

CONSTRUÇÃO DE UMA FONTE DE CORRENTE E DE UMA SONDA PARA MEDIDA DE CONDUTIVIDADE PELO MÉTODO DA SONDA DE QUATRO PONTAS

Olacir Alves Araújo

Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas, Universidade Estadual de Goiás, Br 153, km 98, 75000-000 Anápolis - GO

Wilson Botter Júnior*

Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás, Campus Samambaia, CP 131, 74001-970 Goiânia - GO

Jesiel Freitas Carvalho e Ediron Lima Verde

Instituto de Física, Universidade Federal de Goiás, Campus Samambaia, CP 131, 74001-970 Goiânia - GO

Recebido em 13/2/02; aceito em 26/3/03

THE CONSTRUCTION OF AN ELECTRICAL CURRENT SOURCE AND OF A PROBE FOR CONDUCTIVITY MEASUREMENT BY A FOUR POINT PROBE METHOD. This paper describes the construction of an electrical current source and of a probe to be used in the measurement of electrical conductivity through a four-point probe method. These pieces of equipments can be obtained at the low price of US\$ 50.00 and are adequate for electrical conductivity measurements in the semiconductor range, that is from 10^{-1} to 10^{-6} S cm^{-1} .

Keywords: four-point probe method; conductivity; conducting polymer.

INTRODUÇÃO

A condutividade elétrica de filmes, lâminas e de superfícies condutoras é um parâmetro físico essencial quando se deseja utilizar materiais em aplicações elétricas e eletrônicas¹. O método mais extensivamente utilizado para esse propósito é o sistema de quatro pontas^{2,3}, que consiste em medir os valores de corrente e voltagem, em eletrodos independentes, a partir dos quais se pode obter a resistividade em função da geometria da amostra. O sistema, originalmente descrito na literatura, é constituído por um sensor formado por quatro eletrodos verticais, cujas pontas estão em um mesmo plano, orientadas colinearmente e regularmente espaçadas. Dois eletrodos estão acoplados a uma fonte de corrente e os outros dois a um voltímetro⁴. Usualmente, os eletrodos externos servem como injetores e coletores de corrente, enquanto a diferença de potencial gerada é medida nos eletrodos internos. Entretanto, é possível a utilização de outras disposições geométricas, bem como a injeção de corrente através dos eletrodos internos^{1,4}. A medida é realizada, quando o sensor entra em contato com a superfície da amostra. Utilizam-se molas controladoras da pressão, para garantir a qualidade desse contato entre as quatro pontas e a amostra⁵. Esse método minimiza os erros de medida, devido à baixa resistência de contato entre os eletrodos e a amostra^{6,7}, além de ser útil na caracterização de propriedades elétricas de superfícies condutoras, tais como a mudança de condutividade devido à oxidação superficial, como descrito por Petersen⁸.

Sistemas de quatro pontas para medidas de condutividade elétrica podem ser adquiridos comercialmente. Entretanto, em muitas situações pode ser conveniente, ou mesmo necessário, construir o próprio equipamento. O propósito deste trabalho foi desenvolver um sistema de quatro pontas, associando simplicidade e baixo custo, para medida de condutividade elétrica em amostras semicondutoras depositadas sobre superfícies isolantes, com resultados equivalentes aos obtidos em equipamentos comerciais, na faixa da semicondução.

O MÉTODO DA SONDA DE QUATRO PONTAS

O método da sonda de quatro pontas baseia-se na aplicação de uma corrente constante entre dois eletrodos e na medida da tensão entre os outros dois. A diferença de potencial entre as pontas pode ser avaliada supondo que, em lugar das pontas de corrente, existam fontes pontuais de carga $+Q$ e $-Q$ ⁹. Pode-se assumir, em alguns casos, que as pontas metálicas possuem dimensões infinitesimais e que as dimensões das amostras são semi-infinitas¹⁰. Em amostras volumosas, nas quais a espessura w da amostra é muito maior que o espaçamento s entre os eletrodos ($w \gg s$), assume-se que há uma protuberância esférica de corrente emanando das pontas dos eletrodos externos cuja área é $A = 2\pi x^2$, correspondente a uma superfície hemisférica¹⁰. Em camadas muito finas ($w \ll s$), assume-se que há uma emissão circular de corrente ao invés de esférica; nesse caso a área será $A = 2\pi xw$ e a resistência diferencial será dada por:

$$dR = \rho \left(\frac{dx}{A} \right) \quad (1)$$

onde: R é a resistência, ρ é a resistividade, dx é o elemento diferencial de comprimento e A é a seção de área pela qual flui a corrente I .

Integrando-se sobre o comprimento entre os dois eletrodos internos e , considerando-se que a diferença de potencial entre esses é induzida por cada um dos eletrodos externos, pois ambos são fontes de correntes de mesma intensidade mas direções opostas, haverá sobreposição das correntes e , conseqüentemente, $R = V/2I$ ¹⁰⁻¹². Assim, obtêm-se as Equações (2) e (3) para amostras volumosas ($w \gg s$) e finas ($w \ll s$), respectivamente.

$$\rho = 2\pi s \left(\frac{V}{I} \right) \quad (2)$$

$$\rho = \frac{\pi w}{\ln 2} \left(\frac{V}{I} \right) \quad (3)$$

*e-mail: wilson@quimica.ufg.br

Em geral, a Equação 3 pode ser expressa como:

$$\rho = C \left(\frac{V}{I} \right) w \quad (4)$$

aqui C é um fator proveniente da integração geométrica. Seu valor dependerá das dimensões da amostra, de sua forma geométrica, do espaçamento entre os eletrodos e da amostra estar depositada sobre substrato isolante ou condutor. Considerando-se amostras semi-infinitas, retangulares e depositadas sobre superfícies isolantes, C será igual a 4,5324; ou seja, o valor de $\pi/\ln 2$. Os valores de C para amostras retangulares e circulares, depositadas sobre superfícies isolantes ou condutoras foram determinados por Smits⁶, Valdes¹¹ e Uhlir¹². Descrições mais detalhadas da utilização do método da sonda de quatro pontas estão disponíveis na literatura¹³.

PARTE EXPERIMENTAL

A Figura 1 mostra a configuração utilizada para construir o sistema de medida de condutividade elétrica, com destaque para a sonda de quatro pontas. Foram utilizados eletrodos de latão, de 5,0 cm de comprimento por 2,0 mm de diâmetro, de cabos de multímetro adquiridos comercialmente. Esses eletrodos foram decapados, por 3-4 min, em solução de ácido nítrico, 0,1 mol L⁻¹. As pontas foram, então, cuidadosamente afiadas e moldadas em ácido nítrico concentrado. Utilizou-se o espaçador de teflon (Figura 1) para limitar o comprimento das pontas, cujo diâmetro, obtido em função do tempo de permanência no ácido, é de 1mm. O revestimento com ouro foi realizado por eletrodeposição, utilizando-se como ânodo um fio de ouro em solução de KCN/AuCN, com concentrações, respectivamente, de 0,010 mol L⁻¹ e 0,015 mol L⁻¹ e densidade de corrente de 0,2-0,3 A dm⁻². Opcionalmente, o revestimento pode ser realizado por um ourives. Foram feitos quatro furos colineares de 2 mm de diâmetro em uma peça cilíndrica de teflon com 5 cm de diâmetro e 1 cm de espessura. O espaçamento entre os furos foi de 4 mm a partir de cada centro geométrico. Essa distância dependerá do diâmetro dos eletrodos e da precisão do serviço mecânico utilizado. A diminuição no espaçamento entre os eletrodos é recomendada, pois quanto menor a distância entre esses, melhores serão os resultados experimentais, uma vez que se minimizam os erros provocados por

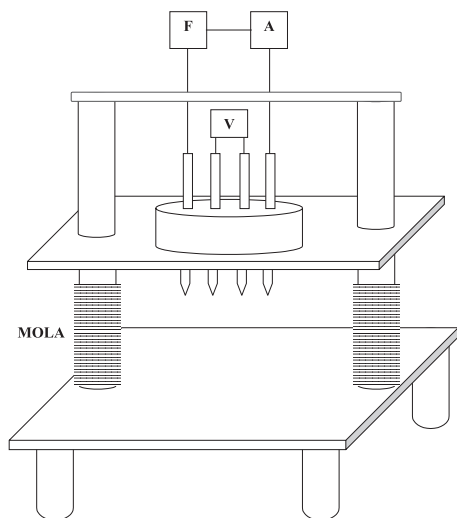


Figura 1. Esquema mostrando a configuração utilizada no sistema quatro pontas: (F) fonte de corrente; (A) amperímetro e (V) voltímetro

variações na espessura da amostra. A peça cilíndrica de teflon serviu como cabeça do suporte dos eletrodos, a qual foi fixada em um porta-amostras com base de teflon. Entre esse porta-amostras e a cabeça do suporte dos eletrodos colocaram-se duas molas para controlar a pressão exercida sobre a amostra.

O gerador de corrente (Figura 2) é constituído por uma fonte de tensão bipolar (± 18 V) necessária para alimentação simétrica dos operacionais envolvidos no fornecimento da corrente pré-ajustada. O circuito integrado A1 possui uma tensão de referência estável, que é utilizada para conversão em corrente de saída. O operacional A2 faz com que a corrente em R1 seja V_{ref} / R_c , entretanto, para correntes constantes maiores, o que implica uma R_c menor, é necessário um gerador de corrente de maior potência. O conjunto A2 e Tr formam, juntos, um estágio de potência com a carga aterrada via coletor de Tr. Essa configuração permite estabilidade de corrente da ordem de 20 ppm/ $^{\circ}$ C, na faixa de 500 mA, desde que o valor de R3 seja no mínimo de 33 Ω . O conjunto todo deve ser ligado a um terra local e a caixa do circuito deve ser de alumínio ou outro metal, para uma boa blindagem contra ruídos externos. Os operacionais A1 e A2 são do tipo Ca 3140, e a fonte de tensão de referência é constituída pelo operacional LM723. O potenciômetro multivoltas P2 é responsável pelo ajuste da corrente na carga e os resistores R1 e R2 são filmes metálicos com resistência de 1 K Ω e 1/4 W de dissipação máxima.

Os eletrodos externos da sonda de quatro pontas foram conectados à fonte de corrente e a um eletrômetro analógico Keithley 602, funcionando como amperímetro; os eletrodos internos, conectados a um voltímetro digital ET-2000 Minipa. As medidas de condutividade foram realizadas em filmes de polipirrol sintetizados sobre membranas de silicóna, que foram cortados com dimensões de 2 x 2 cm. Para cada amostra foram feitas três medidas, em cada lado, variando-se o potencial de saída da fonte; considerou-se a média dos seis valores como o resultado final.

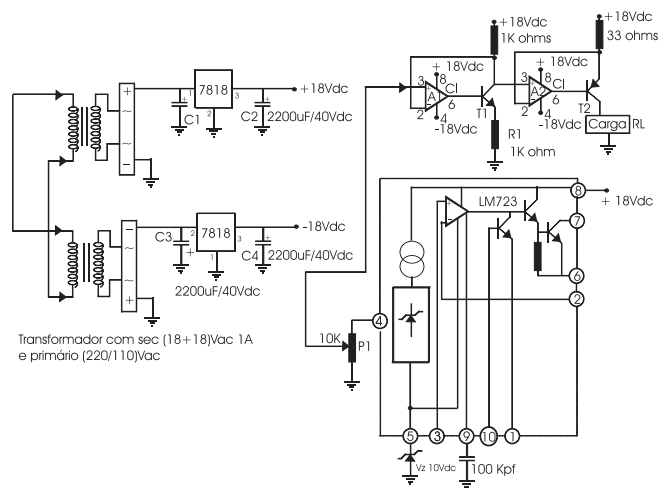


Figura 2. Esquema da fonte de corrente construída para uso no sistema de quatro pontas

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A fonte de corrente, cuja construção descrevemos neste trabalho, mostrou-se bastante estável na faixa de corrente medida, que foi de $5,0 \times 10^{-9}$ A a $3,0 \times 10^{-6}$ A. Seu custo, desconsiderando-se os medidores e indicadores de corrente, foi de, aproximadamente, R\$ 100,00 (US\$ 30,00). O suporte e a sonda de quatro pontas foram conseguidos por, aproximadamente, R\$ 65,00 (US\$ 20,00) não incluídos os serviços de confecção das peças, que foram realizadas nas

oficinas da UFG. A comparação entre esses valores e aqueles apresentados pelas sondas comerciais¹³ denota a vantagem situacional da construção de um equipamento.

Os resultados de condutividade elétrica obtidos com o condutivímetro, foram comparados aos resultados obtidos utilizando-se um sistema de quatro pontas adquirido comercialmente, que chamamos condutivímetro de referência, na Tabela 1. Os valores mostrados correspondem à média das seis medidas realizadas para cada amostra, sendo três em cada superfície. Esses resultados possuem a mesma ordem de grandeza, sendo possível medir condutividades elétricas de até 10^{-6} S cm⁻¹, ou seja, na faixa da semicondução. Não foi possível medir condutividades inferiores a 10^{-6} S cm⁻¹, mas seria possível melhorar a sensibilidade do sistema, alterando alguns componentes eletrônicos da fonte de corrente e utilizando um voltímetro mais sensível. As flutuações entre os valores das medidas do condutivímetro e do sistema de referência, entretanto, não são representativas do ponto de vista do significado das medidas. O condutivímetro mostrou-se perfeitamente adequado para medidas de condutividade elétrica na faixa da semicondução, embora não seja indicado para medidas de condutividade de bons condutores e isolantes. A construção do equipamento mostrou-se simples e economicamente viável, possibilitando-se a utilização da técnica em situações onde o equipamento comercial não esteja disponível.

Tabela 1. Valores de condutividade elétrica obtidos para filmes de polipirrol sintetizados sobre borracha de silicóna, utilizando o método da sonda de quatro pontas

Amostra	condutivímetro σ (S cm ⁻¹)	condutivímetro de referência* σ (S cm ⁻¹)
1	$5,2 \times 10^{-2}$	$4,2 \times 10^{-2}$
2	$2,3 \times 10^{-2}$	$5,6 \times 10^{-2}$
3	$7,1 \times 10^{-3}$	$4,8 \times 10^{-3}$
4	$5,6 \times 10^{-6}$	$4,7 \times 10^{-6}$

* Uma fonte de corrente programável 224-Keithley, um eletrômetro programável 617-Keithley e um sensor de quatro pontas com espaçamento de 2 mm.

CONCLUSÕES

A construção de uma fonte de corrente e de uma sonda para a medida de condutividade elétrica pelo método da sonda de quatro pontas é possível a um custo aproximado de US\$ 50,00. Esses equipamentos mostraram-se adequados para medidas de condutividade elétrica de até 10^{-6} S cm⁻¹. A construção e utilização dos equipamentos descritos neste trabalho podem ser úteis em situações em que o equipamento comercial não esteja disponível para utilizações rotineiras.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. A. E. Job, da Faculdade de Ciência e Tecnologia da UNESP de Presidente Prudente-SP, pelas medidas de condutividade elétrica no sistema de sonda de quatro pontas utilizado como referência.

REFERÊNCIAS

- Zrudsky, D. R.; Bush, H. D.; Fassett, J. R.; *Rev. Sci. Instrum.* **1966**, *37*, 885.
- Kennedy, J. K.; *Rev. Sci. Instrum.* **1962**, *33*, 773.
- Petersen, C. L.; Hansen, T. M.; Boggild, P.; Boisen, A.; Hansen, O.; Grey, F.; *Sens. Actuators, A* **2001**, 3153.
- Skotheim, T. A.; *Handbook of Conducting Polymers*, Ed. Marcel Dekker: New York, 1986.
- Paulnack, C. L.; Chaplin, N. J.; *Rev. Sci. Instrum.* **1962**, *33*, 873.
- Smits, F. M.; *Bell Sys. Tech. J.* **1958**, *37*, 711.
- Keywell, F.; Dorosheski, G.; *Rev. Sci. Instrum.* **1960**, *31*, 833.
- Petersen, C. L.; Grey, F.; Aono, M.; *Surf. Sci.* **1997**, *676*, 377.
- Baranauskas, V.; *Técnicas instrumentais de caracterização de semicondutores*, Ed. da UNICAMP: Campinas, 1989.
- http://argon.eecs.berkeley.edu:8080/~ee143/Four-Point_Probe/, acessada em Outubro 2000.
- Valdes, L. B.; *Proc. Inst. Rad. Eng.* **1954**, *42*, 420.
- Uhlir Jr., A.; *Bell Sys. Tech. J.* **1955**, *34*, 105.
- Giroto, E. M.; Santos, I. A.; *Quim. Nova* **2002**, *25*, 639.