

# MEDICION DE PARAMETROS ELECTRICOS DEL TeHg POLICRISTALINO.

M. Bianchetti (\*), M.Cabezas, H.Cánepa, E.Heredia, G.Herren (\*) y N.E.Walsøe de Reca (\*)  
*Programa de Investigaciones en Sólidos (PRINSO),*  
*Centro de Investigaciones Científicas y Técnicas de las Fuerzas Armadas (CITEFA) y CONICET*  
*Zufriátegui 4380, 1603 Villa Martelli, Buenos Aires.*

Se efectuaron mediciones de conductividad eléctrica del TeHg a temperatura ambiente por los métodos convencionales de Van der Pauw y cuatro puntas lineales, para compararlas con las realizadas por un método inductivo (sin electrodos). Se midió la movilidad y el número de portadores por efecto Hall a temperatura ambiente y a 77 K.

## INTRODUCCION

### Método de cuatro puntas.

Para medir la resistividad en muestras que tengan formas variadas se suele usar el método de cuatro puntas. Este consiste de cuatro electrodos puntuales que son apoyados en forma lineal y equiespaciada sobre la superficie plana del material cuya resistividad se desea medir. Las cuatro puntas de prueba se deben encontrar alejadas del borde de la muestra.

Si una corriente  $I$  se aplica entre los electrodos exteriores, mientras se mide el potencial entre las puntas interiores la resistividad se calcula como:

$$\rho = 2\pi s \Delta V / I$$

donde  $s$  es la distancia entre puntas.

Para muestras cuyo espesor sea mucho menor que la distancia entre puntas, se puede considerar el problema como bidimensional, y la resistividad será:

$$\rho = (\pi \delta / \ln 2) \Delta V / I$$

donde  $\delta$  es el espesor de la muestra.

En muestras que tengan forma rectangular o circular se ha calculado el factor de corrección por el método de imágenes (1).

Si las puntas se ubican en los vértices de un cuadrado, la resistividad para una muestra delgada es:

$$\rho = (2\pi\delta / \ln 2) \Delta V / I$$

(\*) CONICET.

### Método de Van der Pauw.

A menudo las mediciones deben ser hechas en muestras que tienen contornos irregulares y formas arbitrarias. El fundamento teórico de tales mediciones está basado en la representación conforme y fue desarrollado por Van der Pauw. El mismo transforma una superficie de forma arbitraria en un plano semi-infinito.

De esta manera la resistividad de una oblea de forma irregular puede ser determinada aplicando una corriente  $I$  entre los electrodos 1 y 2, y midiendo la diferencia de potencial entre 3 y 4, quedando determinada la resistencia  $R$  (12, 34).

En forma análoga, conmutando los electrodos utilizados para corriente y voltaje de manera apropiada se obtiene  $R$  (23, 41). La resistividad resulta entonces:

$$\rho = (\pi \delta / \ln 2) \cdot (R(12, 34) + R(23, 41)) / 2 \cdot f$$

donde  $f$  es una función que depende de la relación  $\alpha = R(12, 34) / R(23, 41)$  de la forma:

$$(\alpha - 1) / (\alpha + 1) = (f / \ln 2) \cdot \cosh^{-1} [1/2 \exp(\ln 2 / f)]$$

### Método inductivo.

Se considera el caso de un material con permitividad  $\epsilon$ , permeabilidad  $\mu$ , y conductividad eléctrica  $\sigma$ , en el vacío, al que se le aplica un campo magnético variable en el tiempo.

Se plantean las ecuaciones macroscópicas de Maxwell con las aproximaciones siguientes, para la región interior del material:

- No existe densidad de carga eléctrica libre,
- Aproximación cuasiestacionaria para el campo aplicado,

- La conductividad sigue la ley de Ohm compleja,
- El material es lineal, isótropo, homogéneo y no ferromagnético,
- Buen conductor:  $\sigma / \omega \gg \epsilon$ ,  
 $\omega$  : frecuencia angular,
- El campo magnético aplicado  $H_0(t)$  varía sinusoidalmente en el tiempo,
- La geometría de la muestra es la de un cilindro infinito de radio (a),
- El campo magnético aplicado es uniforme y paralelo al eje de simetría de la muestra,
- Se consideran sustancias no magnéticas tal que  $|\mu - \mu_0|$  no exceda el valor  $10^{-5}$ ,  
( $\mu_0$  : permeabilidad del vacío),
- La tensión inducida por la muestra es proporcional a la longitud (l) de la misma. No se hacen aproximaciones sobre la profundidad de penetración  $\delta$  respecto del radio (a) de la muestra.

El campo magnético calculado en el interior de la muestra es:

$$H = [J_0(kr)/J_0(ka)] \cdot H_0(t)$$

$J_0(kr)$ : función de Bessel de primera especie de orden cero,

$r$  : coordenada cilíndrica radial,

$k = (1+i) / \delta$ ,

$\delta = (2 / \mu \omega \sigma)^{1/2}$  : profundidad de penetración.

Calculando el flujo magnético concatenado por una sección transversal del cilindro muestra, se deduce la tensión inducida por éste ( $V_{ms}$ ) sobre un solenoide coaxial y de radio apenas superior (2-7)

$$V_{ms} / k\omega = F(x) \quad (1)$$

$$F(x) = ((1 - (4/x) \cdot (M_1(x)/M_0(x))) \cdot \cos(\theta_1(x) - \theta_0(x) - 3\pi/4) + ((2/x) \cdot M_1(x)/M_0(x))^2)^{1/2} \quad (2)$$

donde:

$$x = a/\delta = a \cdot (\mu_0 \omega \sigma)^{1/2}$$

$$k = (\alpha / \sqrt{2}) \cdot l \cdot \mu_0 \pi a^2 \cdot H_0,$$

$\alpha$  = constante geométrica del sistema de medición,  
 $M_v(x), \theta_v(x)$ : módulo y fase de las funciones de Kelvin de orden  $v$ .

Es posible obtener la constante geométrica del sistema (k) utilizando un material de conductividad eléctrica conocida y los valores de  $F(x)$  calculados.

La conductividad de un material puede obtenerse utilizando la constante k (manteniendo las condiciones de medición), o bien, como en este caso, utilizando un material de referencia (R).

$$\begin{aligned} V_{ms}(R) / k \omega_R &= \\ = V_{ms}/K\omega \Rightarrow X_R = X \Rightarrow \sigma &= \frac{\omega_R}{\omega} \sigma_R \end{aligned} \quad (3)$$

## PARTE EXPERIMENTAL

### Purificación de los materiales.

Para calibrar el sistema se utilizó Hg purificado de la siguiente manera:

Se lavó por goteo en una solución de ácido nítrico (17%) y nitrato mercuríco (5%). Previo secado por contacto con papel de filtro, se efectuó una destilación ( $P = 10^{-2}$  torr,  $T = 643$  K). Finalmente se almacenó al vacío. La muestra de Hg purificado se introdujo en el solenoide  $L_1$  utilizando una ampolla cilíndrica de cuarzo. Las dimensiones de la muestra son ( $20 \pm 0,1$  mm) de altura y ( $3,5 \pm 0,05$ ) mm. de radio.

Se realizó la medición de la conductividad del Hg purificado por el método de cuatro puntas, obteniéndose  $\sigma = (10696 \pm 900)(\Omega \text{ cm})^{-1}$  a una temperatura de ( $293 \pm 1$ ) K.

El telurio utilizado es de 6N de pureza. Este material fue purificado mediante un sistema de destilación múltiple. Este consiste en colocar el telurio al vacío en una cápsula de cuarzo horizontal con tres angostamientos. Mediante la utilización de un horno horizontal se lleva al material a su temperatura de fusión, haciéndolo pasar por las distintas zonas del tubo. Los materiales más livianos quedan en una trampa de nitrógeno líquido en la boca de la bomba y los más pesados dejan un residuo en el tubo de cuarzo.

### Obtención del policristal.

Para obtener el  $\text{Te}_{0,55}\text{Hg}_{0,45}$  se colocaron en una ampolla de cuarzo cantidades estequiométricas de ambos componentes.

La cápsula se selló al vacío ( $10^{-6}$  torr) y se colocó en una mufla a  $700^\circ\text{C}$  para una primera formación del material.

Luego de enfriada, la cápsula se coloca en un horno circular que posee un mecanismo de rotación alrededor de un eje perpendicular al eje de

simetría del mismo.

De esta manera el material fundido puede ser mezclado dentro de la cápsula para lograr una mejor homogeneización del mismo.

La composición del material fue medida con microsonda (Philips 505) obteniéndose 56% de telurio y 44% de mercurio con un error del 2,5%.

**Método de medición con electrodos.**

Las mediciones de resistividad por el método de cuatro puntas se realizaron utilizando un multímetro digital (HP-3468A). La corriente suministrada se calculó midiendo la caída de potencial sobre una resistencia patrón en serie con la muestra.

Las mediciones a 77K fueron realizadas con un crióstato portamuestras construido en el grupo.

Para las mediciones de efecto Hall se utilizó un electroimán que puede generar hasta 5000 Gauss en un entrehierro de 5 cm.

**Método de medición sin electrodos.**

En la figura 1 se presenta el diagrama en bloques del sistema. Una señal sinusoidal es producida por un oscilador de audiofrecuencia (OSC; LEADER, LAG-120A) y es amplificada por un amplificador de potencia (A) de baja distorsión, diseñado sobre la base del circuito integrado STK-084.

Esto permite obtener 50W de potencia con una distorsión armónica máxima de 0,2% en un rango de frecuencias que va entre 20Hz y 20KHz.

Asimismo, se observó que podía extenderse su utilización desde 10Hz a 100 KHz, con una distorsión armónica no mayor de 13% a la potencia necesaria.

El campo magnético  $H_0(t)$  se genera en las bobinas  $L_1$  y  $L_2$  y su intensidad se calcula midiendo la caída de tensión sobre la resistencia no inductiva ( $R = (7,4 \pm 0,1) \Omega / 20W$ ) con un voltímetro digital (HP-3478A), manteniéndose en  $(4,0 \pm 0,2)V$ .

Las bobinas se diseñaron para obtener un campo magnético uniforme en la región que ocupará la muestra. Para el cálculo del campo se utilizó su expresión en el eje de una bobina de N espiras equiespaciadas

$$H_0(Z) = (1/2) \mu_0 I a^2 \sum_{i=1}^N (a^2 + (z-z_i)^2)^{-3/2}$$

$\mu_0$  : permeabilidad magnética del vacío,

I : intensidad de corriente,

a : radio de la bobina,

z : coordenada cilíndrica medida desde el centro de la bobina,

$z_i$  : coordenada de la espira i-ésima,

N : número de espiras.

Se acotó el número de espiras N en función del aumento de la impedancia de la bobina con la frecuencia. Las bobinas  $L_1$  y  $L_2$  resultaron con

$N_1 = N_2 = 11$  espiras,

$\Delta z_i : 2,4$ mm,

a : 26 mm,

$L_1 : 6,8 \mu H$ ,

$L_2 : 7,0 \mu H$ .

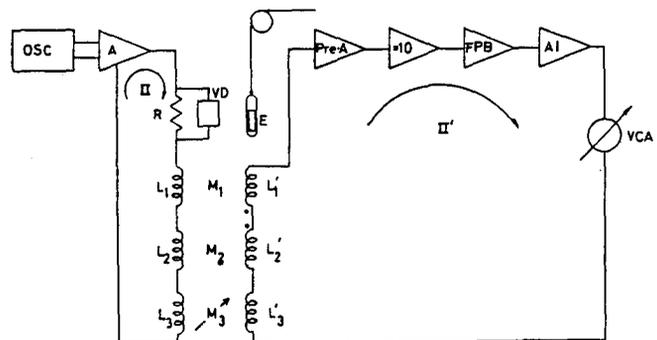
Los solenoides sensores son  $L'_1$  y  $L'_2$  y se hallan bobinados en contrafase. Se situaron concéntricamente en el interior de  $L_1$  y  $L_2$ , respectivamente, siendo sus radios:

$a' = 6$  mm,

$N'_1 : N'_2 = 49$  espiras,

$L'_1 : L'_2 = 21,5 \mu H$ .

Se adoptaron precauciones en el diseño y construcción del conjunto a fin de minimizar las capacidades parásitas.



**Figura 1: Diagrama en bloques del sistema de medición.** OSC: oscilador. A: amplificador de potencia. R: resistencia.  $L_1 L_2$ : bobinas emisoras.  $L'_1 L'_2$ : bobinas sensoras.  $L_3 L'_3$ : bobinas de ajuste. E: espécimen. Pre-A: preamplificador. FPB: filtro pasabanda. AI: amplificador intermedio. VCA: voltímetro de c.a.

Para el diseño de las bobinas de ajuste  $L_3$  y  $L'_3$  se consideró un modelo del sistema, representado por las ecuaciones:

$$V = I j \omega L_1 + I' j \omega M_1 + I j \omega L_2 - I' j \omega M_2 + I j \omega L_3 - I' j \omega M_3$$

$$0 = I' j \omega L'_1 + I j \omega M_1 + I' j \omega L'_2 - I j \omega M_2 + I' j \omega L'_3 - I j \omega M_3 + I' R'$$

$V, I$ : tensión y corriente complejas,

$j^2 = -1$ ,

$\omega$ : frecuencia angular,

$R'$ : resistencia óhmica de entrada de la red (Pre-A, FBP, AI, VCA).

La condición que se obtiene es: para  $M_1 > M_2 \Rightarrow \text{mín } |(M_1 - M_2) - M_3|$  lo que determina  $L_3 = L'_3 = 0,9 \mu\text{H}$ , permitiendo el ajuste del sistema variando la inducción mutua  $M_3$  entre  $0,056 \mu\text{H}$  y  $0,22 \mu\text{H}$ .

La muestra cilíndrica de TeHg cuya conductividad se desea medir, de  $(22,5 \pm 0,1)$  mm de altura y  $(3,5 \pm 0,05)$  mm de radio, se introdujo en una ampolla cilíndrica de cuarzo a un vacío de  $4 \cdot 10^{-7}$  mm Hg, en el interior del solenoide  $L'_1$ .

La señal de salida pasa por un preamplificador (Pre-A, EG&G, Model 116) y es filtrada por el filtro pasa-banda (FPB, EG&G, 124-A) con una precisión del 2% y un ancho de banda correspondiente a  $Q = 100$ .

Finalmente, la señal se vuelve a amplificar (AI) y se mide con el voltímetro para corriente alterna (VCA, EG&G, 124-A).

En ausencia de muestra, el sistema se ajusta con la inductancia mutua variable  $M_3$ , entre las bobinas  $L_3$  y  $L'_3$ , de manera de minimizar la señal de salida a determinada frecuencia.

Al introducir la muestra se realiza una nueva medición de señal. La tensión inducida por la muestra es la diferencia entre los dos valores anteriores. Las mediciones se realizan a distintas frecuencias, aplicando un campo magnético  $H_0$  de intensidad constante y manteniendo la temperatura y otras condiciones de medición invariantes.

## RESULTADOS

### Método con electrodos.

Los portadores mayoritarios de carga (medidos por efecto Hall) resultaron ser electrones (tipo n),

con densidades de  $1,16 \cdot 10^{17} / \text{cm}^3$  y  $6,18 \cdot 10^{16} / \text{cm}^3$  a temperatura ambiente y a  $77^\circ\text{K}$ , respectivamente, dentro de un error del 10%.

Las movilidades electrónicas se calcularon en  $14100 \text{ cm}^2 / \text{V seg}$  y  $3480 \text{ cm}^2 / \text{V seg}$  para los mismos valores de temperatura.

La conductividad se midió por los métodos de Van der Pauw y cuatro puntas lineales para una muestra circular de 7mm de diámetro y espesor de 1 mm. con los siguientes resultados:

Van der Pauw:

$$\sigma (293 \text{ K}) = 276 (\Omega \text{ cm})^{-1}$$

Cuatro puntas:

$$\sigma (293 \text{ K}) = 372 (\Omega \text{ cm})^{-1}$$

El error que se comete con el método de Van der Pauw está ligado con el tamaño finito de los contactos y con el hecho de que éstos deben estar ubicados en la periferia de la muestra. Dicho error es considerable y puede estimarse en un 10% por contacto, pudiendo por lo tanto alcanzar un 40%.

En el método de cuatro puntas lineales el error es también debido a la imperfección en la ubicación de los electrodos y es de alrededor de un 12%.

### Método sin electrodos.

En la figura 2 se observa para el material de referencia (Hg purificado) el gráfico de la función  $F(x)$  calculada y los valores de tensión / frecuencia ( $V/\text{kHz}$ ) obtenidos experimentalmente, para un rango de frecuencias entre 380 Hz y 87000 Hz.

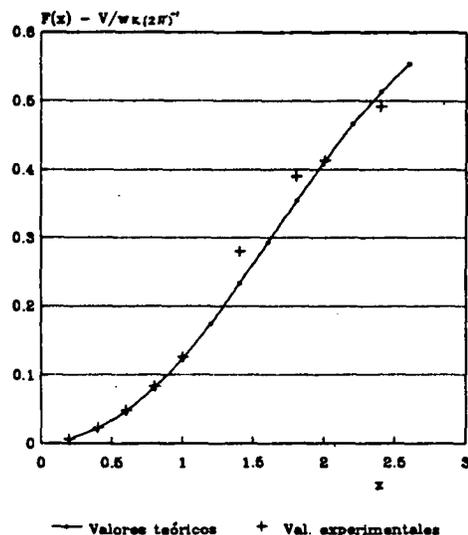


Figura 2: Los valores calculados para  $F(x)$  y obtenidos ( $V/\text{kHz}$ ) para el Hg. purificado.

La conductividad del policristal de TeHg a una temperatura de  $(293 \pm 1)$  K, a una presión de  $4 \cdot 10^{-7}$  mm Hg, para un campo magnético aplicado de  $(1,16 \pm 0,15)$  Oe se obtuvo tomando varios valores de  $V/f$  (y por consiguiente de  $x$ ) comunes para el TeHg y el Hg destilado. Desde  $2,12 \cdot 10^{-5}$  mV/Hz, que corresponde a frecuencias de 40 KHz y 1150 Hz para el TeHg y el Hg destilado, respectivamente, hasta  $3,11 \cdot 10^{-5}$  mV/Hz para 58 KHz y 1750 Hz respectivamente, aplicando la relación (3) en cada caso (figura 3), se obtuvo una conductividad media de  $\sigma = (321 \pm 40) (\Omega\text{cm})^{-1}$  a una frecuencia promedio de 48900 Hz.

La constante geométrica del sistema a  $(293 \pm 1)$  K es de:

$$k = (1,25 \pm 0,15) \cdot 10^{-2} \text{ V/Hz}$$

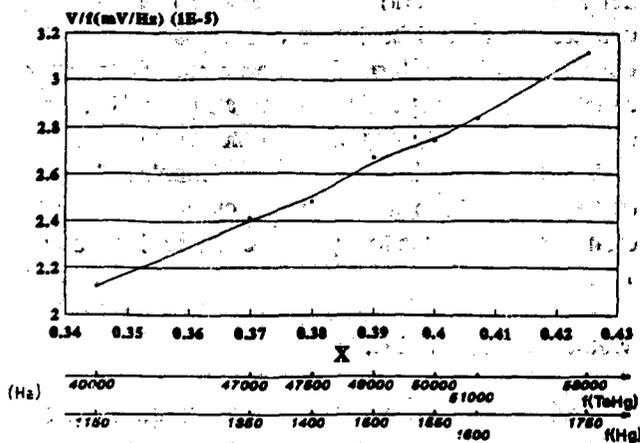


Figura 3: Valores  $V/f$  obtenidos para el TeHg y el Hg purificado.

Dentro del error experimental se observa la concordancia de los valores de conductividad para el TeHg obtenidos por ambos métodos.

### AGRADECIMIENTOS

Miranda E. por el aporte para el cálculo del campo magnético en las bobinas.

Steenackers G. por la colaboración en el maquinado de alguna de las piezas del sistema.

Frezzotti C. por la ayuda prestada en la preparación de varias muestras de prueba y componentes del sistema.

Herme C. por la preparación del Hg purificado.

### BIBLIOGRAFIA

1. F.M.Smits, Bell System Technical Journal, 37, 3 (1958)
2. A.Z.Chaberski, J.Appl.Phys, 42, 3 (1971)
3. E.Mc Rae y A.Herold, Mat. Sci. and Eng., 31, 249 (1977)
4. C.Zeller, G.Foley, E.Falárdén y F.Vogel; Mat. Sci. and Eng., 31, 255, (1977)
5. C.Zeller, A.Denenstein y G.Foley, Rev. Sci. Instrum., 50, 5 (1979)
6. J.C.Zimmerman, Rev. Sci. Instrum., 32, 4 (1961)
7. T.Ishida y K.Monden, Rev.Sci. Instrum., 57, 12 (1986)