

### NANOTECNOLOGÍA EN EL LABORATORIO DE FÍSICA: ¿BUSCANDO GRAFENO?

*Manuel Caravaca Garratón (2), Jose Abad López (1), José Damián Catalá Galindo (1) Universidad Politecnica de Cartagena; (2) Centro Universitario de la Defensa, Academia General del Aire*

*En este trabajo presentamos un enfoque novedoso dentro del campo de las prácticas de laboratorio de Física. Concretamente, en la asignatura “Física II”, perteneciente al primer curso de los diferentes Grados en Ingeniería. El concepto general gira en torno a la aplicación de teorías físicas básicas y sencillas para calcular magnitudes asociadas a materiales de alto interés tecnológico, como el grafeno. En concreto, mediante el empleo de instrumentación básica de un laboratorio de prácticas, el alumno/a puede estudiar fenómenos a escala nanométrica. Este planteamiento posee una triple función: deshace el concepto estanco de ley física que el alumno posee, genera conexión con materiales modernos de relevancia científica y crea a un estudiante responsable de su experimento, con el fin de ahondar en un tema vital como es la seguridad en el laboratorio.*

#### 1. INTRODUCCIÓN

Los modelos tradicionales basados en clases magistrales impartidas por el profesor están siendo superados por nuevos modelos centrados en el aprendizaje del alumnado, donde este debe asumir una mayor responsabilidad, autonomía y compromiso durante todo el proceso (ANECA, 2004). Este cambio está siendo canalizado por el Espacio Europeo de Educación Superior (EEES). El modelo no sólo debe aplicarse al contenido teórico de las asignaturas, sino también a la parte práctica en el laboratorio, y ambas deben considerarse unidas como un único bloque. Se debe fomentar, además, el estudio de la teoría mediante un aprendizaje cooperativo a través del empleo metodologías basadas en el planteamiento y resolución de problemas reales prácticos en el laboratorio. Dentro de estas metodologías (Woods, 1994) el estudiante es el actor principal, otorgando un gran peso a la adquisición de conocimientos, y al desarrollo de habilidades y actitudes, favoreciendo el aprendizaje activo, fomentando el trabajo en equipo e integrando teoría y práctica (Molina, 2003). En este modelo, la motivación de los alumnos es un prerrequisito fundamental, por lo que hemos introducido en el laboratorio de prácticas diferentes materiales de relevancia e interés tecnológico, con el objeto de incentivar dicha motivación. Además, con el fin de promover el autoaprendizaje y la capacidad crítica para analizar la información (Davies, 2004) se presenta al estudiante la práctica como una pregunta abierta:

¿buscando grafeno? El desarrollo del proyecto se lleva a cabo a través del cálculo del espesor de una película delgada de grafito exfoliada mediante el empleo la ley de Ohm.

## **2. REALIZACIÓN DE LA PRÁCTICA**

La práctica está diseñada para la asignatura “Física II”, perteneciente al primer curso de los diferentes Grados en Ingeniería. Se elabora en grupos de dos a tres alumnos para fomentar el aprendizaje cooperativo. El guión de la práctica está estructurado en varios apartados, que se muestran a continuación.

### **2.1.1 Objetivos de aprendizaje**

- Incentivar el aprendizaje del alumno mediante la utilización en el laboratorio de prácticas de materiales de alta relevancia tecnológica, que jugarán un papel fundamental en el desarrollo de novedosas aplicaciones.
- Familiarizar al estudiante con conceptos como el de la Nanotecnología, que pueden ser fundamentales para el desarrollo de su futura carrera profesional.

### **2.1.2 Objetivos específicos de la práctica**

Se detallan los principales objetivos de la práctica, que deben analizarse críticamente al final del informe, en el apartado “Conclusiones”. En esta experiencia, los objetivos son:

- Representación de la característica corriente-voltaje del material.
- Determinación del número de capas de grafito presentes en la muestra.

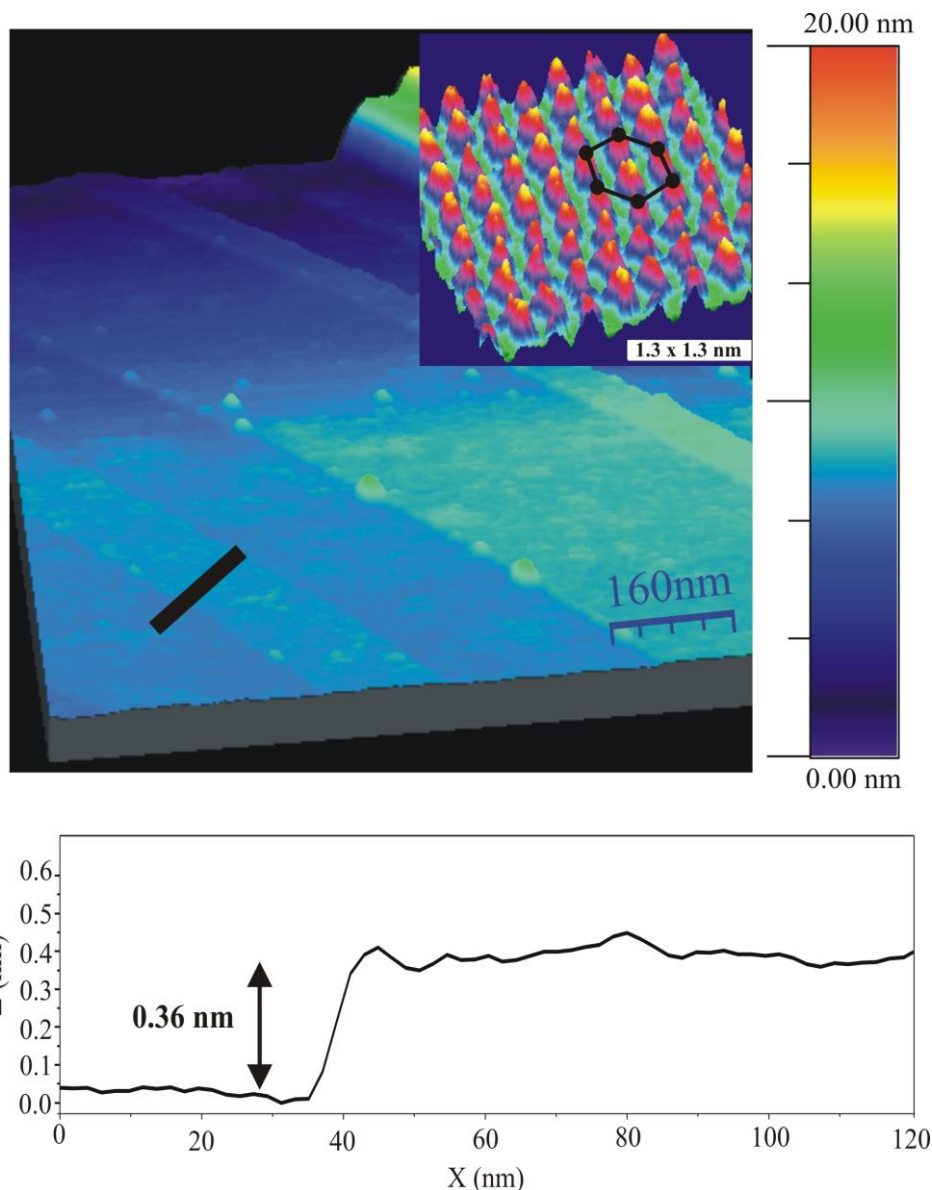
Como objetivo transversal, como siempre en este tipo de prácticas se pretende conectar con la parte didáctica de la seguridad en el laboratorio y el cuidado del montaje experimental.

## **2.2 Fundamento teórico**

Se expone una breve introducción teórica donde se presentan los conocimientos y expresiones básicas que necesitará el alumno para el desarrollo de la práctica.

El grafeno es una forma alotrópica del carbono, como el diamante, el grafito, o los fullerenos, en el que los átomos de carbono están dispuestos en un patrón regular hexagonal similar al grafito (ver figura 1) pero en una única capa atómica de espesor, formando un cristal en dos dimensiones. Estrictamente hablando, se pueden distinguir diferentes tipos de cristales bidimensionales de grafeno si este está formado por una única, dos o hasta diez capas atómicas, puesto que estructuras con un espesor mayor de 10 capas atómicas se consideran ya películas delgadas de grafito (Geim, 2007). Entre sus propiedades más notables están la flexibilidad y transparencia, una alta conductividad térmica y eléctrica, una elevada elasticidad y dureza, que genera electricidad al incidir sobre él la luz, y que posee una relación superficie-volumen muy alta. En 2010 Geim y Novoselov recibieron el premio Nobel de Física por sus revolucionarios descubrimientos sobre este material (Novoselov, 2011) y (Geim, 2011), por lo que se puede considerar al grafeno en la actualidad como el material de moda.

Las películas delgadas de grafito que empleamos se han obtenido mediante exfoliación con cinta adhesiva transparente de una muestra de grafito pirolítico altamente orientado (HOPG) 1cmx1cmx0.1cm. Después de la primera exfoliación la película que queda en la cinta adhesiva es exfoliada nuevamente, y así sucesivamente hasta que se considere oportuno. Cuantas más exfoliaciones, más delgada será la película. Si queremos obtener grafeno la muestra debe ser semitransparente. Posteriormente, se corta la película delgada para darle una anchura de 3 mm, y se pegan los contactos de aluminio con cinta adhesiva conductora de aluminio a una distancia de 3 mm, por lo que la película delgada tendrá unas dimensiones de 0.3 cm x 0.3 cm. Finalmente se pega con cinta adhesiva transparente a un soporte plástico para darle rigidez y se refuerzan los contactos de aluminio con más cinta adhesiva de aluminio, como se muestra en la figura 2.



**Figura 1.** Imagen topográfica de la superficie una película de delgada de grafito. La imagen ha sido tomada con un microscopio de fuerza atómica (AFM), donde se observan diferentes escalones. La gráfica inferior muestra el perfil del escalón monoatómico indicado con una línea en la imagen; la altura del escalón es de 0.36 nm. En la esquina superior derecha aparece una imagen a resolución atómica de una muestra de grafito HOPG, tomada con un microscopio de efecto túnel (STM), donde se observa la distribución hexagonal de los átomos de carbono

El grafito es un material que posee una conductividad eléctrica  $\sigma$  alta. Su resistividad,  $\rho=1/\sigma$  en el plano es  $40 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm}$  (Banerjee, 2005)

La ley de Ohm viene dada por (Ohm, 1827):

$$V = IR \quad (1)$$

donde  $V$  e  $I$  son la diferencia de potencial en los extremos de la lámina de grafito y la intensidad de corriente que circula por ella, respectivamente.

En general, la resistencia que opone un material al paso de la corriente eléctrica depende del voltaje e intensidad aplicados pero, pero vamos a considerar que para la lámina de grafito dicho valor es constante en el rango de voltajes que se emplearán (de -2 V a 2 V), se cumple la ley de Ohm, y podemos calcular la resistencia de la película de grafito como

$$R = \frac{\rho L}{ea} \quad (2)$$

donde  $L$ ,  $e$ , y  $a$  son la longitud de la película, su espesor y su ancho, respectivamente. El producto entre  $e$  y  $a$  constituye la sección transversal del material. De la expresión anterior se puede despejar el espesor  $e$ , dado que conocemos el espesor de una capa monoatómica de grafito ( $d=0.36 \text{ nm}$ ), como se observa en la imagen de microscopía, podemos obtener el número de capas de grafito ( $N$ ) según la expresión:

$$N = \frac{\rho L}{Rad} \quad (3)$$

Hay que hacer notar que  $N$  será el número de capas promedio en el área considerada de la película de 3 mm x 3 mm.





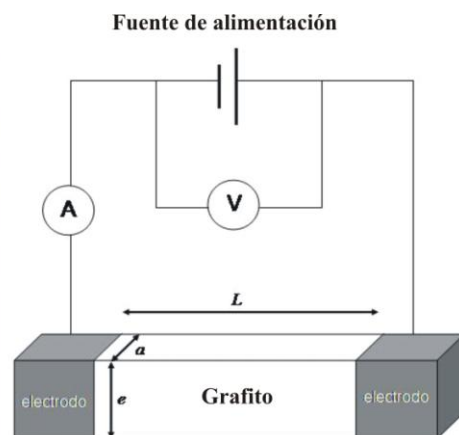
**Figura 2.** Forma correcta de conectar la película de grafito.

### 2.3 Material y montaje

En esta sección se expone una breve descripción del material que se va a utilizar y cómo debe realizarse el montaje experimental. En este punto se incide en la seguridad en el laboratorio, y se entrega a los alumnos el anexo “Seguridad y manejo de instrumentos eléctricos en el laboratorio” (Catalá, 2012).

El esquema circuital del montaje experimental que empleamos para la realización de la práctica se muestra en la figura 3. Los elementos necesarios para el desarrollo son:

- Fuente de tensión variable de corriente continua.
- Dos polímetros.
- Muestra de grafito preparada como se ha mencionada anteriormente.
- Cronómetro y cableado.



**Figura 3.** Esquema circuital de la práctica.

El montaje experimental es esencialmente el mismo que el que se suele emplear para la verificación de la ley de Ohm. En esta ocasión, sustituimos el resistor por la lámina grafito. La lámina no posee bornes de conexión, por lo que el contacto con el circuito se lleva a cabo con pinzas de cocodrilo. Con el objeto de no deteriorar la película delgada, se ha de manipular con mucho cuidado la muestra, tomándola siempre por los contactos de aluminio exteriores, lugar en el que se conectarán las pinzas. Es muy importante realizar estas operaciones manuales con el circuito desmontado y la fuente de alimentación apagada, para evitar indeseables y peligrosas descargas eléctricas (ver figura 2).

La medida de la corriente que circula por la lámina de grafito se realiza con la conexión en serie de uno de los polímetros, que opera como amperímetro. Por su parte, la diferencia de potencial en los extremos de la lámina se determina con el otro polímetro, conectado en paralelo como voltímetro.

### 2.4 Desarrollo

En la parte de desarrollo se guía al estudiante en el proceso de adquisición de los datos experimentales. Los puntos a desarrollar son:

1. Selecciona una lámina de grafito y anota el ancho  $a$  y el largo  $L$  indicado en la lámina.
2. Realiza el montaje experimental de la figura 3. Siempre con la fuente apagada, contacta con las pinzas de cocodrilo los electrodos de aluminio de la muestra, como se indica en la figura 2. Coloca a cero los potenciómetros de la fuente antes de encenderla y consulta el montaje con el personal responsable del laboratorio.
3. Enciende la fuente y aumenta lentamente la tensión aplicada hasta 4.5 V. Realiza un barrido de la parte positiva descendente. Para ello selecciona diez voltajes comprendidos entre 2 y 0 V. Con el fin de optimizar el proceso de adquisición de datos es necesario variar el voltaje cada 30 segundos, anotando la lectura de los polímetros en una escala adecuada. Es importante no sobrepasar el límite superior, dado que la lámina se puede calentar en exceso y deteriorar.
4. Realiza el barrido de la parte negativa de la curva corriente-voltaje cambiando la polaridad del voltaje aplicado, intercambiando los cables conectados a la salida de la fuente de alimentación. Es importante

conectarlo únicamente cuando el voltaje sea cero. Realiza un barrido de la parte negativa, para ello selecciona diez voltajes comprendidos entre 0 y -2 V. Como antes es necesario variar el voltaje cada 30 segundos, anotando la lectura de los polímetros en una escala adecuada.

5. Disminuye lentamente la tensión aplicada hasta 0 V y apaga la fuente de alimentación.

### 2.5 Resultados

En este apartado los estudiantes presentan sus datos experimentales y calculan el número de capas  $N$  de la lámina de grafito. A continuación mostramos en una tabla los datos experimentales medidos por un alumno de clase para dos láminas de grafito características, una muy exfoliada (me) y otra poco exfoliada (pe), donde  $V$  e  $I$  aparecen con sus unidades.

<i>Muy exfoliada</i>		<i>Poco exfoliada</i>	
$V$ (V)	$I$ ( $\mu\text{A}$ )	$V$ (V)	$I$ ( $\mu\text{A}$ )
2.0	1412	2.0	8140
1.8	1190	1.8	7220
1.6	1057	1.6	6330
1.4	912	1.4	5530
1.2	756	1.2	4610
1.0	600	1.0	3730
0.8	486	0.8	2850
0.6	340	0.6	2040
0.4	222	0.4	987
0.2	110	0.2	483
0.0	0	0.0	0
-0.2	-130	-0.2	-536
-0.4	-308	-0.4	-1670
-0.6	-485	-0.6	-1647
-0.8	-660	-0.8	-3552



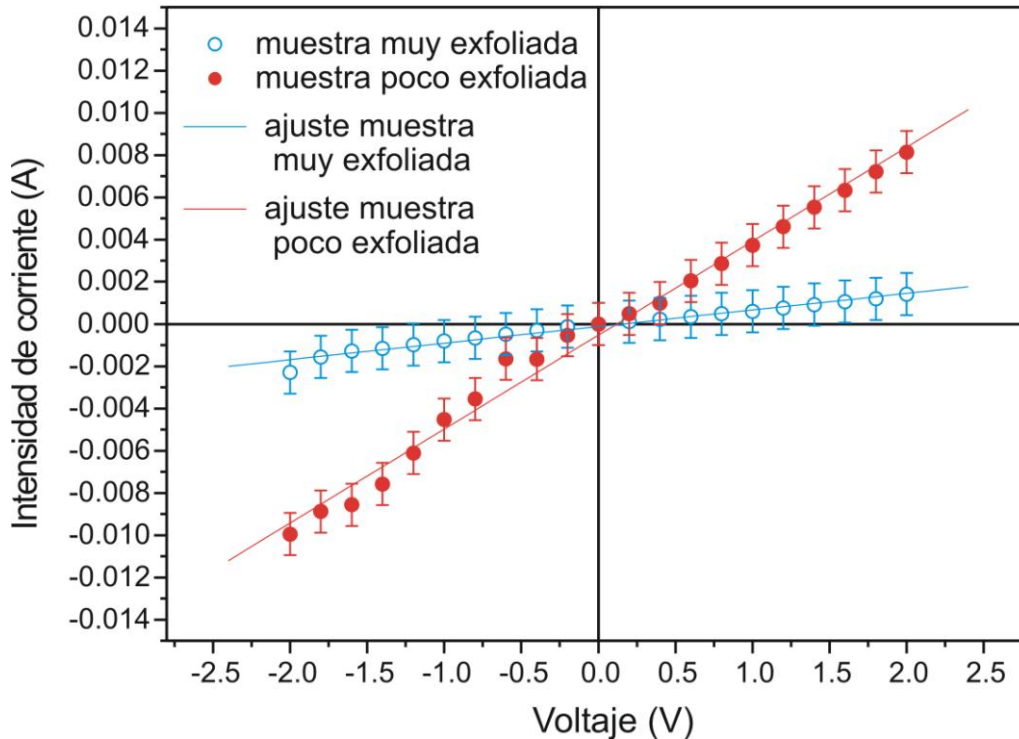
-1.0	-806	-1.0	-4530
-1.2	-977	-1.2	-6110
-1.4	-1154	-1.4	-7580
-1.6	-1276	-1.6	-8560
-1.8	-1560	-1.8	-8880
-2.0	-2300	-2.0	-9950

*Tabla 1. Datos experimentales de V e I para dos láminas de grafito.*

Los resultados derivados del análisis de los datos experimentales involucran la verificación de la ley de Ohm y el cálculo del número de capas del material. Para ello realizaremos una representación gráfica de los datos y un ajuste por mínimos cuadrados. Los apartados que debe seguir el alumno son:

1. Representa los datos de la intensidad de corriente frente al voltaje, medidos con los polímetros.
2. Ajusta por mínimos cuadrados los datos a una recta del tipo  $I = m V + n$ . Determina, con su error, el valor de la pendiente  $m$  obtenida a través del ajuste.
3. A partir de la pendiente de la recta ajustada, calcula el valor de la resistencia eléctrica, del espesor  $e$  y el número de capas de la lámina de grafito.

La representación gráfica de la intensidad de la corriente frente al voltaje se muestra en la figura 4. Como se observa, se verifica la dependencia lineal entre las variables dentro del rango de voltajes elegidos.



**Figura 4.** Representación gráfica de  $I$  frente a  $V$  para la lámina de grafito.

El ajuste por mínimos cuadrados, por su parte, ofrece unos valores de la pendiente,  $m$ , la ordenada en el origen,  $n$ , y el coeficiente de correlación,  $r$ , para las dos muestras:

$$\text{muestra poco exfoliada } m_{pe} = (7.8 \pm 0.3) \times 10^{-4} \quad n_{pe} = (1.2 \pm 0.4) \times 10^{-4} \quad r_{pe} = 0.98673$$

$$\text{como } R=1/m \text{ la resistencia será: } R_{pe} = (1280 \pm 50) \Omega$$

$$\text{para la muestra muy exfoliada } m_{me} = 0.0455 \pm 0.0011 \quad n_{me} = -0.0053 \pm 0.0013 \\ r_{me} = 0.99452673$$

$$\text{como } R=1/m \text{ la resistencia será: } R_{me} = (22.0 \pm 0.5) \Omega$$

Según la ley de Ohm, a través del valor de  $R$  de la lámina de grafito podemos despejar el valor de  $N$  con ayuda de la ecuación (1)

$$N = \frac{\rho L}{Rad}$$

La expresión anterior arroja un valor de  $N$  igual a

$N_{pe} \approx 1$  capa y  $N_{me} \approx 51$  capas, donde se han tomado los valores de  $L=3$  mm y  $a=3$  mm indicados en ambas láminas.

### 2.6 Cuestiones

Para incentivar el carácter crítico sobre los resultados de la práctica y la búsqueda bibliográfica se proponen las siguientes cuestiones:

1. En vista del número de capas obtenido, ¿podemos considerar que tenemos una película de grafeno?
2. Interpreta el resultado en el caso que  $N < 1$ .
3. Razona si es posible emplear instrumentos de medida como el calibre para determinar el espesor de la película.
4. Comenta alguna estrategia alternativa para determinar el valor del espesor.
5. Busca y describe en unas 100 palabras algunas aplicaciones tecnológicas del grafeno.

### 2.7 Conclusiones

Este espacio final se destina a los comentarios acerca de la consecución de los objetivos iniciales, así como a observaciones, propuestas y cualquier otro tipo de información relevante que el alumno desee comunicar al grupo investigador principal.

En general, los comentarios de los estudiantes se han centrado en mostrar un alto grado de interés en la práctica debido a la novedad tecnológica de los materiales empleados. Asimismo, han valorado positivamente el enfoque original y novedoso del estudio de la ley de Ohm. Un último apunte relevante

es que la mayoría de los estudiantes han incidido en la sencillez y rápida realización de la experiencia.

Por el contrario, algunos alumnos nos han preguntado acerca de la automatización en la adquisición de los datos, que es posible, pero no la hemos considerado oportuna debido a que queremos una implicación total del alumno en la adquisición de los datos.

### 3. CONCLUSIÓN

Con el objeto de adaptarse al Espacio Europeo de Educación Superior (EEES) se ha desarrollado una práctica de laboratorio en la que se fomenta el estudio de la teoría mediante el aprendizaje cooperativo (desarrollo, resolución y valoración de la práctica en grupos) basado en el planteamiento y resolución de problemas reales prácticos. Para incentivar la motivación se ha introducido en la práctica un material de alta relevancia tecnológica. Además, mediante el empleo de instrumentación básica, de no muy elevado coste, presente en un laboratorio de prácticas, se han estudiado fenómenos a escala nanométrica. La valoración general de los alumnos hacia la práctica ha sido muy positiva.

### 4. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Dra. Elisa Román la utilización del microscopio de efecto túnel, al Dr. Jaime Colchero la utilización del microscopio de fuerza atómica y la muestra de grafito HOPG, y a Juan Francisco González Martínez su ayuda en la preparación de las muestras.

### 5. REFERENCIAS

ANECA. (2004), *Libro Blanco Título de Grado en Ingeniería Civil*.

Banerjee, S., Sardar, M., Gayathri, N., Tyagi, A. K., Raj, B., (2005). Conductivity landscape of highly oriented pyrolytic graphite surfaces containing ribbons and edges. *Physical Review B*, 72, 075418-075424.

Catalá, J. D., Caravaca, M., Abad, J., Gómez, S. (2012). *Electromagnetismo. Técnicas experimentales*, Cartagena, Ed. Aglaya.

Davies, I., (2004). Science and citizenship education. *International Journal of Science Education*, 26, 1751-1763.

# #CIMIE14

3er Congreso Internacional Multidisciplinar de Investigación Educativa

Geim, A. K., Novoselov, K. S., (2007). The rise of graphene. *Nature Materials*, 6, 183–191.

Geim, K., (2011). Nobel Lecture: Random walk to graphene. *Reviews of Modern Physics*, 83, 851-862.

Molina, J. A., García, A., Pedraz, A., Antón, M. V. (2003). Aprendizaje basado en problemas: una alternativa al método tradicional. *Revista de la Red Estatal de Docencia Universitaria*, 3, 79-85.

Novoselov, K. S., (2011). Nobel Lecture: Graphene: Materials in the Flatland. *Reviews of Modern Physics*, 83, 837-849.

Ohm, G. S., (1827). *Die galvanische Kette: mathematisch bearbeitet*, Berlín, Riemann.

Woods, D. R. (1994), *Problem-based learning: how to gain the most from PBL*. Hamilton, Ontario, Donald R. Woods Publisher.