

**Universidad San Francisco de Quito USFQ**

Colegio de Ciencias e Ingenierías

Fabricación de Nanoporos Usando Técnica de Rompimiento Dieléctrico  
Controlado.

Artículo académico

**Leonardo Nagel Amaguayo Sánchez**

Ingeniería Electrónica

Trabajo de titulación presentado como requisito  
Para la obtención del título de  
Ingeniería electrónica

Quito, 21 de diciembre de 2017

UNIVERSIDAD SAN FRANCISCO DE QUITO USFQ  
COLEGIO DE CIENCIAS E INGENIERIAS

**HOJA DE CALIFICACION  
DE TRABAJO DE TITULACION**

**LEONARDO NAGEL AMAGUAYO SANCHEZ**

Calificación:

Nombre del profesor, Título académico      Jose Bustamante, Master.

Firma del profesor

\_\_\_\_\_

Quito, 21 de diciembre de 2017

## Derechos de Autor

Por medio del presente documento certifico que he leído todas las Políticas y Manuales de la Universidad San Francisco de Quito USFQ, incluyendo la Política de Propiedad Intelectual USFQ, y estoy de acuerdo con su contenido, por lo que los derechos de propiedad intelectual del presente trabajo quedan sujetos a lo dispuesto en esas Políticas.

Asimismo, autorizo a la USFQ para que realice la digitalización y publicación de este trabajo en el repositorio virtual, de conformidad a lo dispuesto en el Art. 144 de la Ley Orgánica de Educación Superior.

Firma del estudiante:	_____
Nombres y apellidos:	Leonardo Nagel Amaguayo Sánchez
Código:	00112837
Cédula de Identidad:	0604361592
Lugar y fecha:	Quito, 21 de diciembre de 2017

## **DEDICATORIA**

Este trabajo lo dedico a mis padres, abuelita, mis hermanas, en general a toda mi familia.

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a toda mi familia y amigos, en especial a mis padres, abuelita y hermanas por su paciencia y su apoyo en cada momento de mi vida, guiándome e impulsándome siempre para ser una mejor persona.

A Jose Bustamante por ser parte incondicional de este proyecto, ayudándome en todo lo posible para llegar a los objetivos satisfactoriamente.

Al Instituto de micro y nano electrónica por el financiamiento para hacerlo realidad.

Y a la Universidad San Francisco de Quito, con sus áreas de microbiología, química, física, electrónica, contribuyeron con conocimientos, material y tiempo para poder culminar satisfactoriamente.

## Resumen

Este artículo presenta la fabricación de un sistema para la creación de nanoporos de estado sólido mediante la técnica de rompimiento dieléctrico controlado, se analiza cómo se crea el nanoporo físicamente, la construcción del circuito electrónico para el control, la correcta manipulación de los materiales y el software encargado de controlar y analizar la creación de los nanoporos.

Palabras claves: Nano poros de estado sólido, creación, nitrato de silicio, DAQ, ACC, sensor de ADN y ARN, Ag/AgCl, KCL.

## Abstract

This article presents the fabrication of a system for the creation of solid state nanopores by means of the dielectric breakdown technique, it is analyzed how the nanopore is physically created, the construction of the electronic circuit for the control, the correct handling of the materials and the software in charge of controlling and analyzing the creation of nanopores.

Keywords: solid state nanopores, creation, silicon nitrate, DAQ, ACC, DNA and RNA sensor, Ag / AgCl, KCL.

## TABLA DE CONTENIDO

<b>Resumen .....</b>	<b>9</b>
<b>Introducción.....</b>	<b>9</b>
<b>Fundamento teórico .....</b>	<b>9</b>
<b>Descripción .....</b>	<b>11</b>
<b>Resultados .....</b>	<b>15</b>
<b>Conclusiones .....</b>	<b>16</b>
<b>Referencias .....</b>	<b>16</b>
<b>Anexo .....</b>	<b>17</b>

# Fabricación de Nanoporos Usando Técnica de Rompimiento Dieléctrico Controlado.

Nagel Amaguayo, José Bustamante.  
 Universidad San Francisco de Quito  
 Colegio de Ciencias e Ingeniería “El Politécnico”  
 Campus Cumbaya, Casilla Postal 17-1200-841  
 Quito Ecuador

email: leonardo.amaguayo@estud.usfq.edu.ec, jabustamante@usfq.edu.ec

**Resumen**—Este artículo presenta la fabricación de un sistema para la creación de nanoporos de estado sólido mediante la técnica de rompimiento dieléctrico controlado. Se analiza como se crea el nanoporo físicamente, la construcción del circuito electrónico para el control, la correcta manipulación de los materiales y el software encargado de controlar y analizar la creación de los nanoporos.

**Index Terms**—Nanoporos de estado sólido, creación, nitrato de silicio, DAQ, ACC, sensor de ADN y ARN, Ag/AgCl, KCL..

## I. INTRODUCCIÓN

Los nanoporos de estado sólido son poros a escala nanométrica fabricados en una fina membrana (o chip) de material inorgánico como el Nitruro de Silicio ( $\text{SiN}_x$ ). [1] Es frecuentemente usado para caracterizar biomoléculas (ADN, ARN o proteínas) mediante el paso de señales eléctricas al momento de la translocación de dichas moléculas. [2]. Tradicionalmente se realizan nanoporos de estado sólido mediante la técnica de “microscopía electrónica de transmisión” o también conocida como TEM (transmission electron microscopy). La cual consiste en esculpir el nanoporo mediante un rayo de partículas de alta energía concentradas en un punto específico. Aunque también se lo realiza mediante un haz de iones. Teniendo la capacidad de crear nanoporos con una precisión de 1nm [2]. pero es una técnica costosa. H. Kwok, *et al.* Proponen una técnica alternativa de hacer nanoporos de estado sólido mediante el rompimiento controlado de un dieléctrico en solución, al someterle a un diferencial de potencial. Esta tecnología abarata costos de fabricación de nanoporos ya que tiene la posibilidad de una completa automatización, menor costo para la construcción de los circuitos, de fácil replicación y aun así con precisión de creación a escala de subnanométrica. [2].

## II. FUNDAMENTO TEÓRICO

El chip de Nitruro de silicio ( $\text{SiN}_x$ ) donde se va a taladrar en el nanoporo cuenta con un proceso de fabricación de varias etapas. En primer lugar, se cuenta con una oblea de silicio de aproximadamente 200 nm de espesor, se le añade una delgada capa de nitruro de silicio (ambos lados del chip) rica en silicio depositada en una mediante deposición de vapor químico a baja presión (LPCVD) para crear un bajo estrés. Para tener una buena relación entre sensibilidad y robustez, se usa un espesor de  $\text{SiN}_x$  de 10 a 30 nm de espesor. Luego de haber ubicado las capas  $\text{SiN}_x$ , se procede a realizar fotolitografía ubicando

uniformemente una película de fotorresistencia y aplicando luz UV (ultra violeta) a la sección que se desea eliminar. A continuación, se aplica la técnica RIE (Reactive ion etching) para que los iones de plasma entren en contacto con la oblea, eliminando el sector que se ilumina con luz UV. Se agrega una capa de KOH, permitiéndonos tener un grabado altamente anisotrópico, y generar un ángulo particular en la oblea de Si actuando como guía las capas de  $\text{SiN}_x$  [3]. Dejando un chip de  $\text{SiN}_x$  como se ve en la Figura 1.

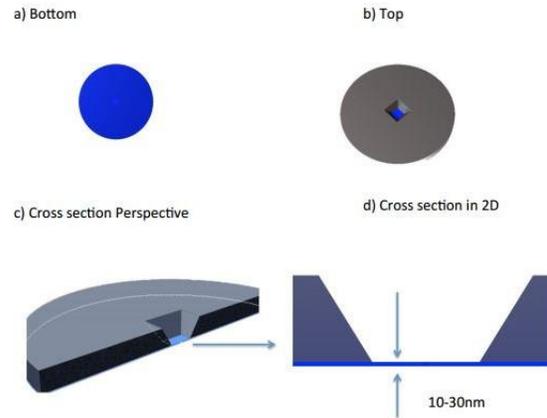


Figura 1. Chip de  $\text{SiN}_x$ , con perspectivas trasera, frontal, corte transversal con perspectiva diagonal y corte transversal con perspectiva frontal. Con espesor de ventana de nitruro de silicio de 10 a 30 nm [3]

En este proyecto se usará un chip NORCADA de 30nm de espesor, 0.05x0.05mm de tamaño de ventana con un diámetro de chip de 3mm. La idea básica para la creación del nanoporo en el chip de  $\text{SiN}_x$  es la que se puede ver en la Figura 2.

Para poder generar el rompimiento dieléctrico en la membrana y generar el nanoporo se debe sumergir el chip de nitruro de silicio en solución de KCL con una concentración y pH determinado. (Revisar sección 3.1 Descripción de tratamiento de celdas y electrodos). Al aplicar un diferencial de potencial a los dos lados del chip (potencial transmembranal) se generará un campo eléctrico dentro de la capa de  $\text{SiN}_x$ , con un valor en el rango de 0.4-1V/nm [2]. Estos valores se obtienen aplicando la ecuación (1)

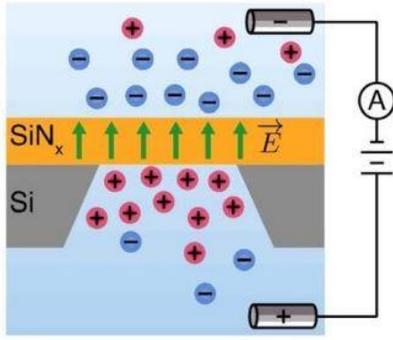


Figura 2. Aplicación de potencial eléctrico transmembranal a chip SiNx, generando un campo eléctrico en el dieléctrico. Con cargas atrayéndose a lados opuestos [2]

$$E = \frac{\Delta V}{L} \quad (1)$$

Ecuación de campo eléctrico que describe un diferencial de potencial constantes ( $\Delta V$ ) a lo largo del espesor de la capa de SiNx ( $L$ ). [2]

El diferencial de potencial se lo realiza por medio de una fuente DC y se controla el paso de corriente mediante un amperímetro con un rango de sensibilidad mínima de nA (nano Amperios).

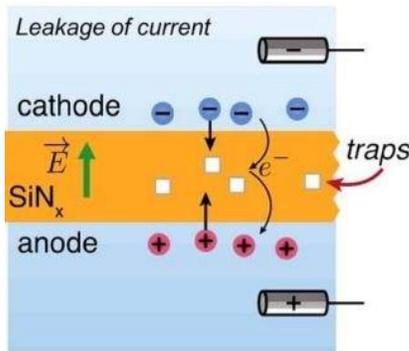


Figura 3. Corriente de fuga a través del dieléctrico asistido por trampas de efecto túnel. Generando una reacción redox en la superficie de la membrana. [2]

El diferencial de potencia va a generar un agrupamiento de iones en las paredes de la membrana, lo que permitirá que ocurra la generación de corrientes de fuga a través de ella. Los electrones transitan mediante efecto túnel asistido por trampas y son producidos por reacciones redox en la superficie o por ionización de campo de iones incorporados. Por lo tanto, la corriente de fuga dependerá de los defectos estructurales del material. Se generan un agrupamiento de trampas producidas por el campo eléctrico inducido y con ello un camino altamente localizado que cederá y creará el nanoporo. [2]

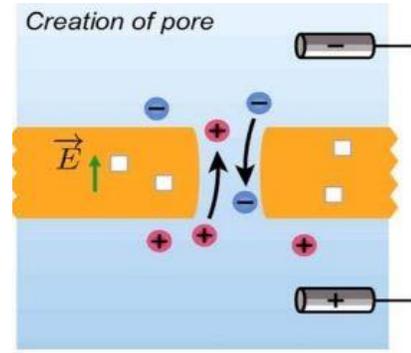


Figura 4. Nanoporo formado por remoción de defectos en el dieléctrico, permitiendo el paso de iones. [2]

Con respecto a las caídas de potencial en todo el sistema  $\Delta\phi_{Poro}$  se la contribución de:

$$\Delta\phi_{Poro} = \Delta\phi_{Elec} + \Delta\phi_{Sol} + \Delta\phi_{Mem} \quad (2)$$

La sumatoria de la caída de potencial de los electrodos, la solución de KCl y la membrana. Hay que recalcar que las  $\Delta\phi_{Mem}$  no necesariamente es simétrica en los dos compartimientos. [4]  $\Delta\phi_{Elec}$  de Ag/AgCl es pequeña debido a que tiene un área electroquímicamente activa grande. [4]  $\Delta\phi_{Sol}$  de KCl tiene una caída de potencial pequeña debido a la alta conductividad de electrolitos ( $Cl^-$ ) y ( $K^+$ ). Por lo tanto, las líneas de campo eléctrico a lo largo del poro se aproximan:

$$E \approx \frac{\Delta P_{oro}}{L} \approx \frac{V_{pol}}{L} \quad (3)$$

Donde  $V_{pol}$  es el voltaje de polarización. La resistencia que ofrece el poro cuenta con dos factores principales, el cilindro formado interno en la membrana y la resistencia de acceso a ella. Esta última adquiere gran protagonismo si  $L$  (distancia de la membrana) es menor o de igual magnitud.

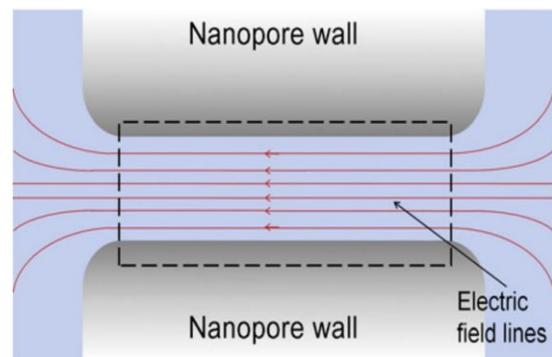


Figura 5. Visualización de área transversal cilíndrica de nanoporo de estado sólido (Idealización geométrica) atravesado por líneas de campo eléctrico. [4]

En primera instancia, la resistencia cilíndrica interna de la membrana (Ver figura 5) se la modela de la siguiente manera.

$$R = \frac{L * \rho}{A} \quad (4)$$

Siendo la resistencia inversamente proporcional a su sección transversal ( $A$  área), proporcional a su longitud ( $L$ ) y a la resistividad del medio ( $\rho$ ). Si se considera que el nanoporo no es un cilindro uniforme y tenga una geometría cónica, forma de reloj de arena o tener un aspecto más complejo. Por lo tanto

se puede modelar a una sumatoria de cilindros con distintos diámetros y radios con una fuerte relación de aspecto  $L / A$ . [4] Cada subsección se comporta resistivamente como se describe en la siguiente ecuación:

$$dR(z) = \frac{d(z) * \rho}{\pi * r(z)^2} \quad (5)$$

Describiendo la resistencia de subsecciones cilíndricas en función de la longitud del tramo ( $z$ ). [4] Al integrar entre  $z=0$  hasta  $z=L$  y se introduce un ángulo entre los extremos de los diámetros del cilindro ( $\alpha$ ) se obtienen:

$$r(z) = r(in) + L * \tan(\alpha) \quad (6)$$

Que señala el radio de nanoporo en función de  $L$  y  $\alpha$ . [4]

Resultando

$$R_{poro} = \frac{L}{\sigma * \pi * (r(in) + L * \tan(\alpha))} \quad (7)$$

$$R_{poro} = \frac{4 * L}{\sigma * \pi * d(in) * d(out)} \quad (8)$$

Ecuación de resistencia de nanoporo en función de  $L$  y  $d$ , representando  $\sigma$  la conductividad del medio. Si  $d_{in}=d_{out}=d$  si  $\alpha=0$  [4] Para completar el modelo de resistencia que se genera por el rompimiento del dieléctrico, se analiza los efectos de borde.

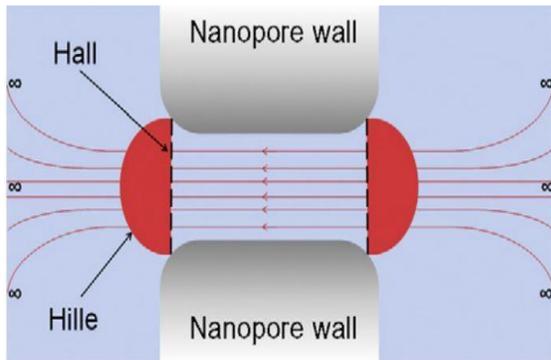


Figura 6. Sección transversal de nanoporo (Idealización geométrica) con foco en los efectos de borde ilustrando el modelo Hille Hall, teniendo mayor protagonismo al tener un canal de nanoporo de igual o menor magnitud que el diámetro del mismo. [4]

La relación entre la resistencia de electrodos en un medio conductor y la capacitancia entre ellos se la denomina resistencia de acceso (modelo de Hill y Hall). [4] Esta se puede modelar mediante la ecuación 4. Con la de la capacitancia entre placas paralelas:

$$C = \frac{\epsilon * A}{L} \quad (9)$$

$$A = \frac{L * C}{s} \quad (10)$$

Dando como resultado

$$R = \frac{s}{\sigma * C} \quad (11)$$

La capacitancia de un disco conductor a un electrodo semi-esférico en el infinito está dada por [4] :

$$C = 4 * s * d \quad (12)$$

Obteniendo [4]:

$$R = \frac{1}{2 * \sigma * d} \quad (13)$$

Sabiendo que este efecto ocurre en ambos lados de la membrana. [5]

$$R = \frac{1}{\sigma * d} \quad (14)$$

La aproximación de la resistencia del nanoporo es [4] :

$$R = \frac{1}{\sigma} * \left( \frac{4 * L}{\pi * d^2} + \frac{1}{d} \right) \quad (15)$$

Finalmente, la inversa de la resistencia nos indica la conductancia ( $G$ ) del nanoporo.

$$G = \frac{1}{R} \quad (16)$$

Sabiendo cual es la resistencia que genera el nanoporo, la longitud de la membrana y la conductividad de la solución (KCl) se puede estimar el diámetro del nanoporo

Conocer el valor del pH de la solución, el voltaje que se aplica y el espesor del nitruro de silicio  $SiN_x$  es de vital importancia, pues van a describir el tiempo que se va a tardar en crear el nanoporo. [6].

### III. DESCRIPCIÓN

Para la creación de los nanoporos de estado sólido se necesita seguir un proceso minucioso, se debe tener cuidado con la forma de manipulación tanto de componentes químicos como electrónicos. El primer paso es tener un ambiente espacioso y limpio, la mesa de trabajo debe estar descontaminada. Se debe usar protecciones como guantes, gafas de seguridad y buena ventilación.

#### III-A. Descripción de tratamiento de celdas y electrodos

III-A1. Tratamiento del chip de  $SiN_x$ : El nanoporo de estado sólido se lo realiza en una membrana dieléctrica de Nitruro de Silicio ( $SiN_x$ ) con un espesor de 30nm y tamaño de ventana de 0.05x0.05 mm, tal como se muestra en la Figura 1. Se procede a ubicar al chip en un portaobjetos descontaminado, se ubica dos empaques procedentes de una hoja de silicona con un espesor de 0.381mm (uno a cada lado), los empaques en forma de donas cuentan con una medida externa de 3mm de diámetro y el hoyo 1.5mm de diámetro (ver Figura 8), estos se los realiza mediante un punzón de biopsia con las medidas correspondientes. Los cortes se deben realizar en una superficie de silicona viscoelástica limpia con un grosor mínimo de 1,5 cm para que los filos de los instrumentos de

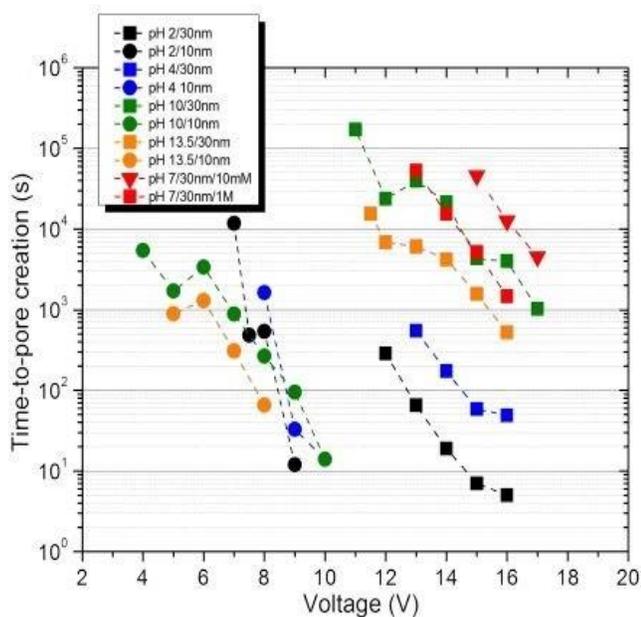


Figura 7. Tiempos estimados de generación de nanoporo a determinados pH de KCl y densidades de SiNx, obtenidos de forma experimental. [6]

corroteo no se estropeen. Los empaques deben ser sumergidos en alcohol por durante 10 minutos para mantenerlos descontaminados y tienen el objetivo de sellar las dos caras del nitruro de silicio y que no filtre las soluciones entre piscinas (ver figura celdas con piscina). Se procede a ubicar el chip con

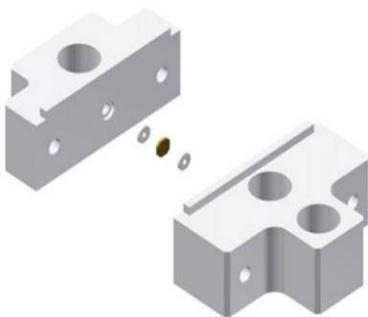


Figura 8. Visualización 3D de celdas de material PEEK (polyether ether ketone/ poliéter éter cetona), con el correcto ensamble de chip (SiNx) en medio de empaques de silicona con un alto grado de resistividad (Megaohms). [7]

empaques en un soporte o celda hecho de material PTFE (polytetrafluoroethylene) o PEEK (polyether ether ketone) [2] el cual consiste en dos módulos que al juntarse mantienen al chip con los empaques ajustados, como se muestra en la Figura 8.

(Dichas celdas se las deben sumergir en ácido nítrico para luego limpiar con agua desionizada para eliminar contaminantes orgánicos. Se aprecia en la Figura celdas con piscina dos reservorios que están en contacto con el chip, ahí se ubica la solución de KCl (Cloruro de potasio), otorgando

iones de cloruro en la superficie del nitruro, aplicando un campo eléctrico suficientemente grande se generan corrientes de fuga a través de la membrana. Los pasos que se muestran a continuación indican el orden de cómo se debe ubicar cada solución para que entre en completo contacto con el chip de SiNx y se debe seguir estrictamente en dicho orden.

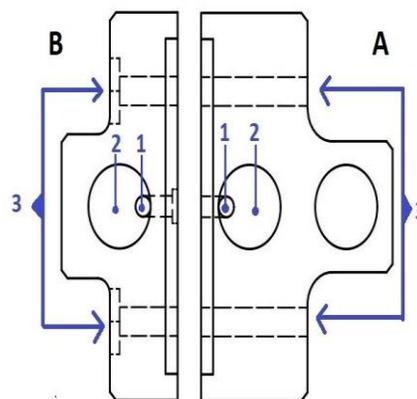


Figura 9. Diagrama 2D de celdas PEEK (polyether ether ketone/ poliéter éter cetona), señalando en el lado A/B: Piscina (1) conecta el chip con piscina (2), Piscina (2) da acceso a ingresar soluciones y conecta con piscina (1), Agujeros (3) abertura que ayuda a guiar a tornillos con pernos para la sujeción correcta del chip. [7] [8]

Se debe ubicar en las piscinas número 1 con una jeringa alcohol hasta que quede llena, luego con otra jeringa, se extrae el alcohol en las piscinas 2 mientras en las piscinas 1 se inyecta agua destilada, es muy importante que quede solo agua destilada (El KCl se precipita en alcohol). Luego se extrae el agua destilada por las piscinas 2 mientras ingresa la solución de KCl por las piscinas 1. Este proceso debe llevarse a cabo con la solución de KCl previamente llevada a una campana de vacío por 45 segundos con el objetivo de extraer el gas disuelto en la solución. Se debe enfatizar que el proceso debe seguir el orden descrito debido a que al alcohol tiene menor tensión superficial y es más probable que la superficie del chip se moje, al añadir el agua destilada se desplaza la solución anterior para que al momento que se le añade la solución de KCl no interactúe químicamente con el alcohol y genere así KCL precipitado. Dicho proceso de lo debe realizar en las dos celdas (A y B).

Para estar seguros de que no queden burbujas entre la solución y el chip se vuelve a colocar en la campana de vacío toda la celda ya preparada y ajustada con tronillos que van ubicados en los agujeros 3 de la Figura 9, durante 45 segundos. Como ya se mencionó en la sección II. Fundamentos teóricos, se debe conocer la concentración de la solución de KCl, el pH y el voltaje que se va aplicar para tener un tiempo estimado de la creación del nanoporo, En este caso se usó KCl a 1M de concentración, pH 10 y una diferencia de potencial de 15V. (Ver Figura 7)

*III-A2. Tratamiento de los Electrodo de Ag/AgCl:* Para poder aplicar el diferencial de potencial en la celda se debe

sumergir en la solución dos electrodos (uno a cada lado), para ello se usan electrodos de plata con una pureza de 99.9 % sumergidos con anterioridad en ácido nítrico por 30 segundos, lavado con agua desionizada y sumergido por 12 horas en cloro adquiriendo un color gris salmón (de preferencia en la oscuridad y ambiente fresco para no generar cloruro gaseoso y plata), con el motivo de crear un área grande electroquímicamente activo, ayudado con una caída de potencial pequeña. [4] Hay que tener cuidado con el material que se va usar como electrodos ya que pueden formar otros compuestos químicos que afecten a la creación del nanoporo. Se puede soldar a un alambre de cobre rígido a un extremo para que este conectado al circuito que va aplicar el voltaje.

**III-B. Descripción de usos y conexiones de tarjeta de adaptación de voltajes y control (ACC)**

Para poder tener completo control del voltaje que se aplica y conocer la corriente que atraviesa la membrana, se debe desarrollar un circuito que adapte los voltajes y corrientes para que sean leídas y digitalizadas por una tarjeta de adquisición de datos (NI USB 6212) y posteriormente visualizar en el ordenador. A este circuito lo hemos denomina (Adaptation and collection card) o ACC. La ACC es alimentada con +- 20V, consta de tres etapas. La primera se encarga de la amplificación de voltaje que es enviada por la DAQ, cuenta con una configuración no inversora usando un AD820. La segunda etapa verifica el voltaje que se aplica en una configuración inversora con un AD820 y se envía a la DAQ para monitoreo en el programa de control. La tercera etapa se encarga de la conversión de corriente a voltaje mediante una topología de tras impedancia realizada por el AD549, este integrado cuenta con una resolución mayor de corriente de base de la que se necesita que es en nA (nano Amperios). Dicha señal es amplificada por una resistencia de 5,1MΩ y posteriormente digitalizada por la DAQ. [9]

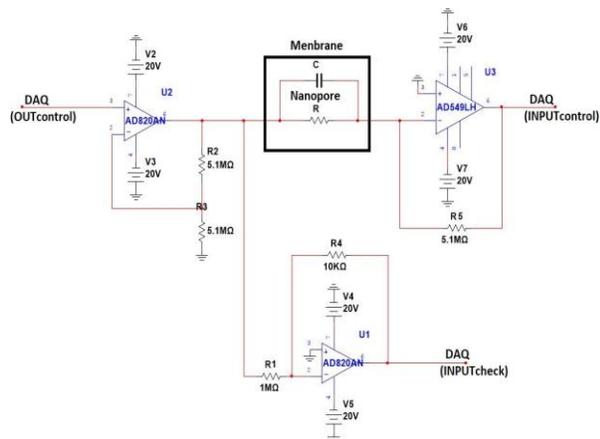


Figura 10. Diagrama de conexiones electrónico ACC (Adaptation and collection card), señalando el comportamiento de chip SiNx [9]

La conexión entre la ACC y la tarjeta de adquisición de datos NI USB 6212 se realiza tal como indica la figura 12.

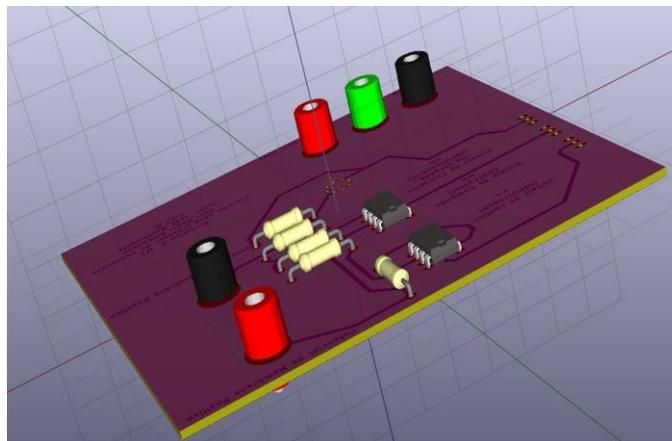


Figura 11. Placa ACC 3D, enfocando la ubicación de integrados, entrada de voltajes de polarización y terminales para la ubicación de electrodos Ag/AgCl.

conexión ACC y NI DAQ y la Tabla 1

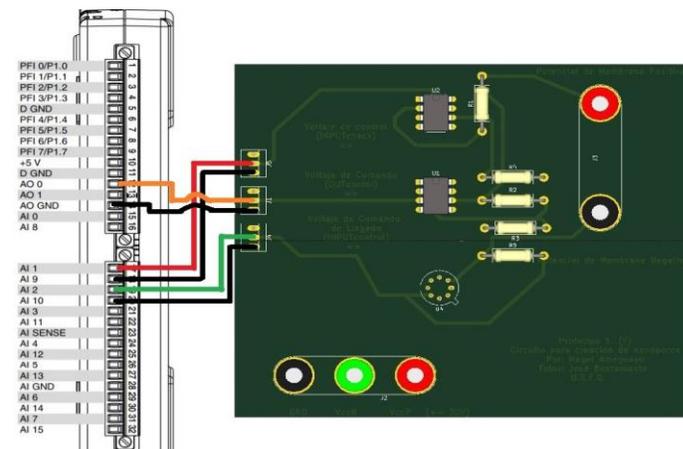


Figura 12. Conexión ACC y NI DAQ 6212, donde cableado negro refiere a las tierras de respectivas etapas, rojo la señal de voltaje de control (retroalimentación), naranja el voltaje que se desea aplicar / 2 y verde el voltaje obtenido mediante trans impedancia de la corriente que circula a través del chip SiNx. [10]

AI 1	INPUTcheck
AI 9	GND INPUTcheck
AO 0	OUTcontrol
AO GND	GND OUTcontrol
AI 2	INPUTcontrol
AI 10	GND INPUTcontrol

Cuadro 1

CONEXIONES ENTRE ACC y NI USB 6212 (DAQ)

**III-C. Descripción de códigos e interfaces de programas**

Todos los programas se los realizaron en el software Lab-View versión 2016.

**III-C1. C1. Programa de creación e Nanoporo :** El primer programa se encarga de la creación del nanoporo de estado sólido, en la Figura 13. Se encuentran dos ventanas con la

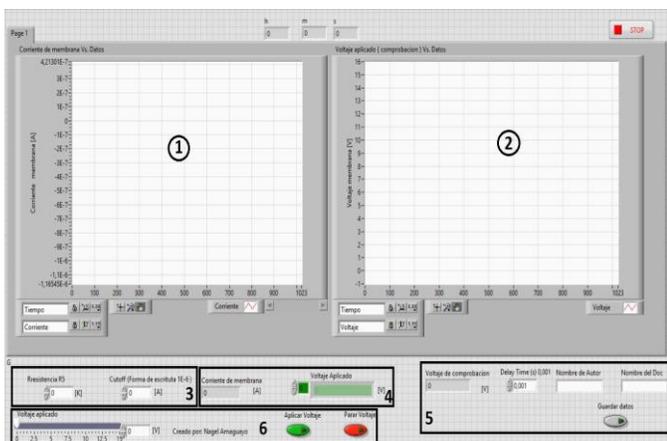


Figura 13. Interfaz de programa C1 Creación de nanoporos. Señalando por medio de paneles (negros) opciones de interfaz como la visualización de gráficos o numéricos, divididos por tipo de utilidades.

numeración 1 y 2. En la ventana 1 se visualiza en tiempo real la corriente que pasa a través de la membrana, la ventana 2 se visualiza el voltaje entre los dos electrodos de Ag/AgCl, el recuadro con la numeración 3 contiene la ventanilla en el que se ingresa el valor de la resistencia de amplificación o R5 (Ver Figura 10) y en la ventanilla adyacente se ubica el valor máximo al que queremos que llegue la corriente transmembranal denominado Cutoff, al pasar este límite inmediatamente apagará el diferencial de potencial; dejando que se genere el taladrado en el chip. El recuadro 4 contiene indicadores digitales de la corriente transmembranal que es ingresado mediante el puerto INPUTcontrol (Ver Figura 10) y del valor que se desea aplicar al chip de SiNx, para poder modificar dicho voltaje se debe mover el potenciómetro que se encuentra en el recuadro 6 y luego aplastar el boto de “Aplicar voltaje”, si se desea apagar el diferencial de voltaje basta con oprimir el boto “Parar voltaje”. El recuadro 5 contiene ventanillas que indican la comprobación del voltaje que se aplica o INPUTcheck (Ver Figura 10), con el objetivo de comprobar los valores que se está aplicando a la membrana, también se encuentra el botón de “guardar datos”, una ventanilla donde se puede modificar el nombre del documento, el autor y la velocidad en el que se va a guardar entre dato y dato. Nota. De preferencia en la ventanilla “Delay time (s)” se debe ubicar 0,001 segundos.

**III-C2. C2. Programa de barrido de voltaje :** El segundo programa es el encargado de realizar el barrido de voltaje, dependiendo de lo que desee el investigador realizar, pudiendo modificar los voltajes máximos, mínimos, pasos entre voltajes, ubicar el valor de la resistencia R5 (Ver Figura 10) y decidir cantidad de datos por muestra como se aprecia en el recuadro 2. Se grafica los valores promediados adquiridos en cada iteración de Voltaje aplicado vs. Corriente a través de la membrana en el recuadro 1. Se guardan los datos en una hoja de notas para su posterior procesamiento de información, estos parámetros, tanto nombre del Autor y nombre del archivo

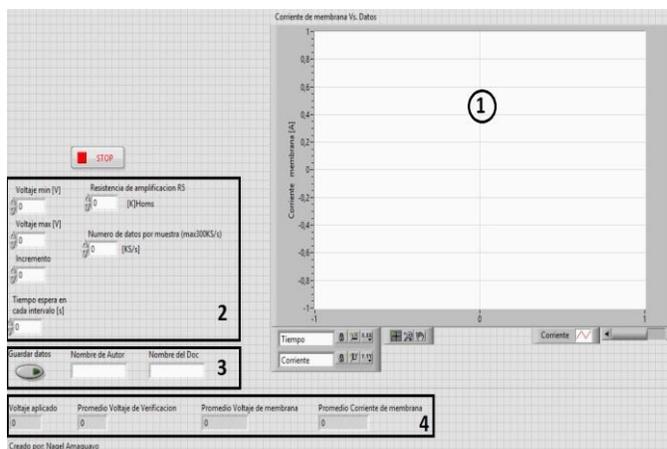


Figura 14. Interfaz de programa C2 Barrido de Voltaje. Señalando por medio de paneles (negros) opciones de interfaz como la visualización de gráficos o numéricos, divididos por tipo de utilidades.

se modifican en la ventanilla 3. No olvide activar el boto “Guardar Datos” antes de correr el programa. Para visualizar el voltaje aplicado, su comprobación, voltaje transmembranal y la corriente transmembranal en tiempo real de forma digital se puede ver en la ventanilla 4.

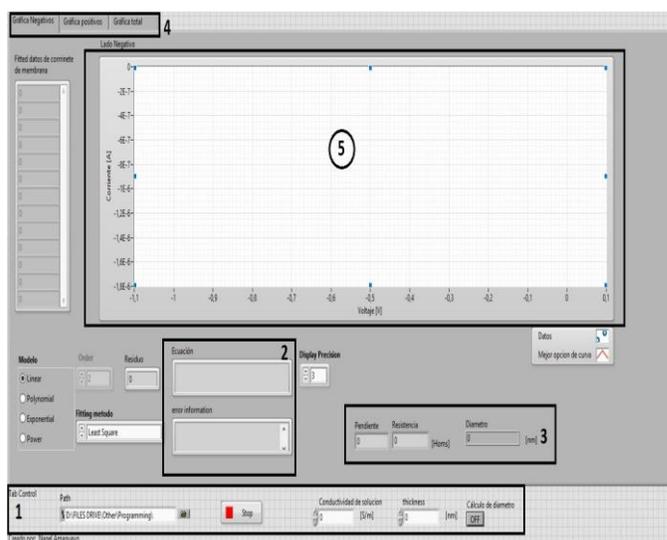


Figura 15. Interfaz de programa C3 Análisis de datos”. Señalando por medio de paneles (negros) opciones de interfaz como la visualización de gráficos o numéricos, divididos por tipo de utilidades.

**III-C3. C3. Programa de visualización de resultados:** El tercer programa abre el archivo generado por el programa C2, se debe seleccionar la ubicación en la ventanilla 2, adyacente se encuentra la opción de ubicar la conductividad de la solución y el espesor del chip, datos importantes para la obtención del diámetro aproximado del nanoporo (Ver sección II Fundamentos Teóricos). Se sigue un proceso de selección de valores de voltajes negativos y positivos de voltaje aplicado, para visualizar cada lado se puede cambiar la opción de las

pestañas de visualización en la ventanilla 4. Se realiza una regresión lineal para poder tener un estimado de la pendiente de los datos del barrido, la ecuación resultante se visualiza en la ventanilla 2 y gráficamente se visualiza en la ventanilla 5. El dato de el diámetro y la resistencia (pendiente) que ofrece el nanoporo se encuentra en la ventanilla 3. Notar que se debe activar el botón de “Calculo del diámetro” antes de correr el programa C3.

#### III-D. Descripción de Jaula de Faraday

La corriente transmembranal es muy baja, el ruido es uno de los principales impedimentos para obtener valores más certeros, se debe realizar una jaula de Faraday que contenga a las celdas con los electrodos. Luego se debe ubicar una segunda jaula de Faraday conteniendo a la primera jaula y a su vez a la tarjeta ACC. El cableado entre la DAQ y la ACC es coaxial, ayudando a la protección de ruido electromagnético a la salida de la segunda jaula de Faraday.

### IV. RESULTADOS

Antes de someter a la membrana a un estrés de potencial de 15 V se le midió la capacitancia y la resistencia mediante el instrumento LCR Meter de BK PRECISION. Dando como resultado los siguientes valores:

$$C = 206.9 \text{ pf}$$

$$R = 1.869 \text{ M}\Omega$$

Lo cual nos afirma que la membrana está en contacto con la solución de KCl. Se realizó un barrido de voltaje de  $\pm 1$  V (programa C2) para conocer el estado de la membrana SiNx, si este comportamiento es lineal antes de haber realizado el proceso de perforación (programa C1) significa que esta agujereado el nitruro de silicio. El comportamiento ideal como primera instancia es la que se muestra a continuación.

Posteriormente se procedió a correr el programa C1 durante 1:53 minutos, los resultados de dicha exposición al diferencial de potencial fueron los siguientes. En la Figura 17. Se ve una corriente de  $1,17228 \times 10^{-6}$  [A] o  $1,17228$  [uA] en promedio, teniendo unos picos de corriente debido al ruido electromagnético generado por lámparas de luz, maquinaria eléctrica del sector, ruido térmico, etc. Ya que solo se usó una jaula de Faraday que cubría únicamente las celdas. Se registró una subida de corriente a la hora 1:52 desde que se inició el experimento, lo cual nos indica que el nanoporo se creó (Ver Figura 18), también se aprecia que al apagarse el diferencial de potencial hay una caída de corriente negativa, esto se debe a que actúa como resistencia y capacitor a la vez, por lo tanto, se visualiza la descarga de los iones almacenados en la superficie de la membrana.

Para saber cuál es el tamaño aproximado del nanoporo se corrió el programa C2 que realizó un barrido de voltaje de  $\pm 1$  V. Se aprecia un comportamiento lineal y coherente, aplicando la ecuación de la figura mediante el programa C3 se puede deducir un tamaño aproximado del diámetro del nanoporo

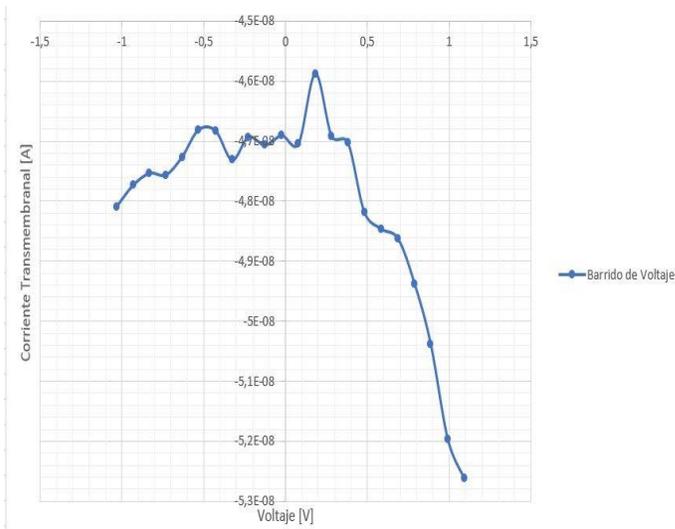


Figura 16. Comportamiento de membrana SiNx antes de la creación de nanoporo en barrido de voltaje de  $\pm 1$ V.

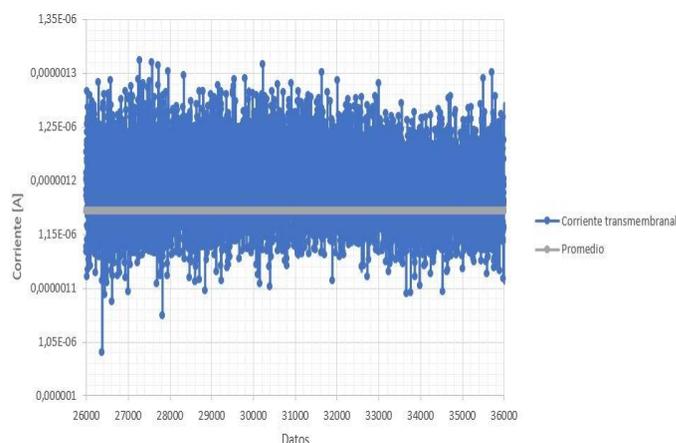


Figura 17. Corriente transmembranal semi estable a 15V, con un promedio de corriente de  $1,17228 \times 10^{-6}$  A, luego de haber transcurrido 1 hora

creado. En el lado negativo de los voltajes aplicados se obtiene una pendiente de  $2,08439 \times 10^{-6}$ , lo que significa un nanoporo de aproximadamente 36,99 nm, en el lado positivo de los voltajes se tienen una pendiente de  $2,07507 \times 10^{-6}$  lo que equivale a un nanoporo de 36,88 nm. En promedio se estima que el nanoporo tiene un diámetro de 36,93 nm.

### V. CONCLUSIONES.

La diferencia entre el barrido de voltaje antes de someter a un diferencial de potencial (Figura 16) de 1 hora con 53 minutos con los datos obtenidos después (Figura 19), es notoria. Se tiene un comportamiento casi lineal, lo que nos sugiere concluir que hay un rompimiento de la membrana dieléctrica, y este comportamiento responde a una resistencia con una longitud de 30nm y un diámetro de 36.93 nm. Este experimento se repitió una vez más y se obtuvo un nanoporo

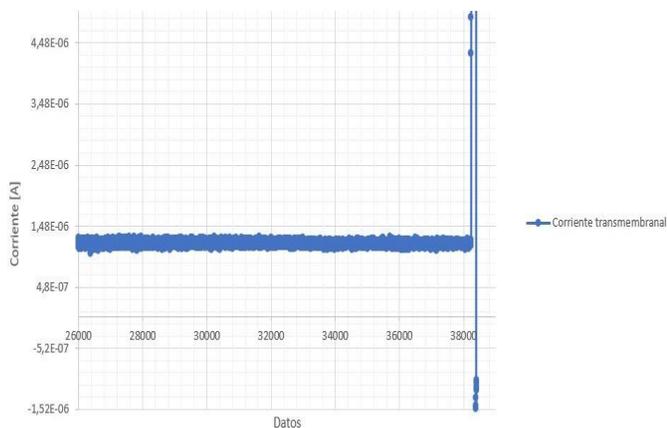


Figura 18. Corriente transmembranal luego de haber transcurrido 1h:53m, con pico de corriente des energizado luego de un corto periodo de tiempo para dejar de taladrar nanoporo.

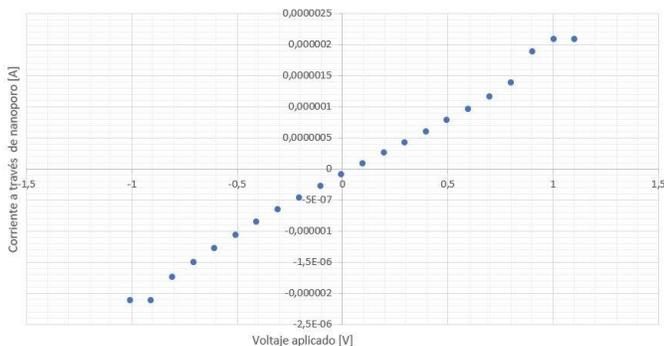


Figura 19. Barrido de voltaje +1V a nanoporo, mostrando un comportamiento resistivo (lineal).

con diámetros: 31,58 nm en el lado positivo y en el lado negativo 29,31nm, teniendo un promedio de 30,44 nm.

El comportamiento de la corriente cuando hay cambios en el suministro de voltaje corresponde a un decaimiento capacitivo análogo a un circuito RC (Ver II Fundamento Teórico). Esto implica que el efecto capacitivo de la membrana dieléctrica sigue presente.

Se estimaba un tiempo de creación de nanoporo de 2 horas de sometimiento a un diferencial de potencias de 15V con una solución de 1M con pH 10 y un espesor de chip de 30nm según la Figura. Tiempos estimados de generación de nanoporo a determinados pH de KCl y densidades de SiNx, obtenidos de forma experimental [6]. Se registro el rompimiento dieléctrico al haber transcurrido 1 hora con 53 minutos, lo que nos hace concluir que los parámetros que entran en juego estaban correctamente medidos y estimados. Finalmente, hemos fabricado 2 nanoporos usando el método de rompimiento dieléctrico controlado. Posteriormente se fabrica un segundo nanoporo con un diámetro promedio de 36,94 nm (Revisar Anexo 1)

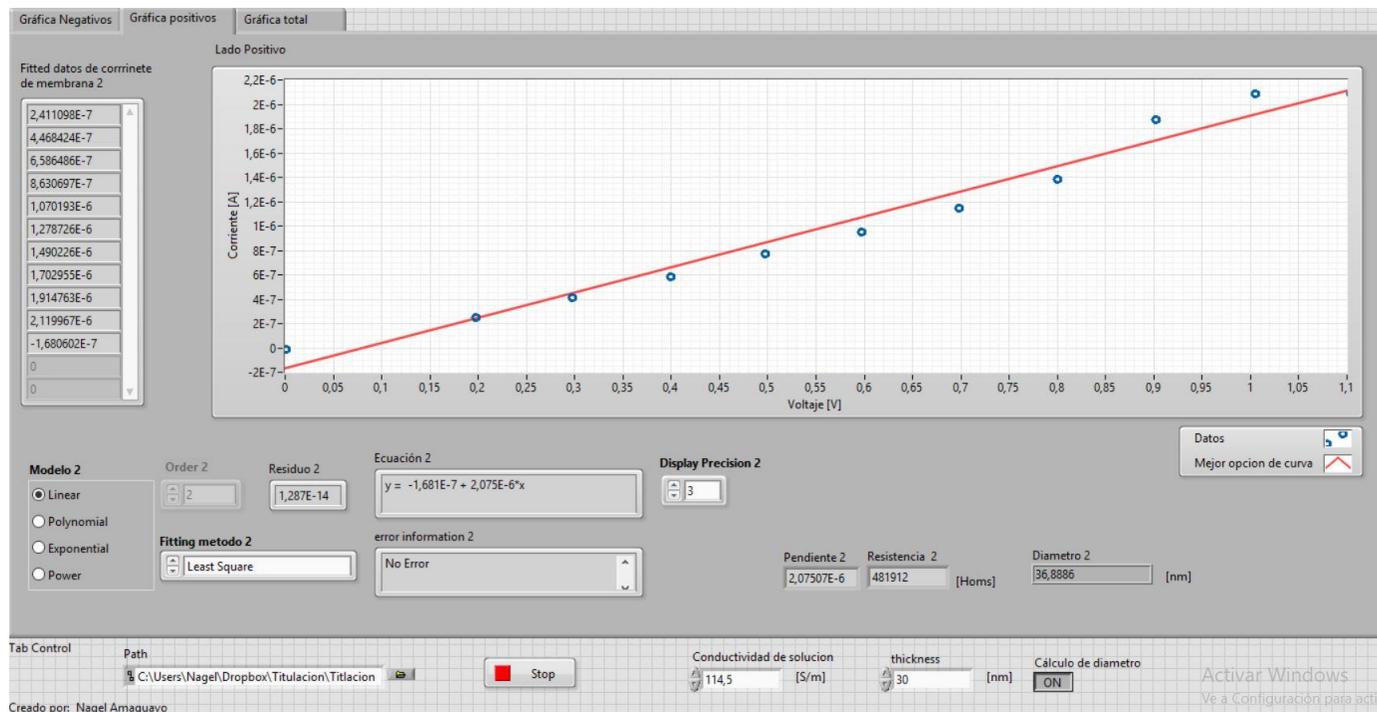
#### REFERENCIAS

[1] T. Gibb and M. Ayub, "Solid-State Nanopore Fabrication," *Engineered Nanopores for Bioanalytical Applications: A Volume in Micro and Nano*

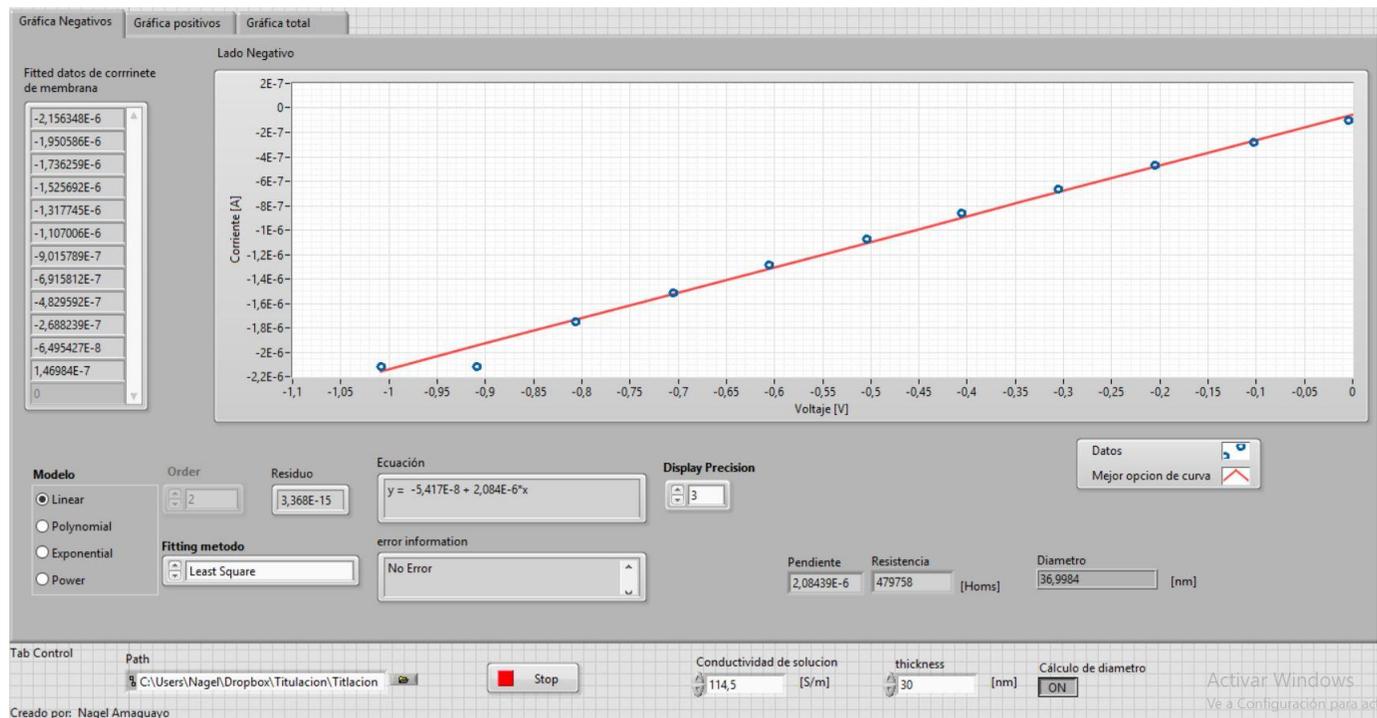
*Technologies*, pp. 121–140, 2013.

- [2] H. Kwok, K. Briggs, and V. Tabard-Cossa, "Nanopore fabrication by controlled dielectric breakdown," *PLoS ONE*, vol. 9, no. 3, 2014.
- [3] J. Bustamante, "Synchronous Optical and Electrical Measurements of Single DNA Molecules Translocating Through A Solid-State Nanopore," Ph.D. dissertation, University of Ottawa, 2015.
- [4] T. Albrecht, T. Gibb, and P. Nuttall, *Ion Transport in Nanopores*, first edit ed. Elsevier Inc., 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-1-4377-3473-7.00001-7>
- [5] H. J., "Access Resistance of a Small Circular Pore," vol. 66, no. 2, pp. 531–532, 1975.
- [6] S. Time-to pore and E. Field, "Supplementary Information Section 6," no. 1987, pp. 6–7, 2005.
- [7] V. Tabard-Cossa, "Instrumentation for Low-Noise High-Bandwidth Nanopore Recording," *Engineered Nanopores for Bioanalytical Applications: A Volume in Micro and Nano Technologies*, pp. 59–93, 2013.
- [8] J. Sutton, "A Solid State Nanopore Cell - 1 7/15/2008," p. 18, 2008.
- [9] H. H. Humphrey and D. Mlawsky, "SUPPLEMENTARY INFORMATION section ." vol. 74, no. 7, pp. 1550–1553, 2009.
- [10] N. Instruments, "NI USB-6212 Device Specifications."

## Anexos



Anexo 1: Uso de Programa C3 A Análisis de datos : Resultados nanoporo 2



Anexo 2: Uso de Programa C3 B Análisis de datos : Resultados nanoporo 2