido (MCB) [2-8], Microscopía Dieléctrica (MD) [9,10] o Microscopía de Fuerza Atómica (MFA) [11], obteniendo imágenes digitales de la superficie del material semiconductor en estudio. Existen otras técnicas de caracterización como la medición de Impedancias [12,13] y la Tomografía Capacitiva (TM) [14], que también se utilizan para determinar la constante dieléctrica a bajas frecuencias de sólidos [15], líquidos [16-19] y gases [20,21]. Estos métodos también se utilizan para realizar estudios biológicos con el fin de identificar bacterias o virus en sustancias [22-26]. Para cubrir las necesidades actuales de la mayoría de estas investigaciones se han propuesto y desarrollado nuevos métodos de medición utilizando instrumentación electrónica reciente con el fin de alcanzar mayor resolución en sus mediciones.

Cuando se determina la constante dieléctrica de muestras sólidas por medio de técnicas capacitivas, se debe preparar una muestra con una geometría y dimensiones específicas. Por ejemplo, se puede tener la necesidad de formar un capacitor de placas paralelas con la muestra a medir [15]. A este respecto las técnicas capacitivas utilizadas con muestras sólidas son destructivas, ya que la muestra debe ser cortada y preparada antes de la medición. La geometría del electrodo capacitivo es muy importante porque el valor de la capacitancia esta directamente en función de ésta. Publicaciones recientes en esta materia han mostrado que las mediciones capacitivas realizadas por medio de puntas conductoras son más exactas [27]. Sin embargo, entre más pequeña es la dimensión de la curvatura de la punta, menor será el valor de la capacitancia que se tiene que medir. Se ha mostrado, que una punta fina utilizada como electrodo sensor muy próxima a una superficie puede ser representada teóricamente por un electrodo esférico [4,23]. Recientemente, varios grupos han mostrado que es

1. INTRODUCCIÓN

posible realizar mediciones capacitivas con puntas nanométricas obteniendo valores en el orden de las unidades de ato-Faradios utilizando instrumentación moderna, como medidores de impedancia y de capacitancia de alta resolución. Actualmente, la imagen capacitiva de la superficie de una película delgada de algún semiconductor o membrana biológica es una aplicación de interés, en donde las mediciones en ato-Faradios son reportadas por varios grupos [3,6,27,28].

En esta tesis, se analizó teóricamente la capacitancia de un electrodo esférico en contacto con un recubrimiento dieléctrico con espesor finito y se encontró que el valor de la capacitancia es independiente del espesor de la muestra cuando el radio de curvatura de la punta es varias veces menor que el espesor de la muestra. Los valores de capacitancia reportados fueron en el orden de las decenas de ato-Faradios con un radio de electrodo esférico aproximado de $40\mu\text{m}$ [29]. Además, se demostró que es posible obtener la constante dieléctrica de una muestra dieléctrica sólida macroscópica de una forma no destructiva y sin el preciso conocimiento de sus dimensiones por medio de una punta conductora utilizada como electrodo capacitivo sensor. Básicamente, la hipótesis de la metodología propuesta aquí es que cuando se utiliza una punta como electrodo sensor con un radio de curvatura suficientemente pequeño y muy próxima a la superficie de una muestra dieléctrica con un espesor varias veces mayor que el radio de curvatura de la punta, se puede extraer la contribución de la capacitancia de la curvatura de la punta con la superficie del recubrimiento dieléctrico, la cual es insensible a las dimensiones de la muestra dieléctrica pero sensible a la permitividad relativa local de esta [30]. Las variaciones de capacitancia que se presentan solamente con la curvatura de la punta sensora y con el substrato conductor no son significativas. Después de un procedimiento de calibración se puede medir exactamente la constante dieléctrica de muestras sólidas con dimensiones suficientemente grandes en comparación con el radio de curvatura de la punta sensora, en este caso en el orden de las decenas de micras. Se propone una metodología no destructiva en el sentido de que no se requiere de una preparación previa de la muestra en su geometría ni en el segundo electrodo requerido para establecer una diferencia de potencial.

Se discute en detalle un procedimiento de calibración para mediciones cuantitativas de la constante dieléctrica. Aunque, las variaciones de capacitancia que se deben medir en la presente aplicación están en rango de los ato-Faradios, los requerimientos en la etapa mecánica para manejar la posición del electrodo sensor son menos demandantes que en las aplicaciones que utilizan microscopía capacitiva. Se realiza una estimación de la mínima dimensión que debe tener el espesor de la muestra dieléctrica con respecto del radio de la curvatura de la punta sensora para alcanzar una exactitud razonable en la determinación de la constante dieléctrica con la metodología propuesta. Por otro lado, el radio mínimo de la curvatura de la punta se determina por la mínima variación de la capacitancia que se puede medir.

En los capítulos siguientes se describen los principios básicos y las suposiciones del sistema capacitivo (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato

conductor). También se describe una metodología de medición que se utiliza en el desarrollo experimental propuesto. Se describe de forma teórica una metodología para determinar simultáneamente la constante dieléctrica y el espesor de recubrimientos por medio de dos mediciones capacitivas con dos electrodos esféricos de diferentes dimensiones y se muestra la conveniencia de utilizar un electrodo esférico con un electrodo plano utilizando los resultados teóricos obtenidos. Se discuten los resultados obtenidos y las conclusiones del método propuesto.

Finalmente, en el Apéndice I se realiza un análisis teórico con simulaciones, en 3D con Elemento Finito, de diferentes distribuciones de electrodos esféricos con el fin de encontrar la distribución geométrica ideal para que la capacitancia total del arreglo de todos los electrodos esféricos sea la suma de las capacitancias generada por cada electrodo esférico, simulando un arreglo de capacitores en paralelo. Esta propuesta teórica, de utilizar varios electrodos en paralelo en vez de solo uno, ayudaría a aumentar la relación señal a ruido de capacitancia con el método propuesto además de analizar puntualmente al mismo tiempo un área mayor de alguna superficie dieléctrica en estudio. Queda para trabajo futuro desarrollar experimentalmente esta idea.

Referencias del capítulo 1.

1. Naarain D. Arora, "Atto-Farad measurement and modeling of on-chip coupling capacitance", *Fellow, IEEE and Li Song, IEEE Electron Device Letters*, Vol.25, No. 2, February 2004.
2. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Scanning capacitance microscopy for thin film measurements", *Nanotechnology*, 17 (2006), 1484-1491.
3. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Instrumentation for direct, low frequency scanning capacitance microscopy, and analysis of position dependent stray capacitance", *Review of scientific Instruments*, 73 10 (2002), 3525-3533.
4. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, "Tip-sample capacitance microscopy of dielectric films", *Journal of Applied Physics*, 84 8 (1998) 4043-4048.
5. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, "Tapping mode capacitance microscopy", *Review of Scientific Instruments*, 68 (1), January 1997.
6. C. C. Williams, W. P. Hough and S. A. Rishton, "Scanning capacitance microscopy on a 25 nm scale", *Appl. Phys. Lett.*, 55 (2), 10 July 1989.

1. INTRODUCCIÓN

7. T. Tran, D. R. Oliver, D. J. Thomsom and G. E. Bridges, "Zeptofarad (10^{-21} F) resolution capacitance sensor for scanning capacitance microscopy", *Review of Scientific Instruments*, 72 6, June 2001.
8. Key Kobayashi, Hirofumi Yamada and Kazumi Matsushige, "Dopant profiling on semiconducting sample by scanning capacitance force microscopy", *Applied Physics Letters*, 81 (14), 30 September 2002.
9. Koya Ohara and Yasuo Cho, "Quantitative Measurement of linear dielectric constant using scanning nonlinear dielectric microscopy with electro-conductive cantilever", *Jpn. Journal Applied Physics*, Vol. 41 (2002) pp. 4961-4964.
10. Koji Asami, "The scanning dielectric microscope", *Meas. Sci. Technol.*, 5 (1994) 589-592.
11. L Fumagalli, G Ferrari, M Samprieto, I Casuso, E Martínez, J Samitier and G Gomila, "Nanoscale capacitance imaging with attofarad resolution using ac current sensing atomic force microscopy", *Nanotechnology* 17 (2006) 4581-1587.
12. Jack F. McIntyre and Henry Leldhelser, Jr., "Resistance measurements on thin-film substrates as a technique for studying the deterioration of coated metals", *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.* 1985, 24, 348-353.
13. Nicolás H Beltrán, Ricardo A. Finger, Jorge Santiago-Aviles, Patricio Espinoza-Vallejos, "Effect of parasitic capacitances on impedance measurements in microsensors structures: a numerical study", *Sensors and Actuators B* 96 (2003) 139-143.
14. Alan Somerville, Iwan Evans and Trevor York, "Preliminary studies of planar capacitance tomography", *1st World Congress on Industrial Process Tomography*, Buxton, Greater Manchester, April 14-17, 1999.
15. C Cooke and J E Ford, "Accurate measurement of the dielectric constant of solids", *J. Phys. E: Sci. Instrum*, 14 (1981).
16. Hongshen Ma, Jeffrey H. Lang, and Alexander H. Slocum, "Permittivity measurements using adjustable microscale electrode gaps between millimeter-sized spherical electrodes", *Review of Scientific Instruments*, 79 035105 (2008).
17. A. P. Gregory and R. N. Clarke, "Traceable measurements of the static permittivity of dielectric reference liquids over the temperature range 5-50°C", *Meas. Sci. Technol.*, 16 (2005) 1506-1516.

18. Jiamping Wu and John P W Stark, Measurement of low frequency relative permittivity of room temperature molten salts by triangular waveform voltage, *Meas. Sci. Technol.*, 17 (2006) 781-788.
19. Nelson L. Buck, "Calibration of dielectric constant probes using salt solutions of unknown conductivity", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol. 45, No. 1, February 1996.
20. LIU Yi-ping, NIU Gang, and WANG Jing, "Design of capacitance sensor system for void fraction measurement", *Journal of Zhejiang University SCIENCE*, 2005 6A(12): 1424-1429.
21. C.Hagleitner, A. Hierlemann, D. Lange, A. Kummer, N. Kerness, O. Brand & H. Baltes, "Smart single-chip gas sensor microsystem, *Letters to nature*", *Nature* Vol. 414 15, November 2001.
22. Ignacio Casuso, Laura Fumagalli and Gabriel Gomila, "Nondestructive thickness measurement of biological layers at the nanoscale by simultaneous topography and capacitance imaging", *Applied Physics Letters*, 91, 063111, 2007.
23. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, "Dielectric-constant measurement of thin insulating Films at low frequency by nanoscale capacitance microscopy", *Applied Physics Letters*, 91, 243110, 2007.
24. D W E Allsopp, K R Miller, A P Brown and W B Betts, "Impedance technique for measuring dielectrophoretic collection of microbiological particles", *J. Phys. D. Appl. Phys.*, 32 (1999) 1066-1074.
25. Robert I. MacCuspie, Nurxat Nuraje, Sang-Yup Lee, Anne Runge and Hiroshi Matsui, "Comparison of electrical properties of viruses studied by ac capacitance scanning probe microscopy", *J. AM. CHEM. SOC.*, 2008, 130, 887-891.
26. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, "Quantitative nanoscale dielectric microscopy of single-layer supported biomembranes", *Nano Letters* 9 (4), 1604-1608 (2009).
27. Ren-jie Zhang, Shu-guang Dai and Ping-an Mu., "A spherical capacitive probe for measuring the thickness of coatings on metals", *Meas. Sci. Technol.* 8 (1997) 1028-1033.
28. Stefan Lányi, "Effect of adsorbed water on the resolution of scanning capacitance microscopes", *Surface and Interface Analysis*, 27, (1999) 348-353.

1. INTRODUCCIÓN

29. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzuela,, “On the measurement of dielectric constant of coatings with capacitance sensors”, *Key Engineering Materials (KEM)*, 381-382 (2008) 533-536.
30. A. Guadarrama-Santana and A. García Valenzuela, “Obtaining the dielectric constant of solids from capacitance measurements with a pointer electrode”, *Review of Scientific Instruments*, 80, 106101 (2009).

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

Cuando se realizan mediciones capacitivas, la geometría de los electrodos juega un papel crucial puesto que el valor de la capacitancia esta en función de ésta. Los electrodos planos con geometrías regulares son los más estudiados y algunas veces los más utilizados en la práctica. Sin embargo el paralelismo entre las superficies, su rugosidad y los efectos de borde suelen inducir errores en las mediciones de capacitancia prácticas si no se cuidan y/o compensan estos aspectos físicos en la geometría de los electrodos capacitivos. Una forma de reducir estos errores es utilizar una geometría de electrodos diferente, como la esférica. Hay algunas ventajas significativas que se presentan al utilizar una geometría con respecto de la otra. Por ejemplo, con un electrodo esférico los problemas de paralelismo desaparecen y si se reducen las dimensiones del electrodo en comparación con la rugosidad de la superficie, se incrementa la resolución de la medición capacitiva pero su valor disminuirá significativamente.

Con el fin de comprender el comportamiento de la capacitancia que se presenta en un sistema capacitivo, formado por un electrodo esférico sobre una superficie plana dieléctrica con espesor infinito, se realizó un análisis teórico basado en el Método de las Imágenes (MI).

2.1. Análisis teórico de un sistema capacitivo (esfera conductora – dieléctrico) cuando el espesor del dieléctrico tiende a ser infinito y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.

La hipótesis es que si colocamos una esfera conductora muy pequeña sobre la superficie plana de un material dieléctrico con un espesor infinito, la capacitancia generada por el electrodo esférico en el sistema capacitivo de la figura 2.1.1, depende solo de la constante dieléctrica del material y no de su espesor. Por lo tanto, con el valor de la capacitancia que se presenta en este sistema capacitivo se podría obtener la constante dieléctrica sin saber precisamente el espesor del material dieléctrico [1]. Por simplicidad en este análisis se considera solo el caso de un electrodo esférico de radio a separado una distancia s de la superficie de un material dieléctrico. El sistema capacitivo bajo consideración se muestra en la figura 2.1.1.

La permitividad eléctrica del dieléctrico se denota como $\varepsilon = k\varepsilon_0$ en donde ε_0 es la permitividad eléctrica del vacío (8.85×10^{-12} F/m) y k es la constante dieléctrica del material dieléctrico. La permitividad eléctrica del medio se denota como $\varepsilon = k\varepsilon_0$ en donde k es la constante dieléctrica del aire. En este trabajo se asume que la constante dieléctrica del aire es uno y el electrodo esférico se encuentra separado de la superficie del dieléctrico una distancia s . Se supone que el espesor d del material dieléctrico es infinito, $d \rightarrow \infty$.

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

Con el fin de confirmar esta hipótesis se desarrolló un modelo basado en el Método de las Imágenes (MI) [2]. Este método se utilizó para calcular una primera aproximación de la capacitancia con las condiciones propuestas en el sistema capacitivo de la figura 2.1.1.

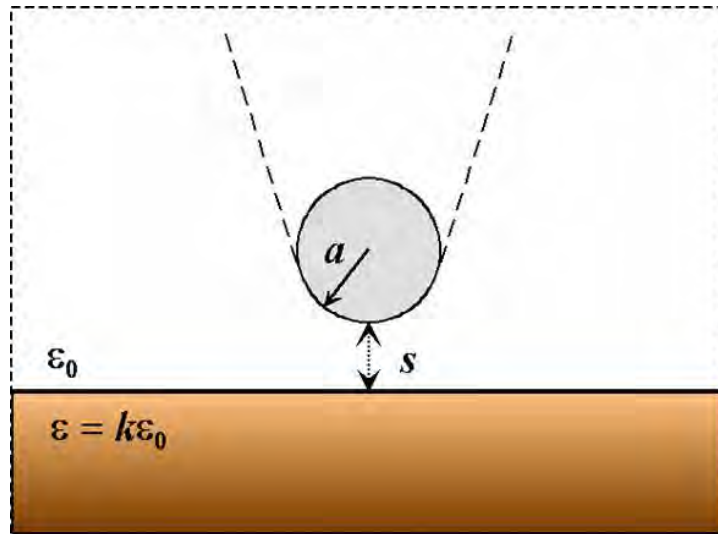


Fig. 2.1.1. Sistema capacitivo bajo consideración. El electrodo esférico tiene un radio a y se encuentra inmerso en un medio con permitividad eléctrica ϵ_0 separado una distancia s de la superficie de un material dieléctrico con permitividad eléctrica $\epsilon = k\epsilon_0$. Se supone que el material dieléctrico tiene un espesor infinito, $d \rightarrow \infty$.

2.2. Desarrollo del modelo teórico basado en el Método de Imágenes.

Se sabe que las superficies equipotenciales debido a una carga puntual Q aislada e inmersa en un medio con permitividad eléctrica ϵ son esferas con radio a concéntricas a la carga puntual [2]. Esto se demuestra por medio de la siguiente expresión derivada del cálculo de la diferencia de potencial eléctrico entre dos puntos en un campo eléctrico asignando el valor de cero al potencial eléctrico en infinito.

$$V = \left(\frac{1}{4\pi\epsilon} \right) \left(\frac{Q}{a} \right). \quad (2.2.1)$$

Con esta expresión, se puede obtener la capacitancia C de una esfera aislada con radio a inmersa en un medio con permitividad eléctrica ϵ , como

$$C = \frac{Q}{V} = 4\pi\epsilon a. \quad (2.2.2)$$

Para obtener una aproximación del valor de la capacitancia C_a del sistema capacitivo (electrodo esférico – dieléctrico) como se muestra en la figura 2.1.1, se

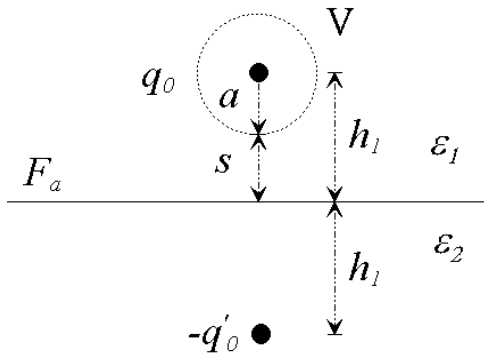
aplicó el Método de las Imágenes con el fin de obtener una primera aproximación de la carga total Q del sistema capacitivo.

Primero se sustituyó una carga Q_a que representa la carga total de la esfera por una sucesión de cargas puntuales, con signos contrarios, referidas a una interfase denominada F_a entre los medios con permitividades eléctricas definidas como $\epsilon_1 = k_1\epsilon_0$ y $\epsilon_2 = k_2\epsilon_0$, en donde se supone un espesor infinito del dieléctrico, $d \rightarrow \infty$. La suma de la sucesión de las cargas reflejadas en la esfera representa una primera aproximación de la carga Q_a del sistema capacitivo, referida a la frontera F_a . Finalmente con este valor se aplicó la ecuación (2.2.2) para calcular una primera aproximación de la capacitancia C_a del sistema capacitivo (electrodo esférico – dieléctrico), referida a la frontera F_a .

2.3. Aplicación del Método de Imágenes al sistema capacitivo (esfera conductora - dieléctrico) cuando $d \rightarrow \infty$ y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.

Se sustituye la carga Q_a del electrodo esférico por una carga real puntual q_0 en el centro de la esfera y separada una distancia h_1 de la superficie del dieléctrico que se representa como un plano frontera F_a . Se coloca una carga imagen $-q'_0$ separada a una distancia $2h_1$ del centro de la esfera y afectada por los medios ϵ_1 y ϵ_2 , e inmersa en el mismo medio ϵ_1 que la carga q_0 . Con esto el plano frontera F_a se convierte en una superficie equipotencial pero la esfera deja de serlo.

Se tiene que,



$$h_1 = a + s, \tag{2.3.1}$$

$$q_0 = 4\pi a \epsilon_1 V \text{ en } x'_0 = 0, \tag{2.3.2}$$

$$q'_0 = -q_0 \left(\frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \right). \tag{2.3.3}$$

Se coloca una carga q'_1 en el interior de la esfera a una distancia x'_1 y se calcula el valor de q'_1 y x'_1 para que la esfera sea una superficie equipotencial aunque deje de serlo el plano frontera F_a . Resolviendo el sistema con estas condiciones se tiene que,

$$q'_1 = q'_0 \left(\frac{a}{2h_1 - x'_0} \right) \text{ en } x'_1 = \left(\frac{a^2}{2h_1 - x'_0} \right). \tag{2.3.4}$$

Se coloca una carga $-q'_1$ simétrica a q'_1 para que el plano frontera F_a sea equipotencial, pero la superficie esférica deja de serlo. Para que esta siga siendo equipotencial se coloca una carga q'_2 en el interior de la esfera a una distancia x'_2 aunque el plano frontera F_a deje de serlo. Resolviendo el sistema con estas condiciones se tiene que,

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

$$q'_2 = q'_1 \left(\frac{a}{2h_1 - x'_1} \right) \quad \text{en} \quad x'_2 = \left(\frac{a^2}{2h_1 - x'_1} \right). \quad (2.3.5)$$

De esta forma el proceso continúa y converge rápidamente hasta alcanzar la aproximación deseada. La sucesión de cargas q'_{i+1} y sus posiciones x'_{i+1} dentro de la esfera se pueden calcular como,

$$q'_{i+1} = q'_i \left(\frac{a}{2h_1 - x'_i} \right) \quad \text{en} \quad x'_{i+1} = \left(\frac{a^2}{2h_1 - x'_i} \right), \quad (2.3.6)$$

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

La carga del sistema capacitivo referida a la frontera F_a se calcula como,

$$Q_a = \left(q_0 + \sum_{i=1}^n q'_i \right) V, \quad (2.3.7)$$

Y la capacitancia del sistema se calcula como,

$$C_a = \frac{Q_a}{V} = q_0 + \sum_{i=1}^n q'_i. \quad (2.3.8)$$

Finalmente se puede expresar este resultado como,

$$C_a = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x'_{j-1}} \right\}, \quad (2.3.9)$$

en donde,

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

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

Esta es una primera aproximación para calcular el valor de la capacitancia C_a del sistema capacitivo electrodo esférico - dieléctrico cuando se supone que el espesor del dieléctrico tiende a infinito, $d \rightarrow \infty$.

Se puede observar en la ecuación (2.3.9) que la capacitancia está en función principalmente de la geometría del electrodo, de las permitividades eléctricas ϵ_1 y ϵ_2 y de la distancia de separación s entre el electrodo y la superficie dieléctrica.

2.4. Sistema capacitivo (esfera conductora - recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) con espesor finito cuando $d \gg a$ y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.

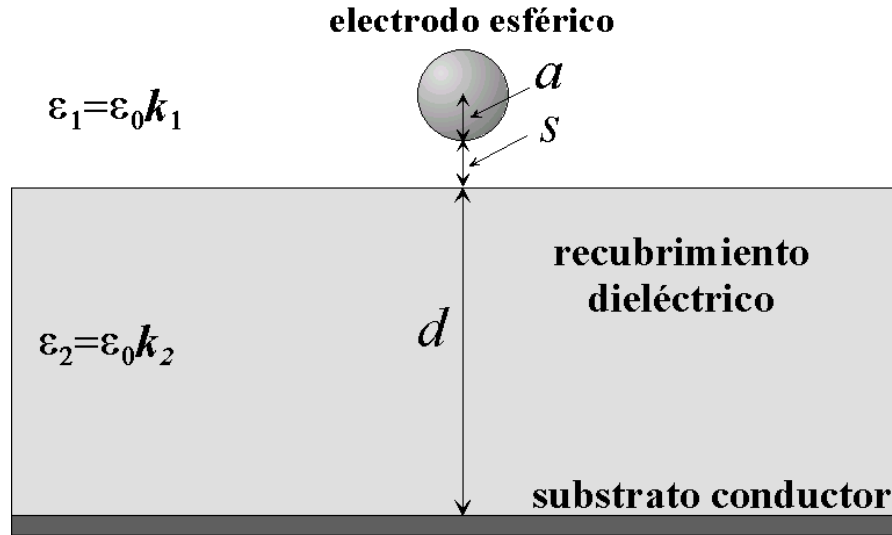
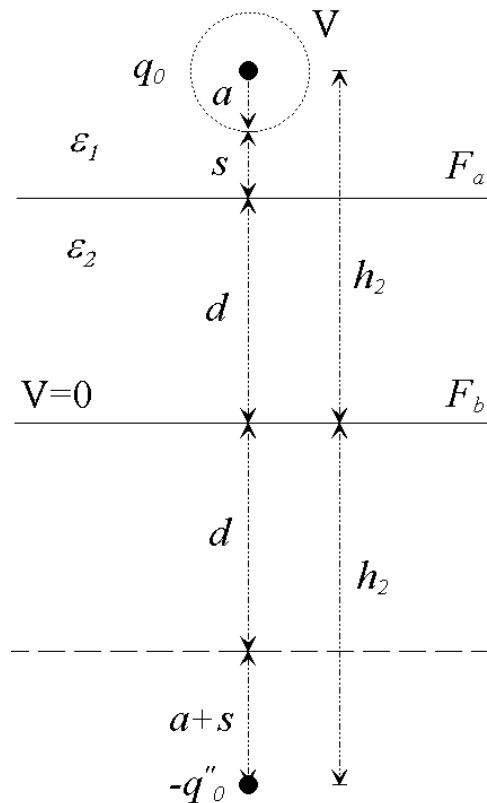


Fig. 2.4.1. Sistema capacitivo bajo consideración. El electrodo esférico con radio a se encuentra inmerso en un medio con permitividad eléctrica ϵ_1 y esta separado una distancia s de la superficie de la muestra dieléctrica con permitividad eléctrica ϵ_2 . La muestra dieléctrica tiene un espesor $d \gg a$ y se encuentra sobre un substrato conductor que funciona como un segundo electrodo plano. Se supone una diferencia de potencial V entre sus electrodos.

Para el caso de situaciones prácticas, ahora se supone un sistema capacitivo con las mismas condiciones del caso anterior pero con un recubrimiento dieléctrico de espesor d finito mucho mayor que el radio a del electrodo esférico, $d \gg a$, sobre un substrato conductor como se muestra en la figura 2.4.1.

En general, una primera aproximación de la carga total Q de este sistema capacitivo se obtiene con la superposición de la aproximación de la carga Q_a referida a la frontera F_a resultante del caso anterior (2.3) y de la aproximación de una carga Q_b referida a una nueva frontera F_b definida entre el recubrimiento dieléctrico y el substrato conductor en este sistema capacitivo. Esta nueva aproximación de Q_b sirve como una corrección para el caso anterior con el fin de obtener la carga total



Q del sistema capacitivo con un recubrimiento dieléctrico de espesor d finito y con la condición de que $d \gg a$.

En primer lugar se sustituye la carga Q_b del electrodo esférico por una sucesión de cargas puntuales reflejadas en este y referidas a la interfase denominada F_b , que se encuentra entre el recubrimiento dieléctrico con permitividad eléctrica ε_2 y el substrato conductor. La suma de la sucesión de las cargas reflejadas en la esfera representa una primera aproximación de la carga Q_b del sistema, referida a la frontera F_b .

Finalmente, una primera aproximación de la carga total Q del sistema capacitivo se calcula con la superposición de las cargas Q_a y Q_b . Con esta aproximación de la carga total Q se puede estimar la capacitancia total C del sistema capacitivo (electrodo esférico – dieléctrico – substrato conductor).

2.5. Aplicación del Método de Imágenes al sistema capacitivo (esfera conductora - recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) cuando $d \gg a$ y el electrodo se encuentra separado una distancia s de la superficie del dieléctrico.

Se sustituye la carga total Q_b del electrodo esférico por una carga real puntual q_0 en el centro de la esfera y separada una distancia h_2 de la superficie del plano conductor que se representa como la frontera F_b . Se coloca una carga imagen $-q''_0$ separada a una distancia $2h_2$ del centro de la esfera y afectada por los medios ε_1 y ε_2 , colocada fuera del substrato conductor. Con esto el plano frontera F_b se convierte en una superficie equipotencial pero la esfera deja de serlo.

Se tiene que,

$$h_2 = a + s + d, \quad (2.5.1)$$

$$q_0 = 4\pi a \varepsilon_1 V \quad \text{en} \quad x''_0 = 0, \quad (2.5.2)$$

$$q''_0 = -q_0 \left(\frac{2\varepsilon_1}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \right) \left(\frac{2\varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \right). \quad (2.5.3)$$

Se coloca una carga q''_1 en el interior de la esfera y afectada por los medios ε_1 y ε_2 a una distancia x''_1 y se calcula el valor de q''_1 y x''_1 para que la esfera sea una superficie equipotencial aunque deje de serlo el plano frontera F_b . Resolviendo el sistema con estas condiciones se tiene que,

$$q''_1 = q_0 \left(\frac{a}{2h_2 - x''_0} \right) \quad \text{en} \quad x''_1 = \left(\frac{a^2}{2h_2 - x''_0} \right). \quad (2.5.4)$$

Se coloca una carga $-q''_1$ simétrica a q''_1 para que el plano frontera F_b sea equipotencial, pero la superficie esférica deja de serlo. Para que esta siga siendo equipotencial se coloca una carga q''_2 en el interior de la esfera a una distancia x''_2 aunque el plano frontera F_b deje de serlo. Resolviendo el sistema con estas condiciones se tiene que,

$$q''_2 = q''_1 \left(\frac{a}{2h_2 - x''_1} \right) \quad \text{en} \quad x''_2 = \left(\frac{a^2}{2h_2 - x''_1} \right). \quad (2.5.5)$$

De esta forma el proceso continúa y converge rápidamente hasta alcanzar la aproximación deseada. La sucesión de cargas q''_{i+1} y sus posiciones x''_{i+1} se pueden calcular como,

$$q''_{i+1} = q''_i \left(\frac{a}{2h_2 - x''_i} \right) \quad \text{en} \quad x''_{i+1} = \left(\frac{a^2}{2h_2 - x''_i} \right), \quad (2.5.6)$$

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

La carga del sistema capacitivo referida a la frontera F_b se calcula como,

$$Q_b = V \sum_{i=0}^n q''_i. \quad (2.5.7)$$

Entonces la carga total Q del sistema capacitivo (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) se calcula como la superposición de las cargas Q_a y Q_b ,

$$Q = \left(q_0 + \sum_{i=1}^n q'_i + \sum_{i=1}^n q''_i \right) V, \quad (2.5.8)$$

Una primera aproximación de la capacitancia total del sistema se calcula como,

$$C = \frac{Q}{V} = q_0 + \sum_{i=1}^n q'_i + \sum_{i=1}^n q''_i. \quad (2.5.9)$$

Finalmente la capacitancia total del sistema se puede expresar como,

$$C = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x'_{j-1}} + \prod_{j=1}^{i+1} \frac{aM}{2(a+d+s) - x''_{j-1}} \right\}, \quad (2.5.10)$$

en donde,

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

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

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

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

Como se puede observar la capacitancia C esta en función principalmente de la geometría del electrodo, de las permitividades de los medios ϵ_1 y ϵ_2 , del espesor finito d , de la distancia de separación s entre el electrodo y la superficie dieléctrica como se presentaría en un sistema capacitivo real.

En general con este método las cargas imágenes q'_{i+1} y q''_{i+1} se reflejan en el electrodo esférico a lo largo de su radio a y están en función de las separaciones x'_{i+1} y x''_{i+1} respectivamente entre cada carga imagen reflejada y de los medios con permitividades eléctricas ϵ_1 y ϵ_2 . Cuando el espesor del dieléctrico tiende a infinito, $d \rightarrow \infty$, como se mostró en el sistema capacitivo, electrodo esférico – dieléctrico de la figura 2.1.1, la capacitancia C_a se obtiene con la ecuación (2.3.9). En el caso de que el dieléctrico tenga un espesor d finito y que sea varias veces el tamaño de del radio a del electrodo esférico, $d \gg a$ como se presentaría en un caso real, es necesario realizar la superposición de dos conjuntos de sucesiones de cargas Q_a y una carga de corrección Q_b reflejadas en la esfera para obtener una aproximación de la carga total Q del sistema capacitivo, electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor, como el de la figura 2.4.1. Con la superposición de esta aproximación de cargas se calcula una aproximación de la capacitancia total C del sistema capacitivo aplicando la ecuación. (2.5.10). Finalmente, esta estimación de la capacitancia total C es una primera aproximación puesto que si se requiriera una segunda aproximación cada carga imagen reflejada estará en función de las anteriores y así sucesivamente incrementando el grado de complejidad las funciones recursivas.

2.6. Modelo teórico del sistema capacitivo (esfera conductora – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) cuando $d \gg a$ y $s = 0$.

En este caso particular, también se considera que el radio de la esfera a es muy pequeño en comparación con la del espesor d del recubrimiento, como si el espesor fuera infinitamente mayor, $d \gg a$, cuando el electrodo esférico se encuentra en contacto con la superficie del recubrimiento, $s = 0$, como se muestra en la figura 2.6.1.

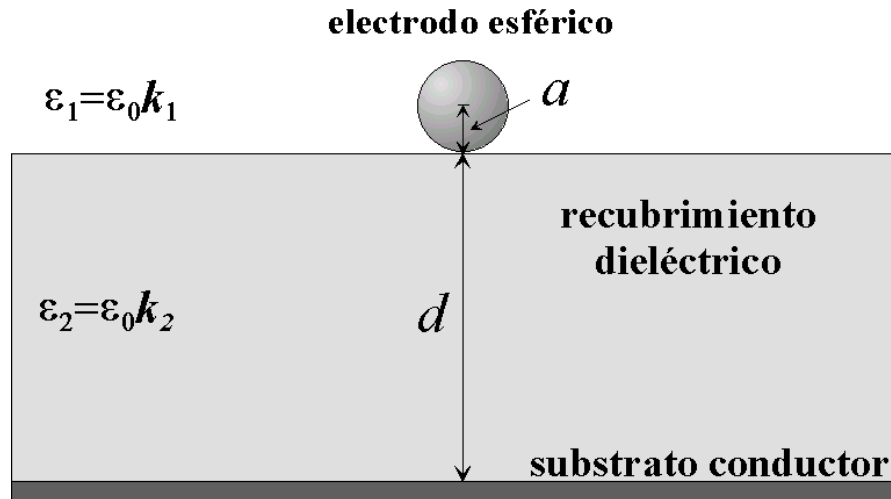


Fig. 2.6.1. Sistema capacitivo bajo consideración. El electrodo esférico tiene un radio a y esta en contacto con la superficie del recubrimiento, $s = 0$. El recubrimiento dieléctrico tiene un espesor d y se encuentra sobre un substrato conductor.

La capacitancia entre la esfera y el recubrimiento dieléctrico con permitividad ϵ_2 se obtiene por el método de las imágenes como,

$$C_0 = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2a - x'_{j-1}} \right\}, \quad (2.6.1)$$

en donde

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

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

Ahora, se añade una primera corrección a la ecuación (2.6.1) considerando un espesor finito del recubrimiento y sumando todas las cargas imagen dentro de la esfera debido solo al substrato conductor (esto es ignorando las imágenes de las imágenes desde la superficie del recubrimiento) pero “apantalladas” por la presencia de la permitividad ϵ_2 del material dieléctrico. Con esta adición la capacitancia esta dada por,

$$C_1 = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2a - x'_{j-1}} + \prod_{j=1}^{i+1} \frac{aM}{2(a+d) - x''_{j-1}} \right\}, \quad (2.6.2)$$

en donde,

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

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

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

En este caso también solo se realizó una primera aproximación aplicando el método de las imágenes, una segunda aproximación complicaría más la expresión analítica obtenida debido a que las nuevas cargas imagen estarían en función de las anteriores y así sucesivamente se podría continuar indefinidamente hasta alcanzar la aproximación deseada.

Esta claro que la ecuación (2.6.2) tiende a la ecuación (2.6.1) para $d \gg a$. Por lo tanto, si el radio a es pequeño comparado con el espesor del recubrimiento d , la capacitancia es una buena aproximación dada por C_0 como se da en la ecuación (2.6.1) y se puede obtener la constante dieléctrica de esta sin tener conocimiento preciso del valor de d . El error en este procedimiento se puede estimar de la diferencia de C_0 y C_1 [1].

Para probar la validación de este modelo teórico se comparan los valores de capacitancia obtenidos de simulaciones numéricas del sistema capacitivo, utilizando el Método de Elemento Finito (MEF), con aquellas obtenidas de la ecuación (2.6.2). La simulación numérica se efectuó utilizando el software comercial FEMLAB 3.1. En las gráficas de la figura 2.6.2 se comparan los valores de capacitancia como una función del espesor del recubrimiento dieléctrico para varios valores de constante dieléctrica y radios de electrodo esférico de $a = 200\text{nm}$ y $a = 50\text{nm}$, obtenidos con simulaciones numéricas del sistema capacitivo de la figura 2.6.1 y de la ecuación (2.6.2). Con estas expresiones se puede evaluar teóricamente la aplicabilidad de un método para obtener la constante dieléctrica de recubrimientos dieléctricos y estimar los errores que se pueden obtener. Pero primero se debe encontrar el rango de los valores del radio a y el espesor d para los cuales estas expresiones son validas. Este estudio se limitará a recubrimientos dieléctricos con constante dieléctrica, k_2 , entre 1 y 20, y un espesor entre 1 y 10 micrómetros.

De la gráfica de la figura 2.6.2(a), se puede apreciar que la capacitancia es altamente insensible al espesor del recubrimiento dieléctrico y es más sensible a la constante dieléctrica para un electrodo de radio $a = 200\text{nm}$. En este caso, la relación del radio a del electrodo al espesor d más pequeño del recubrimiento es solo 1/10. Esto significa que una vez que el espesor del recubrimiento es 10 veces mayor que el radio del electrodo esférico, el método podría estimar con exactitud razonable la constante dieléctrica del recubrimiento sin tener conocimiento preciso de su espesor con un solo valor de capacitancia. Además se puede apreciar en la figura 2.6.2(a) que el modelo de la ecuación (2.6.2) se aproxima con las simulaciones numéricas para $k_2 = 2$ y $k_2 = 6$. Para valores mayores de la constante dieléctrica las diferencias llegan a ser apreciables, siendo alrededor del 20% para $k_2 = 20$.

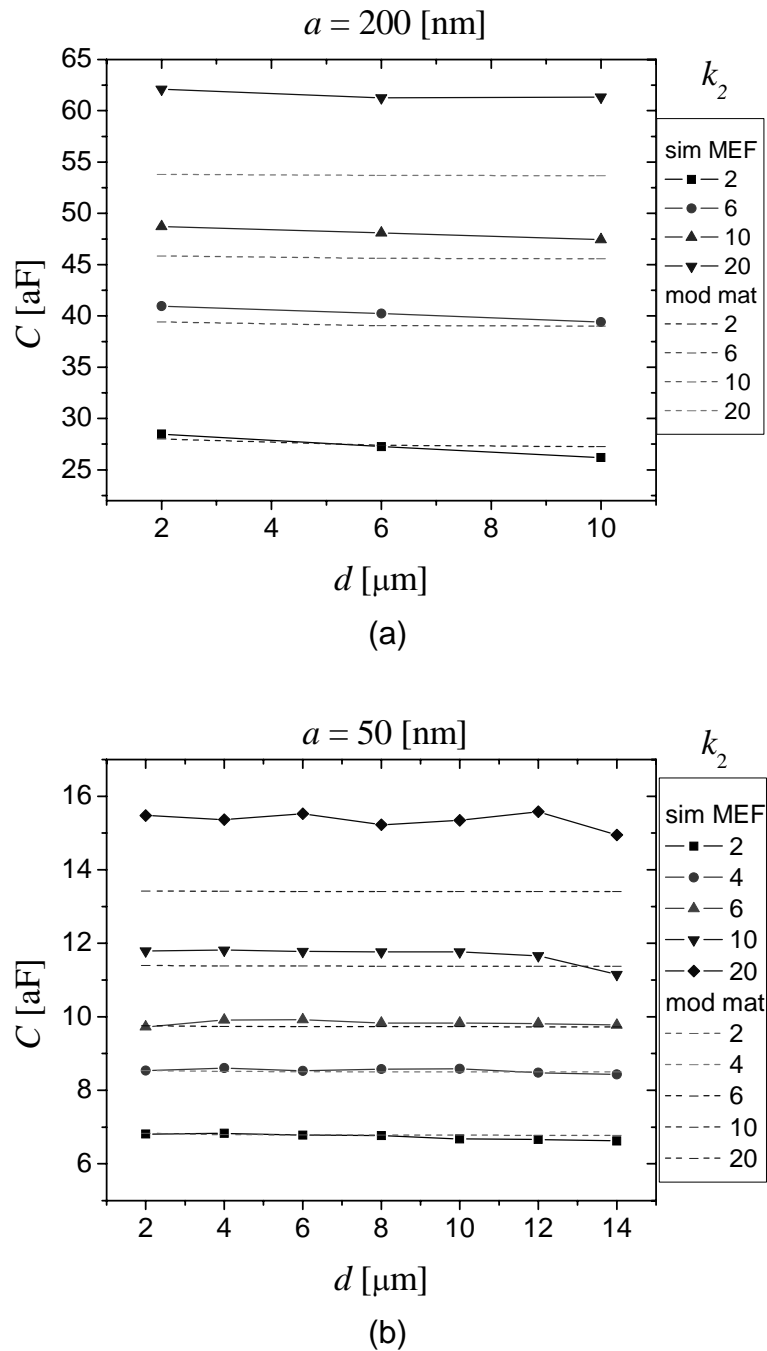


Fig. 2.6.2. Valores de capacitancia C (en ato-faradios) versus espesor d del recubrimiento para constantes dieléctricas de $k_2 = 2, 4, 6, 10$ y 20 , con radios a del electrodo esférico de: (a) 200nm y (b) 50nm . Las curvas continuas con marcas se obtuvieron de simulaciones numéricas con el MEF y las curvas discontinuas se obtuvieron con la ecuación (2.6.2).

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

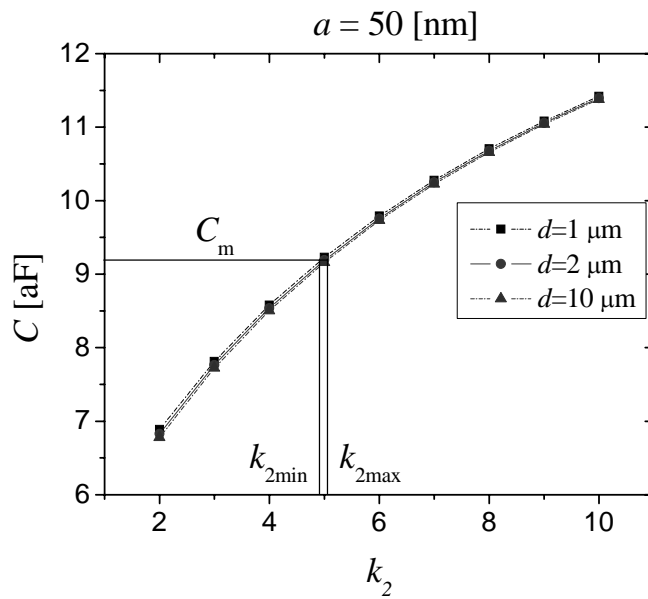
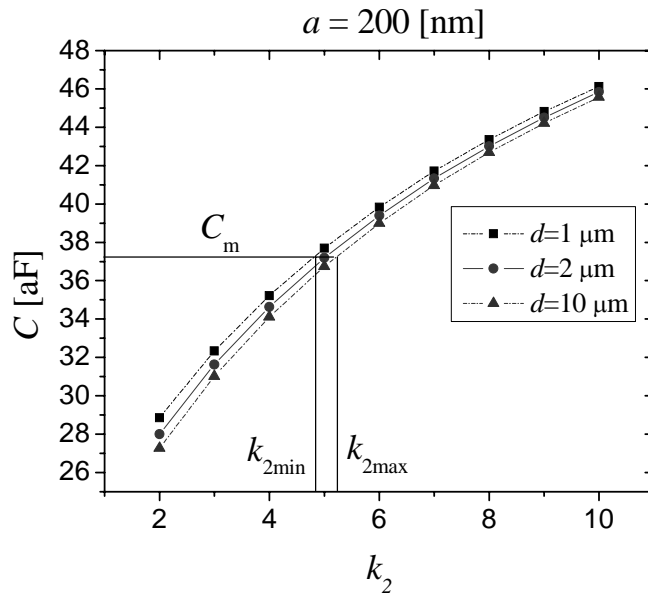


Fig. 2.6.3. Capacitancia versus constante dieléctrica del recubrimiento para un radio de (a) 200nm y (b) 50nm. La capacitancia se calculó con la ecuación (2.6.2). La curva continua es para un espesor de recubrimiento dieléctrico de $2\mu\text{m}$. Las curvas discontinuas son para espesores de $1\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$.

En la figura 2.6.2(b) el radio a de la esfera es menor y el modelo de la ecuación (2.6.2) tiene una mejor aproximación a las simulaciones numéricas, para un valor de k_2 arriba de 6 la diferencia es alrededor del 5% para $k_2 = 10$ y alrededor del 10% para $k_2 = 20$. Estos resultados teóricos muestran que puede ser posible obtener el valor de la constante dieléctrica k_2 de un material dieléctrico con una sola medición capacitiva sin el conocimiento preciso del espesor d del dieléctrico, en el caso particular que $d \gg a$, manteniendo los demás parámetros constantes y contando con curvas de calibración [1].

En la práctica se necesitaría una curva de calibración para un electrodo dado, esta sería simplemente la gráfica de la capacitancia C versus la constante dieléctrica del recubrimiento k_2 .

En la figura 2.6.3 se graficaron las curvas de calibración para un electrodo de radio de 200nm y 50nm. Por simplicidad, estas curvas se calculan con el modelo de la ecuación (2.6.2). Pero, en general, se pueden generar las curvas de calibración con una simulación exacta de la capacitancia utilizando el Método de Elemento Finito (MEF). En tal caso se podría tomar en cuenta la geometría exacta del electrodo (por ejemplo una punta como electrodo sensor incluyendo un anillo de guarda).

Las curvas de calibración graficadas en la figura 2.6.3 se calcularon asumiendo un rango de espesor del recubrimiento dieléctrico entre $1\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$. Las curvas extremas discontinuas se pueden utilizar para estimar la incertidumbre en el cálculo de la constante dieléctrica para un valor dado de la capacitancia. Suponga que se mide un valor de la capacitancia C_m , entonces se encuentra el punto en la curva de calibración con ese valor de la capacitancia y se lee en la gráfica el valor correspondiente de la constante dieléctrica k_2 . Para estimar la incertidumbre, Δk_2 , se intersectan los puntos en las curvas extremas con el mismo valor de la capacitancia y se encuentran los valores máximo y mínimo posibles de la constante dieléctrica, esto es k_{2min} y k_{2max} .

La incertidumbre aproximada esta dada por,

$$\Delta k_2 = \frac{\pm \frac{1}{2}(k_{2max} - k_{2min})}{k_{2avg}}, \quad (2.6.3)$$

en donde

$$k_{2avg} = \frac{1}{2}(k_{2min} + k_{2max}), \quad (2.6.4)$$

por lo tanto,

$$\Delta k_2 = \pm \frac{(k_{2max} - k_{2min})}{(k_{2min} + k_{2max})}. \quad (2.6.5)$$

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

Los valores de Δk_2 obtenidos de las curvas en la figura 2.6.3 para valores enteros de k_2 : 2, 3, ..., 10, se muestran en la tabla 2.6.1.

Tabla 2.6.1. Porcentajes de Δk_2 para radios de electrodo esférico $a=50\text{nm}$ y $a=200\text{nm}$.

k_2	% Δk_2								
	2	3	4	5	6	7	8	9	10
$a=50\text{nm}$	± 3.7	± 2.45	± 1.86	± 1.49	± 1.24	± 1.07	± 0.62	± 0.56	± 0.35
$a=200\text{nm}$	± 8.64	± 5.78	± 4.35	± 3.48	± 2.9	± 2.49	± 2.18	± 1.94	± 1.75

Se puede observar que los porcentajes de Δk_2 disminuyen cuando disminuye el radio del electrodo esférico. Esto quiere decir que cuanto menor es el radio del electrodo con respecto del espesor del dieléctrico mejores resultados se obtienen, dependiendo del rango de espesores de material dieléctrico que se quiera utilizar [1].

Los resultados son fácilmente escalables a espesores mayores y es posible mostrar que la capacitancia total del sistema se puede escalar linealmente con las dimensiones lineales del sistema, esto es, si el radio a y el espesor d se incrementan por un factor p , la capacitancia también se incrementará por el mismo factor.

2.7. Demostración teórica del escalamiento lineal de la capacitancia.

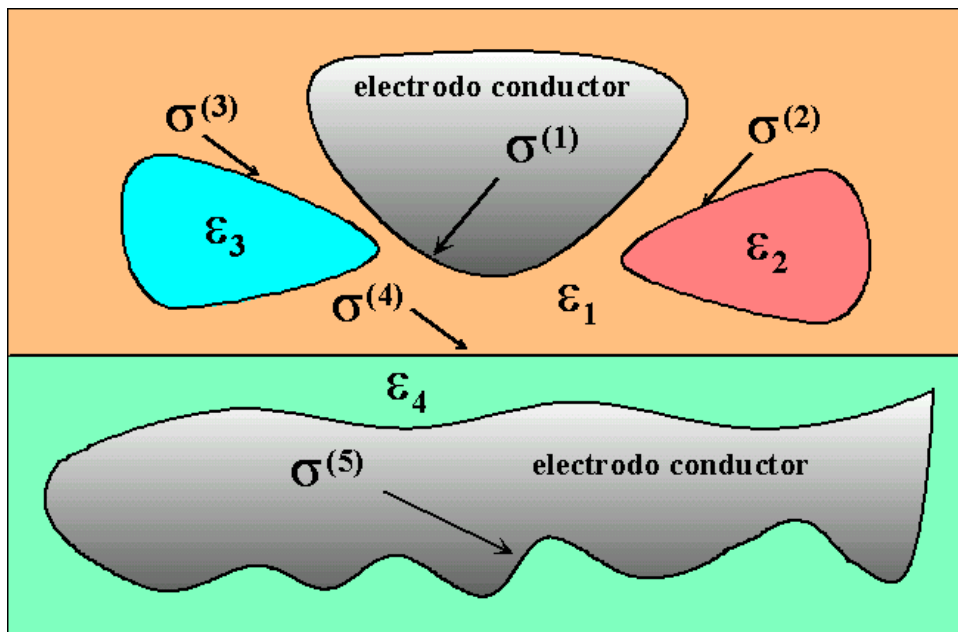


Fig. 2.7.1. Electrodos con geometrías arbitrarias y permitividades eléctricas circundantes ϵ_1 y ϵ_4 con regiones arbitrarias de diferentes constantes dieléctricas ϵ_2 y ϵ_3 .

Con el fin de mostrar que el escalamiento de la capacitancia es lineal, se presenta en forma general una demostración teórica con dos electrodos de geometrías arbitrarias en un espacio de 3D y separados por medios dieléctricos, como se muestra en la figura 2.7.1.

Se asume que el espacio entre los electrodos contiene regiones de formas arbitrarias de diferentes constantes dieléctricas. Se numeran las superficies que delimitan a los electrodos y diferentes regiones del espacio. Se denotan las superficies como $\sigma^{(n)}$. Si hay un total de N superficies, estas se numeran empezando con la superficie de un electrodo, $\sigma^{(1)}$, y terminando con el electrodo, $\sigma^{(N)}$. Cada superficie corresponde a un conjunto de puntos con coordenadas dadas por

$$\sigma^{(n)} = (x_{\sigma}^{(n)}(s_1, s_2), y_{\sigma}^{(n)}(s_1, s_2), z_{\sigma}^{(n)}(s_1, s_2)), \quad (2.7.1)$$

en donde $x_{\sigma}^{(n)}(s_1, s_2)$, $y_{\sigma}^{(n)}(s_1, s_2)$ y $z_{\sigma}^{(n)}(s_1, s_2)$ son funciones paramétricas de la variable s_1 y s_2 . Supóngase que el primer electrodo con superficie $\sigma^{(1)}$ se mantiene a un potencial $u = V$ y el electrodo de la superficie $\sigma^{(N)}$ se mantiene a un potencial de referencia $u = 0$. El potencial eléctrico, u , en cualquier punto del espacio $\vec{r} = (x, y, z)$ entre los electrodos, satisface la ecuación de Laplace,

$$\nabla^2 u(\vec{r}) = 0, \quad (2.7.2)$$

y las usuales condiciones de frontera en las interfaces entre regiones de diferente constante dieléctrica y en la superficie de los electrodos. La ecuación anterior se puede escribir como, $u_{,xx}(\vec{r}) + u_{,yy}(\vec{r}) + u_{,zz}(\vec{r}) = 0$, en donde los subíndices jj denotan la segunda derivada parcial con respecto de j .

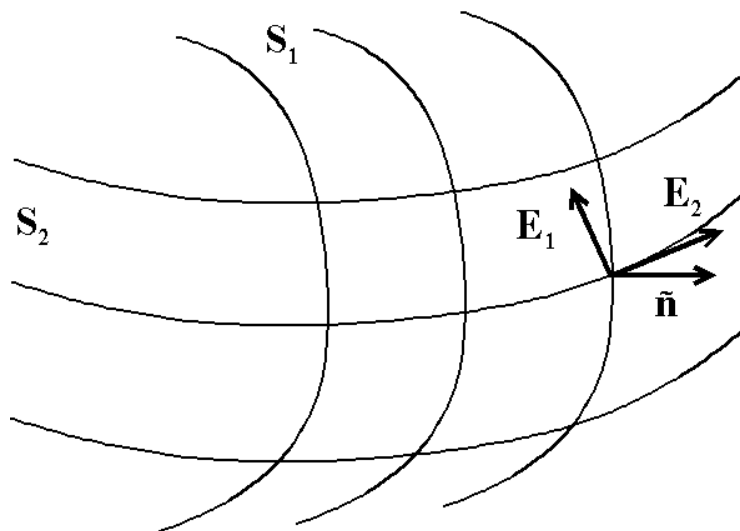


Fig. 2.7.2 Componente normal en la interfase de dos superficies arbitrarias S_1 y S_2 .

El campo eléctrico en cualquier punto entre los electrodos se obtiene del potencial eléctrico como

$$\vec{E}(\vec{r}) = -\nabla u(\vec{r}) = -u_x(\vec{r})\hat{a}_x - u_y(\vec{r})\hat{a}_y - u_z(\vec{r})\hat{a}_z, \quad (2.7.3)$$

en donde \hat{a}_j es un vector unitario a lo largo del eje j y $u_j(\vec{r})$ denota la derivada parcial de primer orden de u con respecto de j .

Las condiciones de frontera requieren que en cualquier punto de la frontera $\sigma^{(n)}$ la componente tangencial del campo eléctrico, $E_t = -\nabla u \times \hat{n}$, y la componente normal del vector de desplazamiento eléctrico $D_n = -\epsilon \nabla u \cdot \hat{n}$ sean continuos a través de la interfase, como se muestra en la figura 2.7.2. La constante dieléctrica ϵ es una función de las coordenadas del espacio. Aquí se asume que ϵ es constante dentro de las regiones separadas por las superficies $\sigma^{(n)}$ y salta discontinuamente cuando pasa de una región a otra. Se asume que la carga total en la superficie $\sigma^{(1)}$ del electrodo es q_1 . Entonces la carga en la superficie $\sigma^{(N)}$ del electrodo debe ser $-q_1$. La carga total en cualquier electrodo se obtiene integrando la densidad de carga superficial ρ_s a través de la superficie del electrodo. En los textos de electrostática se muestra que la densidad de carga superficial en algún punto de la superficie conductora esta dada por el producto de la permitividad eléctrica circundante y la componente normal del campo eléctrico E_n en ese punto. La componente normal del campo eléctrico esta dada por $E_n = \vec{E} \cdot \hat{n} = -\nabla u \cdot \hat{n}$. Entonces la carga total en el electrodo con superficie $\sigma^{(1)}$ esta dada por la siguiente integral de superficie,

$$q_1 = \epsilon_1 \int_{\sigma^{(1)}} (-\nabla u \cdot \hat{n}_1) da, \quad (2.7.4)$$

en donde ϵ_1 es la permitividad eléctrica circundante al electrodo. La capacitancia del sistema es $C_0 = q_1/V$.

Para entender las propiedades del escalamiento de la capacitancia eléctrica, es conveniente tener expresiones formales para el vector normal a cualquier superficie dada, tanto como para el área diferencial da en las integrales de superficie en términos de las variables paramétricas s_1 y s_2 usadas para construir las superficies. En cualquier punto dado $\vec{r}_s^{(n)}$ de una superficie, definida por la función paramétrica $\sigma^{(n)}$, el vector normal unitario se puede construir de dos vectores, \vec{t}_1 y \vec{t}_2 , los cuales son tangenciales a la frontera en cualquier punto y no paralelos a otros. Se pueden elegir estos vectores como

$$\vec{t}_1 = \frac{\partial x_\sigma^{(n)}}{\partial s_1} \hat{a}_x + \frac{\partial y_\sigma^{(n)}}{\partial s_1} \hat{a}_y + \frac{\partial z_\sigma^{(n)}}{\partial s_1} \hat{a}_z \quad \text{y} \quad \vec{t}_2 = \frac{\partial x_\sigma^{(n)}}{\partial s_2} \hat{a}_x + \frac{\partial y_\sigma^{(n)}}{\partial s_2} \hat{a}_y + \frac{\partial z_\sigma^{(n)}}{\partial s_2} \hat{a}_z. \quad (2.7.5)$$

Con todas las derivadas evaluadas en $\vec{r}_s^{(n)}$. El vector unitario normal a la superficie en $\vec{r}_s^{(n)}$ se obtiene con estos dos vectores como,

$$\hat{n} = \frac{\vec{t}_1 \times \vec{t}_2}{|\vec{t}_1 \times \vec{t}_2|}. \quad (2.7.6)$$

Ahora se considera un incremento diferencial en las variables paramétricas, ds_1 y ds_2 . El área diferencial del elemento de superficie definida por los vectores $d\vec{l}_1 = \vec{t}_1 ds_1$ y $d\vec{l}_2 = \vec{t}_2 ds_2$ esta dado por,

$$da = d\vec{l}_1 \times d\vec{l}_2 = (\vec{t}_1 \times \vec{t}_2) ds_1 ds_2.$$

Por lo tanto, las integrales de superficie para obtener la carga total en los electrodos se puede escribir en términos de una integral doble con las variables paramétricas s_1 y s_2 como,

$$q_1 = \varepsilon_1 \int_{\sigma^{(1)}} (-\nabla u \cdot \hat{n}_1) da = -\varepsilon_1 \iint_{s_1 s_2} (\nabla u \cdot \hat{n}_1) (\vec{t}_1 \times \vec{t}_2) ds_1 ds_2. \quad (2.7.7)$$

Ahora, si se escala el problema por un factor p , esto es, si en el problema se incrementan las dimensiones de todas las fronteras por un factor p , entonces las superficies que definen las fronteras de los electrodos y las regiones con diferente constante dieléctrica están dadas por,

$$\Sigma^{(n)} = (px_\sigma^{(n)}(s_1, s_2), py_\sigma^{(n)}(s_1, s_2), pz_\sigma^{(n)}(s_1, s_2)). \quad (2.7.8)$$

El potencial eléctrico en el problema escalado será $U(x, y, z)$ el cual también cumplirá con la ecuación de Laplace entre los electrodos y las condiciones de frontera en todas las interfases. La solución al potencial eléctrico en el problema escalado se puede expresar en términos del potencial eléctrico en el problema original. Se tiene,

$$U(\vec{r}) = u\left(\frac{x}{p}, \frac{y}{p}, \frac{z}{p}\right). \quad (2.7.9)$$

Claramente si u satisface la ecuación de Laplace, el potencial U escalado también, debido a que,

$$\nabla^2 U(\vec{r}) = \nabla^2 u(p^{-1}\vec{r}) = \frac{1}{p^2} (u_{xx}(p^{-1}\vec{r}) + u_{yy}(p^{-1}\vec{r}) + u_{zz}(p^{-1}\vec{r})) = 0.$$

2. PRINCIPIO TEÓRICO DE UNA PUNTA CAPACITIVA

Además se debe mostrar que las condiciones de frontera se satisfacen en todas las interfaces. Se considera un punto particular \vec{r}_0 en la superficie $\sigma^{(n)}$ en el problema original. En este punto las condiciones de frontera aseguran la continuidad de $\nabla u \times \hat{n}$ y $\varepsilon \nabla u \cdot \hat{n}$ donde el vector normal unitario se puede construir utilizando la ecuación (2.7.6) con los dos vectores, \vec{t}_1 y \vec{t}_2 en la ecuación (2.7.5) con todas las derivadas evaluadas en $\vec{r} = \vec{r}_0$.

En el problema escalado, el punto equivalente está en $\vec{R}_0 = p\vec{r}_0$ y en este punto los vectores tangenciales son $\vec{T}_1 = p\vec{t}_1$ y $\vec{T}_2 = p\vec{t}_2$. Usando estos dos vectores en lugar de \vec{t}_1 y \vec{t}_2 en la ecuación (2.7.6) se puede ver que la normal \hat{N} en este punto es la misma en el problema original, $\hat{N} = \hat{n}$. Se tiene que,

$$[\nabla U \times \hat{n}]_{\vec{r}=p\vec{r}_0} = [\nabla u(\vec{r}p^{-1}) \times \hat{n}]_{\vec{r}=p\vec{r}_0} = \frac{1}{p} [\nabla u(\vec{r}) \times \hat{n}]_{\vec{r}=\vec{r}_0},$$

y similarmente,

$$\varepsilon [\nabla U \cdot \hat{n}]_{\vec{r}=p\vec{r}_0} = \varepsilon [\nabla u(\vec{r}p^{-1}) \cdot \hat{n}]_{\vec{r}=p\vec{r}_0} = \frac{\varepsilon}{p} [\nabla u(\vec{r}) \cdot \hat{n}]_{\vec{r}=\vec{r}_0}.$$

Debido a que $\nabla u \times \hat{n}$, y $\varepsilon \nabla u \cdot \hat{n}$ eran continuos en $\vec{r} = \vec{r}_0$ en el problema original también lo es $\nabla u \times \hat{n}/p$ y $\varepsilon \nabla u \cdot \hat{n}/p$ at $\vec{r} = \vec{R}_0 = p\vec{r}_0$ en el problema escalado.

Finalmente la carga total en los electrodos en el problema escalado se puede relacionar al del problema original. Se tiene,

$$Q_1 = -\varepsilon_1 \iint_{s_1 s_2} (\nabla U(\vec{r}) \cdot \hat{n}_1) (\vec{T}_1 \times \vec{T}_2) ds_1 ds_2. \quad (2.7.10)$$

Usando, $[\nabla U]_{\vec{r}=p\vec{r}_0} = [\nabla u(\vec{r}p^{-1})]_{\vec{r}=p\vec{r}_0} = \frac{1}{p} [\nabla u(\vec{r})]_{\vec{r}=\vec{r}_0}$ y $\vec{T}_1 = p\vec{t}_1$ y $\vec{T}_2 = p\vec{t}_2$ se tiene,

$$Q_1 = -\varepsilon_1 \iint_{s_1 s_2} \left(\frac{1}{p} \nabla u(\vec{r}) \cdot \hat{n}_1 \right) (p\vec{t}_1 \times p\vec{t}_2) ds_1 ds_2. \quad (2.7.11)$$

Por lo tanto, se tiene que $Q_1 = pq_1$ y la capacitancia C_e del problema escalado es la capacitancia del problema original, C_o , por un factor p ,

$$C_e = pC_o. \quad (2.7.12)$$

2.8. Análisis teórico del sistema capacitivo (punta conductora – recubrimiento dieléctrico - substrato conductor).

Los antecedentes teóricos descritos y desarrollados anteriormente con electrodos esféricos junto con simulaciones en 3D realizadas con Elemento Finito del sistema capacitivo en estudio se aplican para desarrollar prácticamente un sensor capacitivo con punta utilizado como electrodo para determinar la constante dieléctrica de recubrimientos sobre substratos conductores. En la práctica es necesario utilizar una punta fina conductora como electrodo sensor, se ha mostrado que la capacitancia que se presenta con el radio de curvatura de la punta en contacto con la superficie de un dieléctrico se puede aproximar a la capacitancia que se presenta con una esfera conductora con un radio igual al radio de curvatura de la punta y una superficie dieléctrica [3]. Una de las dificultades prácticas que se presentan con este tipo de electrodos es que solo el radio de curvatura de la punta se puede aproximar con un electrodo esférico con un radio de curvatura similar, sin tomar en cuenta el resto de la geometría cónica de la punta, debido a que esta geometría restante genera capacitancias parásitas que se deben compensar o reducir al máximo con el fin de realizar una estimación aproximada y confiable del valor de la capacitancia en el sistema capacitivo propuesto (punta conductora – dieléctrico – substrato conductor).

El sistema capacitivo (punta conductora - muestra dieléctrica - substrato conductor) se puede representar como un circuito RC cuando se le aplica un voltaje alterno V_{ac} entre el substrato conductor y la punta conductora.

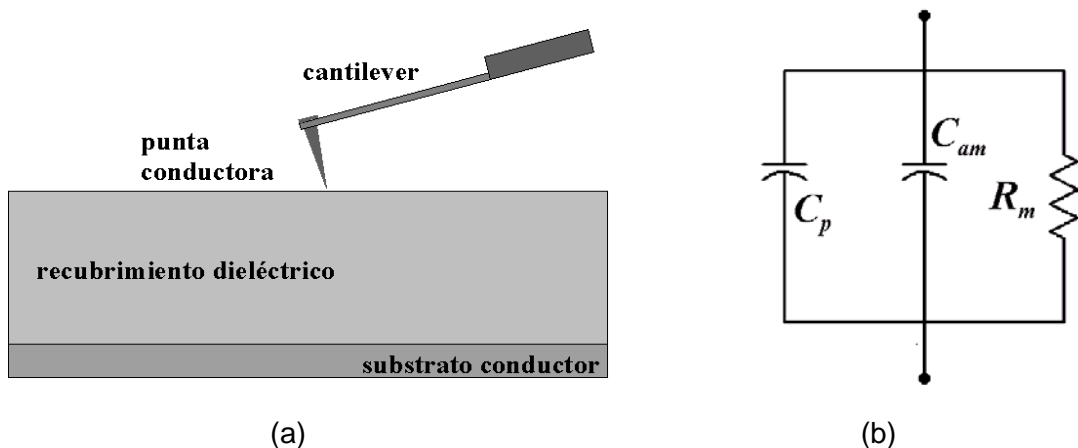


Fig.2.8.1. (a) Sistema capacitivo con punta conductora sujeta a un cantilever utilizado en mediciones prácticas. (b) Circuito equivalente RC en donde C_p representa la capacitancia parásita total producida por el cono de la punta, cantilever, soporte mecánico y cableado. C_{am} representa la capacitancia de interés generada por el sistema capacitivo (punta – muestra dieléctrica – substrato) y R_m representa la resistencia finita asociada a la muestra dieléctrica.

Este circuito RC está representado por una resistencia finita R debido a la alta impedancia que presenta la muestra dieléctrica en paralelo con la capacitancia de

interés que se forma con la curvatura de la punta y el substrato conductor C_{am} . La punta esta sujeta a un cantilever, figura 2.8.1(a), el cual junto con la geometría cónica de la punta, la estructura mecánica de soporte y el alambrado de conductores producen una capacitancia parásita C_p , también en paralelo con el circuito RC como se muestra en la figura 2.8.1(b).

Para explicar la capacitancia que se presenta entre un punta conductora sensora y la superficie del dieléctrico, se realizó un análisis de corrientes del circuito equivalente RC cuando se aplica un voltaje $V_{ac}(\omega)$ entre la punta sensora y el substrato conductor plano [4]. En este análisis se mostró como se comportan las corrientes disipativa I_m (parte real) y de desplazamiento jI_{am} (parte imaginaria) que se presentan a través de la muestra dieléctrica, además de una corriente parásita jI_p asociada a la capacitancia parásita del sistema y que juntas representan la corriente total I_{rc} del circuito equivalente RC. Las capacitancias C_{am} y C_p están directamente en función de las corrientes de desplazamiento del circuito equivalente RC del sistema capacitivo de la figura 2.8.1(b). Se debe cancelar la capacitancia parásita C_p con el fin de obtener únicamente la contribución de la capacitancia de interés C_{am} . En términos de corrientes, esto se puede lograr con la cancelación de la corriente de desplazamiento parásita jI_p que pasa por la impedancia capacitiva Z_p . En la práctica, C_p es mucho más grande que C_{am} por lo tanto la corriente de desplazamiento jI_p es también mucho mayor que jI_{am} . Teóricamente, para cancelar jI_p se debe aplicar el mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ pero desfasado 180° a un capacitor de calibración C_{cal} con el mismo valor de la capacitancia parásita C_p . El valor de la corriente de desplazamiento jI_{cal} que pasa por el capacitor de calibración C_{cal} es el mismo pero desfasado 180° con respecto a jI_p así, cuando estas corrientes de desplazamiento llegan a un nodo común se suman, en este punto solo la corriente de desplazamiento jI_{am} y la corriente disipativa I_p permanecen antes de entrar a una etapa de amplificación lock-in con el fin de ser separadas en su parte real e imaginaria. Prácticamente esto se logra por medio de un circuito electrónico que compensa la fase y la amplitud del voltaje $V_{ac}(\omega)$ aplicado al capacitor de calibración C_{cal} . Esta técnica fue propuesta y comprobada por Lee, Pelz and Bhushan [5].

2.9. Análisis teórico de cancelación de capacitancia parásita.

Al aplicar un voltaje $V_{ac}(\omega)$ al circuito equivalente RC la corriente total I_{rc} del circuito equivalente RC de la figura 2.8.1(b) esta formada por la corriente disipativa I_m , la corriente de interés jI_{am} y la corriente parásita jI_p , como se muestra en la siguiente expresión,

$$I_{rc} = I_m + jI_{am} + jI_p. \quad (2.9.1)$$

Suponiendo que contamos con un capacitor de calibración con valor de capacitancia C_{cal} igual al valor de la capacitancia parásita C_p y al cual se le aplica el mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ que al circuito equivalente RC pero desfasado 180° , la corriente que pasa por este capacitor de calibración sería

$$-jI_{cal} = jI_p . \quad (2.9.2)$$

Para obtener solamente la corriente que pasa por la curvatura de la punta conductora del electrodo sensor y la muestra dieléctrica I_{am} se deben sumar las corrientes I_{rc} y $-jI_{cal}$ resultando la siguiente expresión,

$$I_{am} = I_m + jI_{am} . \quad (2.9.3)$$

Para obtener la capacitancia C_{am} se realiza un análisis de admitancias al circuito de la figura 2.8.1(b) sin C_p , de esta forma obtenemos la siguiente expresión,

$$Y = G + jB , \quad (2.9.4)$$

en donde Y es la admitancia total del sistema capacitivo, G es la admitancia de la parte real (conductancia) y B es la admitancia de la parte imaginaria (suceptancia). Multiplicando las admitancias por el voltaje aplicado obtenemos la corriente que pasa por la punta del electrodo sensor y la muestra dieléctrica del sistema en función de su capacitancia para la corriente de desfaseamiento,

$$I_{am}(\omega) = \left(\frac{1}{R} + j\omega C_{am} \right) V_{ac}(\omega) . \quad (2.9.5)$$

En esta expresión podemos ver que la parte imaginaria de la corriente $jI_{am}(\omega)$ esta en función de la capacitancia $C_{am}(\omega)$ que representa la capacitancia de la curvatura de la punta conductora con la muestra dieléctrica, como se ve en la siguiente expresión,

$$C_{am}(\omega) = \frac{jI_{am}(\omega)}{j\omega V_{ac}(\omega)} . \quad (2.9.6)$$

Se puede observar que la capacitancia queda en función del voltaje aplicado $V_{ac}(\omega)$, la frecuencia ω y la corriente de desplazamiento $jI_{am}(\omega)$.

El desarrollo teórico con el Método de las Imágenes sirvió para obtener el modelo matemático del comportamiento de la capacitancia cuando se utilizan electrodos esféricos sobre superficies dieléctricas planas. En el caso particular cuando el espesor del dieléctrico es varias veces mayor que las dimensiones del electrodo esférico el valor de la capacitancia es más sensible a las dimensiones del electrodo esférico y principalmente a la constante dieléctrica del material y menos sensible al espesor del dieléctrico. Con los resultados teóricos obtenidos es posible calcular la constante dieléctrica de un material sólido cuando se cumple la condición antes mencionada. En la práctica en lugar de usar un electrodo esférico se utiliza una punta fina conductora como electrodo sensor en el sistema capacitivo analizado. En este caso solo la capacitancia presente entre la curvatura

de la punta sensora y la superficie del dieléctrico es de interés para el cálculo de la constante dieléctrica puesto que el radio de curvatura de la punta debe ser semejante al de un electrodo esférico específico.

Se realizó un análisis de impedancias del sistema capacitivo y se mostró que es posible reducir al máximo las capacitancias parásitas que afectan al sistema capacitivo aplicando un voltaje V_{ac} desfasado 180° a un capacitor de calibración con capacitancia igual a la capacitancia parásita. Para comprobar experimentalmente los resultados teóricos obtenidos y utilizarlos en forma práctica, se requirió del desarrollo experimental de un Sistema de Medición Capacitivo con Apuntador (SIMCAP) y se propuso una metodología de medición capacitiva basada en la medición de corrientes complejas que pasan por un material dieléctrico al aplicarle una diferencia de potencial entre el substrato conductor y la punta conductora del sistema capacitivo propuesto.

Referencias del capítulo 2.

1. A. Guadarrama-Santana, A. García-Valenzulela, "On the measurement of dielectric constant of coatings with capacitance sensors", *Key Engineering Materials (KEM)*, Vols. 381-382 (2008), pp 533-536.
2. "Determinación simultánea de espesor y constante dieléctrica de recubrimientos utilizando sensores capacitivos", Asur Guadarrama Santana, Tutor: Augusto García Valenzuela, *Tesis de Maestría en Ingeniería Eléctrica*, Facultad de Ingeniería UNAM, Nov. 2005.
3. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, "Tip-sample capacitance microscopy of dielectric films", *Journal of Applied Physics*, 84 8 (1998) 4043-4048.
4. "Capacitive Sensors design and Applications", Larry K. Baxter IEEE Press Series on Electronics Technology, Robert J. Herrick, Series Editor, 1997. ISBN O-7803-1130-2.
5. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Instrumentation for direct, low frequency scanning capacitance microscopy", and analysis of position dependent stray capacitance, *Review of scientific Instruments*, 73 10 (2002), 3525-3533.

3. SISTEMA DE MEDICIÓN CAPACITIVO CON PUNTA (SIMCAP)

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

3.1. Sistema de Medición Capacitivo con Punta (SIMCAP).

El diseño del desarrollo experimental del Sistema de Medición Capacitivo con Punta (SIMCAP) esta basado en forma general en el diagrama de bloques de la figura 3.1.1.

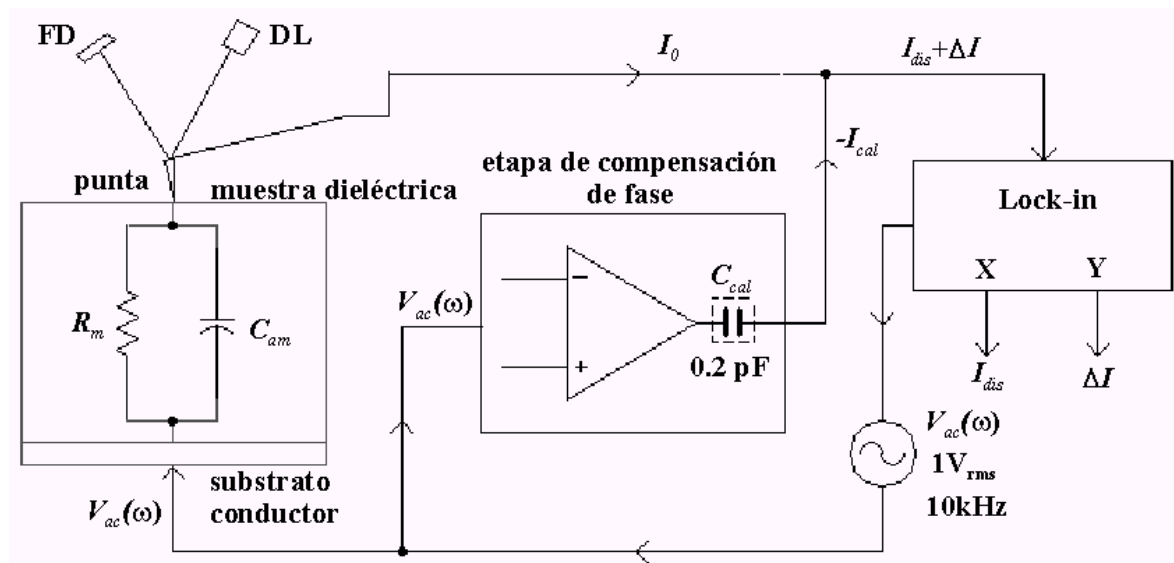


Fig. 3.1.1. Diagrama de bloques del sistema de medición de corriente propuesto, en el cual se muestra el flujo de la corriente eléctrica que pasa por el sistema. La corriente I_0 pasa por la muestra dieléctrica y la punta conductora. La corriente $-I_{cal}$ pasa por un capacitor de calibración que forma parte de la etapa de compensación de fase. Estas dos corrientes se suman en un nodo común y finalmente la suma de estas dos corrientes entra en la etapa de amplificación lock-in en donde la parte disipativa (real) y de desplazamiento (imaginaria) de la corriente se separan como $I_{dis} + \Delta I$, respectivamente.

En general con este sistema capacitivo propuesto se obtiene la capacitancia de la muestra con la punta conductora en función de la corriente de desplazamiento que circula por el sistema capacitivo (punta – dieléctrico – sustrato). Se puede observar que el sistema esta conformado por la muestra dieléctrica sobre un

substrato conductor que sirve como electrodo plano, el apuntador conductor que funciona como electrodo sensor, una etapa opto-electrónica que sirve para sensar la posición del electrodo sensor, una etapa de compensación de fase para eliminar la mayor parte de la capacitancia parásita [1] y la etapa de amplificación lock-in para filtrar ruido y obtener la parte imaginaria de la corriente que pasa por la muestra dieléctrica.

3.2. Determinación de la capacitancia por medio de la medición de corrientes.

En la práctica, para obtener la capacitancia de una punta conductora y una muestra dieléctrica sobre un substrato conductor se utiliza la técnica de medición de corrientes de desplazamiento, como se mencionó en el capítulo anterior (sección 2.6.8). Al aplicar un voltaje $V_{ac}(\omega)$ por la superficie del substrato conductor, del sistema capacitivo propuesto, aparece una corriente I_0 que pasa por la muestra dieléctrica y por la punta conductora como se muestra en la figura 3.1.1. Esta corriente representa la corriente total que pasa por la muestra dieléctrica, la cual está formada por una corriente disipativa (real) asociada a una resistencia finita del dieléctrico R_m y por una corriente de desplazamiento (imaginaria) asociada a una impedancia capacitiva en función de la capacitancia C_{am} que se forma con la curvatura de la punta del electrodo sensor y de la superficie del dieléctrico. El mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ se aplica a un capacitor de calibración C_{cal} con un valor muy cercano al valor de la capacitancia parásita total del sistema C_p con el fin de obtener una corriente de desplazamiento $-I_{cal}$ muy cercana al valor de la corriente parásita jI_p pero desfasada 180° . Cuando las corrientes I_0 y $-I_{cal}$ llegan a un nodo común estas se suman dando como resultado una corriente disipativa y una corriente de desplazamiento $I_{dis} + j\Delta I$ respectivamente, las cuales son filtradas y separadas por un amplificador lock-in en su parte real y su parte imaginaria. El voltaje $V_{ac}(\omega)$ aplicado al dieléctrico y a la etapa de compensación de fase es proporcionado por el amplificador Lock-in como voltaje de referencia a una frecuencia de 10KHz y con una amplitud de $1V_{rms}$ [1], como se muestra en la figura 3.1.1.

Se realiza un análisis de admitancias del circuito RC equivalente del sistema capacitivo completo para obtener las corrientes I_0 e I_{cal} en función de las capacitancias C_{am} , C_p y C_{cal} como,

$$I_0 = \left(\frac{1}{R_m} + j\omega C_{am} + j\omega C_p \right) V_{ac}(\omega), \quad (3.2.1)$$

$$I_{cal} = -j\omega C_{cal} V(\omega). \quad (3.2.2)$$

La corriente I_{cal} se encuentra desfasada 180° con respecto de la I_p y su parte imaginaria es proporcional a la capacitancia del sistema. Podemos referirnos a las

corrientes parásitas I_p y corriente que pasa solamente por la curvatura de la punta y la muestra dieléctrica I_{am} respectivamente como,

$$I_p = j\omega C_p V_{ac}(\omega), \quad (3.2.3)$$

y

$$I_{am} = j\omega C_{am} V_{ac}(\omega), \quad (3.2.4)$$

ambas puramente imaginarias. Por lo tanto, en la práctica se puede determinar la capacitancia aplicando un voltaje con amplitud constante a una frecuencia fija y medir la parte imaginaria de la corriente con un amplificador Lock-in. La capacitancia parásita C_p esta en ordenes mayores de magnitud que C_{am} y a causa del rango dinámico que cualquier amplificador presenta es necesario restar la mayor parte de la corriente que se presenta arriba de la corriente parásita. De otra forma no sería posible resolver las pequeñas variaciones de C_{am} .

Para reducir la corriente parásita, el mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ pero desfasado 180° se aplica a un capacitor de calibración con una capacitancia C_{cal} cercana a C_p a una distancia de separación s de referencia de la curvatura de la punta con respecto de la superficie de la muestra dieléctrica. La corriente de desplazamiento que pasa por el capacitor de calibración, I_{cal} , y la corriente I_0 llegan a un nodo común en donde estas corrientes se suman. La diferencia $I_0 - I_{cal} \equiv \Delta I$ debe estar en el orden de magnitud de I_{am} . Después de este nodo las contribuciones a la parte imaginaria de la corriente es la corriente I_{am} más una pequeña diferencia de corriente ΔI presente entre las corrientes parásitas y de calibración. La corriente total entrante al amplificador lock-in es,

$$I_{Lock-in} = I_{dis} + I_{am} + \Delta I, \quad (3.2.5)$$

en donde,

$$I_{dis} = \frac{V_{ac}(\omega)}{R_m}, \quad (3.2.6)$$

es la corriente disipativa (real), como se muestra en la figura 3.1.1.

El valor de la capacitancia es,

$$\Delta C = C_{am} + (C_p - C_{cal}). \quad (3.2.7)$$

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

$$\Delta C(s) = \frac{\text{Im}[\Delta I_{lock-in}(\omega)]}{\omega V_{ac}(\omega)}, \quad (3.2.8)$$

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

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

3.3. Etapa de compensación de fase.

La función principal de la etapa de compensación de fase es de cancelar al máximo la corriente parásita que se encuentra en el sistema capacitivo completo y efectuar una calibración de cero antes de realizar alguna medición de corriente [1]. El circuito completo esta alimentado con un voltaje de ± 12 V dc regulados con una fuente de voltaje Tektronix PS280. Para explicar su funcionamiento y solo como ejemplo se representan la capacitancia total del sistema C_{ap} y la capacitancia parásita C_p equivalente a la capacitancia del capacitor de calibración en el esquema del circuito electrónico de la etapa de compensación de fase de la figura 3.3.1.

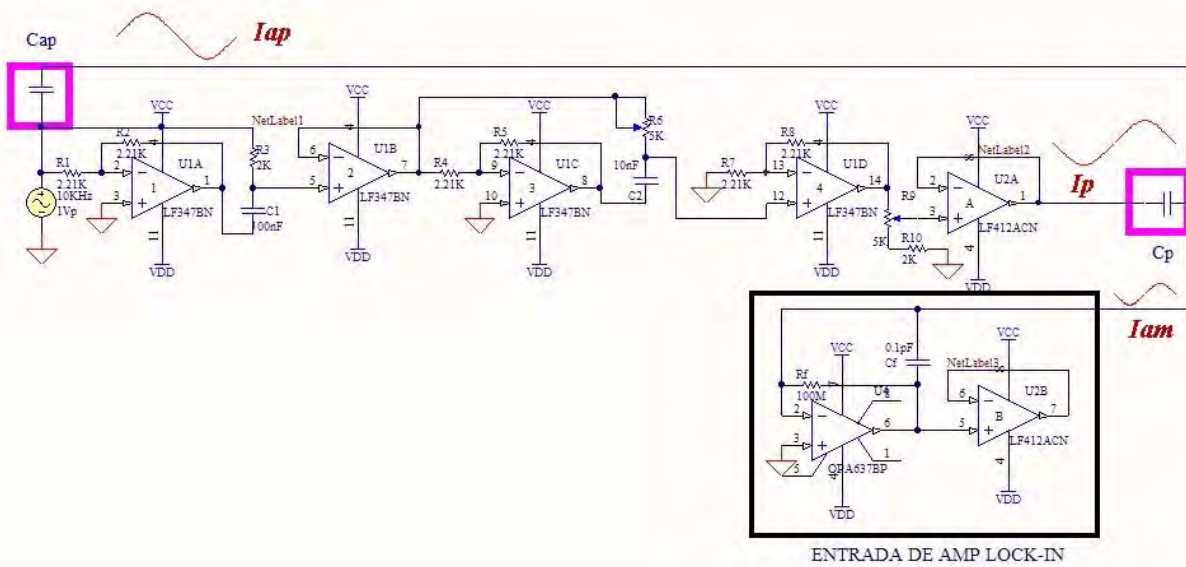


Fig. 3.3.1. Circuito electrónico completo de la etapa de compensación de fase y la entrada de transimpedancia de la etapa de amplificación Lock-in.

Se aplica un voltaje alterno $V_{ac} = 1V_{rms}$ simultáneamente al sistema capacitivo C_{ap} y a la etapa de amplificación de compensación de fase a una frecuencia de 10kHz, como se muestra en la figura 3.3.1. La función de esta etapa es controlar hasta 180° el desfaseamiento del voltaje alterno $V_{ac}(\omega)$ aplicado y compensarlo en amplitud. Finalmente este voltaje alterno desfaseado 180° y compensado en amplitud se aplica a un capacitor de calibración C_p , de valor igual al de la

capacitancia parásita C_{ap} del sistema capacitivo completo, con el fin de que las corrientes $I_p(\omega)$ e $I_{ap}(\omega)$, iguales en amplitud pero desfasadas 180° , se sumen en un nodo común quedando únicamente la corriente $I_{am}(\omega)$ que pasa por el dieléctrico, como se muestra en la simulación del circuito de la figura 3.3.2.

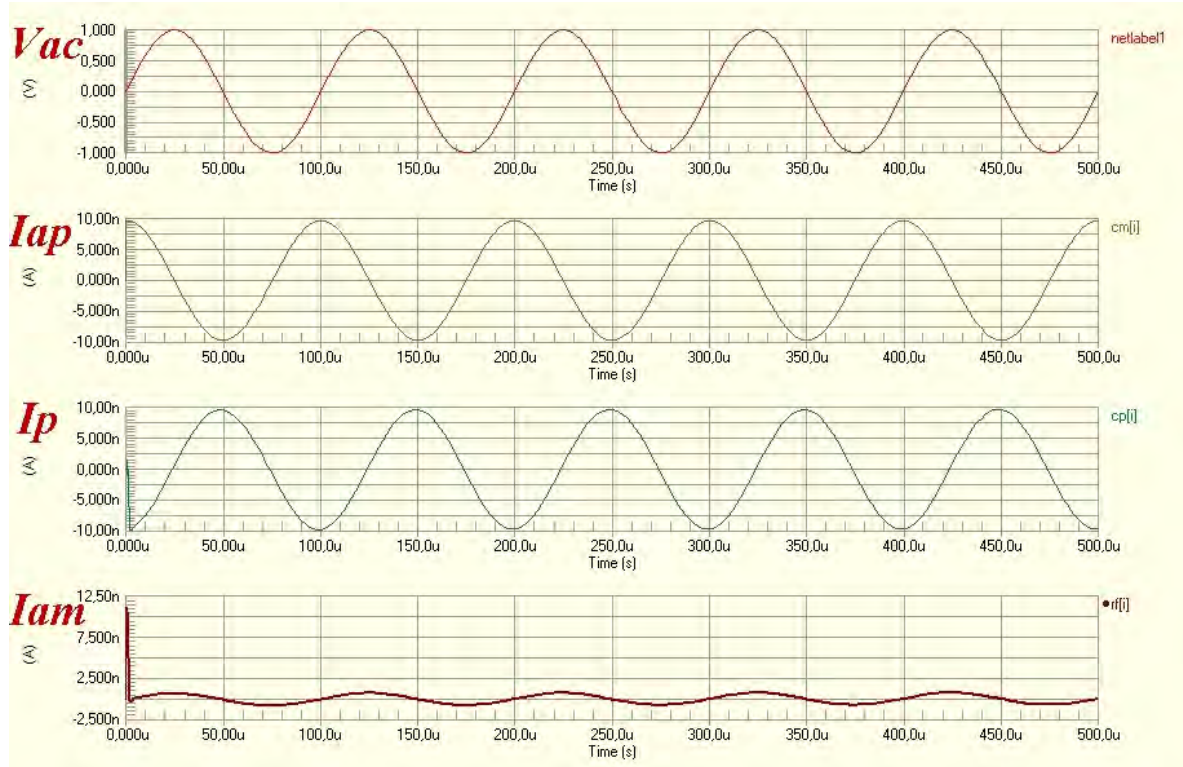


Fig. 3.3.2. Simulación del circuito amplificador de compensación de fase en donde la primera señal senoidal, en orden descendente, corresponde al voltaje alterno $V_{ac}(\omega)$ de $1V_{rms}$, la segunda señal es la corriente $I_{ap}(\omega)$ que pasa por la muestra dieléctrica y la punta sensora del sistema capacitivo, la tercera señal senoidal es la corriente de desfase $I_p(\omega)$ que pasa por el capacitor de calibración con valor equivalente al de la capacitancia parásita C_p y la última señal senoidal es la suma de las corrientes $I_{ap}(\omega) - I_p(\omega)$, cuyo resultado es la corriente $I_{am}(\omega)$ que pasa por la muestra dieléctrica.

La etapa de amplificación Lock-in registra la corriente compleja $jI_{am}(\omega)$ cuyo valor es necesario para calcular la capacitancia C_{am} que se genera únicamente con la curvatura de la punta sensora cuando esta en contacto con la superficie de la muestra dieléctrica. Como ya se mencionó, esta etapa nos permite realizar una calibración a cero cuando la punta se encuentra en contacto con la superficie del dieléctrico.

En la práctica se mide una $\Delta I(\omega)$ resultante de la suma de dos corrientes desfasadas 180° con el amplificador Lock-in, como ya se mencionó anteriormente. Con la $\Delta I_{Lock-in}(\omega)$ resultante se obtiene la ΔC con la ecuación (3.2.8) que es el valor de la capacitancia de interés.

3.4. Capacitor de calibración.

La capacitancia parásita total del arreglo experimental que se logró obtener fue de aproximadamente 0.2pF la cual es comparable a valores de capacitancias parásitas reportadas por otros grupos que realizan imágenes capacitivas de películas delgadas de Oxido de Silicio por medio de un Microscopio de Fuerza Atómica comercial o utilizando técnicas de Barrido con Microscopia de Tunelaje [1-4]. Esta capacitancia se midió con un puente digital de impedancias LCR Stanford Research SR715 a una frecuencia de 10kHz y $1V_{\text{rms}}$. Este valor de capacitancia parásita total es la que se debe compensar idealmente con un capacitor de igual valor para realizar una calibración a cero con el arreglo experimental propuesto antes de efectuar las mediciones de corriente correspondientes, como se muestra en la figura 3.1.1. Debido a que este capacitor de calibración es imprescindible para obtener las mediciones de corriente imaginaria resultante y como el valor de esta capacitancia es comparable a capacitancias parásitas que se encuentran entre pistas de un circuito impreso, se propuso calcular y diseñar el capacitor de calibración con un valor muy aproximado al de la capacitancia parásita del arreglo experimental.

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

Para el diseño del capacitor de calibración se utilizó el cálculo de capacitancia mutua entre dos pistas planas paralelas en circuito impreso con plano de tierra [5,6], como se muestra en la figura 3.4.1.

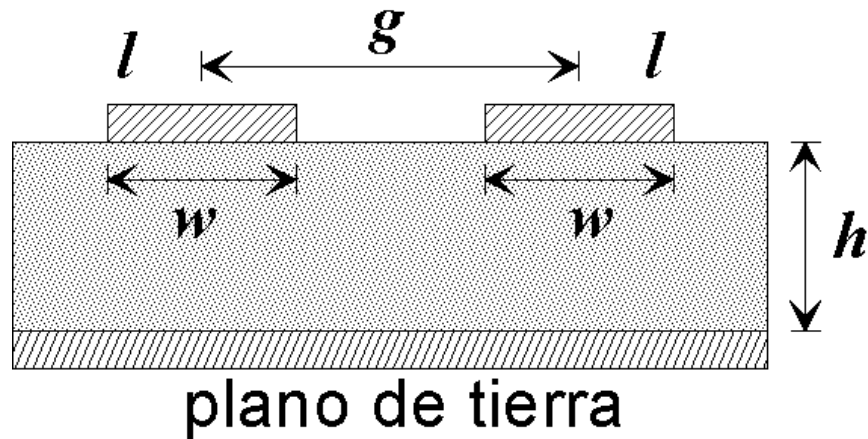


Fig. 3.4.1. Esquema de dos pistas planas paralelas en un circuito impreso de doble cara utilizando un plano de tierra.

La capacitancia mutua entre dos pistas planas paralelas esta en función de su geometría, de la separación entre estas, de la permitividad relativa, del espesor de la placa fenólica y del plano de tierra.

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

$$\frac{C_{mu}}{l} = \frac{\epsilon\epsilon_{r1}\epsilon_{r2} \ln \left[1 + \left(\frac{2h}{g} \right)^2 \right]}{4\pi \left(\frac{h}{w} \right)}, \quad (3.4.1)$$

si $\frac{g}{2h} > 3$ entonces $\frac{C_{mu}}{l} \approx \frac{\epsilon}{\pi} k_1 k_2 \left(\frac{w}{g} \right)^2$, (3.4.2)

$$\epsilon_{r1} = \frac{7}{16} \left(\frac{2h}{w} \right) + 1, \quad (3.4.3)$$

$$\epsilon_{r2} \approx 0.66 \left(\frac{2h}{w} \right) + 1.55. \quad (3.4.4)$$

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

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

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

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

Permitividad relativa de la placa fenólica $\epsilon_r = 4.87$.

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

Con las expresiones anteriores se calculó una primera aproximación de C_{mu} . Este resultado es solamente una aproximación puesto que fue necesario añadir otras dos pistas perpendiculares a las paralelas calculadas anteriormente para que la corriente fluyera a través de las paralelas, como se muestra en la figura 3.4.2(a).

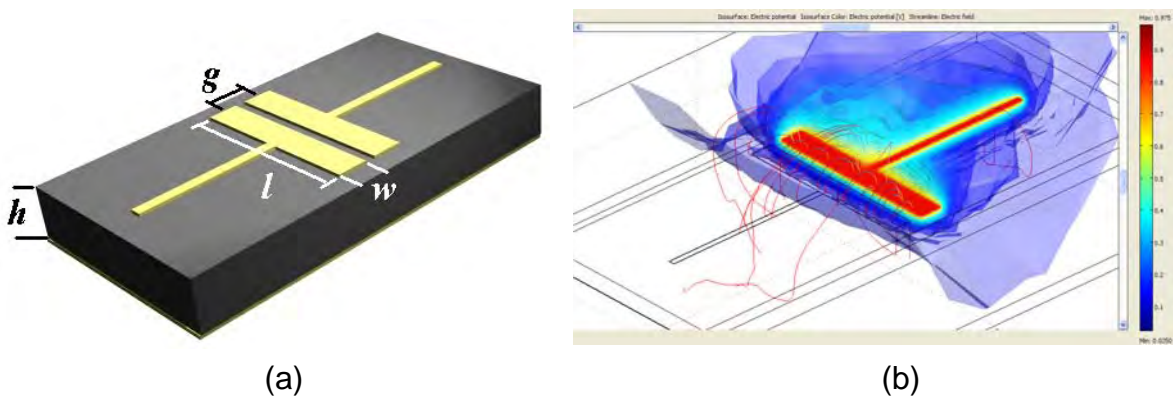


Fig. 3.4.2. (a) Diseño del capacitor de calibración y (b) Simulación del capacitor de calibración con el MEF para determinar sus dimensiones finales.

3. SISTEMA DE MEDICIÓN CAPACITIVO CON PUNTA (SIMCAP)

Con las nuevas pistas el valor de la capacitancia calculada presentó una contribución extra al valor calculado con las pistas paralelas. Esto significó realizar una modificación en la superficie y la separación entre pistas paralelas para obtener el valor exacto de la capacitancia total buscada. Para calcular las dimensiones requeridas de todas las pistas se realizaron simulaciones con el MEF en 3D, como se muestra en la figura 3.4.2(b). Se modificaron las superficies y la separación entre pistas paralelas hasta alcanzar un valor de capacitancia muy aproximado al de $C_{ap} = 0.2\text{pF}$ equivalente al valor de la capacitancia parásita total del sistema experimental.

Las dimensiones finales del capacitor de calibración fueron las siguientes:

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

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

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

Ancho de las pistas perpendiculares $w = 0.5\text{mm}$.

Separación entre las pistas planas paralelas $g=3\text{mm}$.

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

Permitividad relativa de la placa fenólica $\epsilon_r = 4.87$.

Capacitancia mutua resultante entre dos pistas planas paralelas, $C_{mu} = 0.205\text{pF}$.

Finalmente, el diseño del circuito impreso del amplificador compensador de fase contiene integrado el capacitor de calibración con las dimensiones finales de sus electrodos, como se muestra en la figura 3.4.3(a).

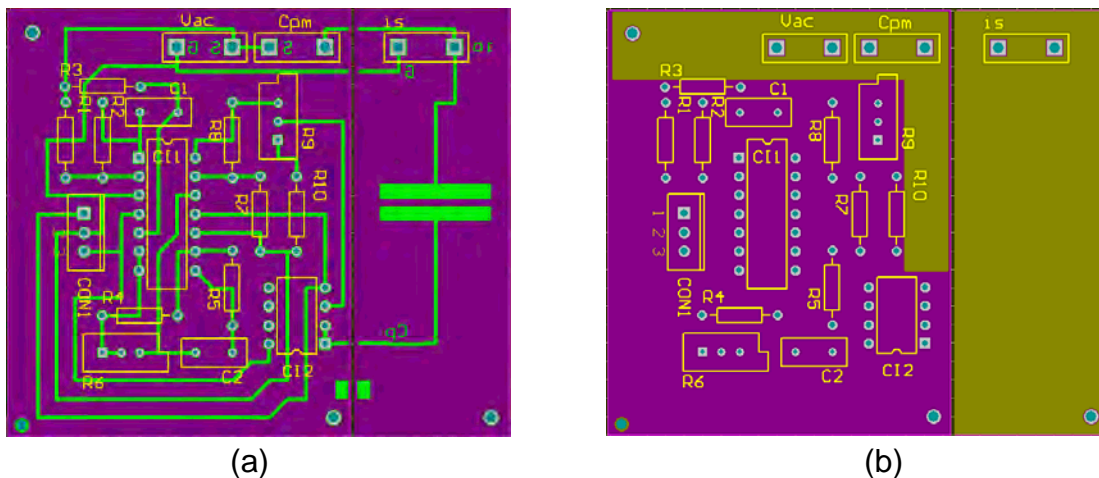


Fig. 3.4.3. Diseño del circuito impreso de la etapa de compensación de fase con el capacitor de calibración integrado. (a) Lado inferior en el que se encuentran las pistas del circuito con el capacitor de calibración integrado. (b) Lado superior en el que se encuentran los planos de tierra.

3.5. Punta conductora utilizada como electrodo sensor.

Como se mencionó anteriormente, se utilizó una punta conductora con 40 μm de radio de curvatura aproximadamente y 3mm de longitud como electrodo sensor, este se encuentra sujeto a un cantilever y este a su vez a un brazo metálico que sirve como guarda para el conductor el cual pasa a través de brazo y que lleva la corriente a sensor, como se muestra en la figura. 3.5.1. La estructura metálica esta conectada a tierra física con el fin de que el brazo metálico sirva como guarda al conductor que lleva la señal de $1V_{rms}$ a una frecuencia de 10kHz y de esta forma reducir las corrientes parásitas que se encuentran en toda la estructura que forma el sensor capacitivo [5,6]. Sobre el apuntador se encuentra una superficie reflejante especular de silicio en la que un haz láser concentrado, por medio de una lente óptica, se refleja hacia un foto-detector de cuadrante y cuya función es monitorear los cambios de posición del haz láser producidos por los desplazamientos en el eje horizontal (Y) o eje vertical (Z) del apuntador.

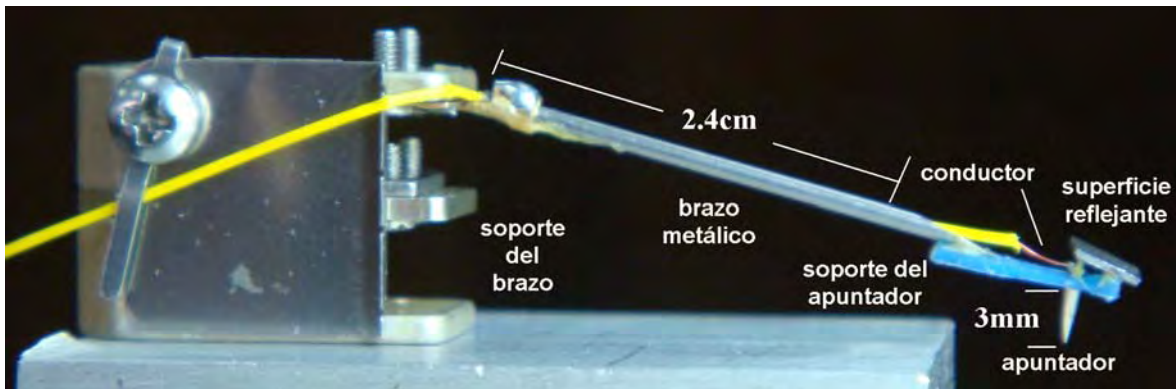


Fig. 3.5.1. Montura completa del electrodo sensor (apuntador) en el cual se muestra una superficie reflejante especular, sobre el apuntador, en la que un haz láser incide y es reflejado hacia un foto-detector de cuadrante con el fin de monitorear la posición de la punta sensora.

La función principal es detectar cuando el apuntador o punta hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica al desplazar esta a lo largo de su eje Z y que provoca un cambio de ángulo del haz láser con la superficie reflejante.

3.6. Detección de contacto entre la punta sensora y la muestra dieléctrica.

Para determinar cuando la punta sensora hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica se utilizó un diodo láser con longitud de onda $\lambda = 670\text{nm}$ a 0.95mw , un foto-detector de cuadrante y un circuito electrónico de transimpedancia que se muestran en la figura 3.6.1.

Las señales de salida V_{Ox} y V_{Oz} que se muestran en el circuito esquemático de la figura 3.6.1(b), se normalizan para disminuir las variaciones de voltaje en el tiempo por la etapa foto-electrónica, y así obtener una lectura más estable. El monitoreo

3. SISTEMA DE MEDICIÓN CAPACITIVO CON PUNTA (SIMCAP)

de la posición del apuntador se lleva a cabo con un osciloscopio de dos canales el cual registra las variaciones de las componentes de voltaje de dc para un desplazamiento en un plano XZ. Cuando el spot del haz láser se encuentra en el centro del detector de cuadrante la lectura da un promedio de cero voltios, figura 3.6.1(a), este voltaje nos indica la posición de inicio de la punta sensora. Cuando la muestra se eleva y hace contacto con la punta sensora existe un cambio de ángulo de inclinación de la superficie reflejante y por consecuencia un cambio de ángulo de incidencia del haz láser en el área sensible del foto-detector de cuadrante causando un desplazamiento del spot del haz láser en el eje Z y provocando un cambio en el voltaje de salida V_{OZ} del circuito de monitoreo. De esta forma se puede determinar un mínimo cambio de ángulo en la superficie reflejante. La sensibilidad alcanzada por el circuito foto-electrónico de monitoreo fue de aproximadamente 20mV por cada paso de 50nm de desplazamiento de la punta sensora.

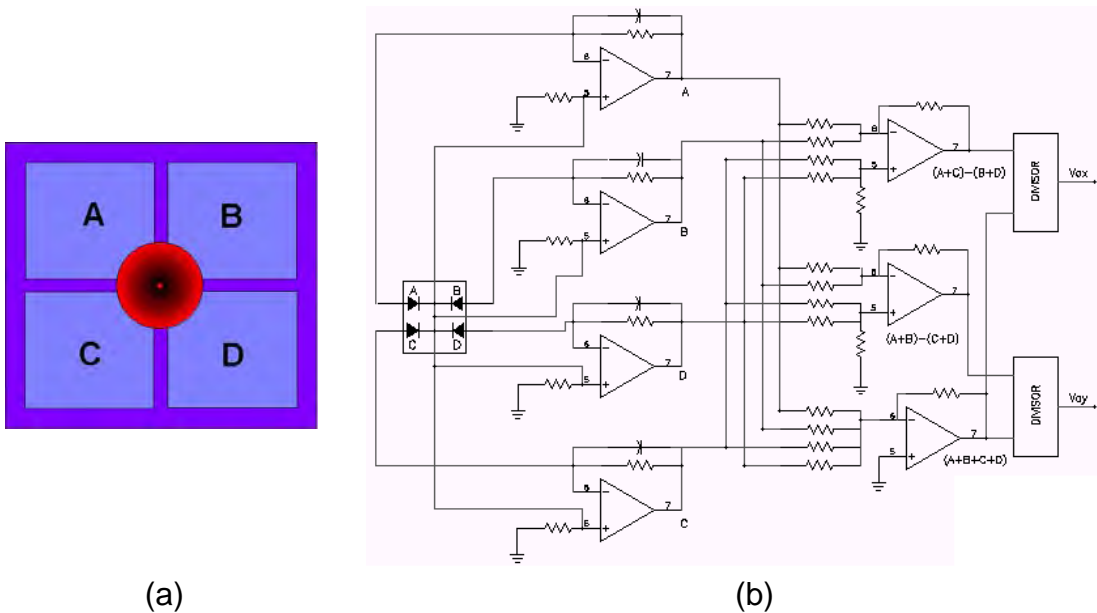


Fig. 3.6.1. (a) Detector de cuadrante, (b) Diagrama esquemático del circuito electrónico de monitoreo de desplazamiento del electrodo sensor.

Como se puede observar el circuito está formado por tres etapas principales que son la etapa de transimpedancia para convertir la corriente de los fotodetectores a voltaje, la etapa aritmética (sumadora y diferenciadora) en la cual se realizan las operaciones de suma y resta de voltajes para determinar la posición del spot del haz láser en los cuadrantes del fotodetector y la tercera etapa de normalización de los voltajes de salida en donde se realiza la división del voltaje de cada posición del punto del haz láser sobre el voltaje total de los cuatro áreas fotosensibles del detector de cuadrante para disminuir las variaciones de las señales de voltaje en el tiempo. El circuito completo está alimentado con un voltaje de ± 12 V dc regulados.

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

$$V_T = (V_A + V_B + V_C + V_D)F(t) \quad (3.6.1)$$

$$V_{OX} = \frac{[(V_A + V_C) - (V_B + V_D)]}{V_T} F(t) \quad (3.6.2)$$

$$V_{OZ} = \frac{[(V_A + V_B) - (V_C + V_D)]}{V_T} F(t) \quad (3.6.3)$$

3.7. Control de posición del electrodo sensor.

El desplazamiento lineal en el eje Y de la montura mecánica de la punta sesora se realiza con un motor de pasos el cual es controlado electrónicamente, como se muestra en el circuito esquemático de la figura 3.7.1.

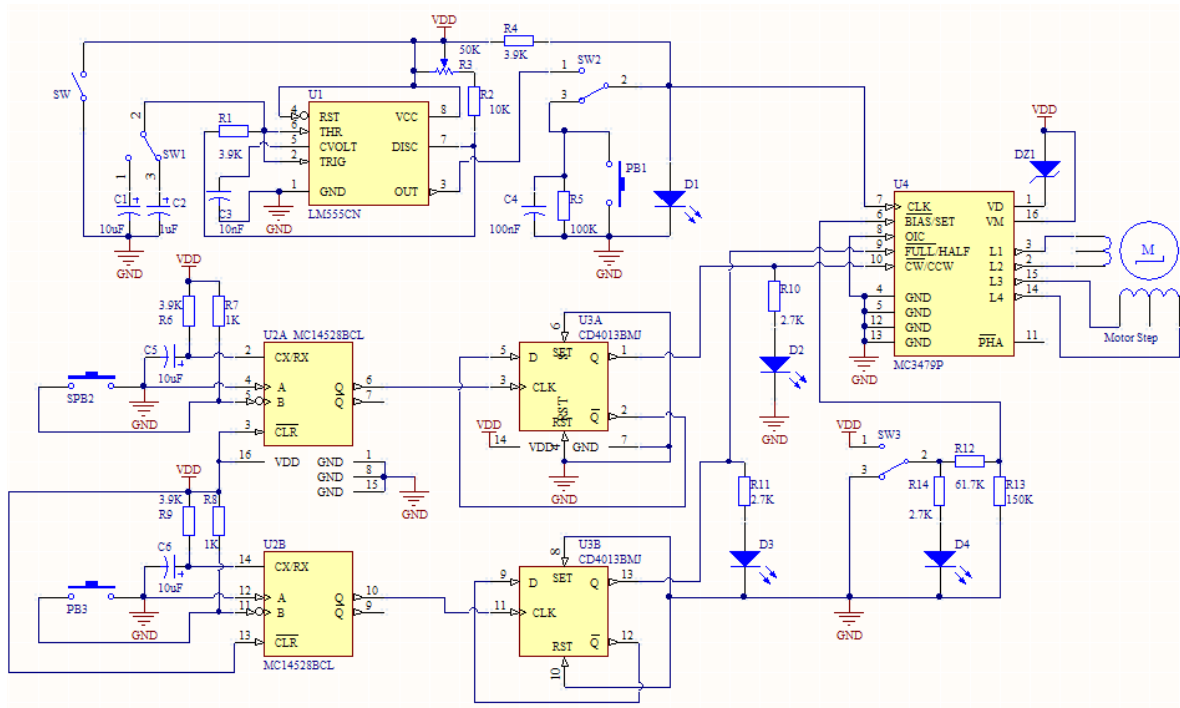


Fig. 3.7.1. Diagrama esquemático del circuito electrónico de la etapa de control de posición del electrodo sensor.

El diseño del circuito del motor de pasos bifilar esta basado en el circuito integrado MC3479. Este circuito integrado permite controlar el motor en dos sentidos, paso por paso o por tren de pulsos a paso completo o medio paso y el circuito completo esta alimentado con un voltaje de 6 V dc regulados. La función principal de este

circuito es controlar el desplazamiento lineal de alrededor de 1.5cm de la punta sensora a lo largo de su eje Y sobre la muestra dieléctrica y que ayuda a variar la capacitancia parásita C_p del sistema en función de su posición.

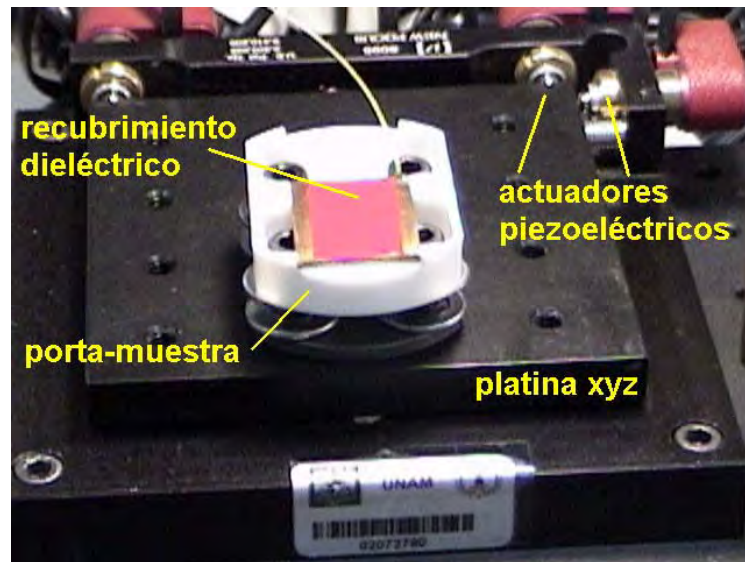
La punta sensora, el cantilever y el brazo con la muestra dieléctrica se comportan como un capacitor C_p variable dependiendo de su posición lineal y separación entre la punta y la muestra dieléctrica. Toda la montura mecánica de la punta sensora se desplaza linealmente hacia delante o hacia atrás por medio del motor del pasos. Este desplazamiento tiene dos funciones principales, una es realizar un ajuste grueso de capacitancia parásita total del sistema a una separación s de la muestra dieléctrica y que permite determinar la capacitancia parásita C_p que se tiene que compensar. La segunda función es la de mantener la posición final del apuntador en el eje Y para realizar la alineación óptica del haz láser con el detector de cuadrante y calibrar su posición inicial antes de realizar las mediciones de corriente.

3.8. Sistema de posición de muestras.

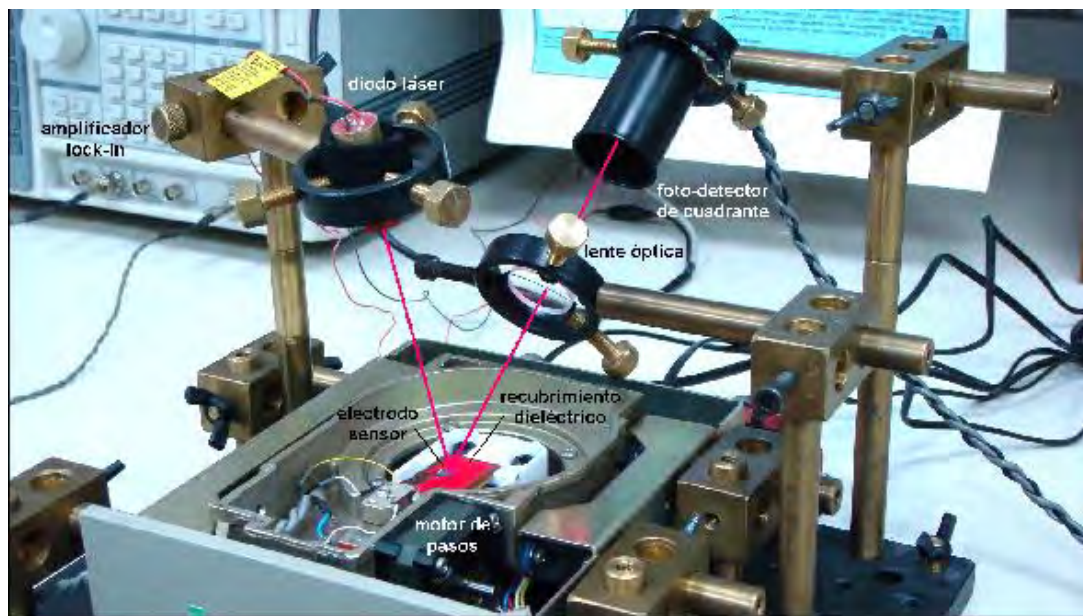
Las muestras dieléctricas con dimensiones de 2cm x 2.5cm fueron montadas sobre un porta-muestras de teflón, fabricada en el taller mecánico del Departamentao de Óptica del CCADET, y este a su vez se montó sobre una platina nanométrica XYZ New Focus modelo 8095 con pasos mínimos sin carga de alrededor de 30nm, según especificaciones del fabricante, como se muestra en la figura. 3.8.1(a).

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

La parte mecánica completa del sistema capacitivo (SIMCAP) se muestra en la figura 3.8.1(b), en donde se pueden observar los dispositivos que forman la parte opto-electrónica de la etapa de sensado de posición de la punta sensora. El haz láser forma un ángulo cuando incide sobre la superficie reflejante que se encuentra sobre el apuntador lo que permite que el haz láser sea reflejado sobre la superficie del detector de cuadrante.



(a)



(b)

Fig. 3.8.1. (a) Porta-muestra sobre platina nanométrica xyz. (b) Sistema mecánico completo de la etapa de posición de la muestra dieléctrica, punta sensora y monitoreo opto-electrónico de posición.

Este haz pasa por una lente con distancia focal de 9cm con el fin de disminuir el tamaño del spot del haz láser y obtener mayor resolución en los desplazamientos

de la punta sensora cuando hace contacto con la superficie de la muestra dieléctrica.

En conjunto todas las etapas descritas forman el Sistema de Medición Capacitivo con Apuntador (SIMCAP) completo. Las etapas que conforman el sistema fueron conectadas con cables blindados aterrizados, con el fin de que la capacitancia parásita del cableado fuera lo más baja posible, 0.2pF aproximadamente. Esto se debe a que las corrientes parásitas están en función de las capacitancias parásitas y entre más pequeñas son los resultados obtenidos mejoran en las mediciones capacitivas. Todas las etapas se alimentan con una fuente de voltaje regulado de ± 12 voltios excepto el controlador del motor de pasos que se alimenta con 6 voltios regulados.

El sistema capacitivo requiere de ajustes previos de capacitancia, desplazamiento de la montura de la punta sensora, de la parte óptica, de una metodología de medición capacitiva propuesta y de una calibración de cero antes de realizar las mediciones de corriente. Con los datos obtenidos de las mediciones de corriente realizadas con muestras dieléctricas sólidas de calibración se obtiene una curva de calibración de capacitancia que sirve para obtener la constante dieléctrica no conocida de una muestra dieléctrica.

Referencias del capítulo 3.

1. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Instrumentation for direct, low frequency scanning capacitance microscopy, and analysis of position dependent stray capacitance", *Review of scientific Instruments*, 73 10 (2002), 3525-3533.
2. J. P. Pelz and R. H. Koch, "Extremely low-noise potentiometry with a scanning tunneling microscope", *Review of scientific Instruments*, 60 3, 1989, 301-305.
3. C. C. Williams, W. P. Hough and S. A. Rishton, "Scanning capacitance microscopy on a 25 nm scale", *Applied Physics Letters*, 55 2, 1989, 203-205.
4. Kei Kobayashi, Hirofumi Yamada and Kazumi Matsushige, "Dopant profiling on semiconducting sample by scanning capacitance force microscopy", *Applied Physics Letters*, 81 Num. 14, (2002).
5. "Sensores y Acondicionadores de Señal", Ramón Payas Arney, 3ª edición, (Alfa mega grupo editor, S.A. de C.V 2001) p. 155.
6. "Capacitive Sensors design and Applications", Larry K. Baxter IEEE Press Series on Electronics Technology, Robert J. Herrick, Series Editor, 1997.

4. METODOLOGÍA DE MEDICIÓN

En general, para realizar las mediciones de capacitancia que se presentan entre una muestra dieléctrica y la curvatura de una punta sensora utilizando el desarrollo experimental descrito anteriormente, se propuso una metodología de medición basada en la determinación de las corrientes complejas que pasan por la muestra dieléctrica y la curvatura de la punta sensora. Empezando cuando la punta sensora se encuentra en contacto con la superficie del dieléctrico y después separando la punta distancias constantes s hasta alcanzar una distancia de separación máxima comparable al radio de la curvatura de la punta sensora. Los datos registrados en las mediciones realizadas ayudan a obtener curvas de diferenciales de capacitancia $\Delta C(s)$ versus distancia de separación s de muestras de calibración con constante dieléctrica conocida. Con los datos obtenidos se genera una curva de calibración con la que se puede determinar la constante dieléctrica de una muestra con constante dieléctrica no conocida interpolando los valores de capacitancia a una determinada distancia de separación s .

4.1. Metodología de medición basada en el principio teórico del sistema capacitivo con electrodo esférico en términos de la distancia de separación s .

El principio de la metodología de medición propuesta está basado en los resultados obtenidos del análisis teórico realizado anteriormente con el sistema capacitivo (electrodo esférico – muestra dieléctrica – substrato conductor), con un electrodo esférico inmerso en un medio con permitividad eléctrica ϵ_1 y separado una distancia s de la superficie de la muestra dieléctrica, como se muestra en la figura 4.1.1.

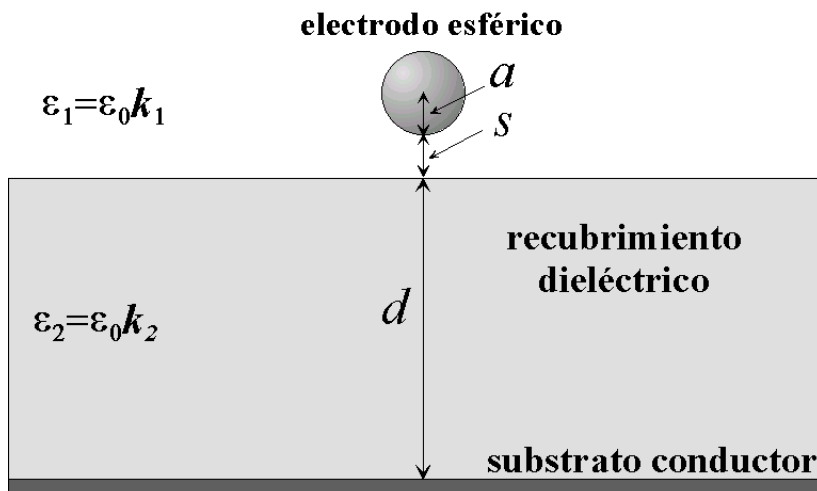


Fig. 4.1.1. Sistema capacitivo bajo consideración. El electrodo esférico con radio a se encuentra inmerso en un medio con permitividad eléctrica ϵ_1 y está separado una distancia s de la superficie de la muestra dieléctrica con permitividad eléctrica ϵ_2 . La muestra dieléctrica tiene un espesor $d \gg a$ y se encuentra sobre un substrato conductor que funciona como un segundo electrodo plano. Se supone una diferencia de potencial V entre sus electrodos.

Este sistema capacitivo se analizó aplicando el método de las imágenes con el fin de calcular una primera aproximación del valor de la capacitancia el cual tiende a ser independiente del espesor d cuando $d \gg a$, como se mostró anteriormente (sección 2.4 del capítulo 2). Aplicando el método de las imágenes se obtuvieron las siguientes expresiones,

$$C_0 = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x'_{j-1}} + \prod_{j=1}^{i+1} \frac{aM}{2(a+d+s) - x''_{j-1}} \right\}, \quad (4.1.1)$$

en donde,

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

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

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

Si $d \gg a$ entonces,

$$C_1 = 4\pi\epsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x'_{j-1}} \right\}, \quad (4.1.2)$$

en donde,

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

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

Como se puede apreciar en la Ecuación (4.1.2), cuando $d \gg a$, el valor de la capacitancia C_1 tiende a ser independiente del espesor d y dependiente principalmente de los medios con permitividades eléctricas ϵ_1 y ϵ_2 , de la distancia de separación s y por supuesto de la geometría del electrodo sensor. La ecuación (4.1.1) se utiliza como una corrección para calcular una primera aproximación de C_0 debido al espesor finito d que presentan las muestras dieléctricas en la práctica.

La ecuación (4.1.1) se utilizó para simular la metodología de medición capacitiva propuesta y obtener una estimación de los valores de capacitancia con curvas de diferenciales de capacitancia $\Delta C(s)$ versus s con diferentes valores de constante dieléctrica.

4.2. Simulación de la metodología de medición propuesta.

Con el fin de obtener curvas características de $\Delta C(s)$ de diferentes constantes dieléctricas, con la metodología propuesta, se realizaron simulaciones de mediciones diferenciales de capacitancia $\Delta C(s)$ entre el electrodo sensor y la superficie de la muestra dieléctrica a diferentes separaciones de s , con el sistema capacitivo de la figura 4.1.1. Cuando el electrodo esférico se encuentra en contacto con la superficie de la muestra dieléctrica, en $s_1 = 0$, conviene que el valor de la capacitancia $C(s_1)$ se reste con el mismo para que $\Delta C(s_1) = 0$, con el fin de tener un valor de referencia de inicio, simulando un procedimiento de calibración práctico. Después, la muestra se separa del electrodo sensor una distancia s_2 y se obtiene un valor de capacitancia $C(s_2)$ con el cual se tiene un segundo valor de $\Delta C(s_2) = C(s_2) - C(s_1)$. De esta forma, se continua separando sucesivamente la muestra del electrodo sensor a distancias s_n determinadas para obtener valores de $\Delta C(s_n)$ restando siempre el valor de $C(s_1)$ a cada valor de $C(s_n)$, $\Delta C(s_n) = C(s_n) - C(s_1)$, hasta llegar a una distancia de separación s_n comparable o mayor que el radio del electrodo esférico sensor. Estas diferencias de capacitancia se realizaron con el fin de disminuir al máximo las capacitancias parásitas en cada dato obtenido en las mediciones de capacitancia.

Para ilustrar la metodología de medición capacitiva propuesta se realizó una simulación con el modelo teórico de la ecuación (4.1.1) desarrollado anteriormente con el método de las imágenes con un radio $a=20\mu\text{m}$ del electrodo esférico y un espesor $d=1\text{mm}$. Con este modelo se generaron las curvas de $\Delta C(s)$ vs s para diferentes valores de constante dieléctrica k_2 cuando $d \gg a$, como se muestra en la figura 4.2.1.

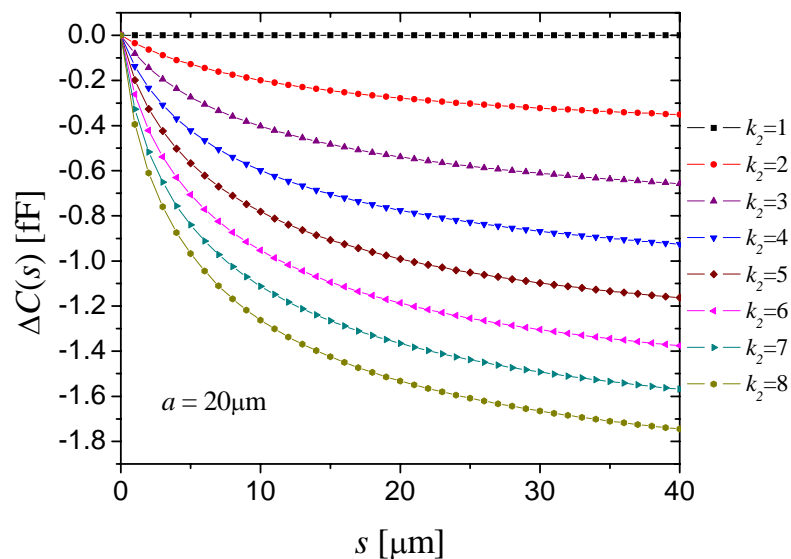


Fig. 4.2.1. Curvas de $\Delta C(s)$ vs s para valores de $k_2=1$ a $k_2=8$ con un radio de electrodo esférico de $a=20\mu\text{m}$ y espesor $d=1\text{mm}$. Las curvas se obtuvieron con el modelo de la ecuación (4.1.1).

En esta gráfica se puede observar que las curvas de $\Delta C(s)$ son principalmente sensitivas a la constante dieléctrica de la muestra más que de su espesor d para cada valor de k_2 en un rango de 1 a 8 y con un rango de distancia de separación s de 0 a $40\mu\text{m}$. Además se puede apreciar que $\Delta C(s)$ cambia más rápidamente cuando el electrodo sensor se encuentra más cerca de la superficie del dieléctrico y conforme se aleja la curva tiende a ser asintótica a un valor constante de $4\pi\epsilon_1 a$ que es la capacitancia de una esfera aislada [1], como se puede apreciar en la ecuación (4.1.2).

También se obtuvieron curvas de $\Delta C(k_2)$ vs k_2 para diferentes valores de la distancia de separación s en las cuales se puede notar que entre mayor es la distancia de separación s el valor de $\Delta C(k_2)$ tiende a un valor máximo, como se muestra en la figura 4.2.2.

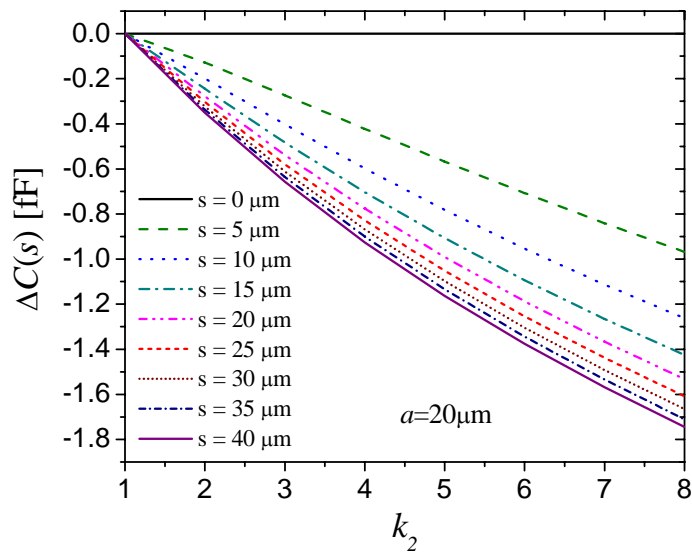


Fig. 4.2.2. Curvas de $\Delta C(k_2, s)$ vs k_2 para valores de $s = 0$ a $s = 40\mu\text{m}$ con un radio de electrodo esférico de $a=20\mu\text{m}$. Las curvas se obtuvieron con el modelo teórico de la ecuación (4.1.1).

Se puede observar que si se tiene el valor de $\Delta C(k_2)$ por medio de una medición diferencial a una distancia de separación s entonces se puede obtener el valor de la constante dieléctrica k_2 con la curva correspondiente a s . Esta sería una forma práctica de utilizar estas curvas de calibración teóricas obtenidas con la simulación de la metodología propuesta para determinar el valor de k_2 con el sistema capacitivo de la figura 4.1.1.

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

Como se mencionó anteriormente, las mediciones experimentales se realizan con una punta conductora como electrodo sensor. Al aplicar un voltaje $V_{ac}(\omega)$ entre el electrodo sensor y el substrato conductor de la muestra dieléctrica se genera una corriente $I_0(\omega)$ que pasa por la muestra dieléctrica, el electrodo sensor y los conductores asociados al sistema, como se muestra en la figura 4.3.1(a). El sistema se puede representar como un circuito equivalente RC , figura 4.3.1(b). Con un análisis de admitancias realizado al circuito RC equivalente del sistema de medición capacitivo se obtuvo la corriente total del sistema como,

$$I_0(\omega) = \left(\frac{1}{R_m} + j\omega C_{am} + j\omega C_p \right) V_{ac}(\omega), \quad (4.3.1)$$

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

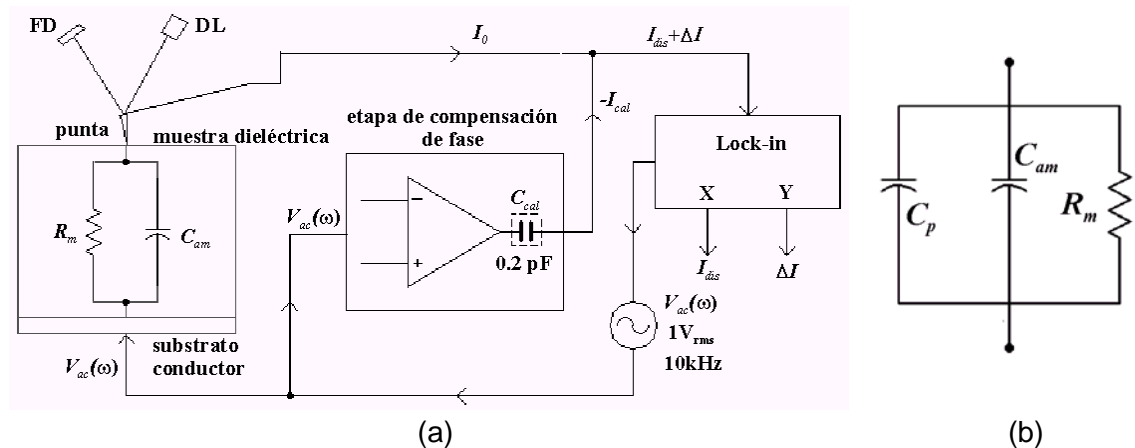


Fig. 4.3.1. (a) Sistema capacitivo con punta conductora sujeta a un cantilever utilizado en mediciones prácticas. (b) Circuito equivalente RC en donde C_p representa la capacitancia parásita total producida por el cono de la punta, cantilever, soporte mecánico y cableado. C_{am} representa la capacitancia de interés, generada solamente por el sistema capacitivo (curvatura de la punta – muestra dieléctrica – substrato) y R_m representa una resistencia finita asociada a la muestra dieléctrica.

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

4. METODOLOGÍA DE MEDICIÓN

la capacitancia parásita C_p al cual se aplica el mismo voltaje $V_{ac}(\omega)$ pero desfasado 180° por medio de la etapa de compensación de fase y amplitud. De esta forma, se obtiene una corriente de calibración $I_{cal}(\omega) = -j\omega C_{cal}V_{ac}(\omega)$ que se suma con $I_o(\omega)$ en un nodo común del sistema de medición antes de entrar a la etapa de amplificación Lock-in. Con la suma de estas corrientes se obtiene la corriente diferencial,

$$\Delta I \equiv I_p - I_{cal} . \quad (4.3.2)$$

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

En la práctica, la corriente total que entra a la etapa de amplificación Lock-in se puede expresar como,

$$I_{Lock-in} = I_{dis} + I_{am} + \Delta I . \quad (4.3.3)$$

En donde la corriente de interés para nosotros es,

$$\text{Im}[\Delta I_{Lock-in}] = I_{am} + \Delta I . \quad (4.3.4)$$

Finalmente de las ecuaciones (4.3.1) y (4.3.4) se obtiene,

$$\Delta C = \frac{\text{Im}[\Delta I_{Lock-in}(\omega)]}{\omega V_{ac}(\omega)} . \quad (4.3.5)$$

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

4.4. Metodología de medición experimental.

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

Con estas condiciones se obtuvo el valor medio de ΔI_{cal} y la desviación estándar σ , equivalente a la corriente de ruido I_{rms} , como se muestra en la figura 4.4.1.

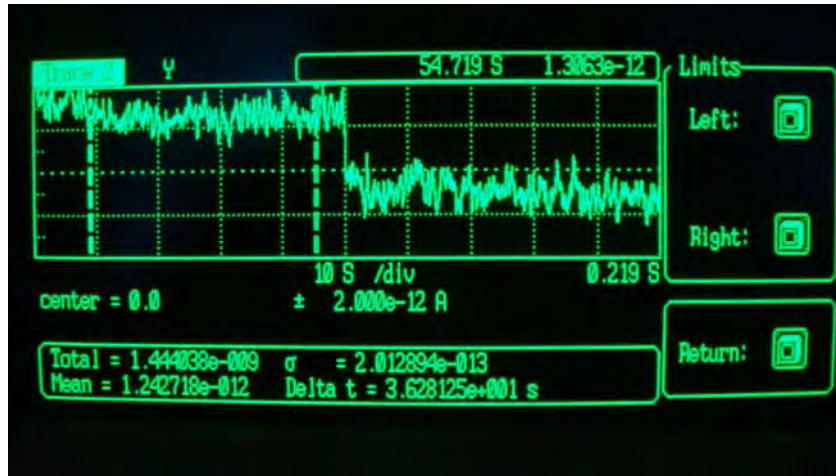


Fig. 4.4.1. Señales de corrientes ΔI_s y ΔI_{cal} registradas por el amplificador lock-in para calcular la mínima resolución ΔI_{am} que se detectó con el arreglo experimental del sistema de medición.

Después se separó la punta sensora una determinada separación s de la superficie del dieléctrico y se midió la ΔI_s con las mismas condiciones descritas anteriormente, como se muestra en la figura 4.4.1. Se realizó la diferencia de $\Delta I_{am} = \Delta I_s - \Delta I_{cal}$ para obtener la mínima resolución de ΔI_{am} que se registró con el sistema de medición. La mínima resolución promedio que se obtuvo fue de $\Delta I_{am} = 0.955 \text{ pA} \pm 0.262 \text{ pA}$, aplicando la ecuación (4.3.5) se calculó una capacitancia $\Delta C_{am} = 30.4 \text{ aF} \pm 8.34 \text{ aF}$ a una distancia mínima de separación aproximada de $s = 50 \text{ nm}$, entre la curvatura de la punta sensora y la superficie del dieléctrico (vidrio). Estas mediciones se realizaron únicamente con el fin de determinar la mínima resolución de ΔC_{am} del sistema de medición capacitivo propuesto. Se utilizaron dos muestras de calibración rectangulares, una de vidrio y una de tabla fenólica para circuito impreso del tipo FR-4 con superficie de $2.1 \text{ cm} \times 2.6 \text{ cm}$ cada una con 1 mm de espesor para el vidrio y 1.5 mm para el FR-4, como se muestra en la figura 4.4.2.

Se realizó un depósito de una película conductora de cobre sobre una de sus superficies por medio de la técnica de sputtering, en la Unidad de Películas Delgadas del CCADET UNAM, con el fin de formar un capacitor de placas paralelas con cada muestra y de esta forma medir su capacitancia con un puente digital LCR Stanford Research SR715 a una frecuencia de 10 kHz y a 1 V_{rms} . Con este valor de capacitancia y por medio de la fórmula de capacitancia para placas paralelas se calculó una constante dieléctrica para cada muestra de 7.64 y 4.87 para el vidrio y el FR-4 respectivamente.



Fig. 4.4.2. Muestras de calibración utilizadas en las mediciones capacitivas. El vidrio tiene una película de cobre en una de sus superficies.

Debido a los efectos de borde de las muestras se estimó un error del 2% para estos valores de constante dieléctrica. Para reducir este error es necesario utilizar una metodología más precisa [2] sin embargo, para los fines del trabajo en el que se desea comprobar la viabilidad de la metodología propuesta no se tomó en cuenta este error.

Las mediciones experimentales se realizaron con una punta conductora como electrodo sensor con 3mm de longitud y con radio de curvatura de la punta entre $20\mu\text{m}$ - $40\mu\text{m}$. En este caso, solo es de interés la capacitancia C_{am} que se presenta con la curvatura de la punta y la superficie de la muestra dieléctrica reduciendo y compensando la capacitancia parásita C_p que genera el resto de la geometría del electrodo y el sistema de medición en general con la técnica de medición descrita anteriormente.

Se aplicó un voltaje $V_{ac}(\omega) = 1V_{\text{rms}}$ de referencia a la muestra dieléctrica por el lado del substrato conductor a una frecuencia de 10 KHz. La muestra se desplazó verticalmente hacia arriba hasta hacer contacto suavemente con la curvatura de la punta conductora. En este punto se realizó una calibración equivalente a cero con los ajustes de fase y amplitud de la etapa de compensación de fase haciendo que $I_{cal} \rightarrow I_p$ para que $\Delta I \rightarrow 0$. Fue necesario realizar esta calibración para tener una referencia de inicio en las mediciones y reducir al máximo la capacitancia parásita del sistema de medición experimental en donde las variaciones de corriente que se registraron se debieron principalmente al ruido mecánico (vibraciones) e interferencia electromagnética presentes en el sistema de medición.

Una vez realizada la calibración equivalente a cero se separó la muestra dieléctrica una distancia $s = 1.6\mu\text{m}$ y se midió la parte imaginaria de la corriente $\text{Im}[\Delta I_{Lock-in}(\omega)]$ con las condiciones mencionadas anteriormente para obtener un segundo dato de $\Delta C(s)$ con la ecuación (4.3.5). Para obtener los datos de $\text{Im}[\Delta I_{Lock-}$

$i_n(\omega)$] posteriores se continuó separando la muestra dieléctrica distancias fijas de $s = 16\mu\text{m}$ hasta alcanzar un desplazamiento total de $s = 40\mu\text{m}$. En cada paso de s se calcularon las $\Delta C(s)$ correspondientes. Esta metodología de medición se repitió para cada una de las muestras de calibración con el fin de obtener su curva característica de constante dieléctrica. Se utilizaron dos muestras de calibración, las dos mencionadas anteriormente de vidrio y FR-4 con espesores d de 1mm y 1.5mm respectivamente. El aire se tomó como una tercera muestra de calibración con una distancia de separación d entre la curvatura de la punta sensora y la superficie del substrato conductor simulando una capa de aire con un espesor $d=1\text{mm}$.

Al realizar los desplazamientos de la muestra se presentó un error de corrimiento (backlash) en los motores piezoeléctricos. Este corrimiento generó un offset en las mediciones experimentales el cual se redujo disminuyendo la velocidad y la aceleración del giro de los motores con el software de control. Sin embargo, los datos de $\Delta C(s)$ se compensaron ajustando las curvas experimentales con las curvas teóricas de la figura 4.2.1.

Las mediciones se realizaron a una temperatura promedio de 23°C y a 20% de humedad relativa promedio. Cada dato de ΔI medido con el amplificador Lock-in fue registrado en un lapso de 10 segundos con una tasa de muestreo de 64 Hz, una constante de tiempo de 100 ms y 12dB/oct de decaimiento del filtro paso bajas del amplificador Lock-in. Con estas condiciones se obtuvo el valor medio de $\Delta I_{\text{Lock-in}}$ y la desviación estándar $\sigma = \pm 1\text{pA}$, equivalente a la corriente de ruido I_{nrms} . Con estos datos se calculó un ruido de corriente de entrada al amplificador Lock-in $I_n = 0.91 \text{ pA}/\sqrt{\text{Hz}}$ en un ancho de banda de ruido equivalente de 1.2 Hz con una constante de tiempo de 100 ms [3]. Finalmente se calculó el ruido de capacitancia de entrada $C_n = 14.53 \text{ aF}/\sqrt{\text{Hz}}$ aplicando la ecuación (4.3.5).

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

Referencias del capítulo 4.

1. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, "Tip-sample capacitance microscopy of dielectric films", *Journal of Applied Physics*, 84 8 (1998) 4043-4048.
2. H. J. Wintle and S.Kurylowics, "Edge corrections for strip and disc capacitors", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. IM-34, No. 1, march 1985.
3. SR850 DSP Lock-in Amplifier Operating Manual.

5. RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los datos experimentales obtenidos reflejaron un error de offset debido al corrimiento que presentaron los motores piezoeléctricos que desplazan la platina. Este error se compensó en cada dato para obtener las curvas experimentales de $\Delta C(s)$ vs s . El comportamiento de las curvas experimentales características de cada muestra dieléctrica de calibración se muestra en la figura 5.1.

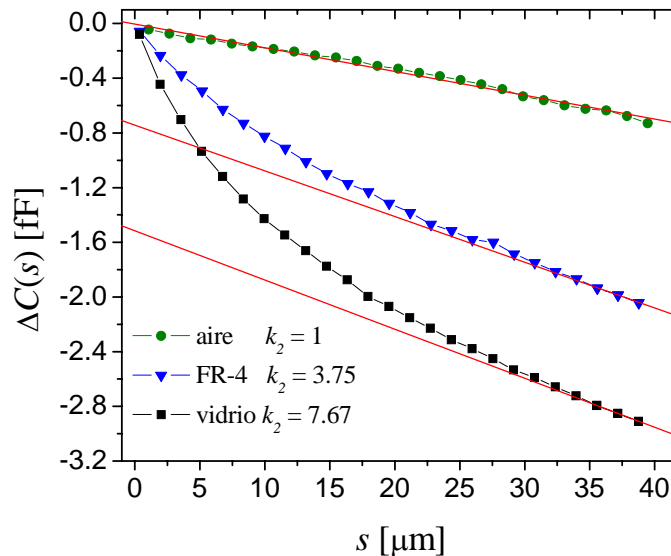


Fig. 5.1. Curvas experimentales de $\Delta C(s)$ vs s con corrección de offset y líneas tangentes de capacitancia parásita residual presente en cada muestra de calibración.

Se puede apreciar que presentan una variación de $\Delta C(s)$ más rápida cuando la curvatura de la punta sensora se encuentra muy cerca de la superficie dieléctrica, aproximadamente abajo de la distancia de separación de $s=10\mu\text{m}$. Además, las curvas presentan una tendencia lineal conforme aumenta la distancia de separación s , esto provoca que la variación de $\Delta C(s)$ sea más lenta. A pesar de que en la calibración de cero la mayor parte de la capacitancia parásita fue compensada, las curvas experimentales mostraron que aún existía una capacitancia parásita residual debida principalmente a la geometría de la punta sensora y a su montura, esto provocó que el valor de $\Delta C(s)$ aumentara y no fuera solo la contribución de la curvatura de la punta sensora $\Delta C_{am}(s)$ con la superficie de la muestra dieléctrica.

La capacitancia parásita residual se manifestó precisamente como una línea recta $\gamma(s)$ tangente a cada curva experimental. Esta se generó con los últimos datos de $\Delta C(s)$ para cada curva de k_2 . Para compensar la capacitancia parásita residual se realizó la suma de la función lineal $\gamma(s)$, en el origen, de cada curva experimental $\Delta C(s)$ característica de cada muestra dieléctrica [1,2,3], con la siguiente expresión,

$$\Delta C_{am}(s) = \Delta C(s) - \gamma(s). \quad (5.1)$$

La suma de estas dos funciones compensa la capacitancia parásita residual de las curvas experimentales de $\Delta C(s)$ para obtener una mejor aproximación de la contribución solamente de la capacitancia $\Delta C_{am}(s)$ entre la curvatura de la punta sensora y la superficie dieléctrica, como se muestra en la figura 5.2.

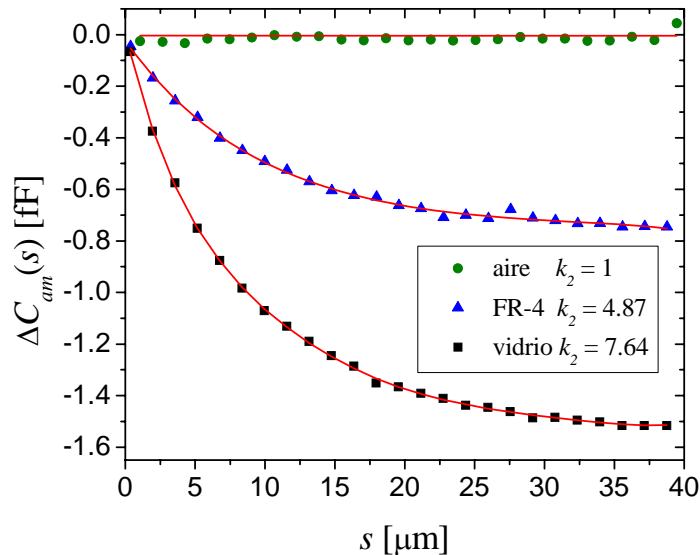


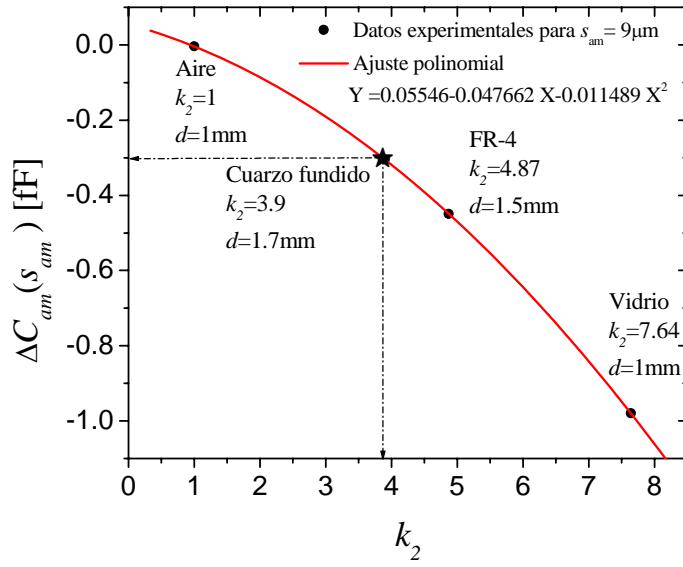
Fig. 5.2. Curvas experimentales $\Delta C_{am}(s)$ vs s con ajuste lineal, de 5° y 7° orden para el aire, FR-4 y vidrio respectivamente.

Se realizó un ajuste lineal de la curva del aire que sirvió como curva experimental de referencia y un ajuste polinomial de 5° y 7° orden a las curvas experimentales para el FR-4 y el vidrio respectivamente. Como se puede observar en la figura 5.2, el comportamiento de las curvas de $\Delta C_{am}(s)$ corresponde más al observado en las curvas teóricas de la figura 4.2.1 obtenidas con la expresión (4.1.1) del modelo teórico del capítulo 4.

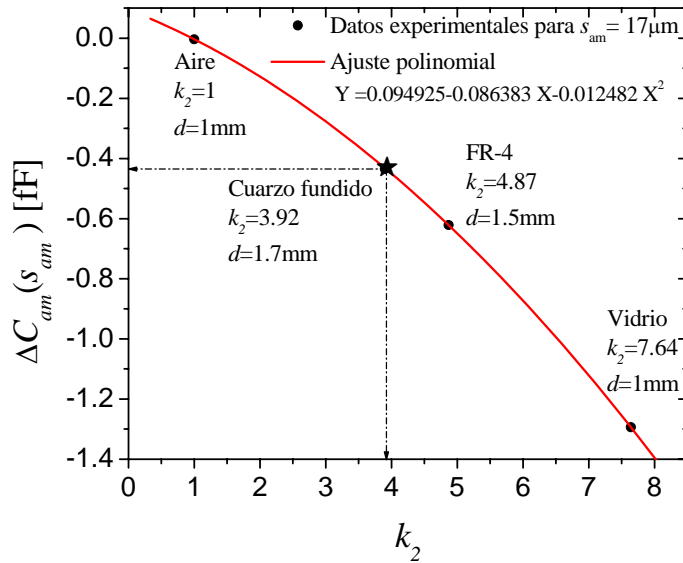
De cada curva experimental de constante dieléctrica se tomó un punto de calibración $\Delta C_{am}(s_{am})$ a una distancia de separación s_{am} determinada, con estos 3 puntos de calibración se realizó un ajuste con un polinomio de 2° orden para obtener una curva de calibración en términos de k_2 . Esta metodología se realizó para las distancias $s_{am} = 9\mu\text{m}$, $17\mu\text{m}$ y $33\mu\text{m}$, como se muestra en las graficas de la figura 5.3.

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

figura 5.3, con el fin de obtener la constante dieléctrica k_2 de la muestra de cuarzo fundido.



(a)



(b)

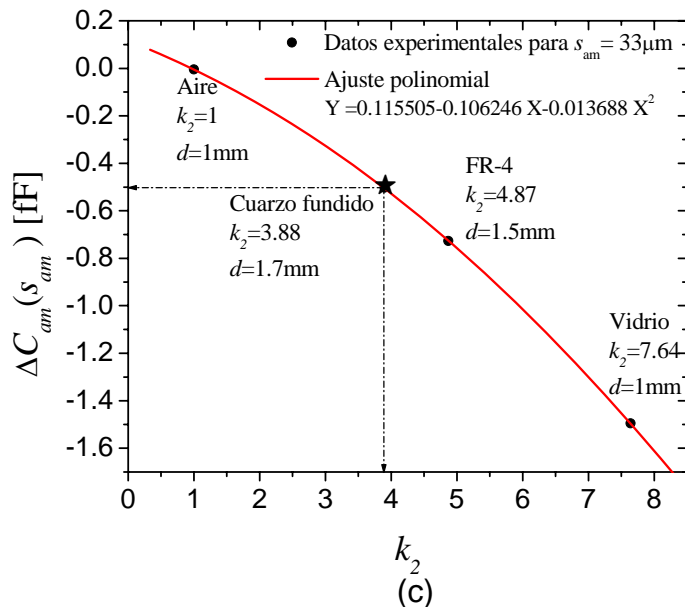


Fig. 5.3. Curvas de calibración $\Delta C_{am}(s_{am})$ versus s_{am} con el valor estimado de k_2 del cuarzo fundido. a) $s_{am} = 9\mu$, $k_2 = 3.9$, b) $s_{am} = 17\mu$, $k_2 = 3.92$ y c) $s_{am} = 33\mu$, $k_2 = 3.88$.

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

A pesar de que la distancia de separación s_{am} se incrementa hasta un valor comparable al radio de la curvatura de la punta sensora el valor de k_2 de la muestra dieléctrica tiende a mantener su valor. De la ecuación (4.1.2) se puede observar que si $s_{am} \rightarrow \infty$ entonces $\Delta C_{am} \rightarrow 4\pi\epsilon_0 a$ que representa la capacitancia de una esfera aislada, como se mostró anteriormente con el modelo teórico. Cabe mencionar que la punta utilizada sufrió una deformación en su curvatura la cual pudo influir en los errores estimados de los resultados obtenidos.

Para estimar el mínimo espesor que puede tener la muestra dieléctrica con la cual la técnica propuesta se pueda aplicar sin generar un error significativo en los resultados, se utilizó el modelo teórico de la ecuación (4.1.1) para obtener una gráfica de las curvas de calibración de $\Delta C(k_2)$ vs k_2 a una distancia de separación $s_{am} = 15\mu$ y con un radio de electrodo esférico de $a = 20\mu$ con espesores $d = 1$ mm, 0.5mm, 0.2mm, 0.1mm y 0.05mm, como se muestra en la gráfica de la figura 5.4.

Como se puede apreciar en la gráfica, arriba del espesor $d = 0.1\text{mm}$ no hay un cambio significativo en las curvas de calibración sin embargo, por debajo de este espesor los valores de $\Delta C(k_2)$ presentan cambios notables, los cuales producirían errores en los resultados obtenidos.

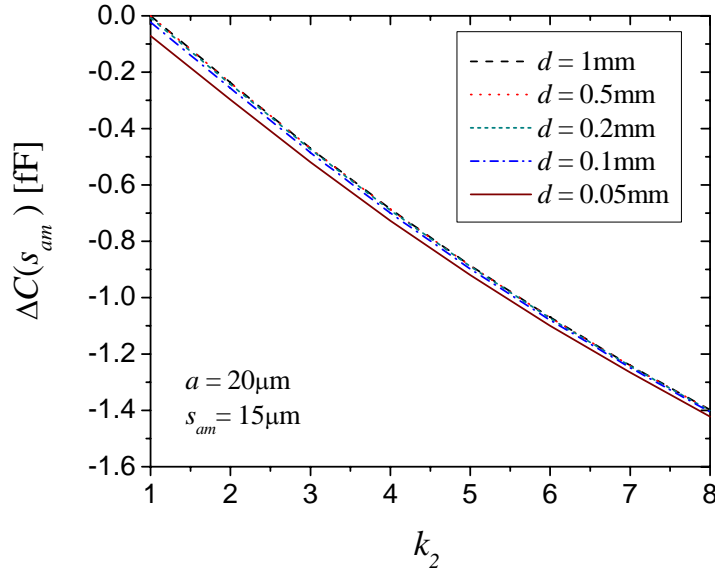


Fig. 5.4. Curvas de calibración teóricas obtenidas con la ecuación (4.1.1) para determinar el mínimo espesor d que puede ser utilizado con la técnica de medición propuesta sin tener un error significativo en los resultados.

Esto quiere decir que existe un espesor de muestra dieléctrica mínimo y un radio mínimo de curvatura de la punta con los cuales la técnica de medición propuesta todavía es confiable para obtener el valor de la constante dieléctrica con las condiciones mencionadas anteriormente.

De acuerdo con los datos de las curvas de la figura 5.4, el espesor del dieléctrico tendría que tener una proporción, por lo menos, de 5 veces el radio de curvatura del electrodo sensor. Con esta información se puede realizar una estimación de las dimensiones mínimas del radio de curvatura de la punta sensora y del espesor de la muestra dieléctrica para aplicar este método de acuerdo con los datos obtenidos. Para empezar se sabe que la resolución de capacitancia alcanzada por grupos que trabajan con microscopia capacitiva se encuentra alrededor de 1aF [1-8]. En nuestros experimentos, las mediciones presentaron una desviación estándar de $\sigma = \pm 1\text{pA}$, que representa una incertidumbre en capacitancia de $\pm 16\text{aF}$, aproximadamente.

Se sabe por simulaciones realizadas en 3D, del sistema capacitivo en estudio, que los valores de capacitancia se pueden escalar por un factor ϕ al escalar las dimensiones del sistema capacitivo por el mismo factor ϕ , como se mostró anteriormente en la sección 2.7. Si el sistema de medición utilizado es capaz de

5. RESULTADOS EXPERIMENTALES

registrar variaciones de capacitancia de 1aF entonces se puede inferir que la dimensión de la curvatura del electrodo sensor debe ser 16 veces menor que el utilizado en las curvas de la figura 5.4, con $a=20\mu\text{m}$. Entonces, el mínimo radio a de la curvatura del electrodo sensor debería estar aproximadamente entre $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ sin perder resolución en los valores de constante dieléctrica y por lo tanto el mínimo espesor d se encontraría entre $5\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$ respectivamente, según la proporción entre el espesor del dieléctrico y el radio de curvatura de la punta usada en las curvas de la figura 5.4. Si se requiriera obtener la constante dieléctrica de muestras con espesores menores se estaría condicionado a utilizar una instrumentación que fuera capaz de registrar variaciones más pequeñas de capacitancia, esta sería la condición principal para aplicar la metodología propuesta en este trabajo.

En resumen, esta técnica de medición proporciona una curva característica de calibración $\Delta C_{am}(k_2)$, obtenida con tres muestras de calibración para un rango determinado de constante dieléctrica, con la cual se puede determinar el valor de la constante dieléctrica local de una muestra sólida cuando se mide el valor de $\Delta C_{am}(s_{am})$ correspondiente a una distancia determinada de separación s_{am} entre la curvatura de la punta sensora y la superficie de la muestra dieléctrica. Esta técnica es no destructiva en el sentido de que no es necesario que la muestra deba tener una preparación especial previa ni deba tener una geometría específica siempre y cuando exista una superficie plana suficientemente mayor que el diámetro de la curvatura de la punta sensora y un espesor mínimo. La principal limitante para utilizar la técnica de medición propuesta es la resolución de capacitancia que se pueda alcanzar en las mediciones. Con este valor se determina la dimensión mínima del espesor del dieléctrico que debe ser por lo menos 5 veces el radio de curvatura de la punta, según el análisis realizado con la grafica de la figura 5.4.

Los resultados experimentales presentados en este capítulo permiten determinar las limitantes principales de la técnica de medición propuesta para obtener resultados confiables.

Referencias del capítulo 5.

1. I. Casuso, L. Fumagalli, E. Padrós and G. Gomila, "Nondestructive thickness measurement of biological layers at the nanoscale by simultaneous topography and capacitance imaging", *Appl. Phys. Lett.* 91, 063111 (2007).
2. L. Fumagalli, G. Ferrari, M. Sampietro and G. Gomila, "Dielectric-constant measurement of thin insulating Films at low frequency by nanoscale capacitance microscopy", *Appl. Phys. Lett.* 91, 243110 (2007).
3. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzuela, "Obtaining the dielectric constant of solids from capacitance measurements with a pointer electrode", *Review of Scientific Instruments*, 80, 106101 (2009).
4. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, "Quantitative nanoscale dielectric microscopy of single-layer supported biomembranes", *Nano Letters* 9 (4), 1604-1608 (2009).
5. L Fumagalli, G Ferrari, M Sampietro, I Casuso, E Martínez, J Samitier and G Gomila, "Nanoscale capacitance imaging with attofarad resolution using ac current sensing atomic force microscopy", *Nanotechnology* 17 (2006) 4581-1587.
6. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Instrumentation for direct, low frequency scanning capacitance microscopy, and analysis of position dependent stray capacitance", *Review of scientific Instruments*, 73 10 (2002), 3525-3533.
7. D. T. Lee, J. P. Pelz and B. Bhushan, "Scanning capacitance microscopy for thin film measurements", *Nanotechnology* 17, 1484 (2006).

5. RESULTADOS EXPERIMENTALES

8. Stefan Lányi, "Effect of adsorbed water on the resolution of scanning capacitance microscopes", *Surface and Interface Analysis*, 27, (1999) 348-353.

6. MÉTODO PROPUESTO PARA DETERMINAR ESPESOR Y CONSTANTE DIELECTRICA DE RECUBRIMIENTOS

En publicaciones derivadas del trabajo de maestría [1,2,3] se mostraron los principios básicos y la viabilidad práctica de una metodología para medir la constante dieléctrica y el espesor de recubrimientos dieléctricos con espesores en un rango de $100\mu\text{m}$ a $800\mu\text{m}$, usando dos electrodos capacitivos con diferente geometría. Al menos uno de ellos debe ser no plano. Aplicando el Método de Elemento Finito (MEF) se realizaron simulaciones numéricas en 2D para corroborar la viabilidad del método. Al mismo tiempo se realizaron experimentos demostrativos usando un electrodo plano y otro con curvatura esférica. Se obtuvieron curvas de calibración en función de los espesores y constantes dieléctricas de diferentes muestras de calibración dentro de un espacio de capacitancia $C_1 - C_2$, en donde C_1 y C_2 son las capacitancias con uno y otro electrodo respectivamente. En este capítulo se describe y analiza teóricamente, por medio de simulaciones en 3D con el MEF la metodología propuesta mencionada en [1], con el fin de obtener la constante dieléctrica y el espesor de recubrimientos dieléctricos por medio de dos mediciones capacitivas con dos electrodos esféricos de diferentes dimensiones. Las simulaciones con Elemento Finito ayudan comprender con más claridad la función que desempeña cada electrodo esférico con una superficie dieléctrica plana sobre un substrato conductor. Finalmente, este estudio permitirá optimizar y determinar los rangos de espesores y dimensiones de electrodos esféricos útiles en el que la metodología propuesta pueda ser aplicable aprovechando los resultados obtenidos anteriormente con un electrodo esférico muy pequeño.

6.1 Descripción del método propuesto.

En el método teórico propuesto se utilizan dos electrodos esféricos con diferentes dimensiones, los cuales se sobrepone al recubrimiento dieléctrico formando un capacitor con el substrato conductor. Con cada electrodo se obtiene un valor de capacitancia eléctrica, la cual depende del espesor d del recubrimiento, de su constante dieléctrica o permitividad relativa ϵ_r , y de la geometría y dimensiones del electrodo sensor. Se denota la capacitancia medida de un electrodo como C_1 y con el otro como C_2 . Se puede pensar que un par de mediciones (C_1, C_2) con un mismo recubrimiento son las coordenadas de un punto en un espacio de capacitancia $C_1 - C_2$. De esta manera un conjunto de recubrimientos dieléctricos con un mismo valor del espesor d pero diferente valor de permitividad relativa ϵ_r definirán una curva en el espacio $C_1 - C_2$. Si las curvas correspondientes a diferentes valores de d están separadas en el espacio $C_1 - C_2$, entonces es posible determinar tanto d , como la ϵ_r a partir de las coordenadas (C_1, C_2) del recubrimiento. Básicamente, primero se localiza la curva a la cual pertenece el punto (C_1, C_2) y se obtiene el valor de d . Después, de la posición del punto (C_1, C_2) a lo largo de dicha curva se obtiene el valor de ϵ_r .

Para poder utilizar un par de electrodos y determinar con precisión d y ϵ_r será necesario calibrarlos. La calibración implica obtener curvas en el espacio $C_1 - C_2$ para recubrimientos de espesor constante en el intervalo de valores de ϵ_r de interés. Se deberán medir varias curvas con recubrimientos de espesor d en el intervalo de interés. Una vez teniendo las curvas de calibración se podrá determinar los valores de d y ϵ_r para cualquier punto de coordenadas (C_1, C_2) que este entre las curvas de calibración por interpolación.

Es claro que mientras más separadas estén las curvas de espesor constante en el espacio $C_1 - C_2$ mejor será la resolución del método. También, mientras más lineales sean las curvas de calibración, más fácil y exacto será el proceso de interpolación para encontrar el valor de d y ϵ_r para un punto (C_1, C_2) cualquiera en la zona del espacio $C_1 - C_2$ de interés.

En el trabajo de maestría se mostró que para un electrodo esférico y otro plano las curvas de espesor constante efectivamente se separan en el espacio $C_1 - C_2$, en un espacio de 2D [1,2,3]. Sin embargo, una aproximación más real se obtiene realizando simulaciones con el MEF del sistema capacitivo (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) en 3D.

6.2 Simulaciones del método propuesto.

En trabajos previos se ha mostrado que los sensores capacitivos con electrodos esféricos ofrecen algunas ventajas sobre otras geometrías, sobre todo con las planas, como es el paralelismo y la resolución [4,5]. Si la dimensión del electrodo esférico disminuye la resolución en capacitancia aumenta. Sin embargo, se deriva una desventaja significativa con estos electrodos. Cuando el área de contacto sobre la superficie del recubrimiento es pequeña se genera un valor de capacitancia pequeña en comparación con la que se genera con un electrodo plano. Conviene considerar que al menos uno de los electrodos sea esférico en el sistema capacitivo que se describe en la figura 6.2.1.

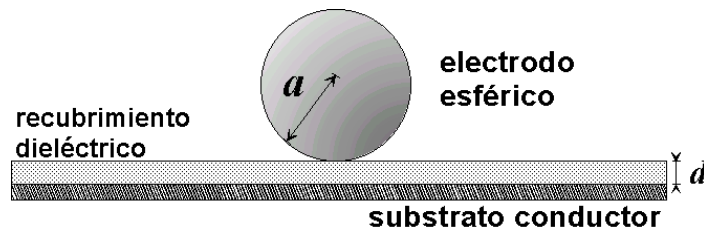


Fig. 6.2.1. Capacitor formado por electrodo esférico, recubrimiento y substrato conductor.

Se llevo acabo un trabajo de simulación en 3D con el Método de Elemento Finito (MEF) del sistema capacitivo mostrado en la figura 6.2.1, con diferentes valores de radio de electrodo esférico a , permitividad relativa ϵ_r , espesor d y área de recubrimiento del dieléctrico con el fin de encontrar las dimensiones ideales para dos electrodos esféricos y entender la relación que existe con el espesor del recubrimiento dieléctrico.

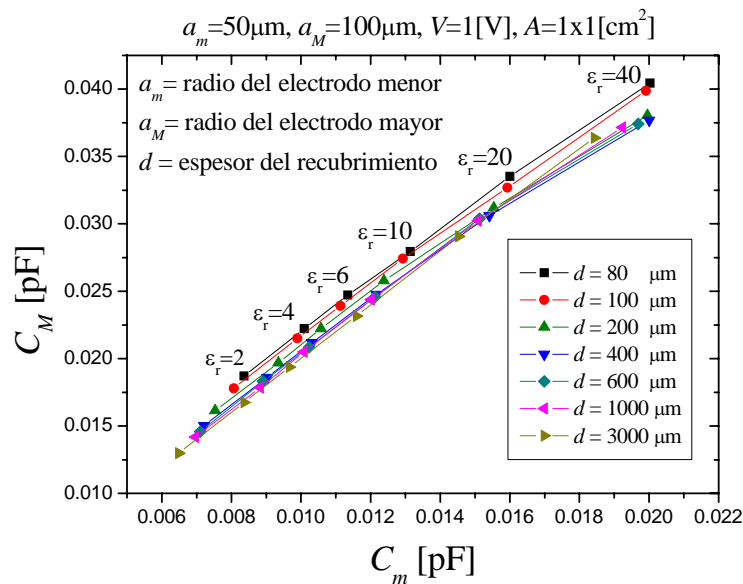
De los datos obtenidos en las simulaciones se generaron gráficas características de capacitancia C_M con electrodo esférico de radio mayor a_M versus capacitancia C_m con electrodo esférico de radio menor a_m y de capacitancia versus espesor de recubrimiento dieléctrico.

Las gráficas obtenidas de las simulaciones en 3D se analizaron por espesor del recubrimiento dieléctrico d , área del recubrimiento A y radio a del electrodo esférico, principalmente. Los rangos de los espesores, áreas y radios fueron de:

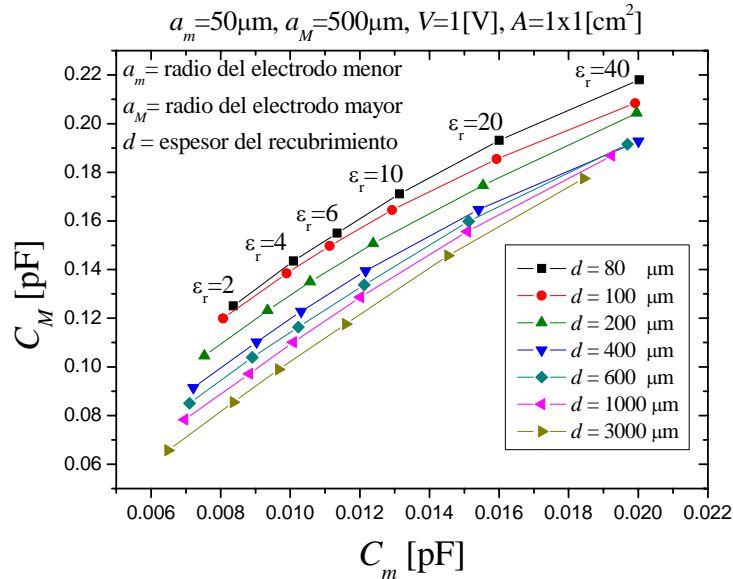
- Para $d = 80, 100, 200, 400, 600, 1000$ y $3000 \mu\text{m}$, $a = 50, 100, 500$ y $3000 \mu\text{m}$ con áreas de recubrimiento de $A = 1 \times 1 \text{ cm}^2$.
- Para $d = 80, 130, 180, 230, 280, 330$ y $380 \mu\text{m}$, $a = 10$ y $3000 \mu\text{m}$ con área de recubrimiento de $A = 1 \times 1 \text{ cm}^2$.
- Para $d = 20, 40, 60, 80, 100, 120$ y $140 \mu\text{m}$, $a = 10$ y $1000 \mu\text{m}$ con área de recubrimiento de $A = 2 \times 2 \text{ mm}^2$.
- Para $d = 2, 4, 6, 8, 10, 12,$ y $14 \mu\text{m}$, $a = 10, 25$ y $50 \mu\text{m}$ con área de recubrimiento de $A = 0.2 \times 0.2 \text{ mm}^2$.

Todas las simulaciones se realizaron con valores de permitividad relativa $\epsilon_r = 2, 4, 6, 10, 20$ y 40 , como se muestra en las graficas de la figura 6.2.2.

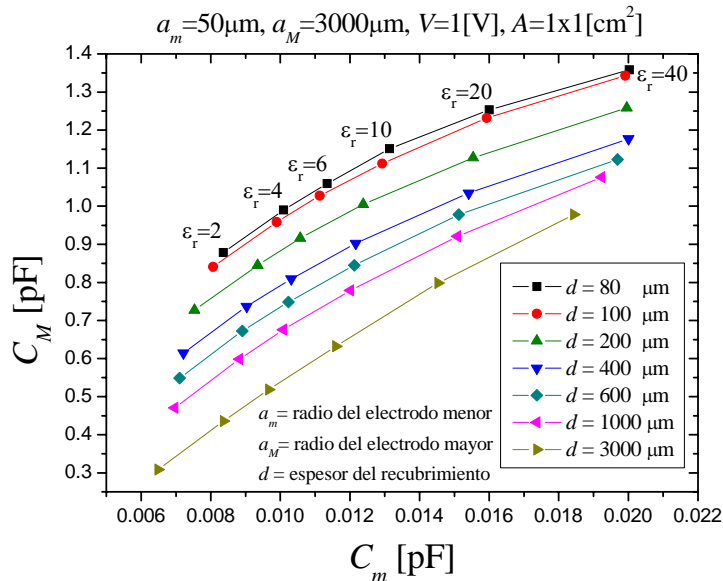
Las gráficas obtenidas con las simulaciones para el rango de $80\mu\text{m}$ a $3000\mu\text{m}$ de espesor d de recubrimientos con dos electrodos esféricos de diferente radio, figura 6.2.2, muestran que entre mayor es la diferencia de sus radios, existe una mayor separación entre las curvas de espesor debido a que existe una mayor diferencia de capacitancia C_M generada con el electrodo esférico de mayor radio y la capacitancia C_m generada con el electrodo esférico de menor radio.



(a)



(b)



(c)

Fig. 6.2.2. Gráficas de capacitancia C_M vs C_m en el rango de espesores d entre $80\mu\text{m}$ y $3000\mu\text{m}$ con radios de electrodos esféricos de a) $a_m=50\mu\text{m}$ y $a_M=100\mu\text{m}$, b) $a_m=50\mu\text{m}$ y $a_M=500\mu\text{m}$, c) $a_m=50\mu\text{m}$ y $a_M=3000\mu\text{m}$.

Este efecto se ve más claramente en la figura 6.2.2(c), cuando la diferencia entre radios es mayor y dentro del rango de espesores de recubrimientos de $100\mu\text{m}$ a

3000 μm . El caso contrario ocurre cuando la diferencia entre los radios es menor, figura 6.2.2(a).

En la gráfica de la figura 6.2.3 se redujo el rango de espesores de 80 μm a 380 μm y se aumento la diferencia de los radios de los electrodos esféricos obteniendo una mayor separación en las líneas de espesor entre 80 μm y 180 μm .

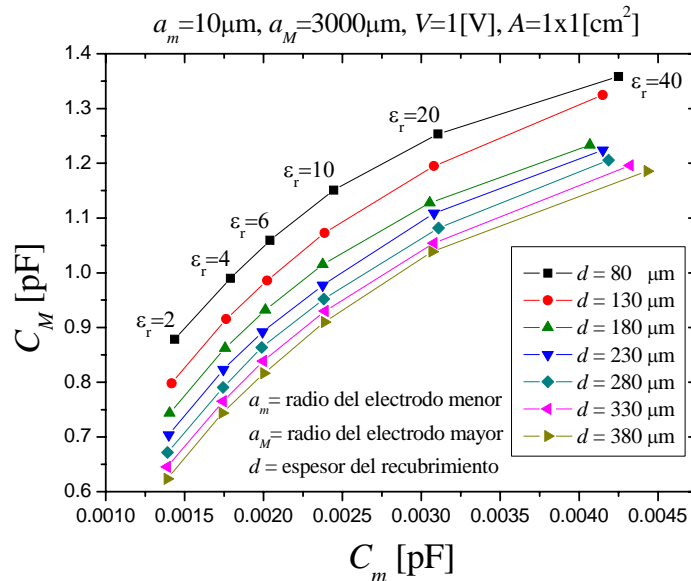


Fig. 6.2.3. Gráfica de capacitancia C_M vs C_m en el rango de espesores d entre 80 μm y 380 μm con radios de electrodos esféricos de $a_m=10\mu\text{m}$ y $a_M=3000\mu\text{m}$.

En esta gráfica se aprecia que los valores de capacitancia C_m obtenidos con el electrodo de menor radio a_m presentan una independencia con respecto del espesor d para valores de permitividad relativa ϵ_r en el rango de 2 a 10. Esto quiere decir que la capacitancia tiende a depender principalmente de la permitividad relativa ϵ_r del material dieléctrico cuando su espesor d es varias veces mayor que el radio a_m del electrodo esférico menor, como se demostró anteriormente en el capítulo 2.

En la figura 6.2.4 se redujo un factor de cien la diferencia entre radios de electrodos esféricos así como el rango de espesores del recubrimiento. Se muestra que las curvas de espesor presentan mayor separación en el rango de 20 μm a 60 μm y la independencia del valor de la capacitancia con respecto del espesor del recubrimiento tiende a presentarse en el rango de permitividades relativas de 2 a 20. A partir del rango de espesores de 80 μm a 140 μm , el valor del espesor d es varias veces el radio del electrodo esférico menor a_m , como en el caso de la gráfica de la figura 6.2.3.

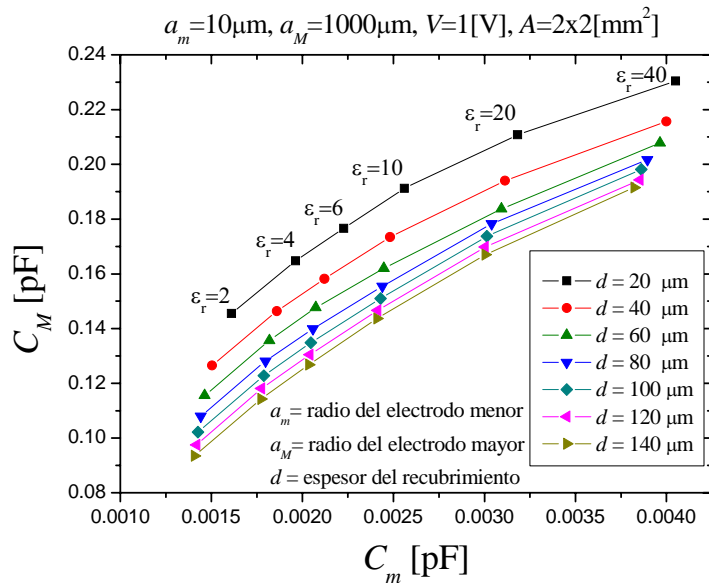
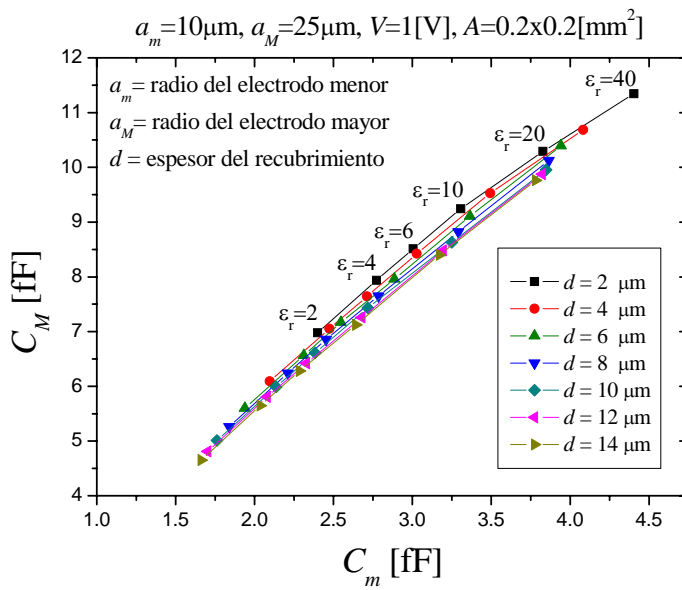


Fig. 6.2.4. Gráfica de capacitancia C_M vs C_m en el rango de espesores d entre $20\mu\text{m}$ y $140\mu\text{m}$ con radios de electrodos esféricos de $a_m=10\mu\text{m}$ y $a_M=1000\mu\text{m}$.

En las gráficas de la figura 6.2.5 se redujo el rango de espesores d de $2\mu\text{m}$ a $14\mu\text{m}$ y el radio del electrodo mayor a_M se incrementó de $25\mu\text{m}$ a $100\mu\text{m}$ para tratar de obtener una mayor separación entre curvas de espesor como en el caso de las gráficas de la figura 6.2.1. Sin embargo, esta separación entre curvas no aumento significativamente puesto que el factor de diferencia entre radios de electrodos esféricos es de diez veces.



(a)

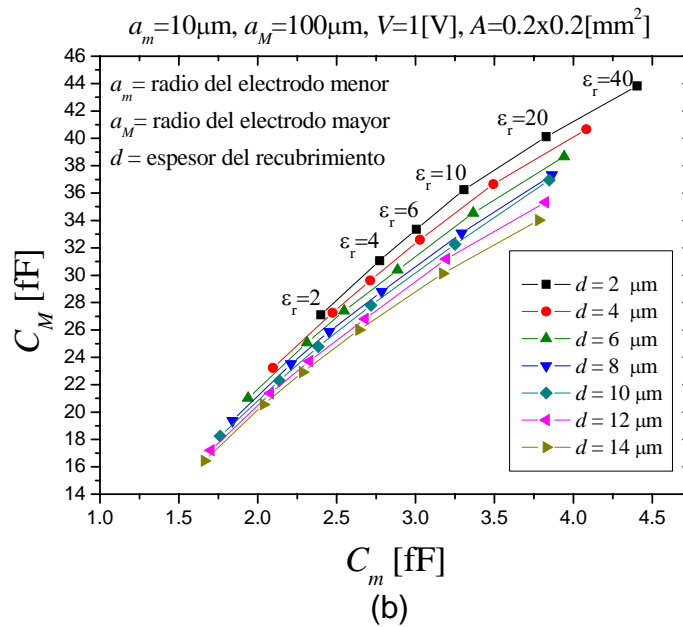
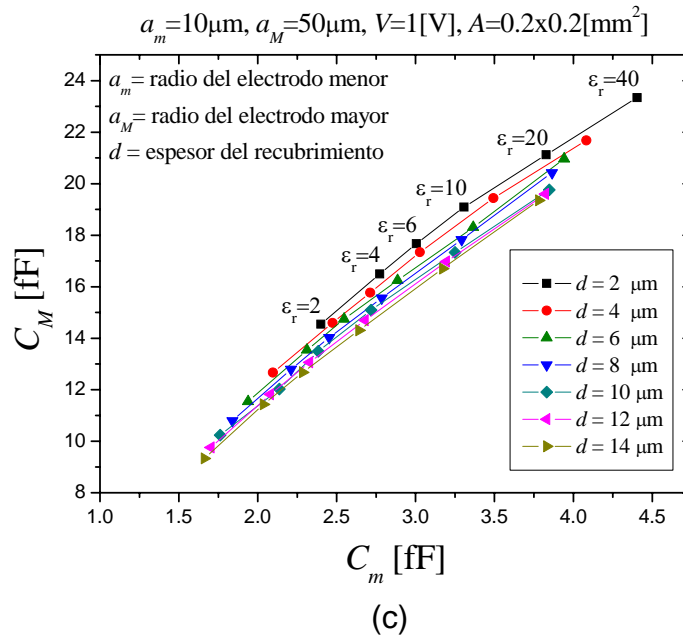


Fig. 6.2.5. Gráficas de capacitancia C_M vs C_m en el rango de espesores d entre $2\mu\text{m}$ y $14\mu\text{m}$ con radios de electrodos esféricos de a) $a_m = 10\mu\text{m}$ y $a_M = 25\mu\text{m}$, b) $a_m = 10\mu\text{m}$ y $a_M = 50\mu\text{m}$, c) $a_m = 10\mu\text{m}$ y $a_M = 100\mu\text{m}$.

Con el fin de aumentar la separación entre curvas de espesor se aumentó la diferencia de los radios disminuyendo el radio a_m a 50nm de esta forma se tiene un factor de diferencia de radios de 2000 veces, como se muestra en la gráfica de la figura 6.2.6.

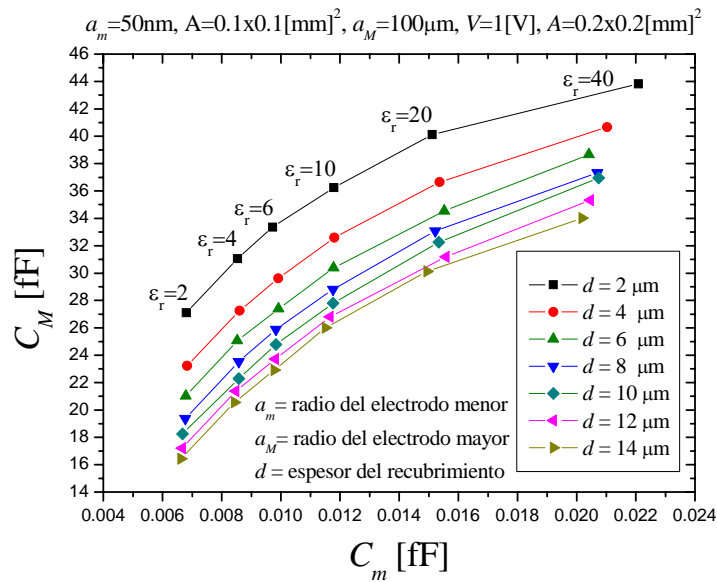


Fig. 6.2.6. Gráfica de capacitancia C_M vs C_m en el rango de espesores d entre $2\mu\text{m}$ y $14\mu\text{m}$ con radios de electrodo esférico de $a_m=50\text{nm}$ y $a_M=1000\mu\text{m}$.

En esta gráfica se puede apreciar una separación mayor entre curvas de espesor en el rango de $2\mu\text{m}$ a $6\mu\text{m}$ y un valor constante de capacitancia C_m con el electrodo de menor radio a_m para el rango de permitividades relativas ϵ_r de 2 a 10 en todo el rango de espesores.

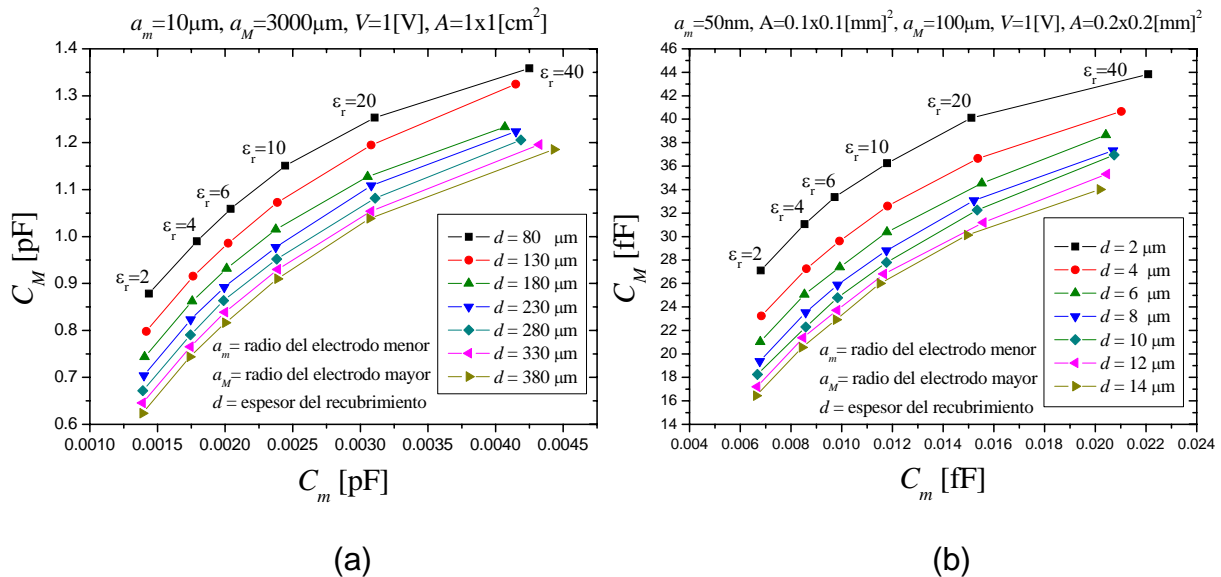


Fig. 6.2.7. Comparación de curvas de espesor de diferente rango con diferente dimensión de electrodos esféricos a) para el rango d de $20\mu\text{m}$ a $380\mu\text{m}$ con $a_m=10\mu\text{m}$ y $a_M=3000\mu\text{m}$ y b) para el rango d de $2\mu\text{m}$ a $14\mu\text{m}$ con $a_m=50\text{nm}$ y $a_M=100\mu\text{m}$.

Las gráficas de las figuras 6.2.3 y 6.2.6 son semejantes pero con diferentes rangos de espesor, radios de electrodos esféricos y valores de capacitancia como se muestra en la figura 6.2.7.

Se puede apreciar en las gráficas de la figura 6.2.7 la semejanza entre la separación de las curvas cuando la diferencia en dimensión de los electrodos esféricos es significativa y además como el valor de la capacitancia C_m del electrodo menor se mantiene constante en el rango de espesores d y en el rango de permitividades relativas ϵ_r de 2 a 20, en cada caso. Esta comparación nos muestra que la independencia de la capacitancia con respecto del espesor del recubrimiento se presenta cuando el radio a_m del electrodo menor es mucho menor que el espesor d del recubrimiento, sin importar la dimensión del sistema capacitivo completo.

6.3 Factor de escalamiento.

La comparación de los resultados de las graficas de la figura 6.2.7 muestra que existe un factor de escalamiento lineal de la capacitancia con las dimensiones del sistema capacitivo y que se refleja en los valores de capacitancia obtenidos con las simulaciones de los electrodos esféricos de diferente radio. Para mostrar esto y únicamente a manera de ejemplo se realizaron simulaciones en 3D del sistema capacitivo en estudio. Se incrementó 10 veces la dimensión del radio del electrodo esférico y del espesor del recubrimiento de $80\mu\text{m}$ y $100\mu\text{m}$, con un área de $1 \times 1 \text{ cm}^2$ para constantes dieléctricas de 2, 4, 6, 10, 20 y 40. Los valores de capacitancia obtenidos con las simulaciones, de los sistemas capacitivos aumentados 10 veces, fueron precisamente por un factor de 10 para los radios de $50\mu\text{m}$ y $500\mu\text{m}$ de electrodo esférico, como se muestra en la tabla 6.3.1.

Tabla 6.3.1. Valores de capacitancia obtenidos de simulaciones con electrodos esféricos con radio a_m de $50\mu\text{m}$ y $500\mu\text{m}$ con $80\mu\text{m}$ y $100\mu\text{m}$ de espesor y aumentados 10 veces cada uno.

Area = $1 \times 1 \text{ cm}^2$								
a_m [μm]	50		50x10		500		500x10	
d [μm]	80	100	80x10	100x10	80	100	80x10	100x10
ϵ_r	C_m [fF]	C_m [fF]	$10C_m$ [fF]	$10C_m$ [fF]	C_m [fF]	C_m [fF]	$10C_m$ [fF]	$10C_m$ [fF]
2	8.363	8.07	83.32	80.6	125.08	119.89	1250.3	1989.2
4	10.01	9.891	101.2	97.93	143.51	138.47	1436.5	1382
6	11.34	11.13	114.89	110.67	155.01	149.69	1551.8	1499.1
10	13.14	12.92	131.39	128.3	171.13	164.45	1709.7	1648.6
20	16	15.92	158.22	158.16	193.1	185.4	1931.8	1867.9
40	20.03	19.9	201.41	198.13	217.98	208.44	2185.8	2115.3

En donde:

ϵ_r es la permitividad relativa del recubrimiento o constante dieléctrica.

a_m es el radio del electrodo esférico.

d es el espesor del recubrimiento.

C_m es la capacitancia obtenida con el electrodo esférico de menor radio a_m .

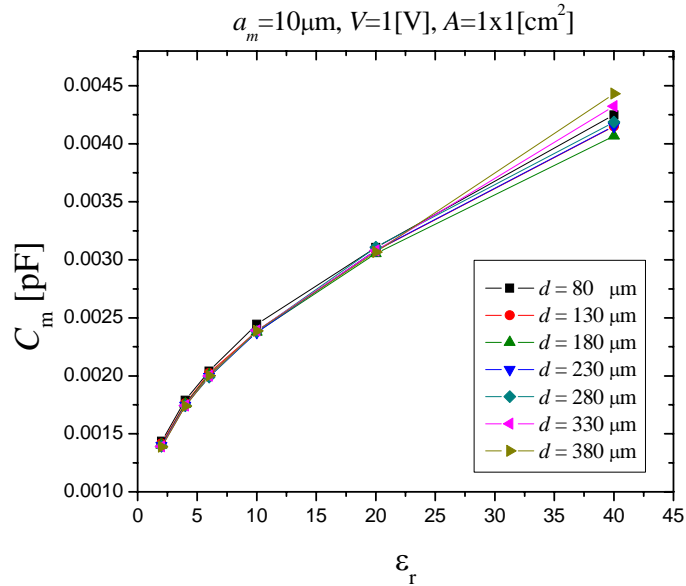
Los resultados de las simulaciones realizadas con MEF mostrados en la tabla 1 muestran que existe un factor de escalamiento lineal del valor de la capacitancia en función de las dimensiones del sistema capacitivo tal como se demostró teóricamente en el capítulo 2. El escalamiento puede ser de gran utilidad para obtener una estimación previa del valor de la capacitancia de un sistema capacitivo con dimensiones muy reducidas a partir de uno de mayores dimensiones.

Las graficas de las figuras 6.2.6 y 6.2.7 muestran el comportamiento del valor de la capacitancia en un espacio $C_1 - C_2$, analizado y aplicado anteriormente. Cuando el espesor del dieléctrico es varias veces el radio del electrodo esférico menor, $d \gg a_m$, la capacitancia se vuelve más sensible a la constante dieléctrica del recubrimiento y menos sensible al espesor del mismo, como se demostró anteriormente en el capítulo 2. En el caso de que el espesor del dieléctrico sea comparable o un poco mayor al radio del electrodo esférico menor, será necesario realizar una segunda medición capacitiva con otro electrodo esférico de mayor dimensión buscando que la diferencia entre los radios de estos dos electrodos sea la mayor posible. Esto, con el fin de obtener mayor resolución en las curvas de espesor y constante dieléctrica de un recubrimiento en un espacio de capacitancias $C_1 - C_2$ formado por curvas de calibración, como se mencionó anteriormente.

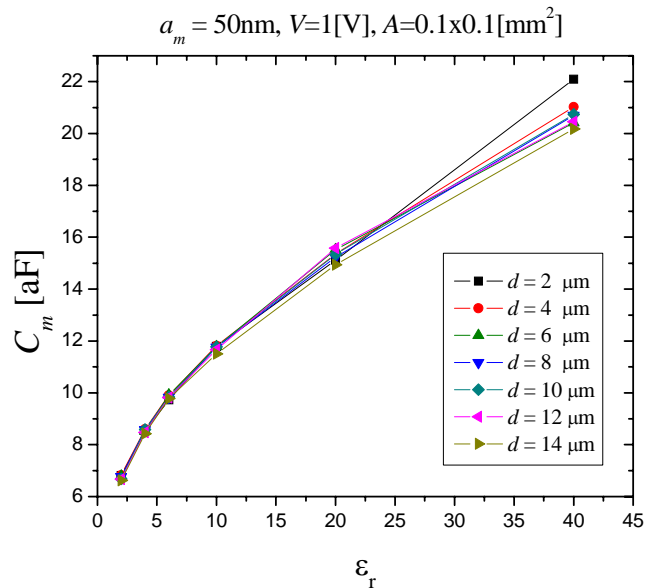
El análisis teórico realizado del sistema capacitivo cuando $d \gg a_m$ mostró que con el electrodo menor se puede determinar la constante dieléctrica del recubrimiento. Ahora resta determinar el rango de dimensiones mínimas que son utilizables en el método propuesto. De esta forma se puede tener un análisis completo del comportamiento de este electrodo con las condiciones mencionadas anteriormente.

6.4 Valor de la capacitancia C_m generado por el electrodo esférico de menor radio a_m cuando $d \gg a_m$.

Con el fin de comprender mejor el comportamiento de la capacitancia generada con el electrodo esférico de menor radio a_m , se obtuvieron las gráficas de C_m vs ϵ_r para los casos de la figura 6.4.1.



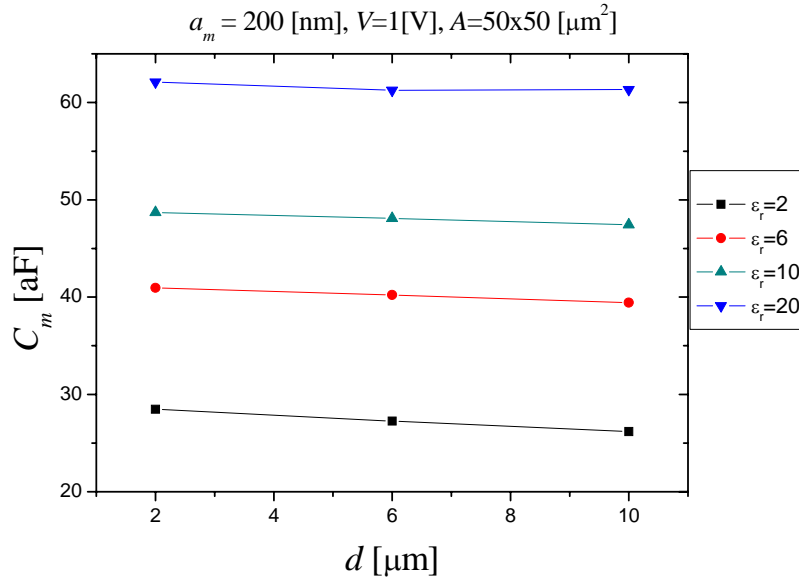
(a)



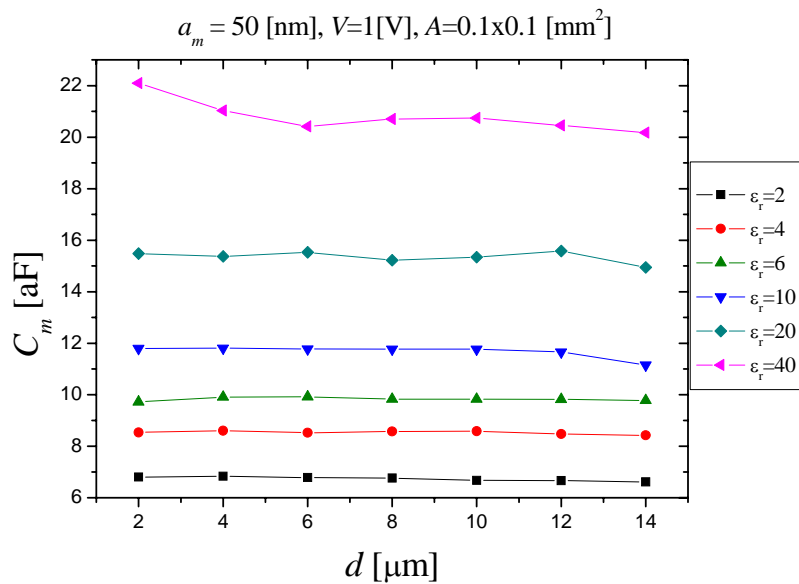
(b)

Fig. 6.4.1. Curvas de C_m vs ϵ_r obtenidas con el electrodo esférico menor para diferentes rangos de espesores d , a) para el rango de $d = 20\mu\text{m}$ a $380\mu\text{m}$ con $a_m=10\mu\text{m}$ y b) para el rango de $d = 2\mu\text{m}$ a $14\mu\text{m}$ con $a_m=50\text{nm}$.

En la figura 6.4.1, se puede observar con más claridad que el valor de la capacitancia C_m tiende a ser el mismo con el rango de espesores utilizados para cada permitividad relativa en el rango de 2 a 20 en la figura 6.4.1(a) y de 2 a 10 en la figura 6.4.1(b), arriba de estos rangos se observan variaciones en el valor de la capacitancia.



(a)



(b)

Fig. 6.4.2. Gráficas de C_m vs d para permitividades relativas ϵ_r de 2 a 40 con radio de electrodo esférico de a) $a_m = 200 \text{ nm}$ y b) $a_m = 50 \text{ nm}$.

Esto significa que el valor de la capacitancia C_m tiende a ser independiente del espesor para un rango de permitividad relativa ϵ_r y que tiende a estar en función de esta principalmente cuando $d \gg a_m$.

Para mostrar la independencia de la capacitancia generada por el electrodo de menor radio a_m con respecto del espesor d del recubrimiento dieléctrico, se realizaron simulaciones de dos electrodos esféricos con dos radios diferentes de $a_m=200\text{nm}$ y $a_m=50\text{nm}$ y se obtuvieron las gráficas de la figura 6.4.2.

Se puede observar en las gráficas de la figura 6.4.2 que los valores de capacitancia tienden a ser constantes en el rango de espesores d para diferentes valores de permitividad relativa ϵ_r . Esta tendencia de la capacitancia a ser independiente del espesor se aprecia mejor en la gráfica de la figura 6.4.2(b) en donde el radio del electrodo esférico a_m es de 50nm. En otras palabras, las gráficas muestran que cuando el espesor d es varias veces el radio del electrodo esférico a_m el valor de la capacitancia tiende a ser menos dependiente del espesor d y principalmente dependiente del valor de la permitividad relativa ϵ_r .

En general con los resultados de simulación obtenidos se entiende mejor la función que juega el electrodo esférico de menor radio y el de mayor radio para fines del método propuesto. En un espacio de capacitancia C_M vs C_m el electrodo de mayor radio nos da una mayor separación entre curvas de permitividad relativa por lo que se obtiene una mayor resolución para la obtención del espesor mientras que con el electrodo de menor radio se puede obtener la permitividad relativa de la muestra dieléctrica, cuando se cumpla la condición de $d \gg a_m$.

6.5 Criterio para determinar el radio máximo del electrodo esférico menor.

El rango de interés para espesores de recubrimientos dieléctricos se encuentra entre $1\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$ y para la constante dieléctrica esta entre 2 y 20. Como se puede observar en la figura 6.4.2 los valores de permitividad relativa o constante dieléctrica se mantienen constantes dentro este rango, arriba de 20 el valor de la capacitancia presenta variaciones. Por otra parte se eligieron los espesores de $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ porque son los que generan los máximos valores de capacitancia dentro del rango de $1\mu\text{m}$ a $10\mu\text{m}$. Estas condiciones nos ayudan a determinar un criterio para calcular la dimensión del electrodo esférico de menor radio a_m . Para calcular las dimensiones del radio del electrodo menor se realizaron simulaciones de capacitancia con diferentes dimensiones del radio del electrodo esférico a_m , espesores de recubrimiento de $d = 1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ y permitividad relativa $\epsilon_r = 15$ con el fin de graficar la respuesta en capacitancia para cada espesor y variando el radio del electrodo esférico, como se muestra en la figura 6.5.1.

Se puede observar que el valor de la capacitancia no presenta variaciones significativas con los espesores de $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ en el rango de 50nm a 250nm de radio de electrodo esférico. Arriba de este rango se presentan variaciones en la capacitancia las cuales se incrementan conforme aumenta el radio del electrodo.

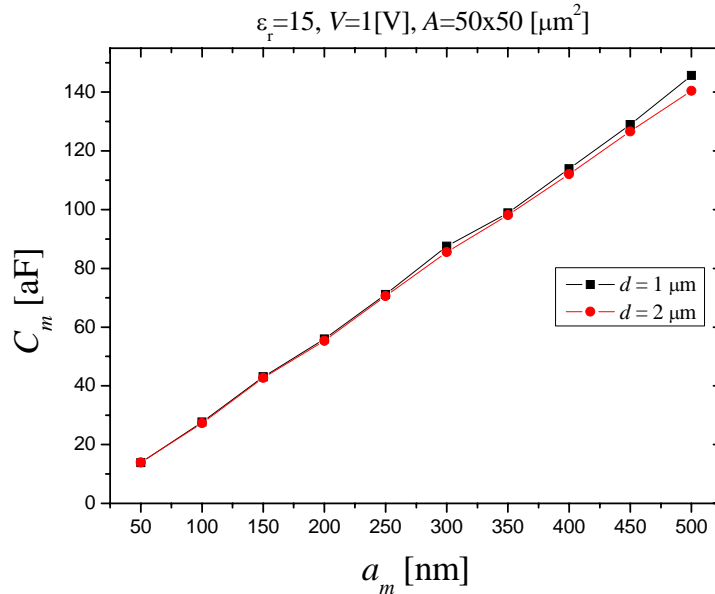


Fig. 6.5.1. Valores de la capacitancia con diferentes radios de electrodo esférico para recubrimientos con una $\epsilon_r = 15$ y espesores d de $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$.

Se aplica la ecuación (6.5.1) con los datos de capacitancia de la figura 6.5.1 para $d = 1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ de espesor de recubrimiento para obtener una grafica de la variación del porcentaje de ΔC_m con diferentes radios del electrodo esférico.

$$\% \Delta C_m = \left(\frac{C_{1\mu\text{m}} - C_{2\mu\text{m}}}{C_{1\mu\text{m}}} \right) \times 100 \quad (6.5.1)$$

Se realizó un ajuste lineal y polinomial de orden 2 de los datos normalizados obtenidos con la ecuación (6.5.1) de capacitancia para obtener información de la variación de exactitud que se tendría con determinado radio de electrodo esférico, como se muestra en la figura 6.5.2.

Se puede ver que para un 1% de exactitud se necesitaría un radio de $a = 200\text{nm}$ para las condiciones de d y ϵ_r dadas. Se puede decir que el radio máximo del electrodo esférico menor puede ser de 200nm sin tener una variación significativa de la capacitancia para los espesores de $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ del material dieléctrico.

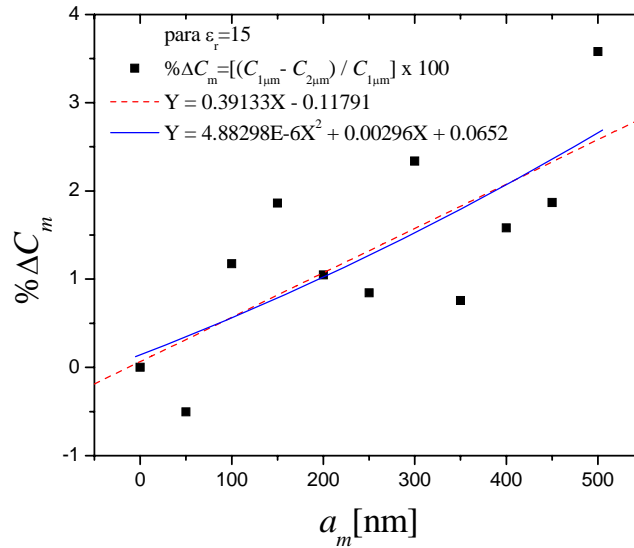


Fig. 6.5.2. Ajustes lineal y polinomial de 2º orden a un conjunto de valores del $\% \Delta C_m$ con diferentes radios del electrodo esférico menor para recubrimientos con una $\epsilon_r = 15$ y con espesores de $1\mu m$ y $2\mu m$.

Se realizó el mismo estudio con las mismas condiciones de radios de electrodos esféricos y espesores pero con una permitividad relativa de $\epsilon_r = 2$. Los resultados se muestran en las figuras 6.5.3 y 6.5.4.

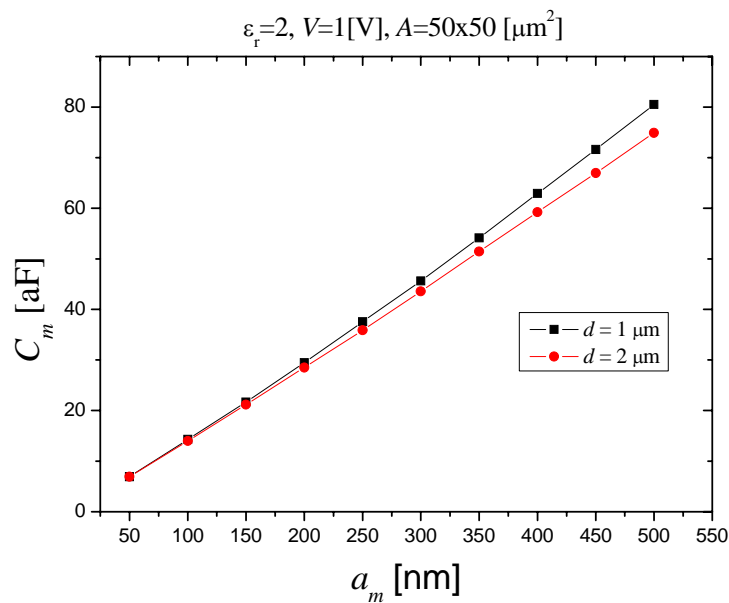


Fig. 6.5.3. Valores de la capacitancia con diferentes radios de electrodo esférico para recubrimientos con una $\epsilon_r = 2$ y espesores de $1\mu m$ y $2\mu m$.

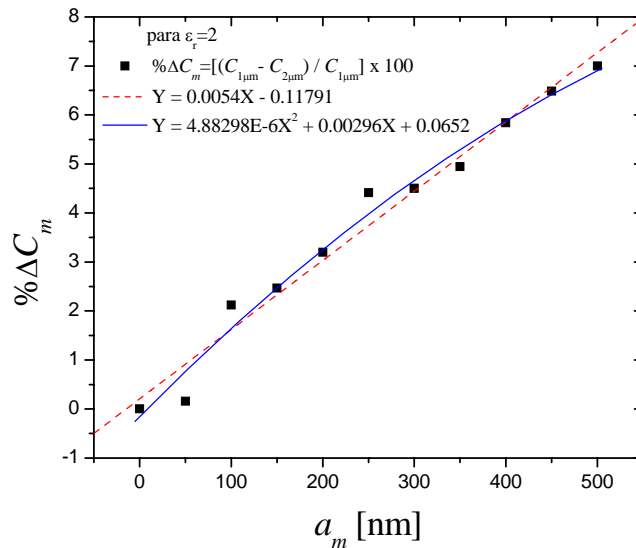


Fig. 6.5.4. Ajustes lineal y polinomial de 2º orden a un conjunto de valores del $\% \Delta C_m$ con diferentes radios del electrodo esférico menor para recubrimientos con una $\epsilon_r = 2$ y con espesores de $1\mu m$ y $2\mu m$.

En la gráfica de la figura 6.5.4 se puede ver que para una exactitud del 1% el radio del electrodo esférico debe ser menor a $100nm$ y para un radio de $200nm$ se tendrá una exactitud aproximada del 3%. Estos valores nos ayudan a tener un criterio de selección del radio del electrodo esférico menor a_m así como la exactitud esperada con estos recubrimientos y permitividades relativas.

Con simulaciones en 3D con el MEF se obtuvieron valores de capacitancia variando el espesor d desde $1\mu m$ a $10\mu m$ para radios de electrodos de $200nm$ y $250nm$ con el fin de determinar la resolución mínima en capacitancia que se necesitaría para cada electrodo. La variación del valor de la capacitancia para cada electrodo en este rango de espesores se muestra en la gráfica de la figura 6.5.5.

Los resultados de esta gráfica nos dicen que para un electrodo de $200nm$ de radio se necesitaría un equipo de medición de capacitancia con una resolución mínima de aproximadamente de $0.5 aF$ para poder registrar el cambio de capacitancia de un espesor entre $9\mu m$ y $10\mu m$ del material dieléctrico. Y para un espesor entre $1\mu m$ y $2\mu m$ con una $\epsilon_r = 2$, se necesitaría una resolución aproximada de $1 aF$. En la figura 6.5.5, también se puede observar el aumento de capacitancia con el electrodo de mayor radio, este efecto resalta más en el rango de espesores de $d = 1\mu m$ y $d = 2\mu m$ para el electrodo de $250nm$.

Para el caso del electrodo de $250nm$ de radio se necesitaría un equipo de medición con una resolución mínima de aproximadamente de $0.5 aF$ para poder registrar el

cambio de capacitancia de un espesor del recubrimiento entre $9\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$. Y para un espesor entre $1\mu\text{m}$ y $2\mu\text{m}$ se necesitaría una resolución aproximada de 2 aF.

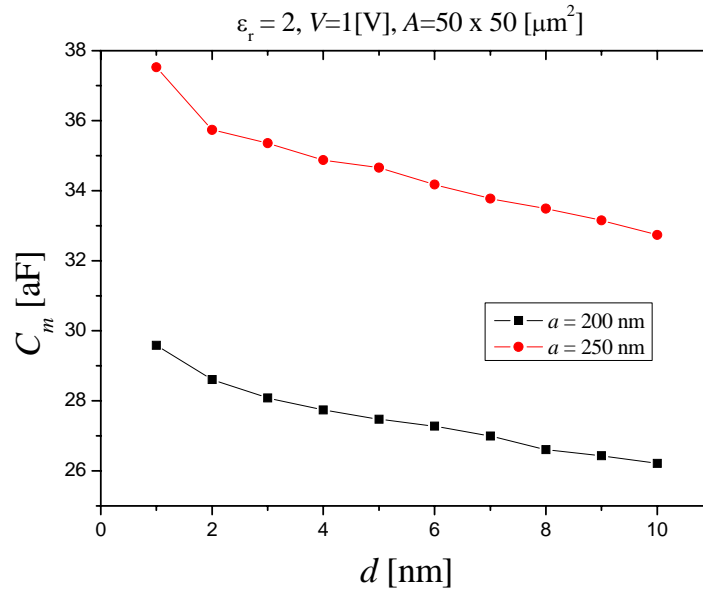


Fig. 6.5.5. Valores de capacitancia de un sistema capacitivo con electrodo esférico de radio $a_m = 200\text{nm}$ y 250nm variando el espesor del recubrimiento d desde $1\mu\text{m}$ hasta $10\mu\text{m}$ con una $\epsilon_r = 2$.

Para determinar el porcentaje de la variación de la capacitancia ΔC_{vm} del espesor menor con la del espesor mayor se normalizaron y graficaron las capacitancias obtenidas en la gráfica anterior para cada radio utilizando la siguiente expresión:

$$\% \Delta C_{vm} = \left(\frac{C_{mn+1} - C_{mn-1}}{C_{mn+1}} \right) \times 100 \quad (6.5.2)$$

En donde:

C_{mn+1} es el valor anterior de cada dato de capacitancia para cada radio de electrodo de la figura 6.5.5.

C_{mn-1} es el valor posterior de cada dato de capacitancia para cada radio de electrodo de la figura 6.5.5.

En la figura 6.5.6 se puede observar que existe aproximadamente un 2.5% de porcentaje variación de capacitancia $\% \Delta C_{vm}$ del espesor mayor con respecto del espesor menor para el electrodo de 200nm de radio y 3.5% para el electrodo de 250nm de radio. Estos resultados muestran que un electrodo con radio $a_m=200\text{nm}$ sería apropiado para la caracterización de recubrimientos dieléctricos con espesores en el rango de $1\mu\text{m}$ a $10\mu\text{m}$ y ϵ_r de 2 a 20 cuando el electrodo esférico esta en contacto con la superficie de la muestra dieléctrica.

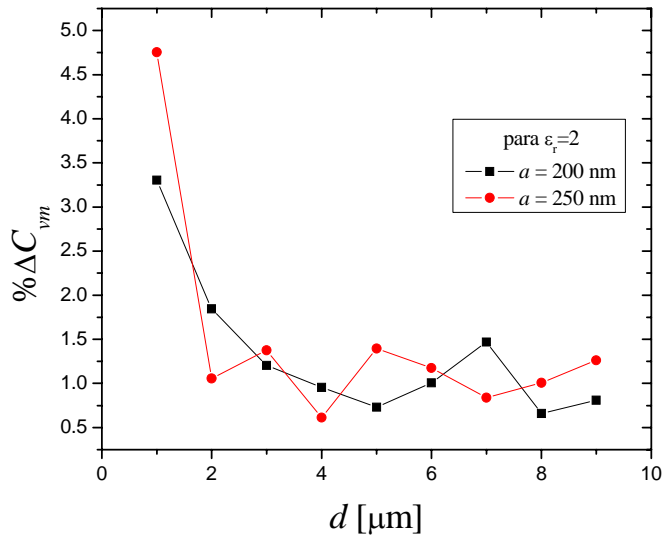


Fig. 6.5.6. Porcentaje de variación de capacitancia para diferentes espesores material dieléctrico en el rango de 1μm a 10μm con radios de 200nm y 250nm de electrodos esféricos.

Con el fin de mostrar que el valor de la permitividad relativa del dieléctrico se mantiene constante con un electrodo esférico de 200nm de radio con tres diferentes espesores de recubrimiento dieléctrico en un rango de 2μm a 10μm, se graficaron las curvas de C_m versus ϵ_r , como se muestra en la figura 6.5.7.

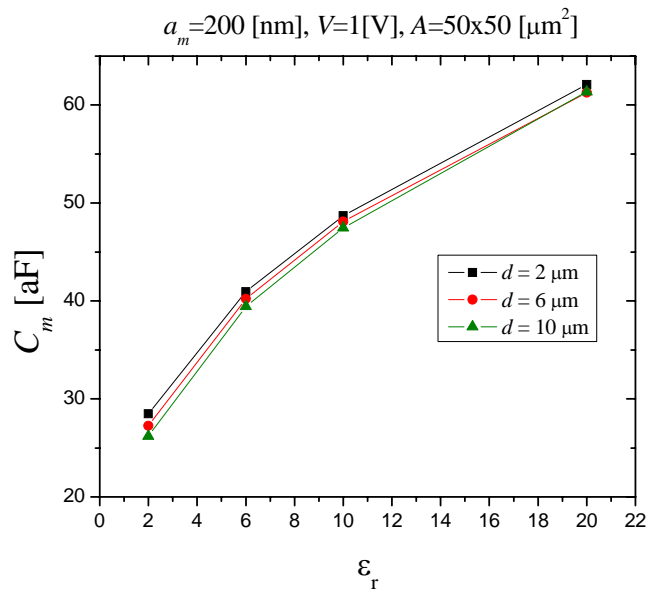


Fig. 6.5.7. Curvas de espesor d con un electrodo esférico de 200nm de radio a diferentes espesores y constantes dieléctricas.

6. MÉTODO PROPUESTO PARA DETERMINAR ESPESOR Y CONSTANTE DIELÉCTRICA DE RECUBRIMIENTOS

En las gráficas se puede apreciar que el valor de la permitividad relativa se mantiene constante para el rango de espesores del recubrimiento dieléctrico utilizado en estas curvas. Esta es otra forma de probar que el valor de la capacitancia es principalmente sensible a la permitividad relativa del dieléctrico y menos sensible al espesor del mismo cuando $d \gg a_m$.

En el caso que se requiriera mayor exactitud se tendría que reducir el radio del electrodo esférico pero el valor capacitancia también se reduciría y sería necesario utilizar un instrumento de medición con mayor resolución como se mencionó anteriormente.

Para completar el análisis del método propuesto se debe determinar la dimensión máxima del electrodo esférico mayor. Como ya se mencionó anteriormente, este es importante para aumentar la separación de las curvas de capacitancia y obtener mayor resolución en la determinación del espesor en un espacio de capacitancia (C_M, C_m).

6.6 Cálculo de la dimensión máxima del electrodo esférico mayor.

El objetivo de calcular la dimensión máxima del electrodo mayor es tratar de obtener una separación máxima entre las curvas de espesor de recubrimientos formadas por diferentes constantes dieléctricas con el fin de obtener una buena resolución entre estas y por consecuencia obtener valores más exactos del espesor interpolando curvas de calibración.

Se realizaron simulaciones con el Método de Elemento Finito (MEF) del sistema capacitivo con radios de $10\mu\text{m}$ de electrodo esférico menor y con espesores en el rango de $1\mu\text{m}$ a $10\mu\text{m}$. Para encontrar una referencia de la dimensión del radio de electrodo esférico mayor necesario, se tomó en cuenta que su radio de curvatura fuera muy grande de manera que esta tendiera a un electrodo plano con el fin de obtener mayor sensibilidad en el valor de la capacitancia y que las curvas de espesor tendieran a una respuesta lineal. Debido a que las curvas obtenidas con un electrodo plano versus un electrodo esférico tienden a ser exponenciales, esta sería la respuesta con máxima sensibilidad del valor de la capacitancia como se muestra en la gráfica de la figura 6.6.1.

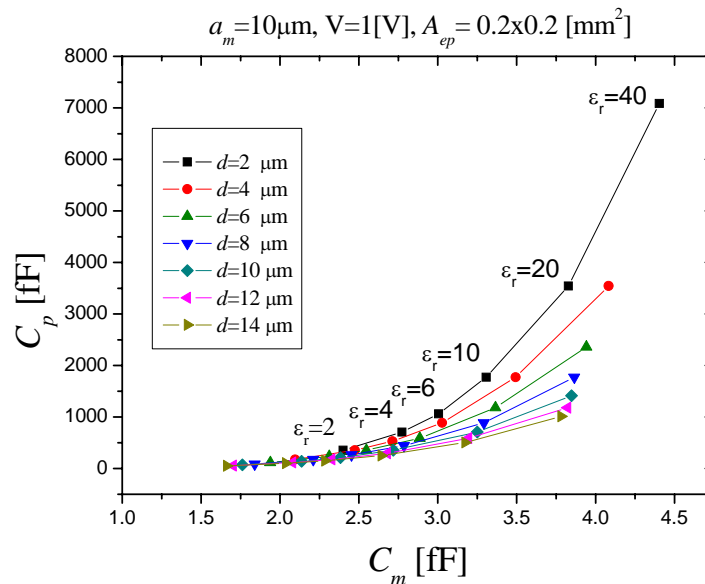


Fig. 6.6.1. Curvas de espesor obtenidas de la capacitancia C_p con electrodos de placas paralelas planas con área A_{ep} versus capacitancia C_m con electrodo esférico con radio menor a_m para diferentes permitividades relativas ϵ_r . Se puede observar que las curvas tienen una respuesta exponencial.

Comparando estas curvas con las obtenidas en la figura 6.2.6 se puede observar que existe un valor del radio a_M de la curvatura del electrodo esférico mayor en el cual estas curvas de espesor tenderán a ser lineales y a tener mayor separación entre estas. Estos son los dos criterios que se tomaron en cuenta para encontrar las dimensiones del radio de electrodo esférico mayor.

Se realizaron simulaciones del sistema capacitivo en 3D con el MEF para diferentes radios a_M de electrodo esférico mayor. En la figura 6.6.2 solamente se simuló el hemisferio inferior de un electrodo esférico debido a que la mayor parte del potencial eléctrico de la muestra dieléctrica se concentra en donde hace contacto con la superficie del electrodo esférico [2]. También se pueden observar los campos equipotenciales y las líneas de campo eléctrico que emanan del hemisferio inferior del electrodo esférico cuando existe una diferencia de potencial de 1 voltio entre el electrodo y el substrato conductor.

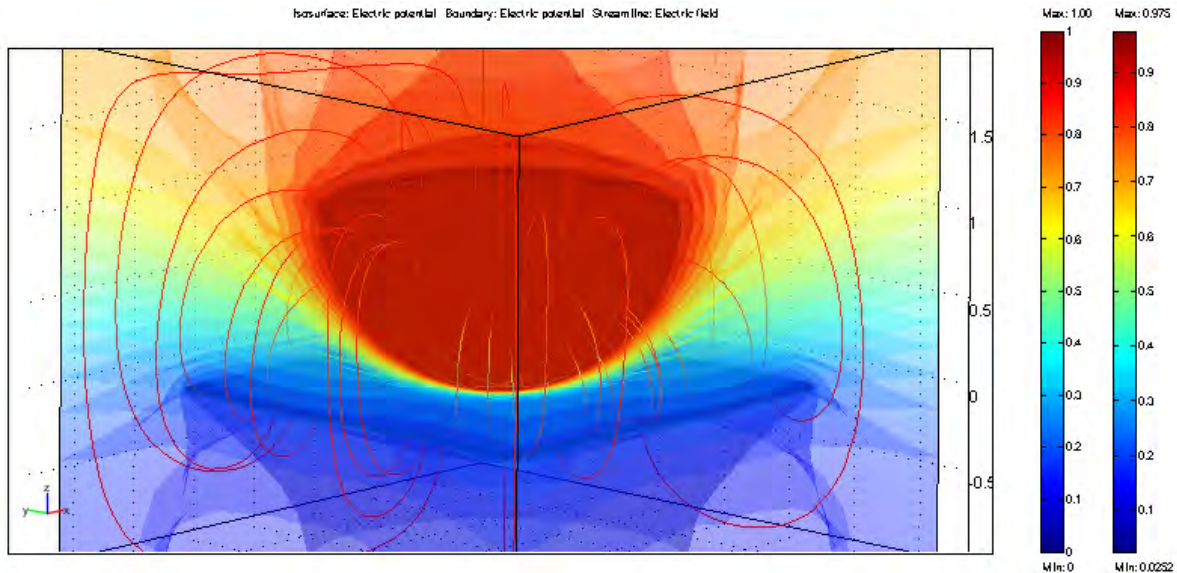


Fig. 6.6.2. Simulación en 3D del hemisferio inferior de un electrodo esférico con radio de $100\mu\text{m}$ sobre una superficie de la muestra dieléctrica de $0.25\text{mm} \times 0.25\text{mm}$ y espesor de $2\mu\text{m}$. Aquí se muestran los campos equipotenciales y las líneas de campo eléctrico que emanan del electrodo semiesférico.

Sin embargo el software FEMLAB necesita una cantidad grande de recursos de memoria cuando la diferencia entre las dimensiones del electrodo esférico y del espesor del recubrimiento es muy grande, solamente se pudo resolver el sistema capacitivo hasta con un radio a_M de electrodo esférico mayor de $100\mu\text{m}$ obteniendo una carga superficial $Q = 2.686928 \times 10^{-14}$ [C] y para el mismo radio de curvatura pero con una altura $h = 30\mu\text{m}$ sobre su eje z se calculó una $Q = 2.710714 \times 10^{-14}$ [C], como se muestra en la figura 6.6.2. Los resultados indican que la carga eléctrica superficial Q que afecta a la capacitancia total del sistema son muy aproximados en ambos casos y la mayor parte del potencial eléctrico se encuentra en la superficie de la muestra dieléctrica en donde se encuentra en contacto con el electrodo esférico, como se muestra en la figura 6.6.3.

El problema para radios de electrodos esféricos mayores a $100\mu\text{m}$ se analizó realizando un planteamiento del problema con una solución analítica en comparación con las simulaciones con el MEF.

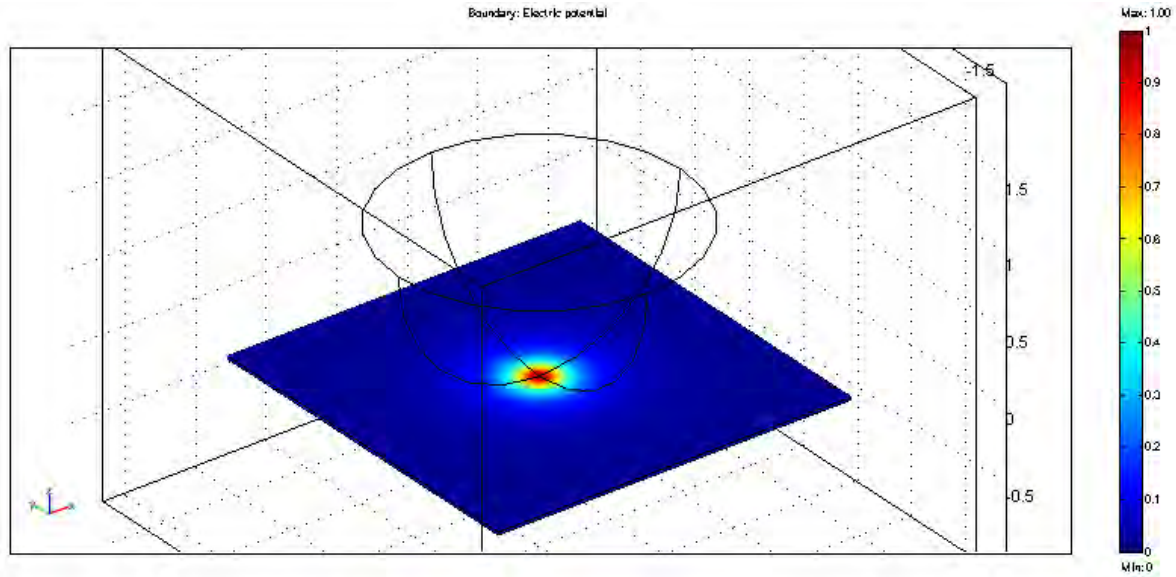


Fig. 6.6.3. Simulación en 3D que muestra la distribución del potencial eléctrico sobre la superficie de la muestra dieléctrica generado por el electrodo esférico con potencial de 1 voltio.

El problema se resolvió aplicando Local Height Capacitance [6], en el cual se toman diferenciales de área muy pequeñas variando su altura h desde la superficie superior de la muestra dieléctrica alrededor de todo el hemisferio inferior del electrodo esférico como se muestra en la figura 6.6.4.

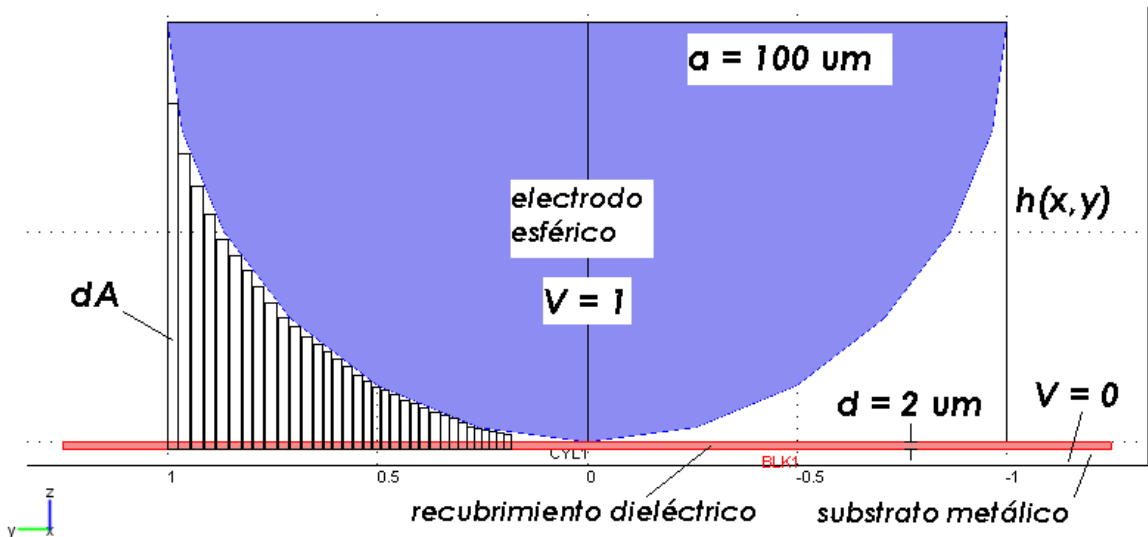


Fig. 6.6.4. Esquema del sistema capacitivo en donde se muestran las diferenciales de área en función de la altura h por debajo de la superficie del hemisferio inferior del electrodo esférico que al sumarlas nos da una aproximación de la capacitancia total entre esta superficie y la del substrato conductor.

Se realiza una sumatoria de todas las diferenciales de área en función de h por debajo y alrededor de la superficie del hemisferio inferior del electrodo que se encuentran en serie con las del espesor del recubrimiento dieléctrico, esto se aproxima a pequeños capacitores con electrodos planos en serie, el del electrodo esférico con permitividad relativa ϵ_0 más la del material con permitividad relativa ϵ_1 sobre el substrato conductor que se mantiene constante, como se muestra en la figura 6.6.5.

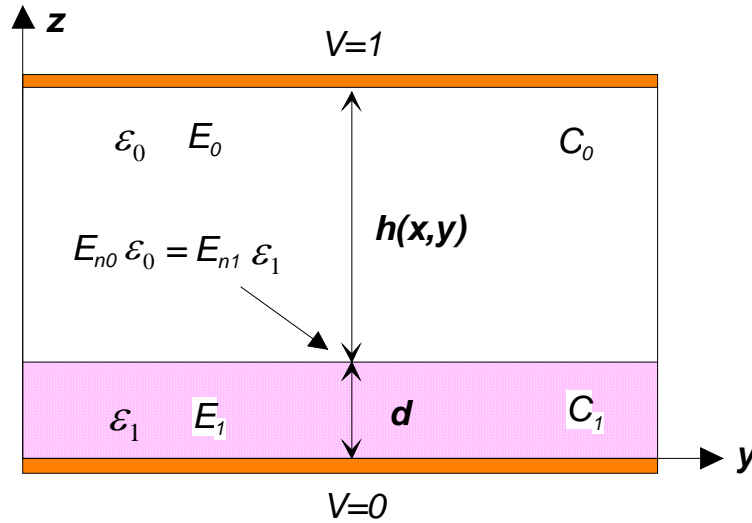


Fig. 6.6.5. Magnificación de una diferencial de área que representa dos capacitores de electrodos planos en serie.

La sumatoria de todas las capacitancias en serie será la contribución total de las capacitancias C_0 y C_1 del sistema capacitivo con el hemisferio inferior del electrodo esférico.

Para resolver analíticamente este problema se tiene que en donde se unen las fronteras de ϵ_0 y ϵ_1 , ver figura 6.6.5,

$$E_{n0} \epsilon_0 = E_{n1} \epsilon_1, \quad (6.6.1)$$

$$E_{n0} = E_{n1} \epsilon_1 / \epsilon_0, \quad (6.6.2)$$

$$\rho = E_{n1} \epsilon_1, \quad (6.6.3)$$

$$Q = \rho A = E_{n1} \epsilon_1 A, \quad (6.6.4)$$

$$V = E_{n1} d + E_{n0} h, \quad (6.6.5)$$

$$V = E_{n1} \left(d + \frac{\epsilon_1}{\epsilon_0} h \right), \quad (6.6.6)$$

$$C = Q / V, \quad (6.6.7)$$

$$C = \frac{\varepsilon_1 E_{n1} A}{E_{n1} \left(d + \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_0} h \right)}, \quad (6.6.8)$$

$$C = \frac{1}{\frac{d}{\varepsilon_1 A} + \frac{h}{\varepsilon_0 A}}. \quad (6.6.9)$$

La ecuación (6.6.9) representa la capacitancia de dos electrodos de placas paralelas en serie,

de (6.6.6)

$$E_{n1} = \frac{V}{d + \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_0} h(x, y)}, \quad (6.6.10)$$

de (6.6.3)

$$\rho(x, y) = \frac{V \varepsilon_1}{d + \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_0} h(x, y)}, \quad (6.6.11)$$

$$Q = \iint \rho(x, y) dx dy, \quad (6.6.12)$$

de (6.6.9)

$$C = \iint \frac{1}{\frac{d}{\varepsilon_1} + \frac{h(x, y)}{\varepsilon_0}} dx dy. \quad (6.6.13)$$

La integral de superficie dará el valor total de la capacitancia en el intervalo de $(-a, a)$ que corresponde al diámetro del electrodo esférico.

La ecuación para el electrodo esférico corresponde a la ecuación de una esfera de radio a sobre el plano xy ,

$$x^2 + y^2 + (z - a)^2 = a^2, \quad (6.6.14)$$

esta ecuación se escribe en función del eje z el cual será la altura h ,

$$h(x, y) = z = \pm \sqrt{a^2 - x^2 - y^2} + a, \quad (6.6.15)$$

la ecuación (6.6.13) se escribe en función de $h(x,y)$, con la cual se calculará la capacitancia total,

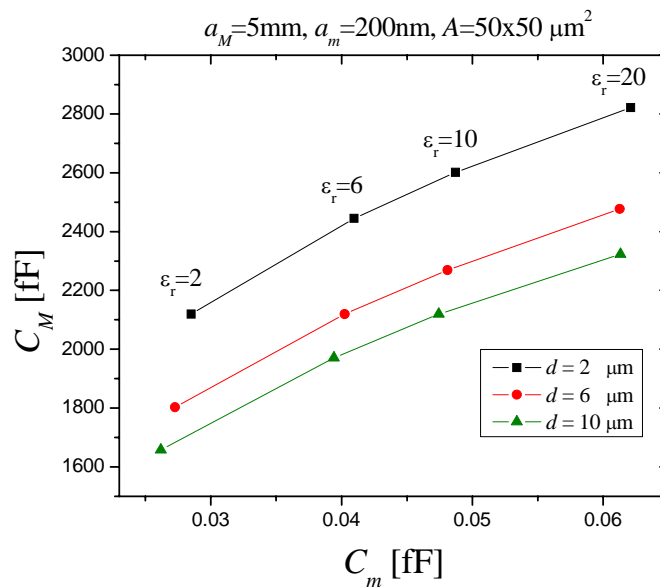
$$C = 4 \int_0^a \int_0^a \frac{1}{\frac{d}{\epsilon_0 \epsilon_1} + \frac{\sqrt{a^2 - x^2 - y^2} + a}{\epsilon_0}} dx dy . \quad (6.6.16)$$

Evaluando esta integral de superficie se obtiene la capacitancia para radios de electrodo esférico mayores que $100\mu\text{m}$.

Se realizaron gráficas con valores de capacitancia calculados con el MEF del sistema capacitivo con un electrodo esférico de radio a_m de 200nm versus otro electrodo con radio a_M varias veces mayor y a diferentes dimensiones calculado con la ecuación (6.6.16), como se muestra en las graficas de la figura 6.6.6.

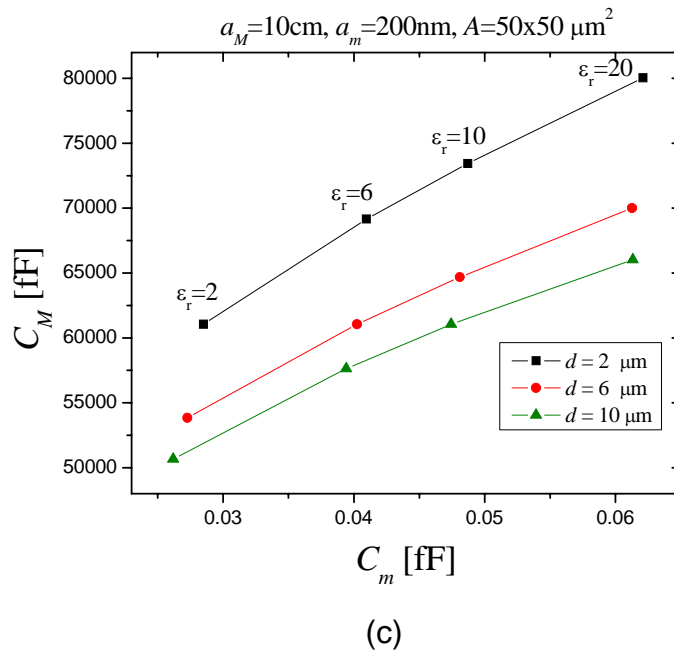
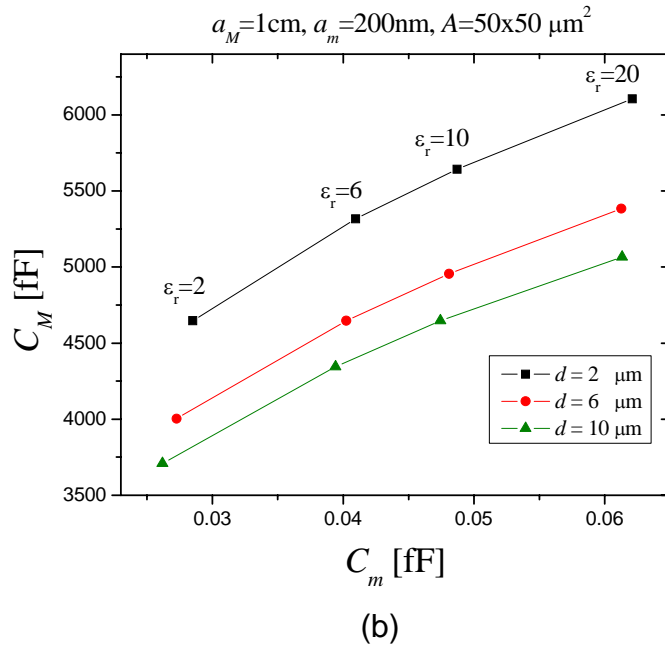
En las gráficas se puede observar que entre mayor es la curvatura del radio a_M del electrodo esférico las curvas de espesor tienden a ser lineales. También se ve que las curvas de espesor mantienen una separación constante entre ellas. Esta separación se denominará factor de cambio de capacitancia (fcc) entre cada curva. Cada una se encuentra entre 0.2 pF y 20 pF para los espesores de 6 y $10\mu\text{m}$ con $\epsilon_r = 2$, que es el punto con menor separación entre curvas de espesor para los 4 casos con diferente radio a_M de electrodo esférico mayor.

Entre mayor es la separación entre curvas de espesor mayor será la resolución que se podrá alcanzar al realizar interpolaciones entre estas. Esto es precisamente lo que el factor de cambio de capacitancia (fcc) significa cuando su valor aumenta.



(a)

6. MÉTODO PROPUESTO PARA DETERMINAR ESPESOR Y CONSTANTE DIELÉCTRICA DE RECUBRIMIENTOS



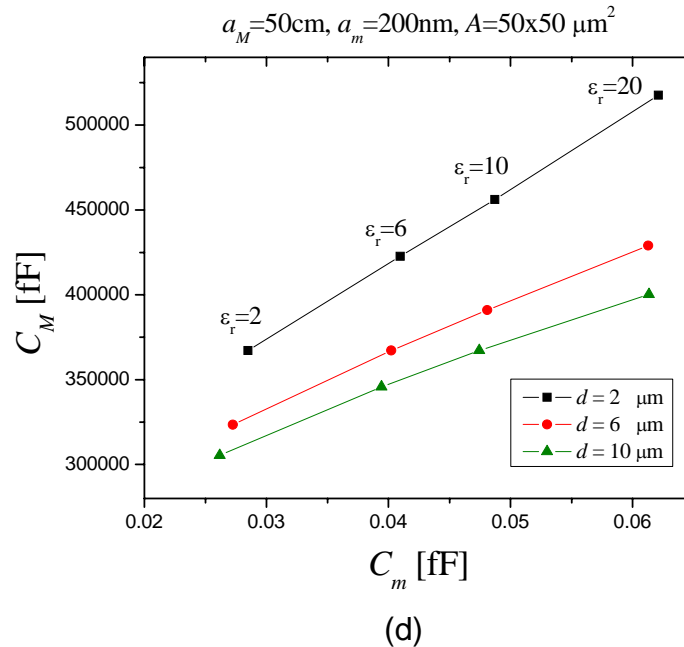


Fig. 6.6.6. Curvas de espesor con diferentes permitividades relativas obtenidas de la capacitancia C_m con electrodo esférico de 200nm de radio versus capacitancia C_M con electrodos esféricos de radios a) 5mm, b) 1cm, c) 10cm y d) 50cm. El menor factor de cambio de capacitancia (fcc) entre el espesor de $6\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$ para $\epsilon_r = 2$ es: a) 0.2 pF, b) 0.3 pF, c) 3 pF y d) 20 pF.

Una forma de aumentar este factor (fcc) es aumentando las dimensiones del electrodo esférico mayor pero como se puede observar en la figura 6.6.6(d). También se ve que un electrodo esférico con radio de 50cm tiende a linealizar las curvas de espesor como se esperaba sin embargo, un electrodo esférico con este radio no es práctico.

Como ejemplo, se calculó el área efectiva A_{ef} del electrodo esférico mayor con radio de 50cm, figura 6.6.6(d), con el fin de simular un capacitor de placas paralelas y obtener los valores de capacitancia C_{pp} en función del área A_{ef} para los rangos de espesor y permitividad relativa de la figura 6.6.6. Con la expresión de la capacitancia de placas paralelas se tiene que,

$$A_{ef} = \frac{C_M d}{\epsilon_0 \epsilon_r} \quad (6.6.17)$$

En donde:

A_{ef} es el área efectiva del electrodo esférico mayor.

C_M es la capacitancia con el valor de permitividad relativa mayor obtenida con el electrodo esférico mayor de 50cm de radio.

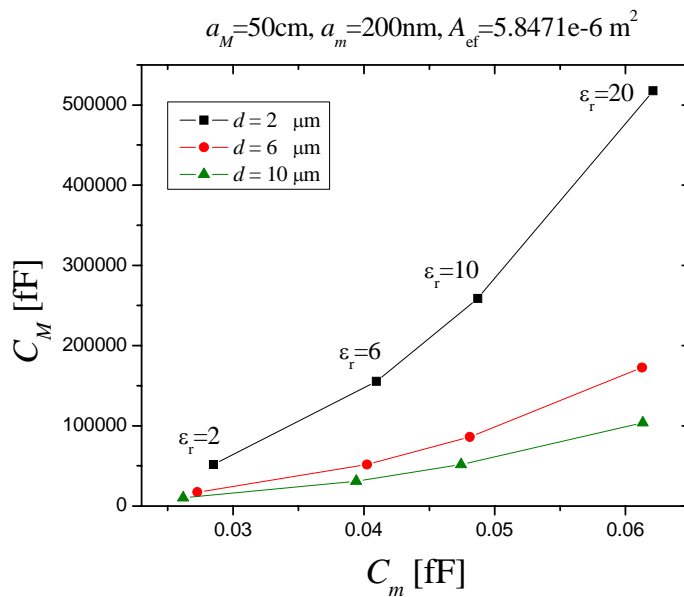
d es el espesor del recubrimiento dieléctrico.

ϵ_r es la permitividad relativa del recubrimiento.

ϵ_0 es la permitividad relativa del vacío.

Con el valor de capacitancia $C_M = 517.71$ pF correspondiente a $\epsilon_r=20$ y $d=2\mu\text{m}$, se calculó una $A_{ef} = 2.4\text{mm}^2$ y con este valor se calcularon las capacitancias C_{pp} simulando capacitores de placas paralelas con los mismos valores de permitividades relativas y espesores de recubrimiento que en las gráficas de la figura 6.6.6. El mismo procedimiento se realizó con $A_{ef} = 1\text{cm}^2$. Se graficaron los valores de C_{pp} versus la capacitancia C_m obtenida con el electrodo esférico de radio menor $a_m=200\text{nm}$ resultando las gráficas de la figura 6.6.7.

Como se puede observar en las gráficas las curvas de espesor tienden a ser exponenciales, como se mostró anteriormente en la figura 6.6.1, por consecuencia el factor de cambio de capacitancia (fcc) entre cada curva aumenta considerablemente. En este caso es de 120 pF para los espesores de $6\mu\text{m}$ y $10\mu\text{m}$ con $\epsilon_r = 2$ que es el punto con menor separación entre curvas de espesor para los 2 casos y aumenta exponencialmente para permitividades mayores. Se puede decir que al utilizar electrodos planos perdemos linealidad pero ganamos en resolución aumentando la separación entre curvas de espesor lo cual nos ayuda a reducir los errores en nuestros valores de capacitancia y permitividad relativa al interporlar entre curvas de calibración. Con esta información se puede determinar el espesor y la permitividad relativa conjuntamente de recubrimientos dieléctricos por medio de dos mediciones capacitivas con dos electrodos de diferente geometría, plano y esférico.



(a)

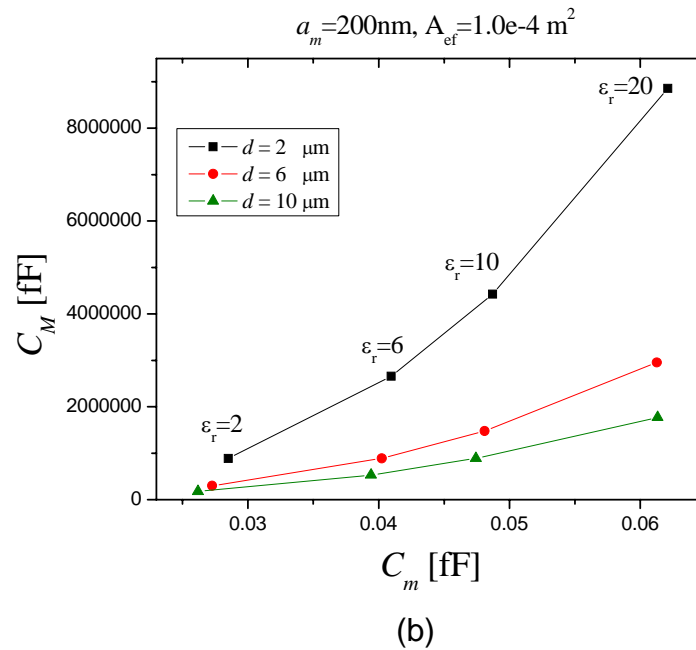


Fig. 6.6.7. Curvas de espesor con diferentes permitividades relativas obtenidas de la capacitancia con electrodo esférico de 200 nm de radio y de la capacitancia C_{pp} con electrodo plano para cada área efectiva de: a) $5.8471 \times 10^{-6} \text{ m}^2$ ($2.4 \times 2.4 \text{ mm}^2$) y b) $1 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ (1 cm^2).

La gráfica de la figura 6.6.7(b) muestra las curvas de espesor obtenidas por la capacitancia C_{pp} de un capacitor de placas paralelas con un área efectiva de 1 cm^2 y la capacitancia C_m obtenida con un electrodo esférico de 200nm de radio. Esta área efectiva podría ser utilizada en la práctica para muestras de $2 \text{ cm} \times 3 \text{ cm}$ de superficie de recubrimientos dieléctricos con un espesor de $1 \mu\text{m}$ a $10 \mu\text{m}$ y con permitividades relativas desde 2 a 20.

Se pueden realizar ajustes a las curvas de espesor para obtener curvas de calibración. En este caso se realizó un ajuste a la curva de espesor de $2 \mu\text{m}$ de la gráfica de la figura 6.6.7(b) como se muestra en la figura 6.6.8. El ajuste de la curva de espesor se realizó con un polinomio de orden 3. Se observa que la curva pasa por los cuatro puntos de capacitancia a diferente permitividad relativa, como se muestra en la figura 6.6.8.

Con estos resultados se puede comprender mejor porque es necesario tener una diferencia grande entre dos valores de capacitancia obtenidos con dos electrodos de diferentes dimensiones y diferente geometría

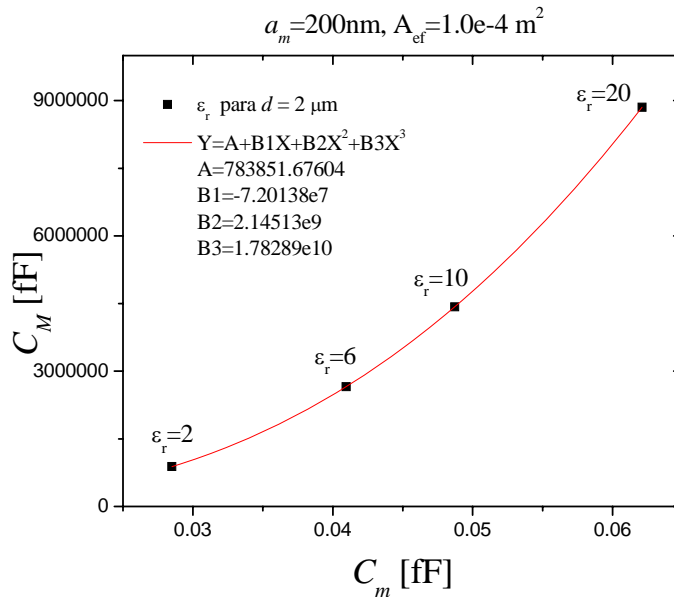


Fig. 6.6.8. Ajuste de la curva de espesor de $2\mu\text{m}$ con un polinomio de orden 3.

Se concluye que el tamaño del electrodo esférico mayor no es práctico para ser utilizado con el método propuesto pero el valor de capacitancia obtenida con su área efectiva se puede obtener con un electrodo plano de menor superficie sin embargo, se reduce linealidad en las curvas obtenidas. Esto quiere decir que existe un compromiso entre obtener mayor sensibilidad y linealidad en las curvas de espesor con electrodos esféricos. En este caso se mostró que es posible obtener mayor sensibilidad con electrodos planos y que se puede realizar un ajuste de estas curvas de espesor como se mostró en la figura 6.6.8.

Los resultados teóricos mostrados en este estudio de simulaciones en 3D aplicando el MEF, confirmaron que se puede obtener el espesor y la constante dieléctrica de recubrimientos dieléctricos en un espacio de capacitancia (C_M , C_m) por medio de dos mediciones capacitivas utilizando dos electrodos esféricos con una diferencia de dimensiones muy grande entre estos. También se puede estimar una aproximación del grado de error que se puede obtener con las dimensiones del electrodo propuesto. Un electrodo esférico muy grande no es práctico pero la capacitancia generada por su área efectiva podría sustituirse con la capacitancia generada por un electrodo plano en función del área efectiva de este electrodo esférico, obteniendo una superficie mucho menor con un electrodo plano. Es conveniente aplicar este método cuando el espesor del dieléctrico es comparable en dimensión al diámetro del electrodo esférico menor. Sin embargo, cuando la dimensión del espesor es varias veces mayor que la del radio del electrodo menor se observó que el valor de la capacitancia era más sensible a la constante

dieléctrica y menos sensible al espesor del dieléctrico, como se demostró anteriormente en el capítulo 2.

Finalmente, se determinó la función que desempeña cada electrodo en el método propuesto. Con el electrodo menor se puede obtener la constante dieléctrica de un recubrimiento mientras que con el electrodo mayor se determina el espesor del mismo. Para aplicar este método será necesario contar con curvas de calibración e interpolar los datos de capacitancia obtenidos con los electrodos utilizados.

Referencias del capítulo 6.

1. "Determinación simultánea de espesor y constante dieléctrica de recubrimientos utilizando sensores capacitivos", Asur Guadarrama Santana, Tutor: Augusto García Valenzuela, *Tesis de Maestría en Ingeniería Eléctrica*, Facultad de Ingeniería UNAM, Nov. 2005.
2. Guadarrama A., García A., "Principles and methodology for the simultaneous determination of thickness and dielectric constant of coatings with capacitance measurements", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, February 2007, vol. 56, num. 1, pp 107 – 112.
3. A. Guadarrama-Santana, A. García-Valenzulela, "Determinaton of thickness and dielectric constant of coatings from capacitance measurements", *IEEE Instrumenation and Measurement Magazine Students Set Up*, vol 10, No. 5, October 2007, pp., 26-31, www.ieee-ims.org/pub_im_magazine.html.
4. Ren-jie Zhang, Shu-guang Dai and Ping-an Mu., "A spherical capacitive probe for measuring the thickness of coatings on metals", *Meas. Sci. Technol.* 8 (1997) pp. 1028-1033.
5. John Grham, Marlek Kryzeminiski and Zoran Popovic, "Capacitance based scanner for thickness mapping of thin dielectric films", *Review of Scientific Instruments*, vol. 71, No. 5, pp. 2219-2223, 2000.

6. N C Bruce, A. García-Valenzuela and D Kouznetsov, "The lateral resolution limit for Imaging periodic conducting surfaces in capacitive microscopy", *J. Phys. D: Appl. Phys.* 33 (2000) 2890-2898.

7. CONCLUSIONES Y DISCUSIÓN

La técnica de medición propuesta esta basada en el análisis del sistema capacitivo electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor cuando el espesor del dieléctrico d es mucho mayor que el radio a del electrodo esférico. En este caso particular la capacitancia es menos sensible al espesor del dieléctrico y más sensible a la constante dieléctrica del material. El modelo teórico desarrollado utilizando el método de las imágenes, ayuda a explicar el comportamiento de la capacitancia debida a la interacción que existe entre un electrodo esférico con una superficie dieléctrica plana. En la práctica, se utiliza una muestra de material dieléctrico con un espesor d finito, y el radio de curvatura del electrodo no es infinitesimal, debido a esta condición se desarrolló una corrección del modelo teórico anterior con el fin obtener limites de validez de la técnica desarrollada.

En general, el modelo teórico desarrollado ayudó a obtener una aproximación del rango de capacitancias que se presentan en un sistema capacitivo práctico y que utiliza una punta conductora como electrodo sensor. La curvatura es comparable con las dimensiones del radio de un electrodo esférico teórico. Experimentalmente se propuso una metodología de medición de constante dieléctrica basado en un modelo teórico con electrodos esféricos desarrollado.

Se mostró que la capacitancia es escalable con las dimensiones del sistema capacitivo. El escalamiento se comprobó teóricamente y con simulaciones en 3D aplicando el Método de Elemento Finito (MEF). Esta propiedad de escalamiento es importante puesto que es posible realizar una estimación de los valores de capacitancia de un sistema micrométrico con respecto a uno macrométrico y determinar las dimensiones mínimas del electrodo sensor y espesor de recubrimiento que se pueden utilizar con el método propuesto de medición.

Se diseñó un arreglo experimental para aplicar la metodología de medición propuesta. El Sistema de Medición Capacitivo con Punta (SIMCAP) esta conformado por una punta conductora que se utiliza como electrodo sensor, un nano-posicionador xyz para alinear ópticamente el sensor de posición y para desplazar la muestra dieléctrica a caracterizar, una etapa de compensación de fase para reducirla al mínimo la corriente parásita del sistema, una etapa opto-electrónica para monitorear la posición de la punta sensora y una etapa de amplificación Lock-in para registrar corrientes complejas (amplitud y fase) en el orden de las decenas de picoAmperios. La capacitancia parásita que presentó el sistema fue de 0.2pF aproximadamente, la cual se logró conseguir utilizando técnicas de reducción de capacitancias parásitas con el manejo de tierra física, conductores y circuitos electrónicos blindados.

La técnica de medición desarrollada con esta tesis requiere de dos muestras de calibración que abarquen un rango determinado de constante dieléctrica. Una tercera muestra de calibración es el aire (i.e. ausencia de muestra).

7. CONCLUSIONES Y DISCUSIÓN

La metodología de medición es no destructiva puesto que no requiere de un preparación de las muestras dieléctricas como realizar depósitos de películas conductoras en una de las caras, no requiere que la muestra sea cortada en alguna forma en particular siempre y cuando exista una zona plana varias veces mayor que el radio de curvatura de la punta sensora que este en proximidad de la superficie de la muestra y que cuente con un espesor mínimo de aproximadamente cinco veces el radio de curvatura de la punta sensora según los resultados teóricos.

Las curvas de capacitancia de $\Delta C(s)$ vs s se compensaron en offset debido al corrimiento que presentaron los motores piezoeléctricos de la platina nanométrica. También se compensaron las capacitancias residuales debidas a la montura y la geometría de la punta sensora, las cuales que se manifestaron en forma tangencial en las curvas de $\Delta C(s)$. Una vez compensadas las curvas de $\Delta C(s)$, se compararon con las obtenidas con el modelo teórico presentando una semejanza en su comportamiento y valores de capacitancia. Se graficó una curva de calibración con valores de $\Delta C(s_{am})$ de cada muestra de calibración a una distancia de separación determinada s_{am} . Con esta metodología se generaron tres curvas de calibración a tres diferentes distancias de separación.

La metodología de medición se aplicó a una muestra de cuarzo fundido y se determinó su constante dieléctrica con las tres curvas de calibración. Se obtuvo una repetibilidad del 1% y una incertidumbre del 5% con respecto del valor de constante dieléctrica que el fabricante reporta. Este error se puede deber a la frecuencia de 1MHz con la que el fabricante realizó sus mediciones comparada con la de 10KHz con las que se realizaron estas mediciones y al error de corrimiento que presentaron los motores piezoeléctricos principalmente.

La principal limitante de esta metodología de medición de constante dieléctrica es la mínima resolución en variaciones de capacitancia que se pueda registrar con el equipo electrónico. Con esta condición se determina la dimensión mínima de la curvatura del electrodo sensor y por lo tanto el mínimo espesor para los cuales se puede aplicar esta técnica. En este caso se pudo obtener una resolución mínima aproximada de 30aF a una separación s mínima entre punta y muestra aproximadamente de 50nm con un ruido en las mediciones de $C_n = 14.53 \text{ aF}/\sqrt{\text{Hz}}$.

Si se reduce el "Offset" que presentan los motores piezoeléctricos de la platina nano-métrica en el desplazamiento y las vibraciones mecánicas presentes en el sistema, las curvas experimentales de $\Delta C(s)$ no tendrían que compensarse con las curvas teóricas, esto ayudaría a tener un sistema más estable y por consecuencia las incertidumbres en las mediciones también se reducirían.

Aunque el sistema puede mejorarse en varios aspectos se mostró experimentalmente que se puede alcanzar una resolución, en la obtención de la constante dieléctrica, del 1%. Sin embargo, si se quiere obtener la constante dieléctrica de muestras con espesores entre los 5 μm y 10 μm es conveniente utilizar radios de curvatura de la punta sensora entre 1 μm y 2 μm . En

consecuencia, se tendría que realizar un diseño más reducido del sistema mecánico, integrar y mejorar las etapas electrónicas con el fin de reducir ruido mecánico (vibraciones) y ruido electrónico, y finalmente diseñar una etapa de control para automatizar el proceso de medición.

También se describió, por medio de simulaciones en 3D con el MEF, una metodología para determinar espesor y constante dieléctrica de recubrimientos sobre sustratos conductores con dos mediciones capacitivas con dos electrodos esféricos de diferentes dimensiones, uno muy grande con respecto del otro. La geometría de un electrodo esférico muy grande no es práctica pero puede sustituirse por un electrodo plano con un área efectiva que presente un valor de capacitancia mucho mayor a la del electrodo esférico. En este caso, se gana mayor sensibilidad pero se pierde linealidad en las curvas de espesor. Se puede realizar un ajuste de estas curvas para obtener curvas de calibración necesarias para interpolar los datos de capacitancia y obtener el espesor d y la constante dieléctrica k .

Los trabajos reportados con el principio de medición de capacitancia con punta están enfocados hacia las películas delgadas y caracterización de semiconductores por medio de imágenes capacitivas obtenidas con puntas nanométricas utilizadas en Microscopios de Fuerza Atómica, en donde es necesario que se conozca por lo menos un parámetro de interés para obtener el otro, en este caso el espesor o la constante dieléctrica de la muestra a caracterizar. Sin embargo, en la metodología de medición desarrollada en esta tesis se mostró que no es necesario conocer el espesor para determinar la constante dieléctrica y se comprobó que este principio de medición se puede utilizar como una técnica de medición no destructiva con muestras dieléctricas sólidas planas con espesores de algunos milímetros utilizando una punta con un radio de curvatura en el rango de las decenas de micras. Con el escalamiento lineal de la capacitancia, mostrado en el capítulo 2, se estimó que esta técnica de medición puede ser escalable para espesores de hasta algunas cuantas micras en donde se aloja el rango de los recubrimientos. Estas serían las dos contribuciones principales de este trabajo de tesis al trabajo reportado por otros grupos en este campo.

Finalmente, durante el proceso de revisión del trabajo de tesis un grupo muy activo en el área de nano-bio-electrónica publicó un artículo [1], en el cual se describe una adaptación de la técnica propuesta en esta tesis para la obtención de la constante dieléctrica de biomembranas a escalas nanométricas sobre sustratos dieléctricos con espesores mayores a $10\mu\text{m}$, evitando las dificultades que se presentan en la preparación de las muestras sobre sustratos conductores y la caracterización del espesor de la propia muestra biológica. En dicha publicación se cita explícitamente el artículo [2] derivado de esta tesis.

Referencias del capítulo 7.

1. L. Fumagalli, G. Gramse, D. Esteban-Ferrer, M. A. Edwards and G. Gomila, "Quantifying the dielectric constant of thick insulators using electrostatic force microscopy", *Applied physics letters* 96, 183107 (2010).
2. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzuela, "Obtaining the dielectric constant of solids from capacitance measurements with a pointer electrode", *Review of Scientific Instruments* 80, 106101 (2009).

APÉNDICE I

A1.1. Electrodo esférico en paralelo.

En este apartado se analiza teóricamente, por medio de simulaciones con el Método de Elemento Finito (MEF), la viabilidad de utilizar varios electrodos esféricos sobre una superficie dieléctrica con el fin de aumentar el valor de la capacitancia total del sistema. La contribución de la capacitancia generada por cada electrodo esférico utilizado se basa en el principio teórico analizado anteriormente con solamente un electrodo esférico. Además se propone una metodología para determinar la distribución geométrica ideal para que se presente el efecto de tener n capacitores en paralelo con n electrodos esféricos y así determinar la capacitancia total del sistema con la suma de todas las capacitancias presentes debidas a múltiples electrodos esféricos que juntos se comportan como un electrodo multi-esfera.

A1.2. Cálculo de la separación mínima ideal entre dos electrodos esféricos de 50nm de radio sobre una superficie dieléctrica con espesor de 2 μm y permitividad relativa de 2.

Una forma de aumentar el valor de la capacitancia en un sistema capacitivo (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico - substrato conductor), es distribuir varios electrodos esféricos con las mismas dimensiones separados entre si una distancia tal para que teóricamente las líneas de campo eléctrico de cada electrodo no afecten significativamente a otras de una esfera adyacente, buscando que el valor de la capacitancia total de los n electrodos esféricos sea n veces la capacitancia de un solo electrodo esférico sobre la superficie de un recubrimiento dieléctrico.

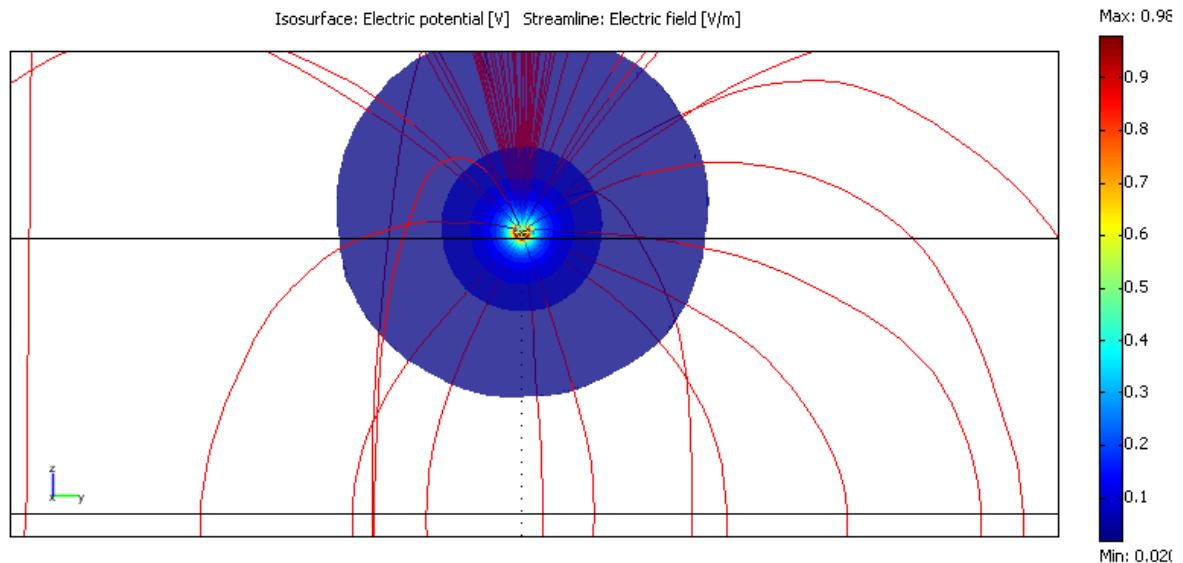


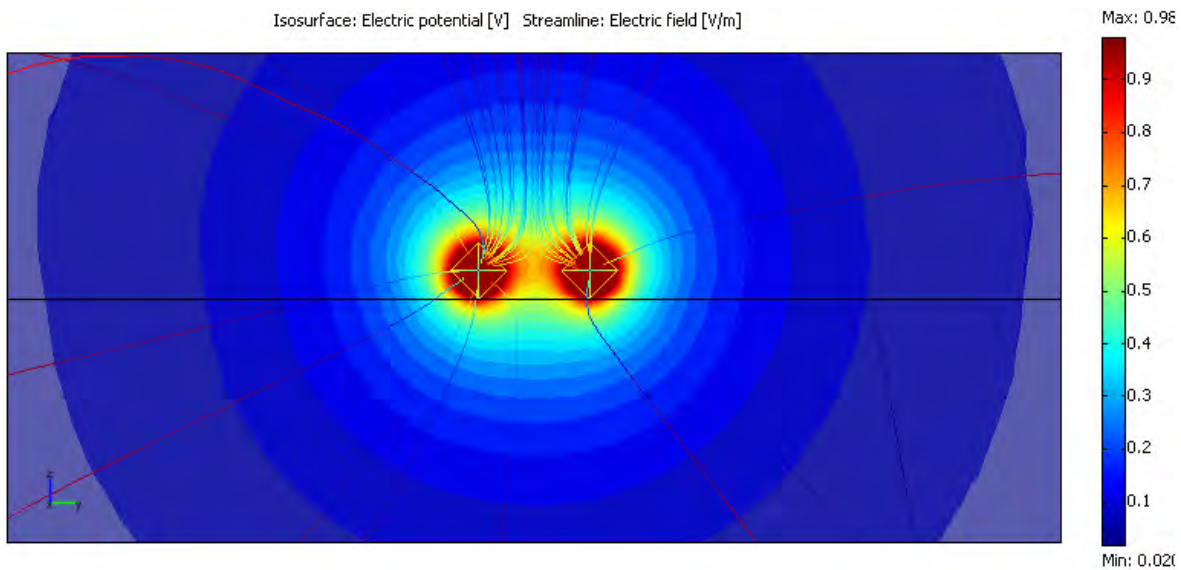
Fig. A1.2.1. Vista del plano yz de la simulación en 3D de un electrodo esférico con 50 nm de radio sobre un recubrimiento dieléctrico de 2 μm de espesor sobre un substrato conductor plano.

Como se puede observar en la figura A1.2.1, el recubrimiento dieléctrico tiene un espesor de $2\mu\text{m}$, este es mucho mayor que la dimensión del radio del electrodo esférico que es de 50nm . La capacitancia total C_{1e} calculada con la simulación, del sistema capacitivo, fue de 6.944 [aF] . Este valor se tomó como referencia para calcular la separación ideal de múltiples electrodos esféricos.

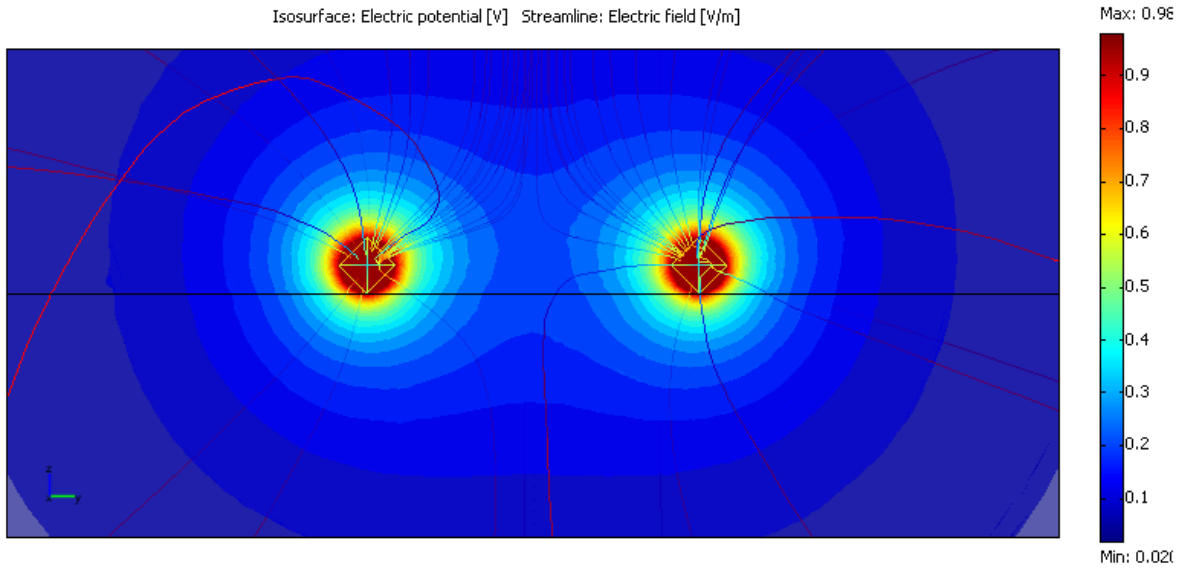
La separación s_e ideal entre dos electrodos esféricos desde sus centros se presenta teóricamente cuando las líneas de campo eléctrico que emanan de cada uno no interfieren entre si. La separación entre electrodos esféricos s_e , se determinó realizando simulaciones en 3D con el MEF con dos electrodos esféricos iguales variando la separación entre estos varias veces su diámetro desde sus centros, como se muestra en la figura A1.2.2(a). Las simulaciones se realizaron con el fin de calcular la capacitancia total C_{2e} , de los dos electrodos esféricos, para después dividirla entre dos y finalmente calcular ΔC con la siguiente expresión,

$$\Delta C = C_{1e} - \frac{C_{2e}}{2}. \quad (\text{A1.2.1})$$

Cuando ΔC alcanza el valor de cero se puede asegurar que la capacitancia total del sistema es sencillamente la suma de las capacitancias individuales en paralelo de cada electrodo.



(a)



(b)

Fig. A1.2.2. Vista del plano yz de las simulaciones en 3D de dos electrodos esféricos de 50nm de radio separados una distancia s_e desde sus centros por (a) $s_e = 200\text{nm}$ y (b) $s_e = 600\text{nm}$.

De esta forma, si se tuviera un arreglo de n electrodos esféricos separados por una distancia s_e mínima, determinada por el calculo anterior, la capacitancia total del sistema sería entonces n veces la capacitancia de un solo electrodo esférico.

Tabla A1.2.1. Valores de capacitancia C_{2e} para diferentes separaciones s_e entre dos electrodos esféricos sobre una superficie dieléctrica con $2\ \mu\text{m}$ de espesor.

Separación entre 2 esferas de centro a centro s_e [nm]	Capacitancia total C_{2e} [aF]
100	10.024
150	10.922
200	11.6
300	12.1316
400	12.733
600	13.165
800	13.318
1100	13.461
1200	13.509
1600	13.64
1800	13.627
2000	13.654

Los cálculos de las simulaciones en 3D mostraron que entre más separados se encuentran dos electrodos esféricos capacitancia total C_{2e} se acercaba al doble de la de un solo electrodo esférico C_{1e} , como se muestra en la figura A1.2.2(b). Los resultados en capacitancia de estos cálculos para diferentes separaciones s_e se muestran en la tabla A1.2.1.

Los resultados de la tabla A1.2.1 mostraron que la separación s_e de 1600nm, 16 diámetros en este caso, desde el centro de cada esfera es la más cercana para que se presente la condición de dos capacitancias en paralelo ya que el valor de la capacitancia para un solo electrodo esférico fue de $C_{1e} = 6.944$ [aF] y para dos electrodos esféricos con una separación de 1600 nm desde sus centros fue de $C_{2e} = 13.64$ [aF], dividido entre $n = 2$ se tiene una $C_{2e} = 6.82$ [aF]. Con este valor se calcula el porcentaje de la capacitancia normalizada con la siguiente expresión,

$$\Delta C_N = \left(\frac{C_{1e} - \frac{C_{2e}}{n}}{C_{1e}} \right) \times 100. \quad (A1.2.2)$$

Se obtiene una $\Delta C_N = 1.78$ % con respecto a C_{1e} , por lo tanto, esta sería la separación ideal entre dos electrodos esféricos para una distribución de múltiples electrodos esféricos sobre una superficie dieléctrica. Entre menor sea este resultado se tendrá una mejor aproximación ideal de la capacitancia generada por cada electrodo esférico para obtener la capacitancia total del sistema como n veces la capacitancia de un solo electrodo esférico.

A1.3. Determinación de la distribución geométrica ideal de electrodos esféricos sobre una superficie dieléctrica de $2\mu\text{m}$ de espesor y permitividad relativa de 2 por medio de simulaciones en 3D con el MEF.

Para aumentar el valor de la capacitancia de un electrodo esférico de radio de 50nm sobre un recubrimiento dieléctrico de $2\mu\text{m}$ de espesor y permitividad relativa de 2 sobre un substrato conductor plano se propuso distribuir sobre la superficie del recubrimiento múltiples electrodos esféricos con una distancia de separación s_e mínima entre cada uno, calculada anteriormente, para que la suma de capacitancia de cada electrodo sea la capacitancia total del sistema representando múltiples capacitores en paralelo. Con los resultados de la tabla A1.2.1 es posible calcular la capacitancia total del sistema, realizando simulaciones en 3D, con diferentes distribuciones geométricas de múltiples electrodos esféricos sobre la superficie plana de un recubrimiento dieléctrico.

Para mostrar que es necesario calcular una separación s_e mínima ideal entre electrodos esféricos, se realizó una simulación en 3D de un arreglo matricial de 3 x 3 electrodos esféricos con separación de dos diámetros (200nm) de centro a centro entre cada electrodo y se calculó la capacitancia total en el substrato, como se muestra en la figura A1.3.1.

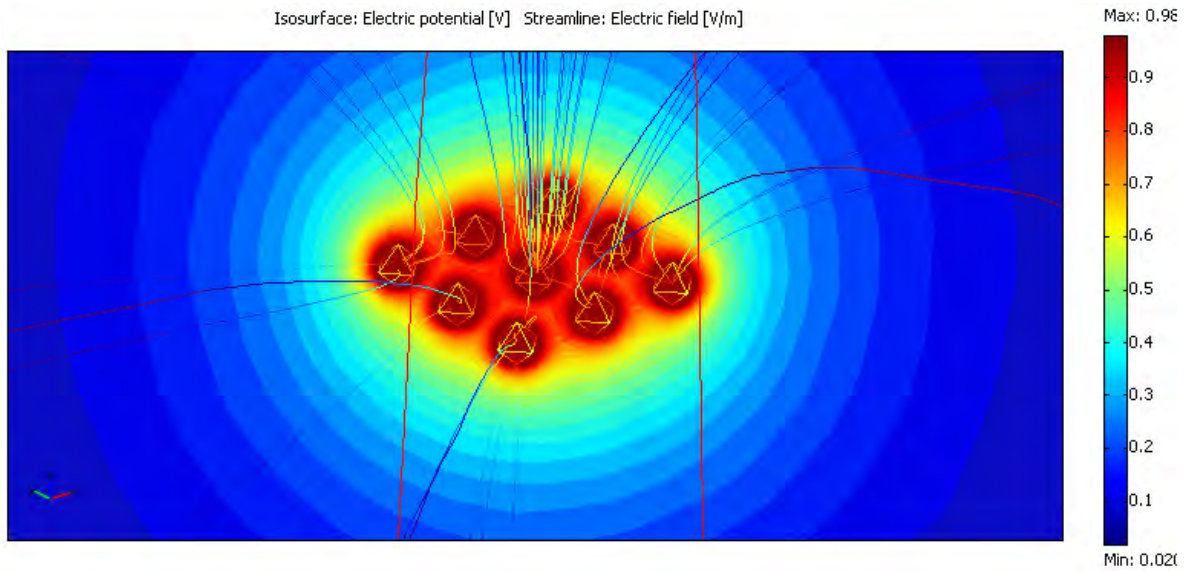


Fig. A1.3.1. Simulación en 3D de un arreglo de 9 electrodos esféricos con 50nm de radio cada uno y separados 200nm de centro a centro entre cada electrodo esférico sobre la superficie plana de un recubrimiento dieléctrico de 2 μ m de espesor.

Con este arreglo se calculó una capacitancia $C_{9e} = 30.34$ [aF]. Con el valor de $C_{9e} / 9 = 3.37$ [aF], aplicando la expresión (A1.2.2) se obtiene un valor de $\Delta C_N = 51.47\%$ con respecto de C_{1e} .

Se puede observar, con este resultado, que esta distribución de electrodos esféricos no cumple con el criterio de la separación s_e mínima establecido anteriormente para que la capacitancia total de un número determinado de electrodos esféricos utilizados sea n veces la capacitancia de uno solo, como se mencionó anteriormente. Se deben buscar otras distribuciones geométricas que cumplan con el criterio establecido.

Se realizó otra simulación en con un arreglo de 5 electrodos esféricos distribuidos como se muestra en la figura A1.3.2, con separación $s_e = 600$ nm entre cada electrodo con respecto al electrodo central en donde $C_{2e} / 2 = 6.58$ [aF], según los resultados obtenidos en la tabla A1.2.1. Se calculó la densidad de carga superficial total del sistema capacitivo de $C_{5e} = 30$ [aF]. Con el valor de $C_{5e} / 5 = 6$ [aF], aplicando la expresión (A1.2.2) se obtiene un valor de $\Delta C_N = 13.59\%$ con respecto de C_{1e} . Se ve que el valor de ΔC_N se encuentra por encima del cero para cumplir la condición deseada.

Con la misma separación entre electrodos de 600nm se realizó otra simulación en 3D de un arreglo matricial de 9 electrodos esféricos con el fin de calcular la densidad de carga superficial total como se muestra en la figura A1.3.3. Con este arreglo se calculó una $C_{9e} = 56.33$ [aF]. Con el valor de $C_{9e} / 9 = 6.26$ [aF], aplicando la expresión (A1.2.2) se obtiene un valor de $\Delta C_N = 9.85\%$ con respecto de C_{1e} .

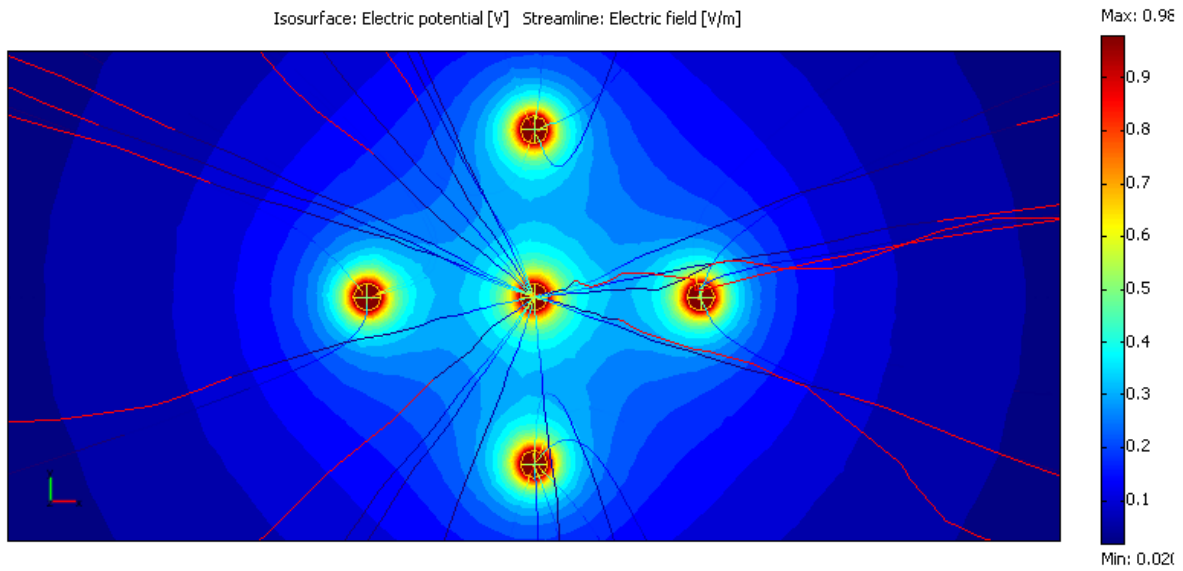


Fig. A1.3.2. Simulación en 3D de un arreglo de 5 electrodos esféricos de 50nm de radio cada uno separados 600nm de centro a centro con respecto al electrodo central sobre la superficie plana de un recubrimiento dieléctrico de $2\mu\text{m}$ de espesor, vista superior del plano xy.

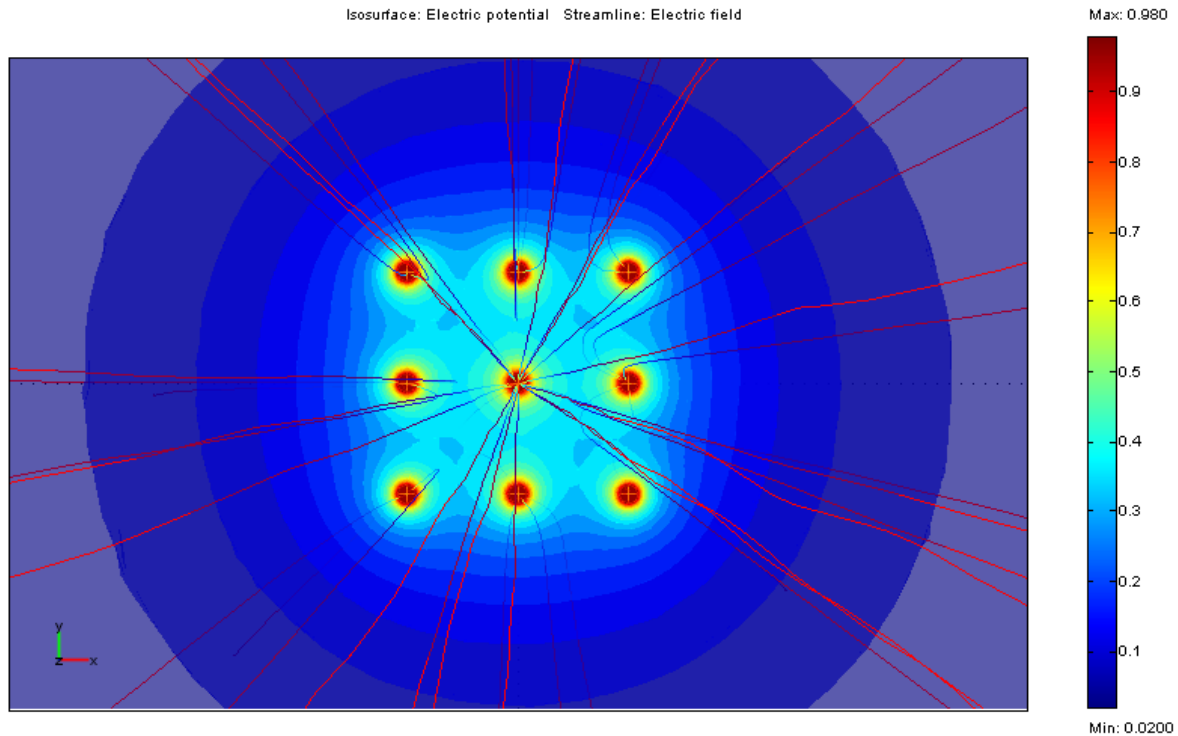


Fig. A1.3.3. Simulación en 3D de un arreglo de 9 electrodos esféricos de 50nm de radio cada uno separados 600nm de centro a centro sobre la superficie plana de un recubrimiento dieléctrico de $2\mu\text{m}$ de espesor, vista superior del plano xy.

Como se puede observar en las distribuciones anteriores no todos los electrodos esféricos se encuentran separados una distancia equidistante. Esta situación llevó a probar con una nueva distribución geométrica hexagonal de electrodos esféricos la cual cumple con la condición de separación equidistante entre electrodos esféricos, de tal forma que estos siempre se encuentran separados 600nm uno del otro desde sus centros, como se muestra en la figura A1.3.4.

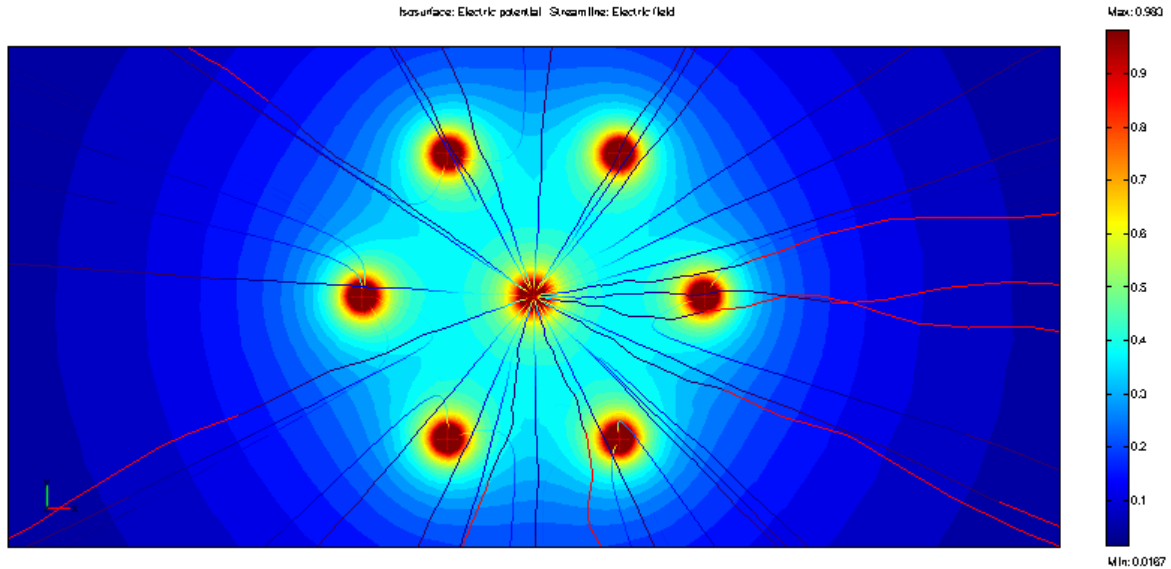


Fig. A1.3.4. Simulación en 3D de un arreglo hexagonal de 7 electrodos esféricos con 50 nm de radio cada uno separados 600 nm de centro a centro sobre la superficie plana de un recubrimiento dieléctrico de 2 μm de espesor, vista superior del plano xy.

Con este arreglo se calculó una capacitancia $C_{7e} = 40$ [aF]. Con el valor de $C_{7e} / 7 = 5.71$ [aF], se aplicó la expresión (A1.2.2) se obtuvo un valor de $\Delta C_N = 17.77\%$ con respecto de C_{1e} .

Se realizó otra simulación en 3D de un arreglo hexagonal con 19 electrodos esféricos con las mismas condiciones que la simulación anterior y se calculó la densidad de carga superficial total, como se muestra en la figura A1.3.5.

Con este arreglo se calculó una capacitancia $C_{19e} = 82.6$ [aF]. Con el valor de $C_{19e} / 19 = 4.35$ [aF], se aplicó la expresión (A1.2.2) y se obtuvo un valor de $\Delta C_N = 37.35\%$ con respecto de C_{1e} .

Los resultados obtenidos de las simulaciones para diferentes distribuciones geométricas se resumen en la tabla A1.3.1(a) como valores de capacitancia, aplicando la siguiente expresión,

$$C = \frac{Q}{V} [F], \quad (\text{A1.3.1})$$

en donde Q es la carga superficial eléctrica en Coulombs obtenida con las simulaciones con el MEF y V es la diferencia de potencial aplicado a los electrodos del sistema capacitivo que en este caso es de 1 voltio.

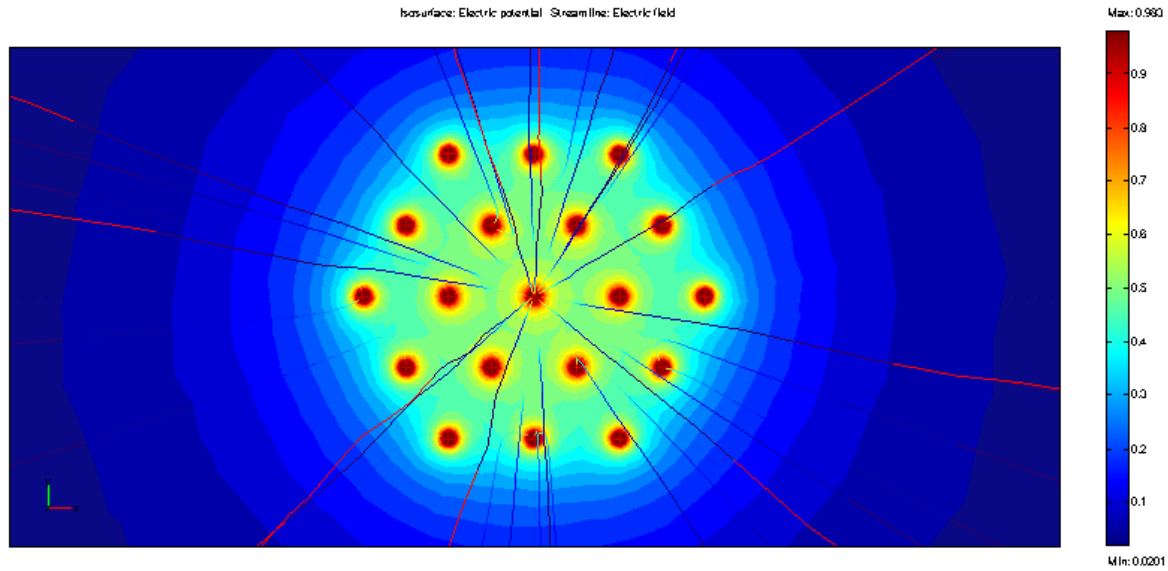


Figura A1.3.5. Simulación en 3D de un arreglo hexagonal de 19 electrodos esféricos de 50 nm de radio cada uno separados 600nm de centro a centro sobre la superficie plana de un recubrimiento dieléctrico de $2\mu\text{m}$ de espesor, vista superior del plano xy .

Siguiendo la misma metodología pero ahora con una separación entre electrodos esféricos de $s_e = 1600$ nm se realizaron los mismos cálculos para obtener los resultados de la tabla A1.3.1(b) para diferentes distribuciones geométricas.

Tabla A1.3.1. Comparación de resultados de la capacitancia por electrodo para diferentes distribuciones geométricas de electrodos esféricos con diferente separación s_e entre electrodos desde sus centros para a) $s_e = 600\text{nm}$ y b) $s_e = 1600\text{nm}$.

$s_e = 600\text{nm}, d = 2\mu\text{m}, \epsilon_r = 2$			
Distribución de n electrodos	C_{ni}/n [aF]	C_{ns}/n [aF]	ΔC_N %
1	6.944		
2 lineal	6.944	6.58	5.24
5 cruz	6.944	6	13.59
9 matriz	6.944	6.26	9.85
7 hexagonal	6.944	5.71	17.77
19 hexagonal	6.944	4.35	37.35

(a)

$s_e = 1600\text{nm}, d = 2\mu\text{m}, \epsilon_r = 2$			
Distribución de n electrodos	C_{ni}/n [aF]	C_{ns}/n [aF]	ΔC_N %
1	6.944		
2 lineal	6.944	6.82	1.78
5 cruz	6.944	6.62	4.71
9 matriz	6.944	6.44	7.26
7 hexagonal	6.944	6.46	6.97
19 hexagonal	6.944	6.23	10.28

(b)

s_e es la separación entre electrodos esféricos desde sus centros.
 d es el espesor del recubrimiento dieléctrico.

ϵ_r es la permitividad relativa del recubrimiento dieléctrico.

n es el número de electrodos esféricos.

C_{ni} / n es la capacitancia ideal por cada electrodo distribuido sobre la superficie del recubrimiento.

C_{ns} / n es la capacitancia simulada por cada electrodo distribuido sobre la superficie del recubrimiento.

$\% \Delta C_N$ es el porcentaje de la diferencia la capacitancia total normalizada con respecto a la capacitancia ideal C_{ni} que se obtiene con la expresión (A1.2.2).

Los cálculos obtenidos con las simulaciones en 3D de las diferentes distribuciones geométricas de electrodos esféricos muestran que el porcentaje de ΔC_N es mayor para $s_e = 600\text{nm}$ y para $s_e = 1600\text{nm}$ el porcentaje de ΔC_N disminuye con las diferentes distribuciones de electrodos esféricos con un recubrimiento de $2\mu\text{m}$ de espesor. Se puede decir que existe una separación s_e mínima y una distribución geométrica ideal entre electrodos esféricos para diferentes espesores de recubrimiento así como para diferentes dimensiones y número de electrodos esféricos para que la capacitancia total del sistema sea n veces la capacitancia de un solo electrodo esférico. También se puede ver que entre mayor es la separación s_e tiende a disminuir ΔC_N , según se muestra en los resultados de la tabla A1.3.1.

A1.4. Cálculo de la separación s_e mínima entre electrodos esféricos de 50 nm de radio sobre un espesor de recubrimiento de 500nm.

De acuerdo a los resultados obtenidos en la tabla A1.3.1 se determinó disminuir el espesor del recubrimiento a 500nm y aplicar la misma metodología para realizar el cálculo de la mínima separación s_e entre dos electrodos esféricos y con diferentes distribuciones geométricas de electrodos esféricos, manteniendo las mismas dimensiones de área de recubrimiento de $A = 50 \times 50 \mu\text{m}^2$, radio del electrodo esférico $a = 50\text{nm}$ y permitividad relativa $\epsilon_r = 2$, con el fin de determinar cuanto afecta el espesor del recubrimiento dieléctrico al valor de la capacitancia total.

Se calculó la capacitancia total de un solo electrodo esférico C_{1e} por medio de simulaciones en 3D del sistema capacitivo (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor), como se mostró en la figura A1.2.1. En este caso se calculó una densidad de carga superficial de $C_{1e} = 7.1 \text{ [aF]}$. Este valor es ahora nuestro valor C_{1e} de referencia para determinar la mínima separación s_e entre dos electrodos esféricos.

Se realizaron simulaciones en 3D con dos electrodos esféricos como se mostró en la figura A1.2.2, con diferentes diámetros de separación desde el centro de cada electrodo obteniendo los resultados de la tabla A1.4.1.

Los resultados muestran que la mínima separación s_e podría ser de 8 diámetros de 100nm desde el centro de cada electrodo, ya que el valor de la capacitancia de un solo electrodo esférico es de $C_{1e} = 7.1 \text{ [aF]}$ y para dos electrodos esféricos con una

separación s_e de 800nm desde sus centros es de $C_{2e} = 13.91$ [aF], casi el doble. Con el valor de $C_{2e} / 2 = 6.86$ [aF], aplicamos la expresión (A1.2.2) para obtener un valor de $\Delta C_N = 3.38\%$ con respecto de C_{1e} .

Tabla A1.4.1. Resultados de los cálculos de los valores de capacitancia C_{2e} a diferentes separaciones entre dos electrodos esféricos y 500nm de espesor de recubrimiento.

Separación entre 2 esferas de centro a centro s_e [nm]	Capacitancia total C_{2e} [aF]
100	10.36
200	12.08
300	12.91
400	13.33
600	13.71
800	13.91
1000	14
2000	14.21

A1.5. Determinación de la distribución geométrica ideal de electrodos esféricos con 50nm de radio sobre un recubrimiento de 500nm de espesor por medio de simulaciones en 3D.

La distribución geométrica propuesta de los electrodos esféricos es en forma hexagonal y es la que mantiene una separación equidistante entre cada electrodo, como se mostró en la figura A1.3.4.

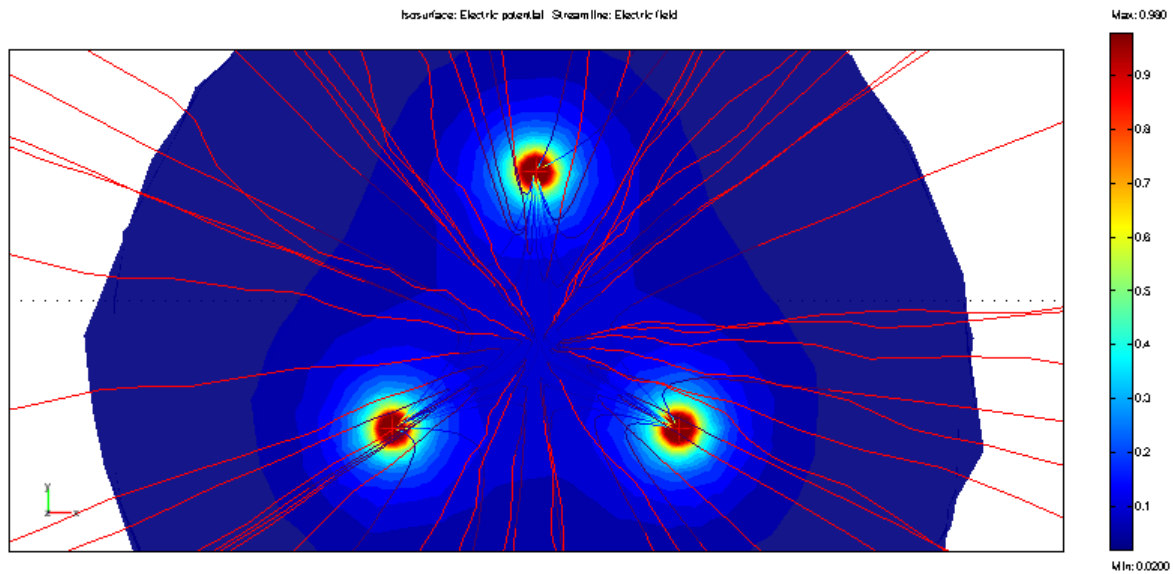


Fig. A1.5.1. Simulación en 3D de un arreglo triangular de electrodos esféricos de 50 nm de radio cada uno separados 1000nm de centro a centro sobre un recubrimiento dieléctrico plano de 500nm de espesor, vista superior del plano xy.

Esta distribución esta formada por triángulos equiláteros, por lo que se realizaron simulaciones de tres electrodos esféricos distribuidos con esta geometría, separados 800nm desde sus centros, como se mostró en la figura A1.5.1. En esta simulación se calculó una capacitancia $C_{3e} = 20.58$ [aF] que dividido entre tres nos da un valor de $C_{3e} / 3 = 6.86$ [aF], con la expresión (A1.2.2) se obtuvo un valor de $\Delta C_N = 3.38\%$ con respecto de C_{1e} .

Se realizó otra simulación en 3D de un arreglo hexagonal con siete electrodos esféricos como se muestra en la figura A1.3.4, con la cual se calculó una capacitancia $C_{7e} = 46.87$ [aF]. Con el valor de $C_{7e} / 7 = 6.7$ [aF], se aplicó la expresión (A1.2.2) y se obtuvo un valor de $\Delta C_N = 5.63\%$ con respecto de C_{1e} .

Se realizó otra simulación en 3D de un arreglo hexagonal con 19 electrodos esféricos como se muestra en la figura A1.3.5, con las mismas condiciones que la simulación anterior y se calculó la capacitancia total. Con este arreglo se calculó una capacitancia $C_{19e} = 121.18$ [aF]. Con el valor de $C_{19e} / 19 = 6.38$ [aF], con la expresión (A1.2.2) se obtuvo un valor de $\Delta C_N = 10.14\%$ con respecto de C_{1e} .

Se realizó otra simulación con un arreglo matricial de 9 electrodos esféricos como se muestra en la figura A1.3.3. Con este arreglo se calculó una capacitancia $C_{9e} = 59.74$ [aF]. Con el valor de $C_{9e} / 9 = 6.64$ [aF], con la expresión (A1.2.2) se obtuvo un valor de $\Delta C_N = 6.48\%$ con respecto de C_{1e} . Estos resultados en capacitancia se muestran en la tabla A1.5.1(a). Estos mismos cálculos se realizaron con una separación de 1000nm y con las mismas distribuciones de electrodos esféricos sobre la misma superficie del recubrimiento de 500nm de espesor, los resultados capacitancia se muestran en la tabla A1.5.1(b).

Como se puede observar los valores de $\% \Delta C_N$ son mucho menores que las obtenidas en las simulaciones realizadas anteriormente con un espesor de recubrimiento dieléctrico de $2\mu\text{m}$ y separación s_e de 600nm entre electrodos. Por lo que se puede ver, existe una dependencia entre el espesor del recubrimiento dieléctrico, el radio del electrodo esférico, separación s_e entre electrodos, distribución geométrica de los electrodos y número de electrodos. También se puede ver que entre mayor es el espesor del recubrimiento la distancia entre electrodos debe ser mayor para que se cumpla que la capacitancia total del arreglo geométrico de n electrodos esféricos sea n veces la capacitancia de solo uno. En otras palabras que las capacitancias generadas por cada electrodo esférico se encuentren en paralelo y de este modo se pueda realizar una estimación aproximada del valor de la capacitancia total multiplicando la capacitancia de un electrodo esférico por n electrodos en un arreglo geométrico determinado como se ve en la tabla A1.5.1.

Tabla A1.5.1. Resultados de las capacitancias por electrodo obtenidas con las simulaciones en 3D para diferentes distribuciones geométricas con separación s_e entre electrodos esféricos de (a) 800nm y (b) 1000nm.

$s_e = 800\text{nm}, d = 500\text{nm}, \epsilon_r = 2$			
Distribución de n electrodos	C_{ni}/n [aF]	C_{ns}/n [aF]	ΔC_N %
1	7.1		
2 lin	7.1	6.86	3.65
3 tri	7.1	6.86	3.38
9 matriz	7.1	6.7	5.63
7 hexa	7.1	6.38	10.14
19 hexa	7.1	6.64	6.48

(a)

$s_e = 1000\text{nm}, d = 500\text{nm}, \epsilon_r = 2$			
Distribución de n electrodos	C_{ni}/n [aF]	C_{ns}/n [aF]	ΔC_N %
1	7.1		
2 lin	7.1	7	1.41
3 tri	7.1	7	1.41
9 matriz	7.1	6.81	4.08
7 hexa	7.1	6.83	3.8
19 hexa	7.1	6.89	2.96

(b)

s_e es la separación entre electrodos desde sus centros.

d es el espesor del recubrimiento.

ϵ_r es la permitividad relativa del recubrimiento.

n es el número de electrodos esféricos.

C_{ni}/n es la capacitancia ideal por cada electrodo distribuido sobre la superficie del recubrimiento.

C_{ns}/n es la capacitancia simulada por cada electrodo distribuido sobre la superficie del recubrimiento.

$\% \Delta C_N$ es el porcentaje de la diferencia la capacitancia total normalizada con respecto a la capacitancia ideal C_{ni} que se obtiene con la expresión (A1.2.2).

A1.6. Cálculo de la separación mínima entre electrodos esféricos de 200 nm de radio sobre recubrimientos con espesores de 1 μm y 10 μm .

Una forma de aumentar el valor de la capacitancia de un sistema (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – substrato conductor) propuesto anteriormente, es aumentar el número de electrodos esféricos distribuidos en un arreglo geométrico sobre una superficie dieléctrica como se analizó anteriormente.

Se realizaron simulaciones con dos electrodos esféricos de radio de 200nm para determinar la separación s_e mínima ideal entre estos con el fin de calcular la capacitancia total en paralelo de un arreglo de múltiples electrodos sobre la superficie de un recubrimiento dieléctrico con $\epsilon_r = 2$, $d = 1\mu\text{m}$ y $d = 10\mu\text{m}$. Para calcular estos valores se aplicó la metodología propuesta anteriormente realizando simulaciones en 3D con el nuevo radio del electrodo esférico de 200nm.

1º. Se calcula la carga superficial Q de un solo electrodo esférico con simulaciones en 3D con el MEF.

Para $d = 1\mu\text{m}$ se tiene una $Q_{1e} = 29.26$ [aC].

Para $d = 10\mu\text{m}$ se tiene una $Q_{1e} = 26.27$ [aC].

2º. Se realizan simulaciones en 3D con dos electrodos de 200nm de radio variando la separación entre estos hasta alcanzar el doble del valor de la carga superficial de uno solo, como se muestra en la tabla A1.6.1.

Con los resultados de la tabla A1.6.1 se obtuvieron los siguientes datos:

Para $d = 1\mu\text{m}$:

$$s_e = 2500\text{nm}$$

$$\rho_{2e} = 58.43 \text{ [aC/m}^2\text{]}$$

Para $d = 10\mu\text{m}$:

$$s_e = 10000\text{nm}$$

$$\rho_{2e} = 51.66 \text{ [aC/m}^2\text{]}$$

3º. Se calculan los valores de capacitancia con la expresión (A1.2.2).

Los resultados en valores de capacitancia se muestran en la tabla A1.6.1.

Tabla A1.6.1. Resultados de los cálculos de los valores de capacitancia a diferentes separaciones entre dos electrodos esféricos con $d = 1\mu\text{m}$ y $d = 10\mu\text{m}$ de espesor de recubrimiento.

$d = 1 \mu\text{m}, \epsilon_r = 2$	
Separación entre 2 esferas de centro a centro s_e [nm]	Capacitancia total C_{2e} [aF]
1000	43
1500	56.34
2000	57.32
2500	58.34
$d = 10 \mu\text{m}, \epsilon_r = 2$	
s_e [nm]	C_{2e} [aF]
1000	45.077
3000	49.972
4000	50.663
4500	50.983
5000	50.988
5500	51.256
6000	51.184
7000	51.353
8000	51.611
9000	51.634
10000	51.661
15000	51.654

4°. Se determina la C_{ne} / n para cada distribución geométrica de electrodos esféricos con un radio de $a = 200\text{nm}$, $\epsilon_r = 2$, $d = 1\mu\text{m}$ y $d = 10\mu\text{m}$, para las siguientes distribuciones geométricas:

- Lineal (2 electrodos independientes).
- Triangular (3 electrodos independientes).
- Matricial (9 electrodos independientes).
- Hexagonal (7 y 19 electrodos independientes).

5°. Se calculan los valores de $\% \Delta C_N$ con la expresión (A1.2.2).
Los resultados en valores de capacitancia se muestran en la tabla A1.6.2.

Tabla A1.6.2. Valores de capacitancia por electrodo calculados con las diferentes distribuciones geométricas de electrodos esféricos simulados en 3D, con separación entre electrodos y espesores de recubrimiento de (a) $s_e = 2500\text{nm}$, $d = 1\mu\text{m}$ y (b) $s_e = 10000\text{nm}$, $d = 10\mu\text{m}$.

$s_e = 2500\text{nm}, d = 1\mu\text{m}, \epsilon_r = 2$			
Distribución de n electrodos	C_{ni}/n [aF]	C_{ns}/n [aF]	ΔC_N %
1	29.26		
2 lineal	29.26	29.17	0.31
3 triangular	29.26	28.62	2.19
9 matriz	29.26	27.84	4.85
7 hexagonal	29.26	27.82	4.92
19 hexagonal	29.26	27.19	7.07

(a)

$s_e = 10000\text{nm}, d = 10\mu\text{m}, \epsilon_r = 2$			
Distribución de n electrodos	C_{ni}/n [aF]	C_{ns}/n [aF]	ΔC_N %
1	26.27		
2 lineal	26.27	25.83	1.67
3 triangular	26.27	25.51	2.9
9 matriz	26.27	24.65	6.17
7 hexagonal	26.27	24.87	5.33
19 hexagonal	26.27	23.67	9.9

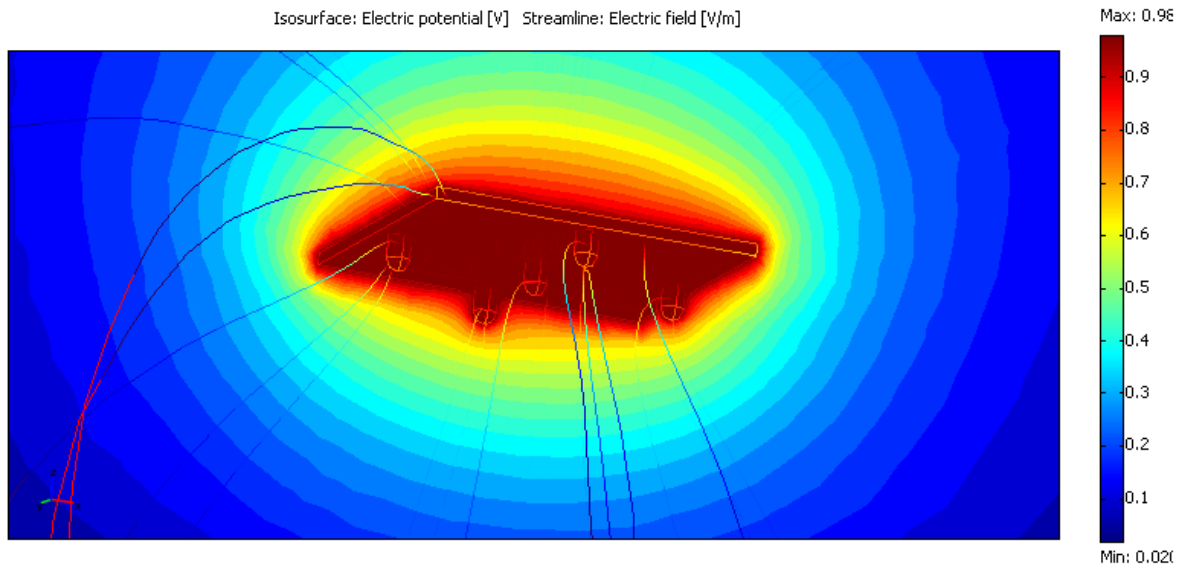
(b)

Los resultados de la tabla A1.6.2 muestran que para una separación s_e de 10000 nm y $d = 10\mu\text{m}$ los valores de $\% \Delta C_N$ son mayores que para una separación s_e de 2500nm para cada distribución geométrica de electrodos, por lo que el error mayor estará dado por la distribución hexagonal que esta formada por 19 electrodos independientes, tabla A1.6.2(b).

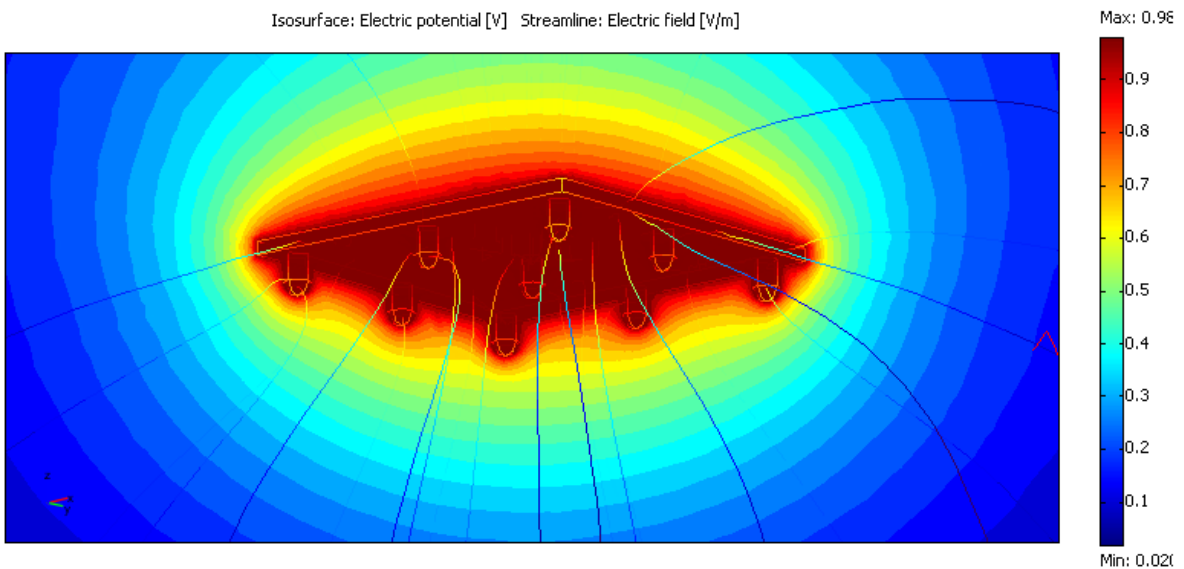
Estos datos nos permitirían obtener el rango de capacitancias que se podría alcanzar de acuerdo con las dimensiones, la distribución geométrica y número de electrodos esféricos utilizados en un arreglo geométrico determinado.

A1.7. Simulaciones en 3D con nano-puntas conductoras.

Debido a las escalas nanométricas de electrodos esféricos que se están utilizando se propuso simular en 3D electrodos con múltiples nano-puntas conductoras de diferentes alturas, unidos por un plano conductor por la parte superior y con punta semiesférica de 50nm de radio en la parte inferior de cada nano-puntas. Las curvaturas de las nano-puntas se encuentran en contacto con la superficie dieléctrica, como se muestra en la figura A1.7.1.



(a)



(b)

Fig. A1.7.1. Simulaciones en 3D de electrodos multi-punta de 100nm de altura con punta semiesférica de 50nm de radio sobre un recubrimiento dieléctrico de 2 μm de espesor y separación de 600nm entre cada nano-punta, (a) con 5 nano-puntas y (b) con 9 nano-puntas.

El cálculo de la capacitancia total para 5 nano-puntas fue de 79.26 [aF] y para 9 nano-puntas de 86.22 [aF]. A comparación de los resultados obtenidos anteriormente en las simulaciones con 5 y 9 electrodos esféricos estos resultan ser

menores que con las nano-puntas. Esta estructura de electrodos con nano-puntas podría ser útil para obtener valores de capacitancia mayores sobre un recubrimiento dieléctrico en estudio. Se realizaron simulaciones en 3D de un electrodo multi-punta con 9 nano-puntas a diferentes alturas para calcular la densidad de carga superficial en cada caso, como se muestra en la figura A1.7.1. El resultado de las simulaciones en 3D para diferentes alturas de nano-puntas se muestra en la tabla A1.7.1.

Tabla A1.7.1. Resultados de las simulaciones en 3D de electrodos multi-punta con diferente altura de nano-puntas.

No. de nanotubos	Altura de nano-puntas [nm]	Capacitancia total C_e [aF]
5	100	92.62
	200	90.5
	300	90.2
9	100	95.05
	200	95.74
	300	98

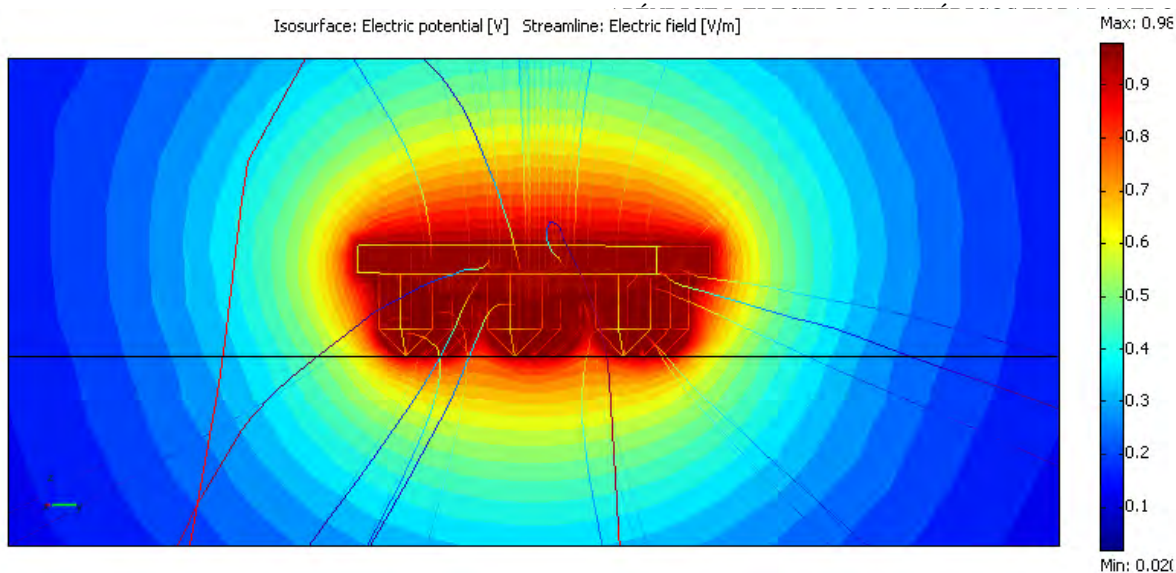
Como se puede observar la capacitancia total aumenta conforme aumenta la altura de las nano-puntas, esto se debe a que conforme aumenta el área superficial total del electrodo lo hace también la capacitancia.

También se realizó una simulación de un electrodo multi-punta con nueve nano-puntas pero ahora separados 200nm desde su centro, como se muestra en la figura A1.7.2, con el fin de calcular la capacitancia total y compararla con el caso anterior.

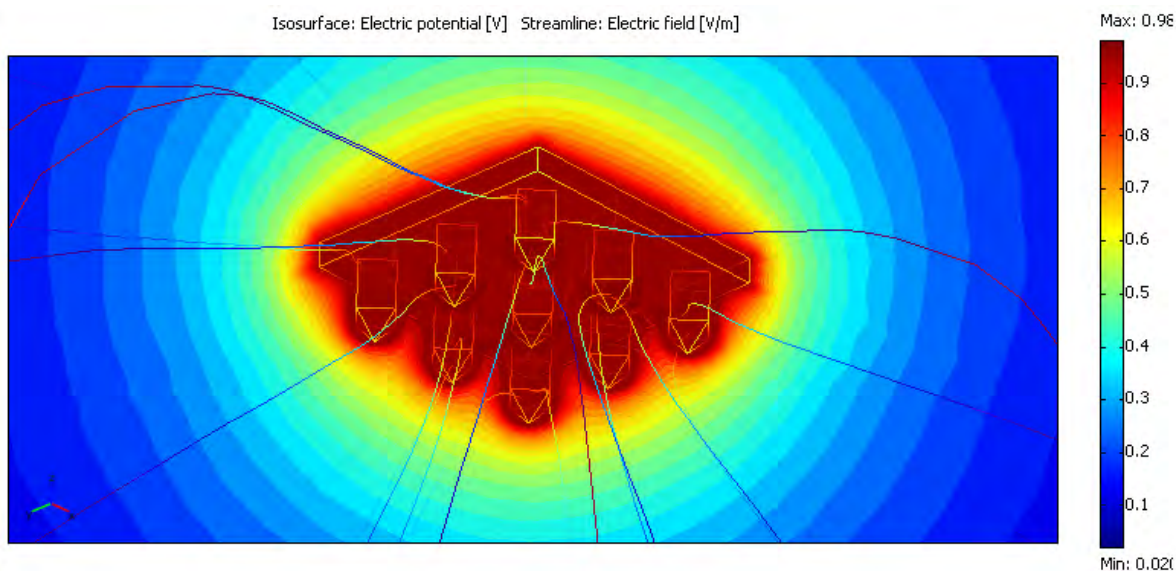
El resultado de las simulaciones en 3D para diferentes alturas de nano-puntas se muestra en la tabla A1.7.2.

Tabla A1.7.2. Resultados de las simulaciones en 3D de los electrodos multi-punta con diferente altura de nano-puntas separados 200nm desde su centro.

Altura de nano-puntas [nm]	Capacitancia total C_e [aC/m ²]
100	39.5
200	42.8
300	46



(a)



(b)

Fig. A1.7.2. Electrodo multi-punta de 3 x 3 nano-puntas con altura de 100nm, con curvatura de la punta semiesférica de 50nm de radio sobre un recubrimiento dieléctrico de 2 μ m de espesor y separación de 200nm entre cada nano-punta, (a) vista en el plano yz y (b) vista inferior en 3D.

Como se puede observar la capacitancia aumenta conforme aumenta la altura de las nano-puntas, esto se debe a que conforme aumenta el área superficial total del electrodo lo hace también la capacitancia, como se mencionó anteriormente.

Se mostró teóricamente que se puede obtener una aproximación del valor de la capacitancia total de un sistema (electrodo esférico – recubrimiento dieléctrico – sustrato conductor) utilizando varios electrodos esféricos distribuidos sobre una superficie dieléctrica plana sumando la contribución de la capacitancia generada

por cada electrodo esférico como si se tuvieran varios capacitores en paralelo. El efecto ideal de capacitores en paralelo depende principalmente del número de electrodos, distribución geométrica de estos y del espesor del dieléctrico. Los resultados de las simulaciones mostraron que conforme el espesor disminuye y la separación entre electrodos aumenta, en una distribución geométrica determinada, la capacitancia total del sistema se aproxima mejor a la suma de la contribución de la capacitancia que cada electrodo del arreglo multi-esfera genera. Esta sería una forma de aumentar el valor de la capacitancia con el fin de contar con una mayor relación señal a ruido en mediciones prácticas.

Con los avances en la Ingeniería de Materiales podría ser posible diseñar un electrodo multi-punta con nanotubos conductores unidos a una superficie de material dieléctrico separados una distancia ideal para obtener el efecto de puntas independientes y poder utilizarlo experimentalmente. Con un electrodo de estas características sería posible realizar la caracterización con varios puntos a la vez en áreas pequeñas de algún material en estudio en vez de una caracterización puntual. También sería posible monitorear cada electrodo independientemente por medio del multiplexado de las señales de cada uno con el fin de obtener un mapa o imagen dieléctrica de un área determinada de algún material en estudio.

Finalmente, esta claro que esta propuesta debe analizarse y estudiarse más a fondo con el fin de determinar las limitantes en espesor de material dieléctrico, separación entre electrodos, número de electrodos, distribución geométrica, altura de electrodos, etc., antes de poder aplicar en forma práctica los efectos físicos estudiados en este apartado.

APÉNDICE II

ARTÍCULOS PUBLICADOS

1. A. Guadarrama-Santana and A. García Valenzuela, "Obtaining the dielectric constant of solids from capacitance measurements with a pointer electrode", *Review of Scientific Instruments*, 80, 106101 (2009).
2. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzulela, "Non-destructive measurement of the dielectric constant of solids samples", *Revista Mexicana de Física*, (aceptado en diciembre del 2009).
3. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzulela, "On the measurement of dielectric constant of coatings with capacitance sensors", *Key Engineering Materials (KEM)*, 381-382 (2008) 533-536.

Obtaining the dielectric constant of solids from capacitance measurements with a pointer electrode

A. Guadarrama-Santana^{a)} and A. García-Valenzuela^{b)}

Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, Universidad Nacional Autónoma de México, Apartado Postal 70-186, 04510 México Distrito Federal, Mexico

(Received 7 August 2009; accepted 8 September 2009; published online 9 October 2009)

We analyze the determination of the dielectric constant of macroscopic solid samples in a nondestructive way from measurements of the capacitance between a pointer electrode and the sample's surface. We assembled an experimental device and found that an accuracy of 1% or better can be attained with common laboratory instrumentation. © 2009 American Institute of Physics. [doi:10.1063/1.3239406]

Procedures to measure the dielectric constants of solids at low frequencies were established some time ago.^{1,2} These procedures impose restrictions on the size and shape of the sample. In many scientific and industrial measurements it would be very convenient to have a simple methodology to determine the dielectric constant of a solid sample regardless of its shape and size and with minimum or no sample preparation. For instance, let us assume a small electrode is brought into soft contact with the surface of a dielectric material of much larger dimensions. If the electrode is moved away from the surface, the capacitance of the system will vary reaching asymptotically a constant value (its value at infinity). The change in capacitance will depend on the dielectric constant of the material and on the shape of the electrode. It will not depend on the shape or dimensions of the sample. Here we are interested in ways of determining the dielectric constant of macroscopic solid objects with dimensions in the millimeter scale in a nondestructive way. In practice, we cannot move around an electrode much smaller than one millimeter (e.g., in the micrometer scale) without some additional structure. The electrode has to be connected somehow to a mechanical stage and some electronics. We may use a pointer electrode and consider its apex as the small electrode needed.

The capacitance of a pointer or tip electrode has been studied in the context of capacitance microscopy.^{3–11} A few simple models for the capacitance of a tip electrode in close proximity to a sample's surface have been reported.^{4,6,11} Also, in Ref. 8, a simple technique to measure small capacitance variations, orders of magnitude smaller than the total capacitance, was introduced. The capacitance of a tip electrode in close proximity to a thin dielectric film on a conducting substrate scale was studied in Refs. 4 and 9–12. In the latter works, the thickness of the films was small compared to the tip's apex radius. However, the problem of interest here, of probing a homogeneous macroscopic object, large compared to the electrodes apex dimension and basically with no restrictions on the object's shape, has not been addressed.

Let us consider a pointer electrode above a dielectric half-space. We can divide the total capacitance of the system C in a contribution from the apex of the pointer C_{apex} and a contribution from the rest of the electrode, mechanical system and the electronics, C_{stray} . That is, $C = C_{\text{apex}} + C_{\text{stray}}$. We can infer C_{apex} from several measurements of C .^{10,11} Thus the apex of the pointer electrode could be thought as a small electrode suitable for measuring the dielectric constant of macroscopic samples. Notice, however, that the models proposed in Refs. 10–12 for the apex capacitance are restricted to thin films and small sample-apex separation and is not suitable for the present problem. In particular, these models predict a value of zero for infinitely thick films and also predict an asymptotic value of zero when the apex moves away from the surface of a thin film. Instead, here we may use a model for the apex capacitance of an isolated sphere as proposed in Ref. 4. Such a model should be accurate at separation distances smaller than the radius of the apex but it can also give as a reasonable estimate of the asymptotic value at infinity.

The spherical electrode model may be readily calculated using the method of images.⁴ Here we should only consider multiple reflections of the image charges between the electrode and the dielectric's surface. For a sphere of radius a at a distance s above a dielectric surface (see Fig. 1), we get

$$C_s(s, k) = 4\pi\epsilon_0 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2(a+s) - x_{j-1}} \right\}, \quad (1)$$

where $x_0 = 0$, $x_n = a^2/[2(a+s) - x_{n-1}]$ for $n \geq 1$, $\Gamma = (k-1)/(k+1)$, and $k = \epsilon/\epsilon_0$ is the dielectric constant, where ϵ and ϵ_0 are the electric permittivity of the sample and of vacuum, respectively. The asymptotic value as $s \rightarrow \infty$ is $4\pi\epsilon_0 a$.

Let us define the difference capacitance $\Delta C_s(s, k) \equiv C_s(s, k) - C_s(0, k)$. This is a function of s and k and is always zero when the electrode is in contact with the surface. In Fig. 2 we plot $\Delta C_s(s, k)$ versus s and k for different values of k and s for a sphere radius of $a = 20 \mu\text{m}$. These plots scale with a . By this we mean that if a is increased by a factor p , then the capacitance difference, at a distance p times s , is p times larger.

From Fig. 2 we can see that for a sphere of radius $a = 20 \mu\text{m}$, $\Delta C_s(s, k)$ is already close to its asymptotic value at

^{a)}Electronic mail: asur.guadarrama@ccadet.unam.mx.

^{b)}Electronic mail: augusto.garcia@ccadet.unam.mx.

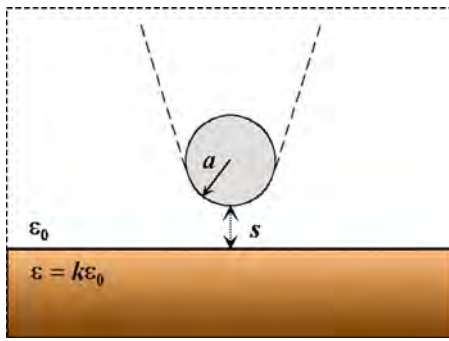


FIG. 1. (Color online) Sphere electrode of radius a above a dielectric half-space. The distance between the bottom of the sphere and the interface is denoted by s . The pointer electrode is formed by the lower half of the sphere and the dashed lines.

$s=40 \mu\text{m}$ for values of k in the range from 1 to 4.

Also, in Fig. 2(b) it can be appreciated that as the value of s increases, the curve of ΔC_s versus k becomes insensitive to variations in s .

Of course, the apex region in a pointer is not actually a complete sphere and may not have a constant radius of curvature. In any case, for achieving any degree of accuracy for dielectric constant measurements we will have to calibrate the electrode.

The method to extract C_{apex} from $C = C_{\text{apex}} + C_{\text{stray}}$ we use here was first described in Refs. 10 and 11. Basically, we can generally assume that C_{stray} will be a slowly varying function

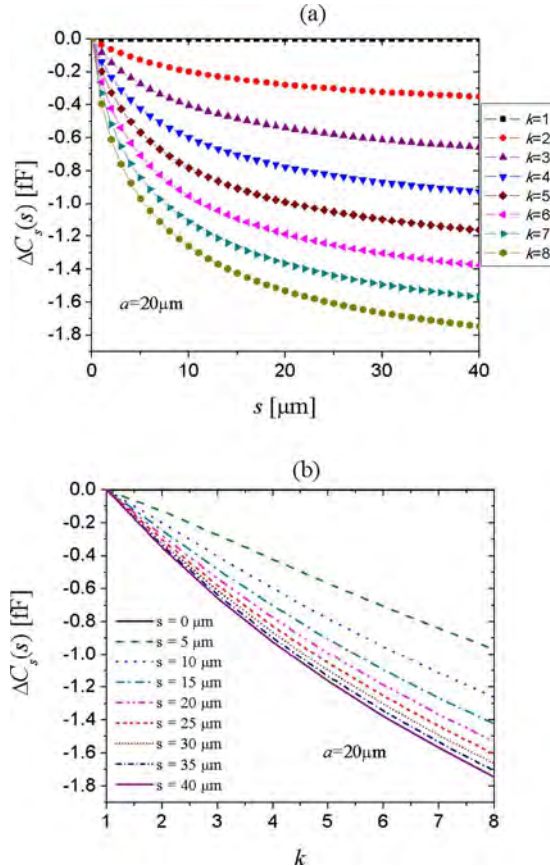


FIG. 2. (Color online) (a) Graphs of $\Delta C_s(s, k)$ vs s for different values of k . (b) Graphs of $\Delta C_s(s, k)$ vs k at different values of s . The graphs were calculated with Eq. (1) for a spherical electrode of radius $a=20 \mu\text{m}$.

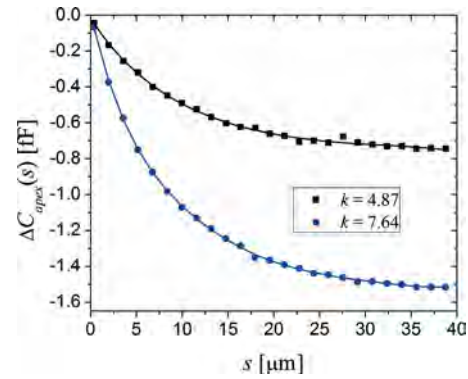


FIG. 3. (Color online) ΔC_{apex} vs s data and fitted curves with fifth and seventh order polynomials.

of s whereas C_{apex} will be a rapidly varying function of s near the interface. For instance, as seen in Fig. 2 the capacitance of a sphere nearly reaches its asymptotic value at infinity when s is about $2a$. Since in this scale C_{stray} will be a slowly varying function of s , we may assume it is a linear function of s . Then, the difference capacitance will be given as $\Delta C(s, k) \approx \Delta C_{\text{apex}}(s, k) + \beta(k)s$. Thus, if we measure a curve of $\Delta C(s, k)$ for increasing s until the curve has a linear dependence on further increments in s , we may determine the value of $\beta(k)$, subtract $\beta(k)s$ from $\Delta C(s, k)$ and obtain $\Delta C_{\text{apex}}(s, k)$.

We assembled an experimental device with a 3-mm-long metallic needle attached to a flexible cantilever 4 mm in length. The pointer's apex was observed under the microscope and an apparent radius in the range of 20–40 μm was estimated. The cantilever with the tip was kept at a fixed height above a metallic sample holder mounted on a New Focus 8095 x, y, z nanometric mechanical stage (positioner) with approximately 16 nm displacement per motor pulse. The sample was placed on top of the sample holder and displaced upward at 16 nm steps until the sample's surface made contact with the tip's apex (sensed optically). The whole system wiring was shielded and grounded before applying the voltage signal between the tip and metallic sample holder. The total capacitance of the experimental setup was around 0.2 pF at 10 kHz (measured with a SR715 Stanford Research LCR meter). To measure capacitance variations we used a lock-in amplifier (SR850) and a current cancellation circuit as originally reported by Lee *et al.* in Ref. 8. The current cancellation circuit is used to subtract the average value of the stray capacitance.

Two different samples of known dielectric constant are needed to calibrate the system. We used a 1-mm-thick slab of soda-lime glass and a piece of a printed circuit board (PCB) sheet which is a hard dielectric material. To determine their relative permittivity, we formed a parallel plate capacitor with each of them by depositing thin metallic films on both sides of each material slab. We obtained $k=7.64$ for the glass, and $k=4.87$ for the PCB sample.

The data for $\Delta C_{\text{apex}}(s)$ for the calibration samples are plotted in Fig. 3. In both cases displacing the pointer from contact to about 40 μm was enough to reach the linear region and subtract the stray capacitance. We also plot in Fig. 3 a fitted polynomial to each set of data (fifth and seventh order for $k=4.87$ and $k=7.64$, respectively). An additional

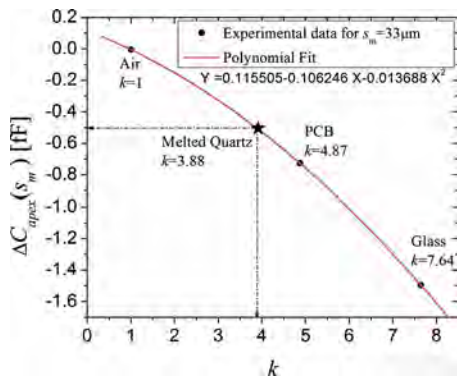


FIG. 4. (Color online) Calibration curve $\Delta C(s_m)$ vs k for $s_m = 33 \mu\text{m}$.

calibration point is always given by air ($k=1$), which should give $\Delta C_{\text{apex}}=0$. We experimentally verified this in our system.

Now, to obtain what we may call a calibration curve for future measurements of the dielectric constant, we may fit a second order polynomial to the values of ΔC_{apex} of the two calibrations samples ($k=4.87$ and $k=7.64$) and for air ($k=1$) at some specific separation distance $s=s_m$. Once we have the calibration curve, we can place a sample on the metallic holder of the system and measure ΔC_{apex} at $s=s_m$ to obtain the dielectric constant. Here we chose $s_m=33 \mu\text{m}$. The curve is shown in Fig. 4.

We measured $\Delta C(s)$ for a quartz slab (about 1.7-mm-thick) from $s=0$ to $s=40 \mu\text{m}$ and determined a value of ΔC_{apex} of -0.502 fF at $s=33 \mu\text{m}$. From the calibration curve (see Fig. 4) above we obtain a value of 3.88 for the dielectric constant of fused quartz, which is close to the value reported by the manufacturer of 3.75. The measurement was repeated a few times and found deviations of less than 1%.

From Figs. 2 and 3 we can observe that the curves predicted by the sphere model and the experimental curves for ΔC_{apex} are alike. The shape and order of magnitude of the scales coincide remarkably well. This shows that the spherical model for the apex capacitance of a pointer electrode is adequate for design purposes (not for measurement). By trying to match the model to the experimental data for small values of s , we estimate an effective radius of curvature at the apex of the tip somewhat smaller than $20 \mu\text{m}$. In practice one will always need to calibrate the electrode for accurate measurement of the dielectric constant. Only two calibrations samples are needed. We achieved a repeatability of about 1% with our experimental device. If we assume that the minimum capacitance variation we could measure is 1 aF, from our results here, we estimate that the minimum radius of the pointer's apex for the present methodology would be about $1 \mu\text{m}$.

We are thankful to Dirección General de Asuntos del Personal Académico and Dirección General de Estudios de Posgrado from Universidad Nacional Autónoma de México for financial support during the realization of this work.

- ¹C. Cooke and J. E. Ford, *J. Phys. E* **14**, 1285 (1981).
- ²R.-j. Zhang, S.-g. Dai, and P.-a. Mu, *Meas. Sci. Technol.* **8**, 1028 (1997).
- ³C. C. Williams, W. P. Hough, and S. A. Rishton, *Appl. Phys. Lett.* **55**, 203 (1989).
- ⁴K. Goto and K. Hane, *J. Appl. Phys.* **84**, 4043 (1998).
- ⁵Š. Lányi, *Surf. Interface Anal.* **27**, 348 (1999).
- ⁶S. Gómez-Moñivas, J. J. Sáenz, R. Carminati, and J. J. Greffet, *Appl. Phys. Lett.* **76**, 2955 (2000).
- ⁷K. Kobayashi, H. Yamada, and K. Matsushige, *Appl. Phys. Lett.* **81**, 2629 (2002).
- ⁸D. T. Lee, J. P. Pelz, and B. Bhushan, *Rev. Sci. Instrum.* **73**, 3525 (2002).
- ⁹D. T. Lee, J. P. Pelz, and B. Bhushan, *Nanotechnology* **17**, 1484 (2006).
- ¹⁰I. Casuso, L. Fumagalli, E. Padrós, and G. Gomila, *Appl. Phys. Lett.* **91**, 063111 (2007).
- ¹¹L. Fumagalli, G. Ferrari, M. Sampietro, and G. Gomila, *Appl. Phys. Lett.* **91**, 243110 (2007).
- ¹²G. Gomila, J. Toret, and L. Fumagalli, *J. Appl. Phys.* **104**, 024315 (2008).

Non-destructive measurement of the dielectric constant of solid samples

A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzuela

*Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, Universidad Nacional Autónoma de México,
Apartado Postal 70-186 México D.F., 04510, México,*

e-mail: asur.guadarrama@ccadet.unam.mx; agosto.garcia@ccadet.unam.mx

Recibido el 18 de septiembre de 2009; aceptado el 1 de diciembre de 2009

We discuss and analyze a practical methodology for the determination of the dielectric constant of a macroscopic solid sample in a non-destructive way. The technique consists in measuring the capacitance between a pointer electrode and the dielectric surface as a function of the separation distance in a scale comparable to the radius of curvature of the tip's apex. The changes in capacitance that must be measured will commonly be in the atto-farad scale and require specialized instrumentation which we also describe here. The technique requires two calibration standards and the sample needs to have a portion of its surface flat and some minimum dimensions, but otherwise it can have an arbitrary shape. We used a simple model based on the method of images to explain the methodology and present experimental results with the proposed methodology.

Keywords: Capacitance measurements; dielectric constant; pointer electrode; materials characterization.

Se describe una metodología práctica para determinar la constante dieléctrica de una muestra sólida de una manera no destructiva. La técnica consiste en la medición de la capacitancia entre un apuntador y la superficie dieléctrica como función de la distancia de separación en una escala comparable al radio de curvatura de la punta. Los cambios en la capacitancia que se deben medir estarán normalmente en la escala de los ato-faradios y requieren de instrumentación especializada la cual también se describe aquí. La técnica requiere de dos patrones de calibración y la muestra necesita tener una porción plana en su superficie y con algunas dimensiones mínimas, pero fuera de eso puede tener una forma arbitraria. Utilizamos un modelo sencillo basado en el método de las imágenes para explicar la metodología y presentamos resultados experimentales con la metodología propuesta.

Descriptores: Mediciones capacitivas; constante dieléctrica; apuntador; caracterización de materiales.

PACS: 72.20.-I; 77.22.-d; 77.22.ch; 77.22.Ej; 77.22.Gm

1. Introduction

Capacitive measurements are commonly used to obtain the dielectric constant at low frequencies of liquids and solid films [1,2,3,4]. When determining the dielectric constant of solid samples by capacitance techniques, a sample with a specific shape and dimensions must be prepared. For instance, one may need to form a parallel plate capacitor with the sample for measurement [5]. In this respect capacitance techniques used with solid samples are destructive, since the sample must be cut and processed before measurement. The capacitive electrode geometry is very important because the capacitive value is directly in function of it. A few recent publications in this area have shown that capacitive measurements using spherical electrodes are more accurate [6]. However, the smaller the electrode's dimensions, the smaller the capacitance value one has to measure. It has been published that a thin tip electrode in close proximity to a surface can be used instead of a spherical electrode [2,7]. On the other hand, several groups have shown recently that it is possible to obtain capacitive measurement values in the order of atto-Farads with modern instrumentation. Nowadays, the surface capacitive image of thin film semiconductors is one application of interest where atto-Farad measurements are reported by several groups [8-11]. Also, in a recent publication we analyzed the capacitance of a spherical-electrode in contact with a dielectric-coating of finite thickness and found that the capacitance value is independent of the sample thickness

when the tip's radius is several times smaller than the sample's thickness [12].

In this work we show that it is possible to obtain the dielectric constant of a macroscopic solid sample in a non-destructive way and without knowing its precise dimensions by means of a metallic tip used as a capacitive electrode. Basically, the hypothesis of the methodology proposed here is that when using a pointer electrode with a sufficiently small radius at its apex in close proximity to the sample's surface, one can extract a contribution to the capacitance which is insensitive to the sample's dimensions but sensitive to the local relative permittivity of the dielectric sample. After a proper calibration procedure one can accurately measure the dielectric constant of solid samples with sufficiently large dimensions. The proposed methodology is non-destructive in the sense that it does not impose conditions on the general shape of the sample nor on the second capacitive electrode required to establish a potential difference.

The methodology proposed in this paper for extracting the tip's apex capacitance closely follows the one reported in Ref 2, developed for measuring the dielectric constant of very thin films. However, here we are interested in macroscopic solid samples with dimensions in the millimeter range and larger, so the model required here is different from that in Ref. 2. In the present methodology the apex capacitance variations are due to the electrical interaction between the tip's apex and the dielectric interface only, while the contri-

bution from the tip’s apex capacitance variations due to the interaction of the apex with the substrate are negligible. In fact, the capacitance variations measured here are neglected in the model used in Ref. 2. A calibration procedure for quantitative measurements of the dielectric constant is discussed in detail. Although, the capacitance variations that must be measured in the present application are in the attofarad range, as in capacitance microscopy and relate techniques, the requirements on the mechanical stage to handle the tip’s position are less demanding. We estimate the minimum ratio between the tip’s apex radius and the sample’s thickness to achieve a reasonable accuracy on determining the dielectric constant with the proposed methodology. On the other hand, the minimum apex radius will be determined by the minimum capacitance variation we can measure.

In Sec. 2 of this paper we describe the basic principles and assumptions of the proposed methodology. In Sec. 3 the measurement methodology and the experimental setup used in this work are described.

2. Principles of the proposed methodology

2.1. Basic principle

The basic idea behind the proposed methodology is relatively simple. Consider a flat interface between a medium of electric permittivity ϵ_x and a medium of electric permittivity ϵ_y . Suppose we place a conducting sphere of radius a in the first medium near the interface with the second medium. Using the method of images, it is not difficult to show that the capacitance is given by

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

where s is the distance separating the sphere from the interface, $x = 0$,

$$x_n = \frac{a^2}{2(a+s) - x_{n-1}}, \quad \text{and} \quad \Gamma = \left(\frac{\epsilon_2 - \epsilon_1}{\epsilon_1 + \epsilon_2} \right).$$

Notice that when $i = 0$ in Eq. (1) we get 1 inside the curly brackets and thus the first term of the sum is $4\pi\epsilon_1 a$. Thus the capacitance of this ideal system is a function of the dielectric constants k_1 and k_2 of both media ($k_1 = \epsilon_1/\epsilon_0$ and $k_2 = \epsilon_2/\epsilon_0$, where ϵ_0 is the electric permittivity of vacuum) and of the radius of the spherical electrode, a . Clearly, if we know k_1 and a we may determine the dielectric constant k_2 from a measurement of the system’s capacitance at a known separation distance s . Due to random experimental errors in any measurement, it will be more accurate to retrieve the value of k_2 from a measured curve of the capacitance as a function of the distance s . In practice, due to parasitic capacitances in any real measurement, it will be necessary to measure capacitance differences. For instance, one could measure the difference in capacitance for two different values of s . In practice it will be convenient to choose one of the values of s to be zero.

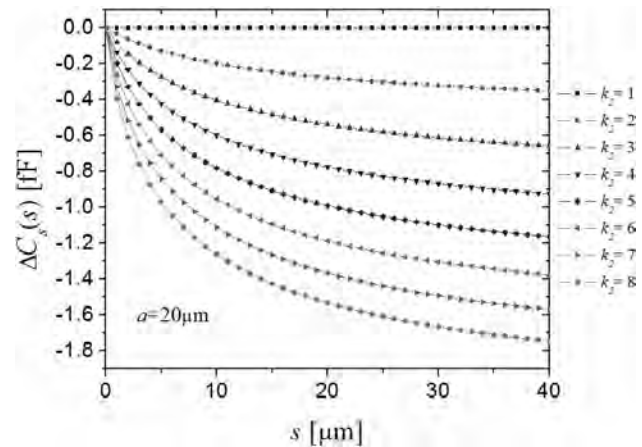


FIGURE 1. $\Delta C_s(s)$ curves for a sphere of radius $a = 20 \mu\text{m}$ and different values of the sample’s dielectric constant from $k_2 = 1$ to $k_2 = 8$. The curves were calculated with Eq. (1).

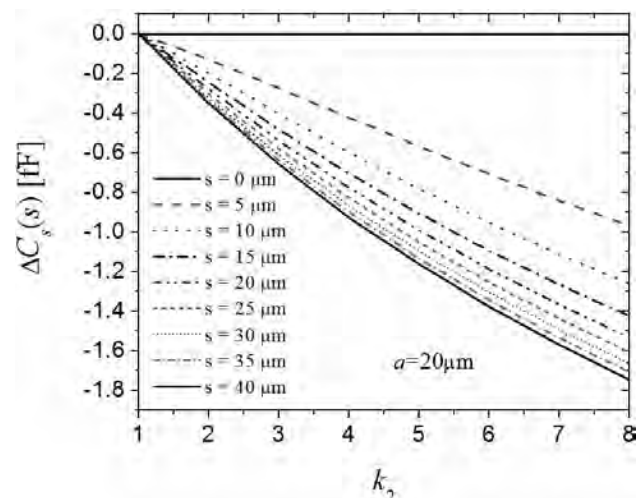


FIGURE 2. ΔC_s versus k_2 curves for a sphere of radius $a = 20 \mu\text{m}$ at different values of the separation distance s . The curves were obtained with Eq. (1).

In Fig. 1 we use Eq. (1) to plot $\Delta C_s(s) \equiv C_s(s) - C_s(0)$ versus s for a spherical electrode of $20 \mu\text{m}$ radius in air ($k_1 = 1$) for several values of k_2 . In Fig. 2 we plot $\Delta C_s(s)$ for specific values of s as a function of k_2 for the same conducting sphere. The graphs in Figs. 1 and 2 suggest that using a $20 \mu\text{m}$ spherical electrode and mechanical stage with micrometer resolution, it is possible to determine k_2 from the measurement of $\Delta C_s(s)$ in a scale of femto- to atto-farads.

In practice, however, the sample will not have infinite dimensions. To estimate when the dimensions of the sample are not large enough, let us consider the case of a dielectric film of finite thickness, d , as shown in Fig. 3. In this case, we may readily find a first correction to Eq. (1) using the method of images. Basically, we sum the first image charges on the conducting substrate arising from the image charges formed between the spherical electrode and the dielectric interface.

An exact solution to this problem would require one to continue this process and keep adding image charges of the image charges back and forth between the spherical electrode, the dielectric interface and the conducting substrate. However, here we only need an indication that the sample may not be considered of infinite dimension and thus we keep only the first set of image charges on the conducting substrate. In this case we get

$$C_f(s) = C_s(s) + 4\pi\epsilon_1 a \times \sum_{i=1}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{aM}{2(a+d+s) - y_{j-1}} \right\}, \quad (2)$$

where $y_0 = 0$, and

$$y_n = \frac{a^2}{2(a+d+s) - y_{n-1}} \quad \text{and}$$

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

Notice that the sum in Eq. (2) starts for $i=1$, and thus the first term of the sum is $4\pi\epsilon_1 a^2 M / 2(a+d+s)$. Clearly, if $d \gg a$, then we have that $C_f(s) \rightarrow C_s(s)$. When the second term in Eq. (2) is not negligible, we may already suspect that the approximation of an infinite sample will not hold and the proposed methodology will incur in errors.

2.2. Obtaining the dielectric constant with a practical system

In practice we will not have an infinite surface nor an isolated sphere as an electrode. Instead, we will have a sample of finite dimensions and we could use a conducting pointer electrode attached to a cantilever in close proximity to the sample's surface as shown in Fig. 4. We will also have to use a second electrode beneath the sample to establish a potential difference between the conducting tip and the surface of the dielectric sample. The second electrode may be in simple contact with the sample. Of course, the capacitance of the system will be a complicated function of geometry of the electrodes, cantilever and sample. It will also have a parasitic

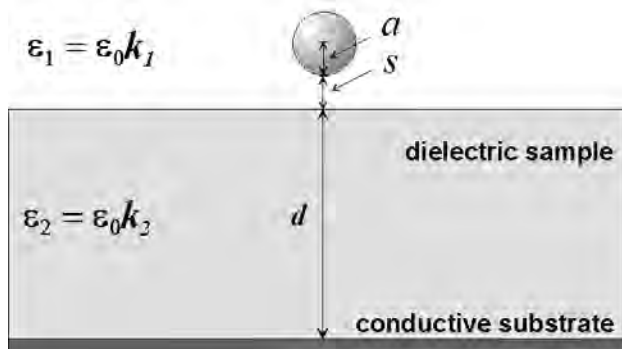


FIGURE 3. A spherical electrode on a dielectric film forming a capacitive system.

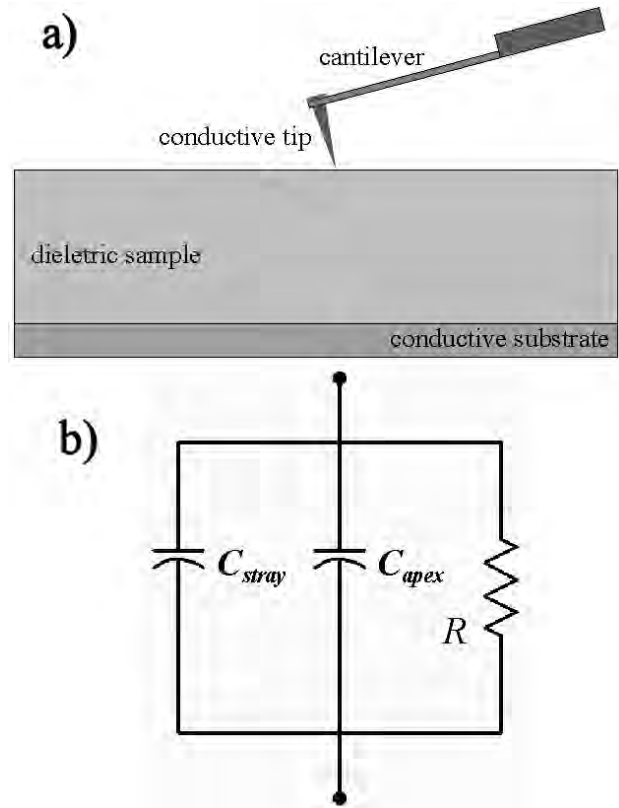


FIGURE 4. (a) Capacitive system with tip and cantilever used in practical measurements. (b) Equivalent RC circuit where C_{stray} represents the total stray capacitance produced by the tip cone, cantilever, chip, mechanical mounting and wiring and C_{apex} represents the apex-dielectric sample-substrate capacitance of interest and R is a finite resistance associated to the dielectric sample.

contribution from the electronics used. In general we can assume that the pointer will be in air and we may take, $k_1 = 1$, that is $\epsilon_1 = \epsilon_0$.

Nevertheless, if the radius at the apex of the pointer electrode is small compared to the dimensions of the sample and of the cantilever, we may separate the whole capacitance of the system in two: a contribution from the apex-surface region plus a contribution from the rest of the electrode, cantilever and electronics. Let us denote the contribution to the capacitance from the apex as C_{apex} and that due to the rest of the system as C_{stray} . Both C_{apex} and C_{stray} are functions of the tip-surface separation, s . Then we may write, $C(s) = C_{apex}(s) + C_{stray}(s)$. For $s \ll a$, where a is the apex's radius of curvature, $C_{stray}(s)$ will be a slowly varying function of s whereas $C_{apex}(s)$ will be a rapidly varying function. To some approximation, $C_{apex}(s)$ can be modeled as the capacitance of the isolated-sphere and infinite-surface given in Eq. (1). Since $C_{stray}(s)$ will be a slowly varying function of s , we may expand $C_{stray}(s)$ about $s = 0$ in a Taylor series and keep only the first two terms, that is, $C_{stray}(s) = C_{stray}(0) + \beta(k_2)s$, where $\beta(k_2) = [\partial C_{stray} / \partial s]_{s=0}$.

Experimentally, it is necessary to measure the capacitance change from a reference point. In practice, a convenient reference point is when the tip is in contact with the surface, that is, at $s = 0$. Then, let us define the “capacitance difference from contact” $\Delta C(s)$ as, $\Delta C(s) = C(s) - C(0)$. If the stray capacitance behaves linearly for not too large values of s , we have

$$\Delta C(s) = \Delta C_{apex}(s) + \beta(k_2)s, \quad (3)$$

where $\Delta C_{apex}(s) = C_{apex}(s) - C_{apex}(0)$. Now, Eq. (1) shows that $C_{apex}(s)$ tends rapidly to a constant value soon after s becomes larger than a . This means that in Eq. (3), $\Delta C(s)$ will tend to a linear function rapidly as s approaches the value of a and surpasses it.

Then we should measure $\Delta C(s)$ versus s from $s = 0$ until linear dependence with s is reached. We obtain the value of $\beta(k_2)$ and subtract the stray capacitance from Eq. (3) and obtain $\Delta C_{apex}(s)$ [2,7]. The function $\Delta C_{apex}(s)$ will depend on the dielectric constant of the sample, k_2 , and the apex’s dimensions only. In practice we may calibrate the system by obtaining $\Delta C_{apex}(s)$ for a few samples of known dielectric. Then we may define a convenient value of $s = s_m$ and adjust a curve $\Delta C_{apex}(s_m; k_2)$ that passes through the calibration points. If this curve is found to be smooth up to the maximum value of interest of k_2 , then two or three calibration points may suffice. To obtain the dielectric constant of a given sample in later measurements, we must measure ΔC_{apex} at $s = s_m$ and from the calibration curve we may retrieve the dielectric constant of the sample. In the rest of this paper we describe our experimental work showing the feasibility of the methodology.

3. Experimental work

3.1. Experimental considerations

When an ac voltage, $V_{ac}(\omega) = V_0 \exp(j\omega t)$, is applied between the tip and the substrate electrode, an ac current, $I_{ac}(\omega) = I_0 \exp(j\omega t)$, is established through the system. The capacitive system can be represented as an RC circuit in which a finite resistance R is in parallel with the capacitance of the tip’s apex with the sample’s surface, C_{apex} . As already mentioned, the tip is attached to a cantilever so that the tip’s cone, the cantilever, the whole mechanical structure and the wiring produce a stray capacitance C_{stray} also in parallel with the RC circuit as indicated in Fig. 4b.

An admittance analysis shows that

$$I_0 = (1/R + j\omega C_{apex} + j\omega C_{stray})V_0.$$

Thus the established current is out of phase with respect to the applied voltage and its imaginary part (*i.e.* the component 180° out of phase) is proportional to the capacitance of the system. We may then refer to the stray current $I_{stray} = j\omega C_{stray}V_0$, and the apex current, $I_{apex} = j\omega C_{apex}V_0$, both purely imaginary. Therefore, in

practice we can measure the capacitance by applying a voltage of constant amplitude at a fixed frequency and measuring the imaginary part of the current with a lock-in amplifier. The stray capacitance C_{stray} is typically orders of magnitude larger than C_{apex} and since any amplifier will have a finite dynamic range, it is necessary to subtract most of the current arising from the stray capacitance. Otherwise it would not be possible to resolve the small variations of C_{apex} . A technique to accomplish this was proposed and demonstrated by Lee, Pelz and Bhushan [10]. In order to reduce the stray current, the same voltage $V_{ac}(\omega)$ but shifted 180° in phase must be applied to a calibration capacitor with a capacitance C_{cal} close to C_{stray} at a reference position of the tip sample’s separation distance. The displacement current going through the calibration capacitor, $-I_{cal}$, and the current I_0 arrive at a common node and these two currents are added. The difference $I_0 - I_{cal} \equiv \Delta I$ must be in the order of magnitude of I_{apex} . After this node the contributions to the imaginary part of the current is the “apex” current, $I_{apex} = j\omega C_{apex}V_0$ plus the small difference current between the stray and calibration currents ΔI . The total current entering the Lock-in amplifier is $I_{Lock-in} = I_{dis} + I_{apex} + \Delta I$, where $I_{dis} = V_0/R$ is the dissipative current (real), as depicted in Fig. 5.

The capacitance value $\Delta C = C_{apex} + (C_{stray} - C_{cal})$ at a given separation distances is calculated with the following expression:

$$\Delta C = \frac{Im [I_{lock-in}(\omega)]}{\omega V_{ac}(\omega)}, \quad (4)$$

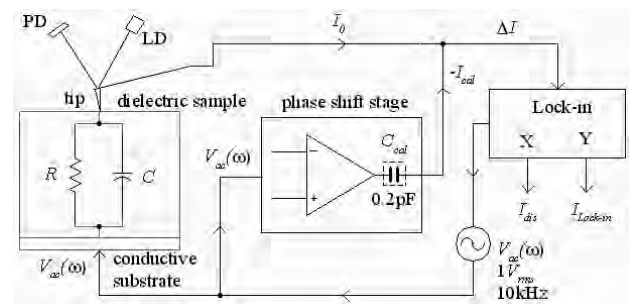


FIGURE 5. Block diagram of the capacitive measurement system in which the total current flow is shown. As can be seen, the current passes through the dielectric sample, tip, phase shift stage and finally to the lock-in amplification stage where the real and imaginary parts of the current are obtained.

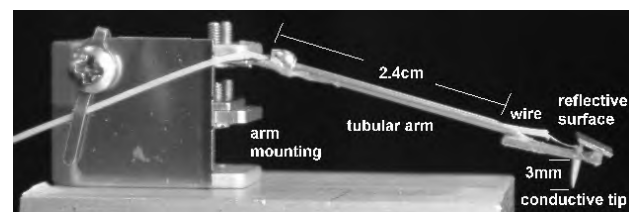


FIGURE 6. Complete tip and cantilever mounting with reflective surface on tip upper side, 3mm conductive tip and signal wire with tubular arm (guard).

where $I_{lock-in}(\omega)$ is the difference in currents at s and at $s = 0$, and $Im(\cdot)$ denotes the imaginary part. A fine-control of the current cancellation loop should be included so that $I_{apex} + \Delta I$ can be adjusted to zero at the reference separation distance $s = 0$.

3.2. Experimental setup

A 3 mm metallic tip was attached to a flexible cantilever 4 mm in length as shown in Fig. 4. The exact shape of the tip's apex could not be clearly observed under the microscope but an effective radius in the range of 20-40 μm was estimated. A reflective surface was mounted on the upper side of the cantilever in which a laser beam was reflected to a quadrant photo-detector in order to sense the tip tilt position, as it is shown in Fig. 6.

The cantilever with the tip was kept at a fixed height above a metallic sample holder mounted on a New Focus 8095 x, y, z mechanical-stage (positioner) with 16nm displacement per motor pulse approximately. The sample was placed on top of the sample holder and displaced upwards at 16 nm steps until the sample's surface made contact with the tip's apex. As soon as the tip makes contact with the dielectric sample's surface, the tip pushes the cantilever upwards and the reflected laser beam position on the quadrant photo-detector generates a signal indicating to stop the sample's displacement. The experimental setup is shown in Fig. 7.

Figure 7a shows the complete tip-sample mounting and Fig. 7b shows the laser beam and quadrant detector mounted to sense contact with the sample's surface. The whole system wiring was shielded and grounded before applying the voltage signal between the tip and metallic sample holder. The total capacitance of the experimental setup was around 0.2 pF. The total capacitance includes stray and apex-sample capacitances which were measured with a SR715 Stanford Research LCR meter with a 10 KHz frequency and 1 V_{rms} . We assembled a current cancellation circuit on a PCB (Printed Circuit Board) similar to that reported in Ref. [10]. The circuit consists of amplitude and phase shift stages. The ac voltage was compensated in amplitude and was 180° phase shifted. This voltage was applied to a calibration capacitor that was designed on the PCB.

Theoretically, the value of the calibration capacitor must be equal to the total capacitance of the experimental setup at some reference point. As already mentioned, the reference point is taken at $s = 0$, that is, when the tip is in contact with the sample's surface. The calibration capacitor was designed as a strip capacitor and was integrated in the PCB with the cancellation-current circuit as described in the Appendix. Once fabricated, the capacitance of the calibration capacitor was measured with the LCR meter and found to be $C_m = 0.205$ pF, close enough to the total capacitance of 0.2 pF. Since the calibration capacitor is fixed, to obtain a null current at the reference point $s = 0$ we adjusted as needed the amplitude and phase shift on the current passing through the calibration.

The methodology for measuring capacitance versus separation curves was the following. First, the dielectric sample was elevated until the tip's apex made "soft" contact with the dielectric sample upper surface. The current was then adjusted with the variable amplitude control to reach a sufficiently small value (typically ± 1 pico-ampere). The separation distance s was increased at fixed steps and the imaginary component of the current was registered with the Lock-in amplifier. Then $\Delta C(s)$ was calculated with Eq. (4) at each step of s . Later, the value of $\Delta C(0)$ was subtracted from all subsequent measurements of $\Delta C(s)$ and the curve of ΔC versus s was plotted. Also, a small offset on the experimental scale of the separation s (smaller than one step) had to be subtracted to obtain a smooth and reproducible curve. The reason for this offset is that when the tip was brought into contact we could push the tip upwards, deflecting the cantilever a fraction of the last step. On the other hand, the mechanical stage presented a variable backlash depending on the size of the step chosen. In any case this offset was determined from the first few experimental points on a curve and subtracted.

3.3. Measurements

To calibrate our experimental setup we need three calibration points. Two of them may be obtained with two slabs of different materials of known relative permittivity, and an additional point may be obtained with air. (In this case one simply includes no sample in our setup.) The two calibration materials were chosen to be glass slab of the soda-lime type and a piece of PCB of the FR-4 type (according to the manufacturer) which is a hard dielectric material. To determine their relative permittivity, we deposited thin metallic films (by sputtering) on both sides of two calibration samples, forming a parallel plate capacitor with each of them. We measured the capacitance with the LCR meter and inverted the relative permittivity from the parallel-plate capacitor formula. We obtained a relative permittivity of 7.64 for the glass and of 4.87 for the FR-4 sample. Both slabs had a rectangular shape, 2 cm \times 2.5 cm. Due to edge effects we estimated that the latter values may be off from the real ones by at most 2% and a more rigorous procedure to generate calibration samples may be needed. However, we will ignore this possible error since it would only introduce a systematic error in future measurements of the dielectric constant with our experimental system, and here we are interested only in evaluating the feasible precision of the proposed methodology.

Measurements of $\Delta C(s)$ from $s = 0$ to $s = 40$ μm at steps of 1.6 μm were performed for two calibration slabs and for air. In the case of air, the reference point $s = 0$, was taken at a height of 1 mm from the metallic substrate. All current data were averaged within a 10 second time period with a 64 Hz sample rate and a 100 ms time constant with a standard deviation of $\sigma = \pm 1$ pA approximately. The current noise was $I_n = 0.91$ pA/ $\sqrt{\text{Hz}}$ with a noise equivalent bandwidth of 1.2 Hz (100 ms, 12 dB/oct time constant), and

$1V_{rms}$. Thus, we had an equivalent capacitance input noise of $C_n=14.5 \text{ aF}/\sqrt{\text{Hz}}$.

The experimental curves are plotted in Fig. 8. As can be seen the graphs, the curves change faster for values of s up to about $10 \mu\text{m}$ and tend to a straight line for larger values of s . The tangent lines to the end portions of the curves are also plotted in Fig. 8. The capacitance change due to the tip's apex is obtained by subtracting the asymptotic straight lines from the measured $\Delta C(s)$ curves as discussed above. The data for $\Delta C_{apex}(s)$ for air, FR-4 and glass are plotted in

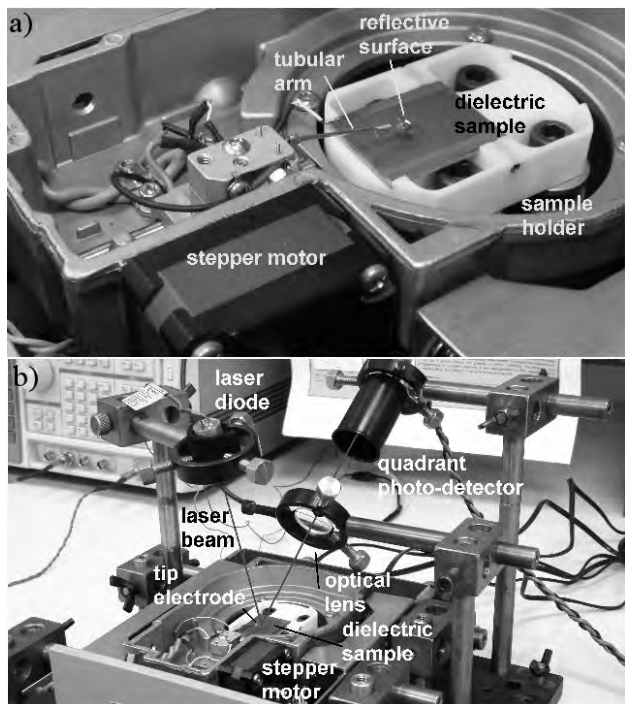


FIGURE 7. (a) Tip mounting, dielectric sample and sample holder over the nano-metric positioner. (b) Complete capacitive sensor mounting.

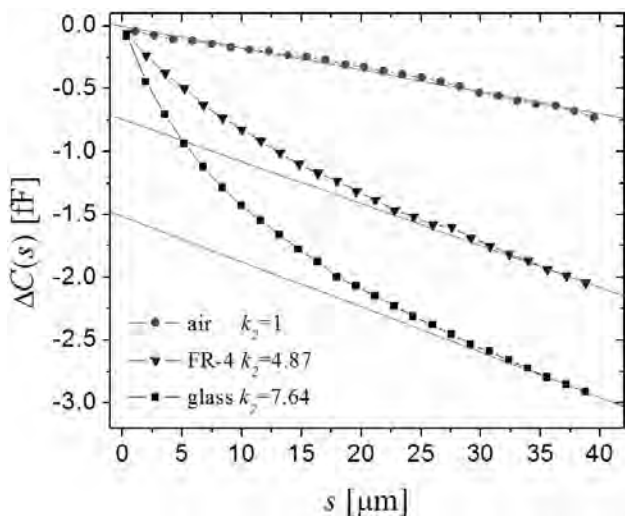


FIGURE 8. ΔC versus s experimental curves with offset correction and C_{stray} tangent lines.

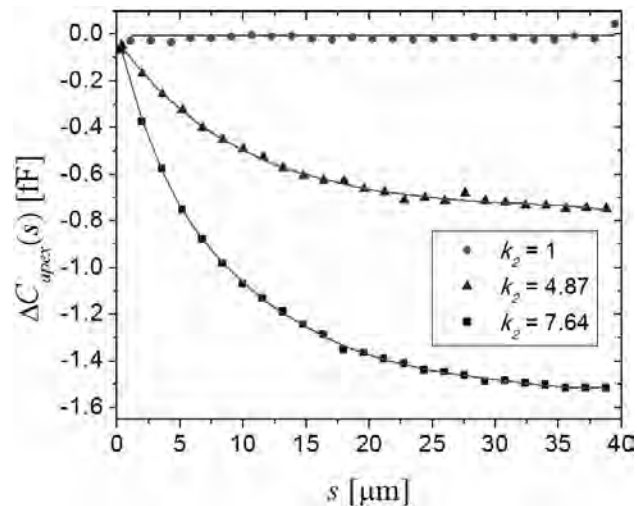


FIGURE 9. ΔC_{apex} versus s experimental fitted curves with linear, 5th and 7th orders for air, FR-4 and glass samples respectively with C_{stray} tangent lines subtracted.

Fig. 9. We also plot a fitted polynomial (linear, 5th and 7th order respectively) to each set of data. As can be seen in this figure, the three curves are well separated from each other.

Now, to obtain a calibration curve for future measurements of the dielectric constant of solid samples, we must choose a specific separation distance, s_m , and plot $\Delta C_{apex}(s_m)$ versus the relative permittivity k_2 . The specific value of s_m appears rather arbitrary. In Figs. 10a, 10b and 10c we plot $\Delta C_{apex}(s_m)$ versus k_2 for $s_m = 9 \mu\text{m}$, $17 \mu\text{m}$ and $33 \mu\text{m}$, respectively. In all cases a polynomial of second order fits the three calibration points very well. This shows that in our experimental setup we do not need more calibration points, and three is enough. In principle, with either of the three calibration curves we can measure the relative permittivity of a solid sample as long as this is near or smaller than that for the calibration glass.

Once we had the calibration curves for our setup, we continued to measure the relative permittivity of fused quartz. We measured $\Delta C(s)$ for a quartz slab about 1.7 mm thick for $s = 0$ to $s = 40 \mu\text{m}$ and using a 10 KHz signal. We subtracted the linear dependence as explained before and calculated $\Delta C_{apex}(s_m)$ for $s_m = 9 \mu\text{m}$, $17 \mu\text{m}$ and $33 \mu\text{m}$. These values are indicated in Figs. 10a, 10b and 10c, respectively. From the intersection point of the calibration curves with the corresponding value of $\Delta C_{apex}(s_m)$ we obtain a value for the relative permittivity of fused quartz at 10 KHz of 3.90 , 3.92 , and 3.88 for $s_m = 9$, 17 and $33 \mu\text{m}$, respectively. The difference between these values may be taken as a measure of the reproducibility error in determining the dielectric constant with our experimental setup. These values differ from each other by 1% or less, which is an acceptable error. We may also compare our measurements with the nominal value for the dielectric constant of 3.75 reported by the manufacturer of the quartz used. The difference is 5% . However the manufacturer does not specify the frequency at which the di-

electric constant is reported, which could explain the difference.

4. Discussion

We can observe that the curves for the sphere model given by Eq. (1) for a spherical and the experimental curves for ΔC_{apex} are alike. The shape and order of magnitude of the scales coincide and we may estimate an effective radius at the apex of the pointer electrode somewhat smaller than $20 \mu\text{m}$. Nevertheless, Eq. (1) cannot be fitted to all the data of ΔC_{apex} vs. s . On the one hand, the shape of the tip's apex may not be round with a constant radius of curvature. On the other hand, the spherical electrode model considers a complete sphere, whereas the apex of a conducting tip electrode may approximate a half-sphere. Therefore we should not expect Eq. (1) to fit all the experimental data well. However the sphere model does give us a clear indication as to the order of magnitude of the capacitance variations we need to measure.

As mentioned in Sec. 2, the shape of the sample may actually be arbitrary as long as it has a portion of its surface of sufficiently large dimensions flat and thick enough. The rest of the surface and volume of the sample, as well as the metallic sample-holder used as a second electrode, will contribute to stray capacitance, which is subtracted from the measurements.

The model of a uniform film of thickness d will not give us an accurate model for the stray capacitance. However, it can give us an estimation of the minimum dimensions of the flat area of the sample's surface and the minimum sample's thickness. In Fig. 11 we calculate the calibration curves $\Delta C(s_m)$ versus k_2 for $s_m = 15 \mu\text{m}$ and $a = 20 \mu\text{m}$ using Eq. (2) for dielectric films of decreasing thickness d . We can appreciate that the calibration curve remains nearly constant from $d = 1\text{mm}$ down to 0.1mm and it clearly moves away until $d = 0.05 \text{mm}$, that is $50 \mu\text{m}$. This result suggests that the dimensions of the sample must be only a few times larger than the sphere radius.

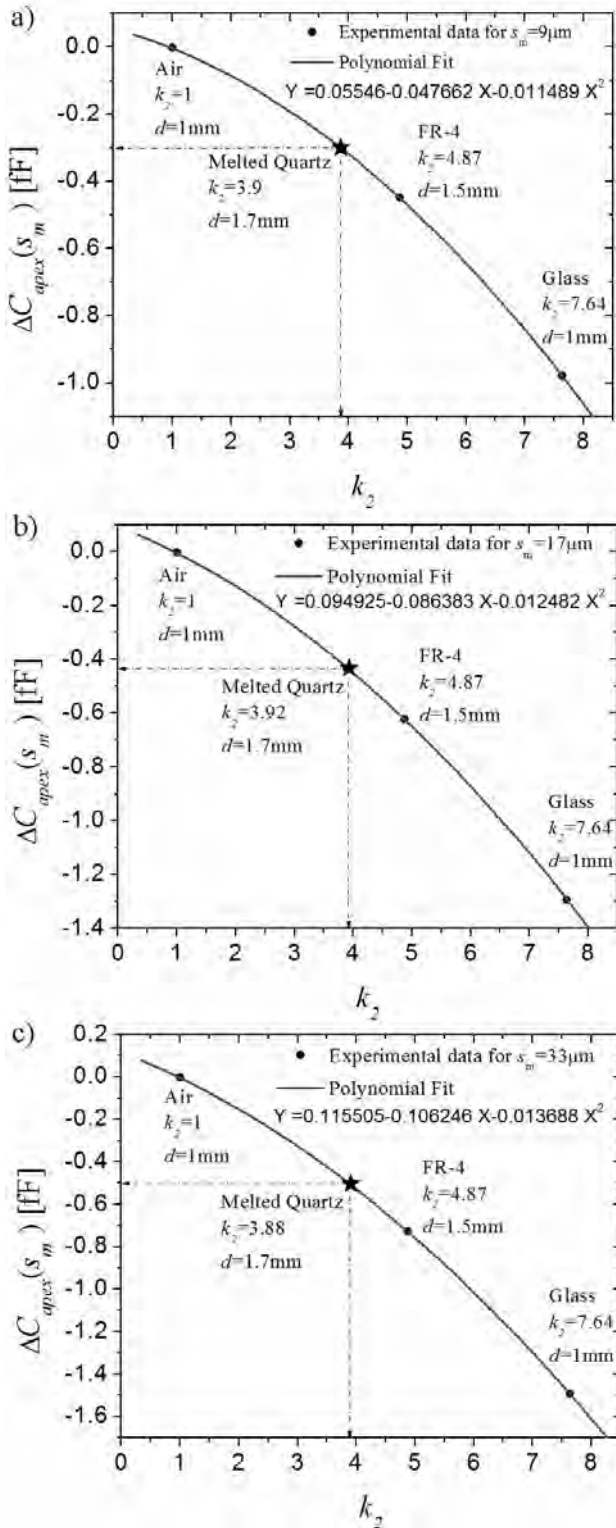


FIGURE 10. Relative permittivity of fused Quartz obtained with k_2 calibration curves for: a) $s_m=9\mu\text{m}$, b) $s_m=17\mu\text{m}$ and c) $s_m=33\mu\text{m}$.

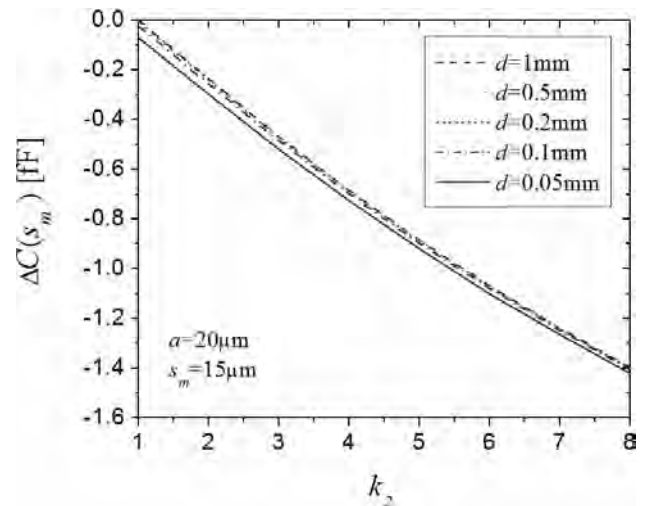


FIGURE 11. Calibration curves $\Delta C(s_m)$ vs. k_2 for $s_m = 15 \mu\text{m}$ and $a = 20 \mu\text{m}$ obtained with Eq. (2).

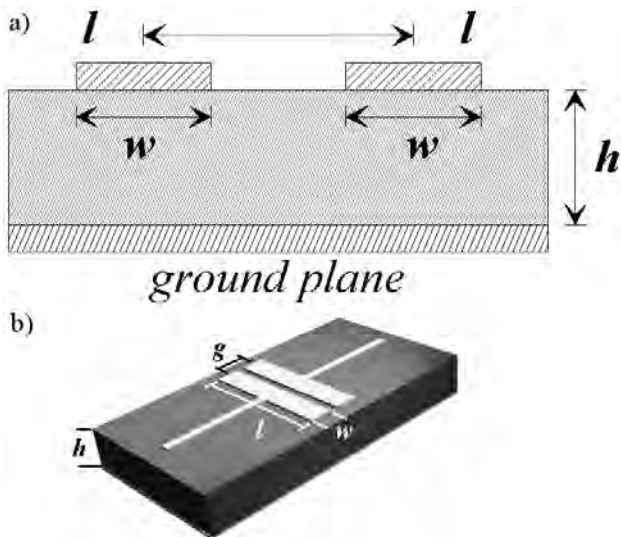


FIGURE 12. (a) Scheme of the parallel strips with a conductive grounded plane in a PCB. (b) Complete scheme of the calibration capacitor.

It is not difficult to show that if the dimensions of a 3D problem are scaled by a factor p while keeping the same relative electric permittivity, then the capacitance is scaled by the same factor p . In the methodology proposed in this paper, the scale is dictated by the radius at the tip's apex. The methodology could be used at smaller scales provided one is able to measure smaller variations of the capacitance. In our experimental measurements we had a standard deviation of $\sigma = \pm 1\text{pA}$ approximately which give us an uncertainty in measuring capacitance variations of about 16 aF. If the uncertainty on capacitance variations is improved to 1 aF, we could reduce the tip's apex radius 16 times to about 1 or 2 μm without losing resolution on the measurement of the dielectric constant. The methodology may also be used at larger scales and in this case the required instrumentation may be somewhat simpler.

The resolution of the mechanical stage required to vary the separation between the sample and the tip will depend on the scale. In our experimental setup, the effective tip's apex radius was about 20 μm and the step in changing s was 1.6 μm . We could have used a simpler mechanical stage and the step could have been somewhat larger. In any case, if the tip's radius is increased or decreased the step in s may be increased, or decreased accordingly.

5. Conclusions

We presented a new methodology to measure the relative electric permittivity of solid samples. This methodology may be used in a non-destructive way in many cases for samples of different shapes. It is not necessary to deposit thin metallic films on the sample to perform as electrodes. The sample does not need to be cut into a particular shape or size, but a flat area of the sample's surface of some minimum dimensions as well as a minimum thickness is needed. Basically,

the technique requires a capacitance meter, a metallic tip with the appropriate apex's radius, a mechanical stage, and two calibration standards. Although our experimental setup can be improved in several respects, we believe that the results presented here prove the feasibility of the proposed methodology and shows that a resolution on the determination of the dielectric constant below 1% is possible.

Acknowledgements

We are grateful to Alejandro Esparza for his technical assistance in thick film deposit on dielectric samples, Blas Sánchez for his technical assistance in sample holder fabrication and to the Dirección General de Asuntos del Personal Académico and Dirección General de Estudios de Posgrado from the Universidad Nacional Autónoma de México for financial support during the realization of this work.

Appendix

The value of the calibration capacitor must be as near as possible to the total stray capacitance $C_{stray} = 0.2$ pF of the experimental setup. In addition, a fine control is needed in order to achieve a zero calibration before performing current measurements to determine values of ΔC .

The calibration capacitor was designed to be integrated into the PCB design of the phase shift stage in order to avoid external wiring and therefore, an increment of the stray capacitance.

The calibration capacitor design was based in mutual capacitance calculus between conductive strips separated from a conductive grounded plane by means of a dielectric film. The mutual capacitance C_m is a function of the spacing between strips (g), strip length (l), strip width (w), FR-4 relative permittivity (ϵ_r) and FR-4 thickness (h) as depicted in Fig. 12a. An additional contribution to the capacitance arises from the narrow strips connecting the capacitor to the rest of the circuit (see Fig. 12b).

A first approximation to the dimensions of the strip capacitors was obtained using the formula [13],

$$\frac{C_m}{l} = \frac{\epsilon p_1 p_2 \ln \left[1 + \left(\frac{2h}{g} \right)^2 \right]}{(4\pi \frac{h}{w})} \quad (\text{A.1})$$

where

$$p_1 = (716) \left(\frac{2h}{w} \right) + 1 \quad \text{and}$$

$$k_2 \approx 0.66 \left(\frac{2h}{w} \right) + 1.55.$$

Then with finite element numerical calculations and taking into account the narrow strips feeding the capacitor we adjusted the final dimensions of the parallel strips and spacing g between them to make of C_m approach the value of

C_{stray} . The final dimensions were $l = 1.6$ cm, $w = 3$ mm and $g=0.8$ mm. We fabricated the printed capacitor on the PCB

and measured its capacitance SR715 Stanford Research LCR meter. We obtained $C_m = 0.205$ pF at 10 KHz frequency.

-
1. Hongshen Ma, J.H. Lang, and Alexander H.Slocum, *Review of Scientific Instruments* **79** (2008) 035105.
 2. L. Fumagalli, G. Ferrari, M. Samprieto, and G. Gomila, *Applied Physics Letters* **91** (2007) 243110.
 3. Jiaping Wu and J.P.W. Stark, *Meas. Sci. Technol.* **17** (2006) 781.
 4. A.P. Gregory and R.N. Clarke, *Meas. Sci. Technol.* **16** (2005) 1506.
 5. C. Cooke and J.E. Ford, *J. Phys. E: Sci. Instrum* **14** (1981).
 6. Ren-jie Zhang, Shu-guang Dai, and Ping-an Mu, *Meas. Sci. Technol* **8** (1997) 1028.
 7. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, *Journal of Applied Physics*, **84** (1998) 4043.
 8. L. Fumagalli, G. Ferrari, M. Samprieto, and G. Gomila, *Nano Letters* **9** (2009) 1604.
 9. L. Fumagalli *et al.*, *Nanotechnology* **17**(2006) 4581.
 10. D.T. Lee, J.P. Pelz, and Bharat Bhushan, *Review of Scientific Instruments* **73** (2002) 3525.
 11. S. Lányi, *Surface and Interface Analysis* **27** (1999) 348.
 12. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzuela, *Key Engineering Materials* **381** (2008) 533.
 13. R.P. Arney, *Sensores y Acondicionadores de Señal*, 3ª edición, (Alfa mega grupo editor, S.A. de C.V 2001) p. 155.

On the Measurement of Dielectric Constant of Coatings with Capacitance Sensors

A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzuela

Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, Universidad Nacional Autónoma de México,
Apartado Postal 70-186, Distrito Federal 04510, México.

Keywords: Dielectric Constant, Coatings, Spherical Electrode, Capacitance Measurements

Abstract. In this work we show that in many practical situations it is possible to obtain the dielectric constant of coatings on plane conductive substrates by means of capacitance measurements with a single electrode without precise knowledge of the thickness.

Introduction

In recent years capacitance techniques are being investigated for their possible use in non destructive testing of dielectric coatings on flat conducting substrates. The idea is to place one or more electrodes above the coating forming a capacitor with the substrate. From measurements of the capacitance one seeks to determine the dielectric constant and/or thickness of the coating. Recently it has been shown that rounded tip electrodes have some advantages over others geometries in capacitive measurements on plain dielectric coatings [1,2,3]. It is generally accepted that with a single electrode, either the dielectric constant or the thickness of the coating can be obtained if the other parameter is known.

However, many times neither the dielectric constant nor the thickness of the coating is known, and, in general, a second measurement using another electrode of different geometry must be used [7]. We have found, however, that there is one possible method for determining the dielectric constant without knowing precisely the coating's thickness using one capacitance measurement with a single electrode which may be useful in some practical situations. This method requires using a spherical electrode of radius much smaller than the coating's thickness. In this case the capacitance becomes independent of the coating's thickness and the dielectric coating may be readily determined from the capacitance value. In this work we use a simple approximate model based on the method of images and 3D numerical simulations using the Finite Element Method to analyze the proposed method. The main limitation with this method will be that as one reduces the spherical-electrode radius, the capacitance value decreases and at some point it will not be measurable.

Several research groups report measuring capacitance values in the atto-Farad range [5,6]. With this in mind, we focus our attention to the possibility of measuring the dielectric constant of coatings of thickness between 1 and 10 micrometers where other nondestructive techniques, such as optical methods, are usually limited.

Capacitive System

The hypothesis is that if we place a sufficiently small conducting sphere on the surface of the coating, the capacitance of the capacitor formed by the sphere and the conducting substrate depends only on the dielectric constant of the coating and not on its thickness. Then from the capacitance value we could obtain the dielectric constant without knowing precisely the thickness of the coating. In practice it will be necessary to use a pointer electrode, but it has already been shown that a pointer electrode with a rounded tip in contact with the coating can be modeled accurately as a conducting sphere with a radius equal to the radius of curvature of the tip [1]. For simplicity in this work we will consider only the case of a spherical electrode of radius a . The main question that arises is how small should the sphere be in order to get an accurate estimation of the dielectric constant?

The capacitive system under consideration here is shown in Fig. 1. The electric permittivity of the coating is denoted as $\varepsilon_2 = \varepsilon_0 k_2$ where ε_0 is the electric permittivity of vacuum (8.85×10^{-12} F/m) and k_2 is the coating's dielectric constant. The electric permittivity of the surrounding medium is denoted as $\varepsilon_1 = \varepsilon_0 k_1$ where k_1 is the corresponding dielectric constant. In this work we will assume that $k_1 = 1$. The thickness of the coating is denoted by d .

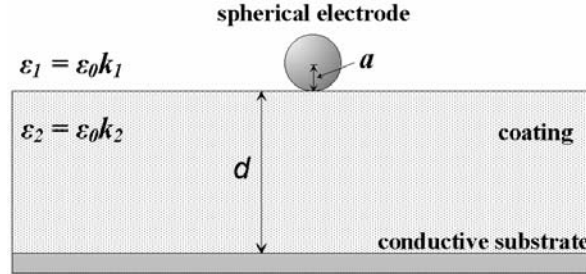


Fig. 1 Capacitive system under consideration. The spherical electrode has a radius a . The dielectric coating has a thickness d and the substrate is supposed to be a conductor.

To confirm that our hypothesis is actually true we can use a simple model based on the method of images [1,2,4]. The method of images has been used in the past to calculate the capacitance of the system shown in Fig. 1 exactly. Here we use only an approximation to test our hypothesis. First we consider the radius of the sphere so small that the coating is seen as a half-space, that is, with an infinite thickness. The capacitance of the sphere and a dielectric half space with permittivity ε_2 is obtained by the method of images as,

$$C_0 = 4\pi\varepsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2a - x_{j-1}} \right\}, \text{ where } x_n = \frac{a^2}{2a - x_{n-1}} \text{ and } \Gamma = \left(\frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \right) \quad (1)$$

Now, we may add a first correction to this expression by considering a finite thickness of the coating. Let us add all the image charges inside the sphere due to the conducting substrate alone (that is ignoring images of the images from the coating's surface) but "screened" by the presence of the coating of permittivity ε_2 . With this addition the capacitance is given by,

$$C_1 = 4\pi\varepsilon_1 a \sum_{i=0}^{\infty} \left\{ \prod_{j=1}^i \frac{a\Gamma}{2a - x_{j-1}} + \prod_{j=1}^i \frac{aM}{2(a+d) - y_{j-1}} \right\}, \text{ where} \quad (2)$$

$$x_n = \frac{a^2}{2a - x_{n-1}}, \Gamma = \left(\frac{\varepsilon_2 - \varepsilon_1}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \right), y_n = \frac{a^2}{2(a+d) - y_{n-1}} \text{ and } M = \left(\frac{2\varepsilon_1}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \right) \left(\frac{2\varepsilon_2}{\varepsilon_1 + \varepsilon_2} \right).$$

It is clear that Eq. (2) tends to Eq. (1) for $d \gg a$. Thus, if the radius a is small compared to the coating's thickness d , the capacitance is to a good approximation given by C_0 as given in Eq. (1) and we may obtain the dielectric constant from it without knowing precisely the value of d . The error in this procedure may be estimated from the difference between C_0 and C_1 .

With these formulas we may already evaluate the applicability of the method and estimate the errors. But first we must find the range of values of the radius a and thickness d for which these formulas are valid. Let us restrict our study to dielectric coatings with a dielectric constant, k_2 , between 1 and 20, and a thickness between 1 and 10 micrometers. The results are easily scalable to thicker coatings. It is not difficult to show that the capacitance of the system scales linearly with the linear dimensions of the system, that is, if the radius a and thickness d are increased by a factor γ , the capacitance increases by the same factor.

Results

To test the validity of the approximate model we compared the capacitance values obtained from numerical simulations of the system using the Finite Element Method with those obtained from Eq. (2). The numerical simulation was performed using the commercial software FEMLAB 3.1. In Fig. 2 we show the capacitance as a function of the coatings thickness for several values of the dielectric constant obtained from numerical simulations and from Eq. (2).

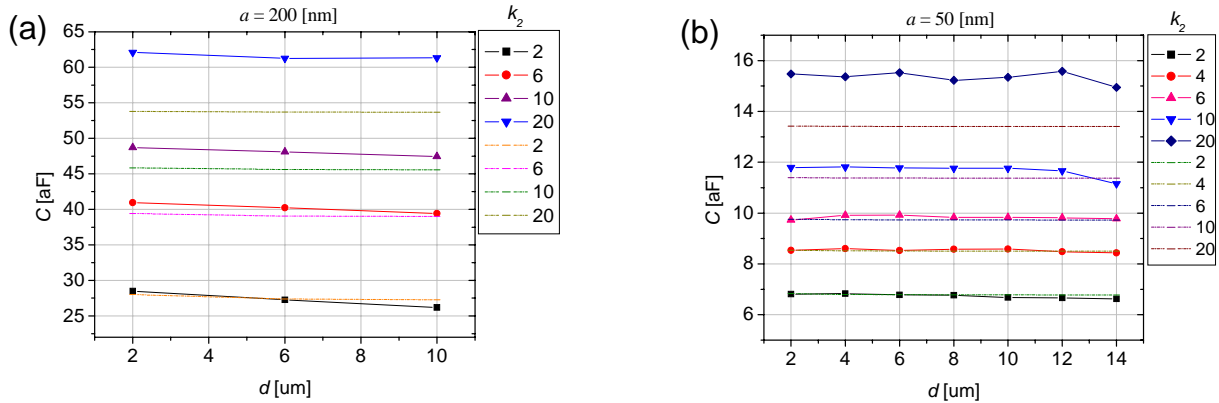


Fig. 2 Capacitance value (in atto-Farads) versus the coating's thickness for a dielectric constant of $k_2 = 2, 4, 6, 10$ and 20 , for a radius of: (a) 200 nm and (b) 50 nm. Full lines with symbols were obtained from numerical simulations and dashed curves were obtained with Eq. (2).

It is clear from the graphs in Fig. 2 that the capacitance is highly insensitive to the thickness of the coating whereas it is sensitive to the dielectric constant even for an electrode radius of $a = 200$ nm. In this case, the ratio of the electrode's radius to the smallest coating's thickness is only $1/4$. This means that once the coating's thickness is larger than 4 times the sphere radius, the method could estimate with a reasonable accuracy the dielectric constant of the coating without knowing precisely its thickness from a single capacitance value. We can also appreciate in figure 2a that the approximate model in Eq. (2) agrees well with the numerical simulations for $k_2 = 2$ and 6 . For larger values of the dielectric constant the differences become appreciable, being about 20% for $k_2 = 20$. For a smaller sphere radius a of 50 nm in Fig. 2b, the approximate model remains close to the numerical simulations for a value of k_2 up to 6 , and the difference is about 5% for $k_2 = 10$ and about 10% for $k_2 = 20$.

In practice we would need to have a calibration curve for a given electrode. This curve is simply a plot of the capacitance versus the dielectric constant of the coating. In Fig. 3 we plot the calibration curves for an electrode of radius of 50 nm and 200 nm. For simplicity here we calculated these curves with the approximate model given by Eq. (2). But, in general, we may generate the calibration curves by an exact numerical simulation of the capacitance using the Finite Element Method. In such case we could take into account the exact geometry of the electrode (e.g. a pointer electrode including a guard ring). The calibration curves plotted in Fig. 3 were calculated assuming a coating's thickness of 2 μm . In addition we plot two "extreme" curves for coating's thicknesses of 1 μm and 10 μm . The extreme curves can be used to estimate the uncertainty in calculating the dielectric constant from a given capacitance value. Suppose we measure a value C_m for the capacitance, then we find the point on the calibration curve with that value of the capacitance and read from the plot the corresponding value of the dielectric constant k_2 . To estimate the uncertainty, Δk_2 , we find the points on the extreme curves with the same value of the capacitance and find the maximum and minimum possible values for the dielectric constant, that is $(k_2)_{\min}$ and $(k_2)_{\max}$. The uncertainty is approximately given by $\Delta k_2 = \pm 1/2 [(k_2)_{\max} - (k_2)_{\min}] / (k_2)_{\text{avg}}$ where $(k_2)_{\text{avg}} = 1/2 [(k_2)_{\min} + (k_2)_{\max}]$.

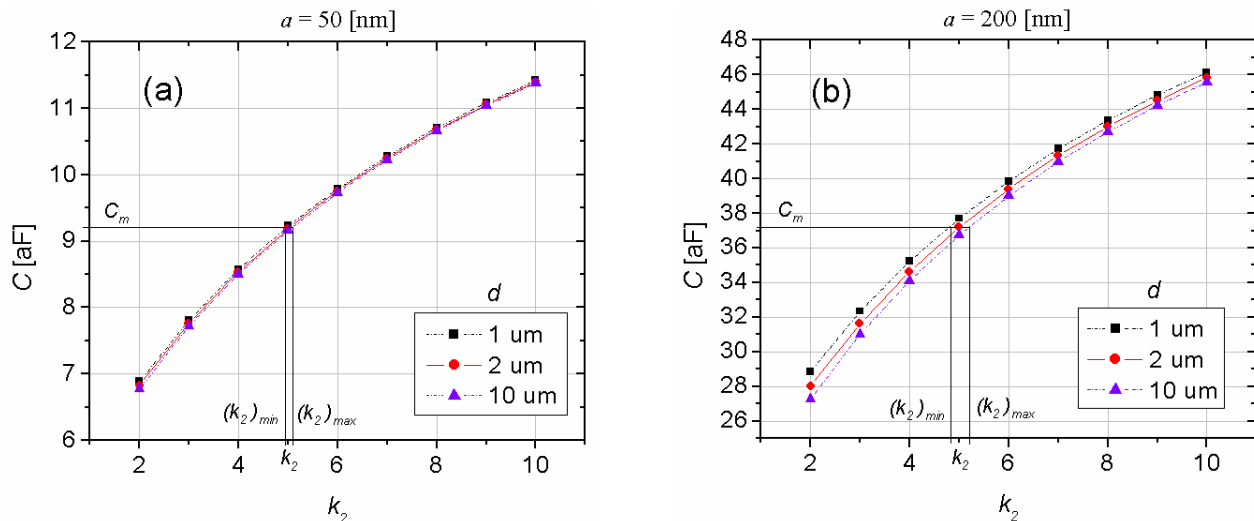


Fig 3. Capacitance versus the coating's dielectric constant for a radius of (a) 50nm and (b) 200nm. The capacitance was calculated with Eq. (2). The full curve is for a coating's thickness of 2 μm . The dashed curves are for thicknesses of 1 μm and 10 μm .

The values for Δk_2 obtained from the curves in Fig. 3 at integer values of k_2 : 2, 3, ..., 10, are $\pm 3.7\%$, $\pm 2.45\%$, $\pm 1.86\%$, $\pm 1.49\%$, $\pm 1.24\%$, $\pm 1.07\%$, $\pm 0.62\%$, $\pm 0.56\%$ and $\pm 0.35\%$, respectively, for an electrode's radius of 50 nm, and $\pm 8.64\%$, $\pm 5.78\%$, $\pm 4.35\%$, $\pm 3.48\%$, $\pm 2.9\%$, $\pm 2.49\%$, $\pm 2.18\%$, $\pm 1.94\%$ and $\pm 1.75\%$ for an electrode's radius of 200nm.

Conclusions

We have shown that the capacitance of a spherical electrode in contact with a uniform dielectric-coating on a conductive substrate is sensitive to the dielectric constant of the coating, but it is nearly insensitive to the coating's thickness when the radius of the spherical electrode is small compared to the coating's thickness. Therefore, it is possible to estimate the dielectric constant of the coating without precise knowledge of its thickness from a single capacitance measurement. In practice the electrode will not be a simple sphere but possibly a pointer electrode. Nevertheless, the capacitance of a pointer electrode is well approximated by the capacitance of a sphere with a radius equal the radius of curvature of the tip.

References

- [1] Kazuya Goto and Kazuhiro Hane: *Journal of Applied Physics*, Vol. 84, (1998), pp. 4043-4048
- [2] Ren-jie Zhang, Shu-guang Dai and Ping-an Mu. : *Meas. Sci. Technol.* 8 (1997) pp. 1028-1033.
- [3] John Grham, Marlek Kryzeminiski and Zoran Popovic: *Review of Scientific Instruments*, vol. 71, No. 5, (2000), pp. 2219-2223.
- [4] S. F. Lyuksyutov, R. A. Sharipov, G. Sigalov, P. B. Paramonov: *arXiv:cond-mat/0408247* v2, 12 Aug 2004.
- [5] L Fumagalli, G Ferrari, M Samprieto, I Casuso, E Martínez, J Samitier and G Gomila: *Nanotechnology* 17 (2006) 4581-1587.
- [6] D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan: *Nanotechnology* 17 (2006), pp. 1484-1491.
- [7] A. Guadarrama-Santana, A. García-Valenzuela: "*IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*", feb. 2007, vol. 56, num. 1, pp 107 - 112. (ISSN 0018-9456)

REFERENCIAS

1. Naarain D. Arora, and Li Song, "Atto-Farad measurement and modeling of on-chip coupling capacitance", *IEEE Electron Device Letters*, Vol.25, No. 2, February 2004.
2. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Scanning capacitance microscopy for thin film measurements", *Nanotechnology*, 17 (2006), 1484-1491.
3. D T Lee, J P Pelz and Bharat Bhushan, "Instrumentation for direct low frequency scanning capacitance microscopy and analysis of position dependent stray capacitance", *Review of scientific Instruments*, 73 10 (2002), 3525-3533.
4. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, "Tip-sample capacitance microscopy of dielectric films", *Journal of Applied Physics*, 84 8 (1998) 4043-4048.
5. Kazuya Goto and Kazuhiro Hane, "Tapping mode capacitance microscopy", *Review of Scientific Instruments*, 68 (1), January 1997.
6. C. C. Williams, W. P. Hough and S. A. Rishton, "Scanning capacitance microscopy on a 25 nm scale", *Appl. Phys. Lett.*, 55 (2), 10 July 1989.
7. T. Tran, D. R. Oliver, D. J. Thomsom and G. E. Bridges, "Zeptofarad (10^{-21} F) resolution capacitance sensor for scanning capacitance microscopy", *Review of Scientific Instruments*, 72 6, June 2001.
8. Kei Kobayashi, Hirofumi Yamada and Kazumi Matsushige, "Dopant profiling on semiconducting sample by scanning capacitance force microscopy", *Applied Physics Letters*, 81 Num. 14, (2002).
9. Koya Ohara and Yasuo Cho, "Quantitative Measurement of linear dielectric constant using scanning nonlinear dielectric microscopy with electro-conductive cantilever", *Jpn. Journal Applied Physics*, Vol. 41 (2002) pp. 4961-4964.
10. Koji Asami, "The scanning dielectric microscope", *Meas. Sci. Technol.*, 5 (1994) 589-592.
11. L Fumagalli, G Ferrari, M Samprieto, I Casuso, E Martínez, J Samitier and G Gomila, "Nanoscale capacitance imaging with attofarad resolution using ac current sensing atomic force microscopy", *Nanotechnology* 17 (2006) 4581-1587.

REFERENCIAS

12. Jack F. McIntyre and Henry Leldhelser, Jr., "Resistance measurements on thin-film substrates as a technique for studying the deterioration of coated metals", *Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev.* 1985, 24, 348-353.
13. L Fumagalli, G Ferrari, M Samprieto, I Casuso, E Martínez, J Samitier and G Gomila, "Nanoscale capacitance imaging with attofarad resolution using ac current sensing atomic force microscopy", *Nanotechnology* 17 (2006) 4581-1587.
14. Alan Somerville, Iwan Evans and Trevor York, "Preliminary studies of planar capacitance tomography", *1st World Congress on Industrial Process Tomography*, Buxton, Greater Manchester, April 14-17, 1999.
15. C Cooke and J E Ford, "Accurate measurement of the dielectric constant of solids", *J. Phys. E: Sci. Instrum*, 14 (1981).
16. Hongshen Ma, Jeffrey H. Lang, and Alexander H. Slocum, "Permittivity measurements using adjustable microscale electrode gaps between millimeter-sized spherical electrodes", *Review of Scientific Instruments*, 79 035105 (2008).
17. A. P. Gregory and R. N. Clarke, "Traceable measurements of the static permittivity of dielectric reference liquids over the temperature range 5-50°C", *Meas. Sci. Technol.*, 16 (2005) 1506-1516.
18. Jiamping Wu and John P W Stark, "Measurement of low frequency relative permittivity of room temperature molten salts by triangular waveform voltage", *Meas. Sci. Technol.*, 17 (2006) 781-788.
19. Nelson L. Buck, "Calibration of dielectric constant probes using salt solutions of unknown conductivity", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol. 45, No. 1, February 1996.
20. LIU Yi-ping, NIU Gang, and WANG Jing, "Design of capacitance sensor system for void fraction measurement", *Journal of Zhejiang University SCIENCE*, 2005 6A(12): 1424-1429.
21. C.Hagleitner, A. Hierlemann, D. Lange, A. Kummer, N. Kerness, O. Brand & H. Baltes, "Smart single-chip gas sensor microsystem", *Letters to nature*, Nature Vol. 414 15, November 2001.
22. Ignacio Casuso, Laura Fumagalli and Gabriel Gomila, "Nondestructive thickness measurement of biological layers at the nanoscale by simultaneous topography and capacitance imaging", *Applied Physics Letters*, 91, 063111, 2007.

23. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, "Dielectric-constant measurement of thin insulating Films at low frequency by nanoscale capacitance microscopy", *Applied Physics Letters*, 91, 243110, 2007.
24. D W E Allsopp, K R Miller, A P Brown and W B Betts, "Impedance technique for measuring dielectrophoretic collection of microbiological particles", *J. Phys. D. Appl. Phys.*, 32 (1999) 1066-1074.
25. Robert I. MacCuspie, Nurxat Nuraje, Sang-Yup Lee, Anne Runge and Hiroshi Matsui, "Comparison of electrical properties of viruses studied by ac capacitance scanning probe microscopy", *J. AM. CHEM. SOC.*, 2008, 130, 887-891.
26. Laura Fumagalli, Giorgio Ferrari, Marco Sampietro and Gabriel Gomila, "Quantitative nanoscale dielectric microscopy of single-layer supported Biomembranes", *Nano Letters* 9 (4), 1604-1608 (2009).
27. Ren-jie Zhang, Shu-guang Dai and Ping-an Mu., "A spherical capacitive probe for measuring the thickness of coatings on metals", *Meas. Sci. Technol.* 8 (1997) 1028-1033.
28. Stefan Lányi, "Effect of adsorbed water on the resolution of scanning capacitance microscopes", *Surface and Interface Analysis*, 27, (1999) 348-353.
29. A. Guadarrama-Santana and A. García-Valenzulela, "On the measurement of dielectric constant of coatings with capacitance sensors", *Key Engineering Materials (KEM)*, 381-382 (2008) 533-536.
30. A. Guadarrama-Santana and A. García Valenzuela, "Obtaining the dielectric constant of solids from capacitance measurements with a pointer electrode", *Review of Scientific Instruments*, 80, 106101 (2009).
31. "Determinación simultánea de espesor y constante dieléctrica de recubrimientos utilizando sensores capacitivos", Asur Guadarrama Santana, Tutor: Augusto García Valenzuela, *Tesis de Maestría en Ingeniería Eléctrica*, Facultad de Ingeniería UNAM, Nov. 2005.
32. J. P. Pelz and R. H. Koch, "Extremely low-noise potentiometry with a scanning tunneling microscope", *Review of scientific Instruments*, 60 3, 1989, 301-305.
33. H. J. Wintle and S.Kurylowics, "Edge corrections for strip and disc capacitors", *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. IM-34, No. 1, march 1985.

REFERENCIAS

34. SR850 DSP Lock-in Amplifier Operating Manual.
35. Guadarrama A., García A., “Principles and methodology for the simultaneous determination of thickness and dielectric constant of coatings with capacitance measurements”, *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, February 2007, vol. 56, num. 1, pp 107 – 112.
36. A. Guadarrama-Santana, A. García-Valenzulela, “Determinaton of thickness and dielectric constant of coatings from capacitance measurements”, *IEEE Instrumention and Measurement Magazine Students Set Up*, vol 10, No. 5, October 2007, pp., 26-31.
37. John Grham Marlek Kryzeminiski and Zoran Popovic, “Capacitance based scanner for thickness mapping of thin dielectric films”, *Review of Scientific Instruments*, vol. 71, No. 5, pp. 2219-2223, 2000.
38. N C Bruce, A. García-Valenzuela and D Kouznetsov, “The lateral resolution limit for Imaging periodic conducting surfaces in capacitive microscopy”, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 33 (2000) 2890-2898.
39. “Sensores y Acondicionadores de Señal”, 3ª edición Ramón Payas Arney, (Alfa mega grupo editor, S.A. de C.V 2001) p. 155.
40. “Capacitive Sensors design and Applications”, Larry K. Baxter IEEE Press Series on Electronics Technology, Robert J. Herrick, Series Editor, 1997. ISBN O-7803-1130-2.
41. L. Fumagalli, G. Gramse, D. Esteban-Ferrer, M. A. Edwards and G. Gomila, “Quantifying the dielectric constant of thick insulators using electrostatic force microscopy”, *Applied physics letters* 96, 183107 (2010).