

PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERÚ

ESCUELA DE POSGRADO



PONTIFICIA  
**UNIVERSIDAD  
CATÓLICA**  
DEL PERÚ

Implementación de un sistema de medición de  
resistividad eléctrica de películas delgadas  
semiconductoras a bajas temperaturas

Tesis para optar el grado de Magíster en Física que presenta

**Paul David Llontop López-Dávalos**

ASESOR

**Dr. Roland Weingärtner**

JURADO

**Dra. María Elena López Herrera**

**Dr. Roland Weingärtner**

**Mg. Jorge Andrés Guerra Torres**

LIMA - PERÚ

2017



*A mis padres.*

*A Sandra y Evan.*



## Agradecimientos

Este trabajo ha sido financiado por el Consejo Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (CONCYTEC) por medio de una beca de dos años para cursar el programa de la maestría. Agradezco a la Dra. María Elena López por permitirme ingresar al programa y por atender mis consultas durante estos dos años. A mi asesor, Dr. Roland Weingärtner, por aceptarme en el grupo de Ciencias de los Materiales para realizar mi tesis y por guiarme en el trabajo realizado. A Andrés Guerra y Amaru Töfflinger por sus sugerencias a lo largo de la maestría. A Jorge por sus sugerencias y su gran apoyo. A Luis Conde, Luis Pretell y Carlos por ser los compañeros desde el inicio de la maestría y por su gran apoyo en temas complementarios a mi tesis. A Álvaro por su paciencia en atender mis consultas. A Liz por sus sugerencias y ocurrencias. Y a todos los del grupo de Ciencias de los Materiales por hacerlo chévere.



## Resumen

*Un sistema de medición de resistividad eléctrica de películas delgadas a bajas temperaturas fue implementado empleando un sistema criogénico de ciclo cerrado de helio, un sistema de control de temperatura y un sistema de medición de resistividad. A fin de verificar el sistema implementado, seis contactos de aluminio fueron depositados a lo largo de cada diagonal sobre una muestra cuadrada de silicio tipo p de bajo dopaje para medir su resistividad a diferentes temperaturas a partir de 66 K. La magnitud del error de medición en función de la distancia de los contactos respecto a las esquinas de la muestra fue determinada por dos métodos. La discusión de la dependencia de la resistividad con la temperatura fue realizada con los resultados de menor error.*

## Abstract

*A low temperature thin film electrical resistivity measurement system was implemented by employing a closed cycle helium cryogenic system, a temperature control system and a resistivity measurement system. In order to verify the implemented system, six Al contacts were deposited along each diagonal on a square low doped p-type Si sample for resistivity measurement at different temperatures starting at 66 K. Measurement error magnitude as a function of the contact distance relative to the sample corners was determined by two methods. Discussion of the temperature dependence of resistivity was carried out with the lowest error results.*

# Índice

<b>1. Introducción</b>	<b>13</b>
<b>2. Marco teórico</b>	<b>15</b>
2.1. Semiconductores . . . . .	15
2.1.1. Materiales semiconductores . . . . .	15
2.1.2. Banda Prohibida . . . . .	16
2.1.3. Portadores de carga en semiconductores . . . . .	17
2.1.3.1. Semiconductores intrínsecos . . . . .	19
2.1.3.2. Semiconductores extrínsecos . . . . .	19
2.1.4. Deriva de los portadores de carga - Movilidad . . . . .	23
2.1.5. Resistividad eléctrica de un semiconductor . . . . .	24
2.2. Generación de temperaturas criogénicas y control de temperatura . . . . .	25
2.2.1. Generación de vacío . . . . .	26
2.2.2. Generación de temperaturas criogénicas . . . . .	26
2.2.3. Medición y control de temperatura . . . . .	28
2.2.3.1. Sensor de temperatura . . . . .	28
2.2.3.2. Control PID . . . . .	29
2.3. Método de van der Pauw para la medición de resistividad . . . . .	32
<b>3. Metodología experimental</b>	<b>35</b>
3.1. Obtención de bajas temperaturas . . . . .	35
3.1.1. Generación de vacío . . . . .	35
3.1.2. Generación de frío . . . . .	36
3.2. Medición y control de la temperatura . . . . .	37
3.2.1. Sensor de temperatura de diodo de silicio . . . . .	37

3.2.2.	Controlador de temperatura - ITC-503 . . . . .	39
3.2.2.1.	Calibración del sensor . . . . .	41
3.2.2.2.	Montaje del Calefactor . . . . .	42
3.2.3.	Programa en LabVIEW para control de temperatura . . . . .	42
3.2.4.	Ensayo de medición de temperatura . . . . .	43
3.2.4.1.	Apagado del sistema . . . . .	44
3.2.5.	Ensayo de control de temperatura . . . . .	44
3.3.	Preparación de la muestra para mediciones de resistividad . . . . .	46
3.3.1.	Sustrato de silicio . . . . .	47
3.3.2.	Deposición de contactos . . . . .	47
3.3.3.	Tratamiento térmico . . . . .	48
3.3.4.	Verificación de contactos óhmicos . . . . .	49
3.4.	Medición de resistividad eléctrica a bajas temperaturas . . . . .	49
3.4.1.	Ensamblaje de la muestra y configuración de equipos . . . . .	49
3.4.2.	Medidas de resistividad de una muestra prueba . . . . .	52
3.4.2.1.	Verificación de contactos óhmicos . . . . .	52
3.4.2.2.	Control de temperatura . . . . .	52
3.4.2.3.	Medición de resistividad . . . . .	55
3.4.3.	Medidas de resistividad de la muestra preparada . . . . .	55
3.4.3.1.	Verificación de contactos óhmicos . . . . .	56
3.4.3.2.	Control de temperatura . . . . .	57
3.4.3.3.	Medición de resistividad . . . . .	57
<b>4.</b>	<b>Resultados y discusión</b>	<b>59</b>
4.1.	Operación del sistema criogénico . . . . .	59
4.2.	Correcciones en las medidas de resistividad eléctrica debido a la posición de los contactos . . . . .	61
4.3.	Resistividad en función de la temperatura . . . . .	66
4.4.	Trabajo Futuro . . . . .	69
<b>5.</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>70</b>

A. Perfiles de temperatura para las medidas de resistividad de la muestra preparada	72
B. Curva de calibración del sensor de temperatura	75
C. Programas en LabVIEW	78
Referencias	84



# Índice de figuras

2.1. Diagrama de bandas de energía de aislante, semiconductor y metal . . . . .	16
2.2. Esquema de la densidad de estados disponibles, la distribución de probabilidad de Fermi-Dirac y la distribución de portadores de carga. . . . .	18
2.3. Esquema de la red cristalina de silicio intrínseco y extrínseco tipo p y tipo n .	19
2.4. Niveles de donadores y aceptores al interior de la banda prohibida . . . . .	21
2.5. Dependencia de la concentración de electrones con la temperatura de silicio tipo n . . . . .	22
2.6. Esquema de dependencia con la temperatura de la resistividad de un semiconductor tipo n . . . . .	24
2.7. Configuración de bombas mecánica y difusora para alto vacío . . . . .	25
2.8. Diagrama del ciclo de Gifford-McMahon para el gas de helio. . . . .	27
2.9. Respuesta típica de un sensor de temperatura de diodo de silicio . . . . .	29
2.10. Diagrama de bloques de un proceso con realimentación negativa. . . . .	30
2.11. Diagrama de bloques de un proceso con controlador PID. . . . .	31
2.12. Forma de muestras para método de van der Pauw . . . . .	32
2.13. Figura de forma arbitraria para método van der Pauw . . . . .	33
2.14. Gráfico del factor geométrico $f$ de van der Pauw en función de la razón de resistencias . . . . .	34
3.1. Perfil de presión en el volumen interno del crióstato. . . . .	36
3.2. Partes del crióstato . . . . .	37
3.3. Esquema de conexión para el sensor de temperatura . . . . .	38
3.4. Ubicación del sensor de temperatura en el crióstato . . . . .	39
3.5. Panel frontal del Controlador ITC-503. . . . .	40
3.6. Interruptores en el hardware del ITC-503 . . . . .	40

3.7. Calefactor ensamblado . . . . .	43
3.8. Perfil de temperatura - rango completo . . . . .	44
3.9. Ensayo de control PID en 306 K. . . . .	45
3.10. Ensayo de control PID en 308 K. . . . .	46
3.11. Unidad de evaporación para depósito de contactos . . . . .	48
3.12. Muestra con los contactos depositados . . . . .	48
3.13. Secuencia completa de medición de resistividad a bajas temperaturas . . . . .	50
3.14. Pasamuros con cables soldados . . . . .	51
3.15. Configuración de equipos para medidas de I-V y de resistividad . . . . .	51
3.16. Muestra prueba en portamuestras . . . . .	52
3.17. Curvas I-V de la muestra prueba . . . . .	53
3.18. Perfil de temperatura completo - muestra prueba . . . . .	55
3.19. Muestra preparada colocada en el portamuestras . . . . .	56
3.20. Curvas I-V de la muestra preparada - Comparación en distancias . . . . .	56
3.21. Esquema de contactos en la muestra preparada para mediciones de resistividad . . . . .	57
4.1. Forma de la muestra para la corrección de medidas de resistividad (Koon) . . . . .	61
4.2. Curvas de resistividad $\rho$ y conductividad $\sigma$ en función de la temperatura . . . . .	68
4.3. Tendencia de $\rho$ teórico a bajas temperaturas . . . . .	68
A.1. Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos extremos - 50 K a 300 K . . . . .	73
A.2. Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos extremos - 66 K a 90 K . . . . .	73
A.3. Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos intermedios . . . . .	74
A.4. Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos centrales . . . . .	74
B.1. Gráfico de la curva de calibración del sensor. . . . .	76
B.2. Tabla de datos de la calibración. . . . .	77
C.1. Panel frontal del programa LabVIEW para control de temperatura . . . . .	79
C.2. Diagrama de bloques del programa de control de temperatura en LabVIEW . . . . .	80
- 0 de 1 . . . . .	80

C.3. Diagrama de bloques del programa de control de temperatura en LabVIEW  
- 1 de 1 . . . . . 81

C.4. Panel frontal del programa LabVIEW utilizado para determinar las curvas  
I-V de los contactos . . . . . 82

C.5. Panel frontal del programa LabVIEW empleado para hacer medidas de resis-  
tividad por el método de van der Pauw . . . . . 83



# Índice de tablas

3.1. Bombas de vacío utilizadas . . . . .	36
3.2. Posiciones de pines DIP en el hardware del ITC-503 . . . . .	40
3.3. Puntos de calibración del sensor de temperatura . . . . .	41
3.4. Valores de voltaje máximo y de los parámetros de control a 306 K. . . . .	45
3.5. Valores de voltaje máximo y de los parámetros de control a 308 K. . . . .	46
3.6. Características principales de la muestra de silicio . . . . .	47
3.7. Detalles de la evaporación de contactos sobre la muestra de silicio. . . . .	47
3.8. Parámetros del tratamiento térmico. . . . .	49
3.9. Voltajes máximos para control de temperatura . . . . .	54
3.10. Rango de oscilación en cada temperatura programada en el controlador. . . .	54
3.11. Datos de medición de resistividad de la muestra prueba. . . . .	55
3.12. Datos de medición de resistividad con los contactos cercanos a los extremos en cada temperatura controlada. . . . .	57
3.13. Datos de medición de resistividad con los contactos intermedios en cada tem- peratura controlada. . . . .	58
3.14. Datos de medición de resistividad con los contactos centrales en cada tempe- ratura controlada. . . . .	58
4.1. Rangos de oscilación de las temperaturas controladas para las medidas de resistividad con los contactos extremos, intermedios y centrales de la muestra preparada. . . . .	60
4.2. Distancias de los bordes de la muestra (ver Figura 3.21) . . . . .	62
4.3. Distancias de los contactos respecto a la esquinas de la muestra preparada. . .	62
4.4. Errores de resistividad debido al desplazamiento de cada contacto respecto de la esquina más próxima . . . . .	62

4.5. Distancia entre pares de contactos de la muestra preparada. . . . .	63
4.6. Factores de corrección calculados para una muestra cuadrada. . . . .	64
4.7. Factores de corrección promedio para la muestra preparada. . . . .	64
4.8. Resistividades corregidas para los contactos en los extremos. . . . .	65
4.9. Resistividades corregidas para los contactos intermedios. . . . .	65
4.10. Resistividades corregidas para los contactos en el centro. . . . .	66
4.11. Comparación de magnitudes de error encontradas con lo propuesto por Mic- coli et al. (2015) y Koon (1989). . . . .	66
4.12. Tabla de resistividad en función de la temperatura . . . . .	67



# Capítulo 1

## Introducción

La medición de resistividad eléctrica es de muy particular interés para el desarrollo de nuevos materiales y de nuevas aplicaciones tecnológicas, en especial la de semiconductores pues se utilizan en una amplia variedad de aplicaciones [1].

Debido a que la resistividad eléctrica tiene una fuerte dependencia con la temperatura, realizar un estudio de la resistividad en función a la temperatura se hace importante para caracterizar un material semiconductor.

Existen muchos equipos para generar temperaturas criogénicas, cada uno con un método diferente, que se han desarrollado desde hace décadas y cada uno tiene ventajas y desventajas según la aplicación a realizar. En general, se los puede clasificar como crióstatos con líquido criogénico, refrigeradores mecánicos y refrigeradores de tubo de pulso [2].

Es de nuestro particular interés mencionar uno de los refrigeradores mecánicos, conocido como refrigerador o enfriador criogénico de Gifford-McMahon que trabaja con un ciclo cerrado de helio. Esto permite que el sistema sea compacto y pueda ser utilizado en otras aplicaciones, como por ejemplo en mediciones de resistividad o en mediciones de efecto Hall.

Las técnicas de medición de resistividad de muestras sólidas también se han estado desarrollando desde el siglo pasado. Una técnica muy utilizada hoy en día es la de cuatro puntos o contactos. Esta técnica inicialmente se planteó con la intención de medir la resistividad de la tierra, proponiéndose por primera vez el método de cuatro electrodos en posición colineal. Varios años más tarde fue adaptada para medir la resistividad del germanio para su uso en

transistores [3].

Luego fue adaptada a otras configuraciones de los cuatro electrodos, por ejemplo en forma cuadrada [4]. En 1958, van der Pauw presenta un método para medir la resistividad de una muestra de forma arbitraria con cuatro electrodos colocados en los bordes de la muestra.

Existen otras técnicas más para medir la resistividad eléctrica [5], sin embargo, la elección del tipo de técnica a utilizar dependerá de ciertos factores como: la preparación y estructura de la muestra, la facilidad para colocarla en un determinado portamuestras, el control de su temperatura y los contactos eléctricos que se le harán, así como la intensidad de la señal (corriente) que ingresará.

El presente trabajo realizará una revisión general de la teoría de semiconductores, clasificándolos y presentando la dependencia de su resistividad en función de la temperatura en la Sección 2.1 del Capítulo 2. En la Sección 2.2 se describen los principios de operación para generación de vacío del sistema de bomba mecánica - difusora y de la generación de temperaturas criogénicas con el ciclo cerrado de helio. En esta sección también se describen las características principales de la medición y control de temperatura.

En la Sección 2.3 se describe los aspectos teóricos de la técnica de van der Pauw para la medición de resistividad.

El Capítulo 3 presenta en la sección Sección 3.1 los detalles experimentales para la obtención de bajas temperaturas. La Sección 3.2 describe la instalación y calibración del sensor de temperatura, así como el programa desarrollado para su control.

El proceso de preparación de la muestra se detalla en la Sección 3.3 y la medición de resistividad a bajas temperaturas se detalla en la Sección 3.4.

El Capítulo 4 presenta los resultados obtenidos a partir de las mediciones realizadas. Se determina la magnitud del error de medición de la resistividad por dos métodos para las mediciones con los contactos a diferentes distancias respecto de las esquinas de la muestra. Finalmente se realiza una discusión sobre la resistividad en función de la temperatura con los valores de resistividad con menor error.

Finalmente, en el Capítulo 5 se dan las conclusiones del trabajo realizado.

## Capítulo 2

# Marco teórico

En este capítulo se desarrolla la teoría básica para entender los fundamentos sobre la concentración de portadores de carga en semiconductores, así como el efecto de transporte de los portadores de carga al aplicar un campo eléctrico al semiconductor.

Se desarrolla también la teoría sobre las técnicas de generación de temperaturas criogénicas y de control de temperatura.

Finalmente se revisa la teoría sobre la medición de resistividad de películas delgadas desarrollada por L. J. van der Pauw [6, 7] y las correcciones de medida debido a la posición de los contactos.

### 2.1. Semiconductores

En esta sección se presentan algunos conceptos generales de semiconductores. Se hace una clasificación de semiconductores de acuerdo a si presentan impurezas o no y qué influencia tiene el tipo de impurezas con las que se dopa el semiconductor. Se describe también la influencia de la temperatura sobre el transporte de los portadores de carga en los semiconductores.

#### 2.1.1. Materiales semiconductores

Una clasificación general de semiconductores es que son materiales que tienen una resistividad eléctrica de valor intermedio entre los correspondientes a los metales y aislantes [8]. A temperatura ambiente, los valores de resistividad se encuentran en el rango de  $10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$  hasta  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ . Estos valores dependen fuertemente de la temperatura [9].

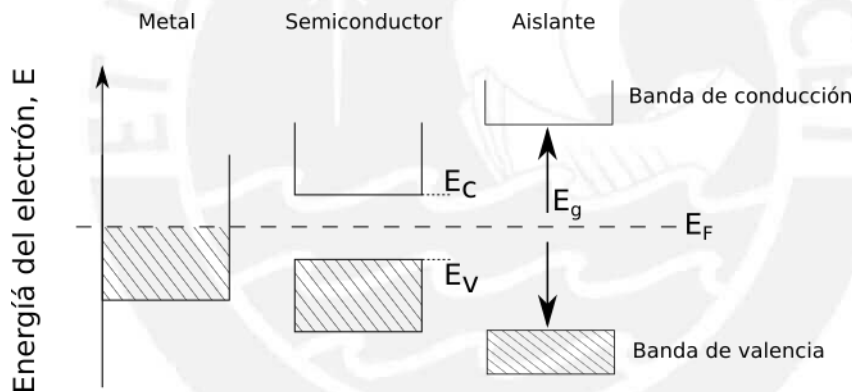
### 2.1.2. Banda Prohibida

Los niveles de energía de los electrones permite también diferenciar entre aislantes, metales o semiconductores. Los átomos libres presentan niveles de energía disponibles discretos, mientras que en un material sólido los niveles de energía disponibles son tantos que hace que estos estén muy cerca unos de otros, formando bandas de energía [10].

Un semiconductor se caracteriza por tener dos tipos de banda, la banda de valencia, la cual es la más alta con todos los niveles de energía ocupados y la banda de conducción que es la más baja con niveles desocupados y además está separada de la banda de valencia por una energía  $E_g$ , denominada banda prohibida.

La Figura 2.1 muestra la diferencia entre las bandas de energía de un metal, un semiconductor y un aislante.

El parámetro  $E_F$  es la energía o nivel de Fermi, que puede definirse como la energía por debajo de la cual todos los estados están ocupados con electrones, y por encima todos los estados están vacíos a 0 K.



**Figura 2.1:** Diagrama de bandas de energía de un aislante, un semiconductor y un metal. Los metales tienen una banda parcialmente ocupada (zona sombreada). Los semiconductores y aislantes tienen una banda de valencia llena y una banda de conducción vacía a  $T = 0$  K. (Adaptado de [11])

A temperaturas por encima de 0 K, algunos electrones ganan energía térmica suficiente como para pasar de la banda de valencia a la banda de conducción. Mientras mayor sea la temperatura, mayor será la cantidad de electrones que pasen a la banda de conducción. A la ausencia del electrón en la banda de valencia se le llama hueco y tiene una carga opuesta a la del electrón.

Los electrones y huecos al interior del cristal tienen una masa efectiva que es diferente a la masa de una partícula (electrón) libre debido a que interactúan con iones, protones y otros

electrones en la red del cristal [8].

### 2.1.3. Portadores de carga en semiconductores

Una característica importante de un semiconductor es la concentración de portadores de carga, pues estos contribuyen al flujo de corriente y, en consecuencia, a su conductividad. La distribución de electrones está dada por la multiplicación de la densidad de estados permitidos en la banda de conducción,  $g_C(E)$ , y la probabilidad de que un estado sea ocupado por un electrón o función de probabilidad de Fermi-Dirac,  $f_F(E)$  [8],

$$n(E) = g_C(E)f_F(E) \quad (2.1)$$

La concentración total de electrones por unidad de volumen en la banda de conducción se halla integrando la expresión (2.1) en todo el rango de energía en la banda de conducción.

En el caso de la distribución de huecos en la banda de valencia, se toma la probabilidad de que un electrón no ocupe un estado multiplicada por la densidad de estados permitidos en la banda de valencia,  $g_V(E)$ ,

$$p(E) = g_V(E)[1 - f_F(E)] \quad (2.2)$$

Similarmente, la concentración total de huecos se encuentra calculando la integral en todo el rango de energía en la banda de valencia de la expresión (2.2).

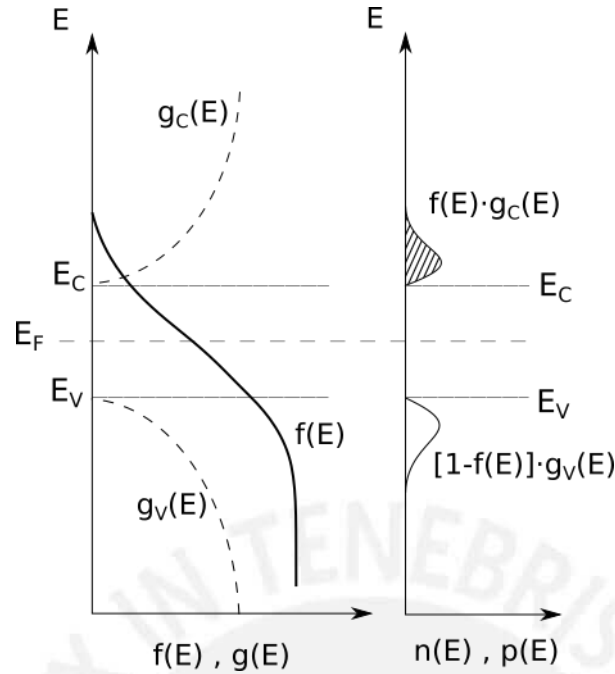
Los gráficos de las concentraciones  $n(E)$  y  $p(E)$  se muestran en la Figura 2.2.

La función de Fermi está dada por

$$f_F(E) = \frac{1}{1 + e^{\frac{(E-E_F)}{kT}}} \quad (2.3)$$

Dentro de las bandas de conducción y de valencia, (2.3) puede aproximarse a la distribución de Boltzmann debido a que  $|E - E_F| \gg kT$  [8, 11],

$$f_F(E) \approx e^{-\frac{(E-E_F)}{kT}} \quad (2.4)$$



**Figura 2.2:** Esquema de la densidad de estados disponibles  $g_C(E)$ , la distribución de probabilidad de Fermi-Dirac  $f(E)$  y la distribución de electrones  $n(E)$  y de huecos  $p(E)$ . El área bajo las curvas de  $n(E)$  y  $p(E)$  representan la cantidad total de electrones y huecos por unidad de volumen, respectivamente. (Adaptado de [11])

Las expresiones explícitas para las concentraciones (2.1) y (2.2) son

$$n = 2 \left( \frac{2\pi m_n^* kT}{h^2} \right)^{3/2} e^{-\frac{(E_C - E_F)}{kT}} \quad (2.5)$$

$$p = 2 \left( \frac{2\pi m_p^* kT}{h^2} \right)^{3/2} e^{\frac{(E_F - E_V)}{kT}} \quad (2.6)$$

Donde  $m_n^*$  es la masa efectiva del electrón,  $m_p^*$  la del hueco,  $k$  es la constante de Boltzmann y  $h$  es la constante de Planck. Se expresa explícitamente la dependencia con la temperatura en ambas concentraciones.

La multiplicación de ambas expresiones resulta

$$np = 4 \left( \frac{kT}{2\pi\hbar^2} \right)^3 (m_n^* m_p^*)^{3/2} e^{-\frac{E_g}{kT}} \quad (2.7)$$

Esta es la denominada ley de acción de masas. Para un semiconductor específico con un ancho de banda  $E_g$  y masas efectivas de electrones y huecos  $m_n^*$  y  $m_p^*$ , las concentraciones de electrones y huecos se rigen bajo esta ley dependiente de la temperatura [11].



impurezas que aportan electrones o huecos a la red, según el tipo de impureza. A aquellas que aportan electrones se les llama donadores y las que aportan huecos, aceptores.

La Figura 2.3 b) muestra el esquema de una red cristalina de silicio con una impureza de boro (B). El boro al tener tres electrones de valencia, se enlaza con tres átomos de silicio, dejando un enlace incompleto con un hueco. Este hueco puede trasladarse dentro del cristal, siendo ocupado por un electrón. Cuando el átomo aceptor acepta un electrón, su carga es negativa, caso contrario, su carga es neutra. En la figura, el hueco se traslada en sentido opuesto a la flecha. A un semiconductor con este tipo de impureza se le denomina tipo p.

La Figura 2.3 c) presenta un esquema similar con una impureza de fósforo (P). El fósforo tiene cinco electrones de valencia y cuando se enlaza con cuatro átomos de silicio en la red, queda un electrón sin enlazar. Este electrón puede trasladarse en el cristal como un electrón libre. Si el átomo donador entrega su electrón extra, tiene carga positiva, si no, se mantiene neutro. En la figura, la flecha indica el movimiento del electrón adicional del fósforo. A un semiconductor con este tipo de impureza se le llama tipo n.

Las impurezas generan niveles de energía dentro de la banda prohibida. Un esquema de estos niveles se presenta en la Figura 2.4. Las energías  $E_D$  y  $E_A$  son los niveles de energía de los donadores y de los aceptores, mientras que  $E_d$  y  $E_a$  son las energías de ionización de los donadores y aceptores, respectivamente.

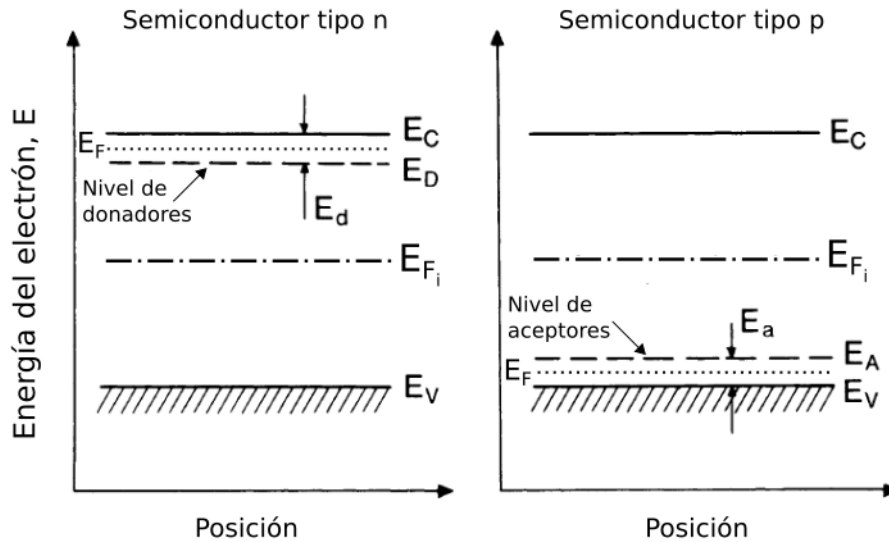
Si se toma como referencia de energía el nivel de Fermi intrínseco ( $E_{F_i}$ ) del semiconductor se tendría que las concentraciones de portadores de carga para materiales tipo  $n$  y tipo  $p$ , respectivamente, son

$$n = n_i e^{\frac{E_F - E_{F_i}}{kT}} \quad (2.9)$$

$$p = n_i e^{\frac{E_{F_i} - E_F}{kT}} \quad (2.10)$$

La energía de Fermi en la banda prohibida del semiconductor se moverá según la concentración de portadores  $n$  y  $p$ , respetando la ley de acción de masas (2.7) y la preservación de neutralidad de carga. Esto último se refiere a que la carga total negativa compuesta

por electrones y aceptores ionizados debe ser igual a la carga total positiva compuestas por huecos y donadores ionizados [12].



**Figura 2.4:** Diagrama esquemático de los niveles donadores y aceptores situados dentro de la banda prohibida. Las líneas punteadas representan el nivel de Fermi ( $E_F$ ) y las líneas punteadas con guiones el nivel de Fermi intrínseco ( $E_{F_i}$ ) del material. (Adaptado de [11])

Si  $N_A$  y  $N_D$  son las concentraciones de átomos aceptores y de átomos donadores, respectivamente, y asumiendo que todos han sido ionizados (ionización completa), se tiene

$$n + N_A = p + N_D. \quad (2.11)$$

En el equilibrio térmico, las concentraciones de electrones y huecos en un semiconductor tipo n están dadas por

$$n_{n0} = \frac{1}{2} \left[ (N_D - N_A) + \sqrt{(N_D - N_A)^2 + 4n_i^2} \right] \quad (2.12)$$

$$p_{n0} = \frac{n_i^2}{n_{n0}} \quad (2.13)$$

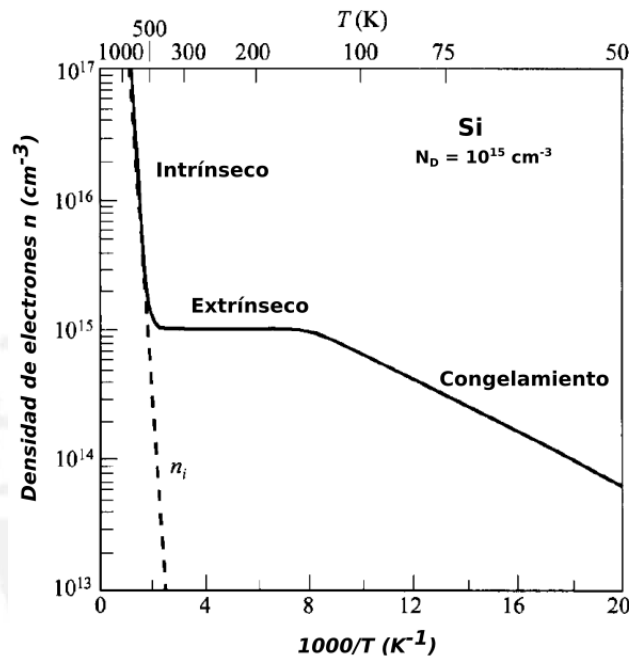
Similarmente para un semiconductor tipo p,

$$p_{p0} = \frac{1}{2} \left[ (N_A - N_D) + \sqrt{(N_A - N_D)^2 + 4n_i^2} \right] \quad (2.14)$$

$$n_{p0} = \frac{n_i^2}{p_{p0}} \quad (2.15)$$

Donde los subíndices n y p se refieren al tipo de semiconductor y el subíndice 0 se refiere al equilibrio térmico [13].

La dependencia de la concentración de portadores de carga con la temperatura para silicio con concentración de dopantes donadores de  $10^{15} \text{cm}^{-3}$  se observa en la Figura 2.5.



**Figura 2.5:** Concentración de electrones de silicio tipo n en función de la temperatura. A 0 K no hay ionización y a medida que la temperatura aumenta algunos de los dopantes empiezan a ionizarse (rango de congelamiento). Incrementando más la temperatura finalmente se alcanza una ( $\sim 125$  K) a partir de la que todos los dopantes se han ionizado (rango extrínseco) y para temperaturas mucho más altas la concentración de electrones intrínseca predomina. (Adaptado de [13])

A 0 K los electrones extras de los dopantes no tienen la energía térmica necesaria para moverse en la red e ionizar a sus átomos dopantes. Aumentando la temperatura, algunos de los dopantes empiezan a ionizarse (rango de congelamiento) hasta llegar a una temperatura en la que todos los dopantes están ionizados (rango extrínseco). Si se incrementa aún más la temperatura, la energía térmica va a ser mucho mayor de tal manera que más electrones pasarán de la banda de valencia hacia la banda de conducción superando en cantidad a la concentración de electrones entregados por los dopantes (región intrínseca) [14, 15].

#### 2.1.4. Deriva de los portadores de carga - Movilidad

Si aplicamos un campo eléctrico  $E$  al semiconductor, los electrones se mueven siguiendo la dirección y sentido opuesto al campo eléctrico. La velocidad neta de los electrones se llama velocidad de deriva,  $v_d$ , y está dada por

$$v_d = -\frac{qE\tau_n}{m_n^*}, \quad (2.16)$$

donde  $\tau_n$  es el tiempo medio de dispersión de los electrones,  $m_n^*$  es la masa efectiva del electrón y  $-q$  es la carga del electrón.

El factor de proporcionalidad entre la velocidad de deriva y el campo eléctrico se denomina movilidad,  $\mu_n$ ,

$$\mu_n = \frac{q\tau_n}{m_n^*}. \quad (2.17)$$

La movilidad describe la facilidad que tiene un electrón para moverse en el material debido al campo eléctrico aplicado.

La densidad de corriente se puede expresar

$$J_n = -nqv_d = nq\mu_n E. \quad (2.18)$$

Para los huecos, de manera similar, la movilidad  $\mu_p$  es

$$\mu_p = \frac{q\tau_p}{m_p^*}. \quad (2.19)$$

La corriente total puede ser escrita

$$J = J_n + J_p = (nq\mu_n + pq\mu_p) E. \quad (2.20)$$

El término que multiplica a  $E$  se define como la conductividad  $\sigma$  del semiconductor,

$$\sigma = nq\mu_n + pq\mu_p, \quad (2.21)$$

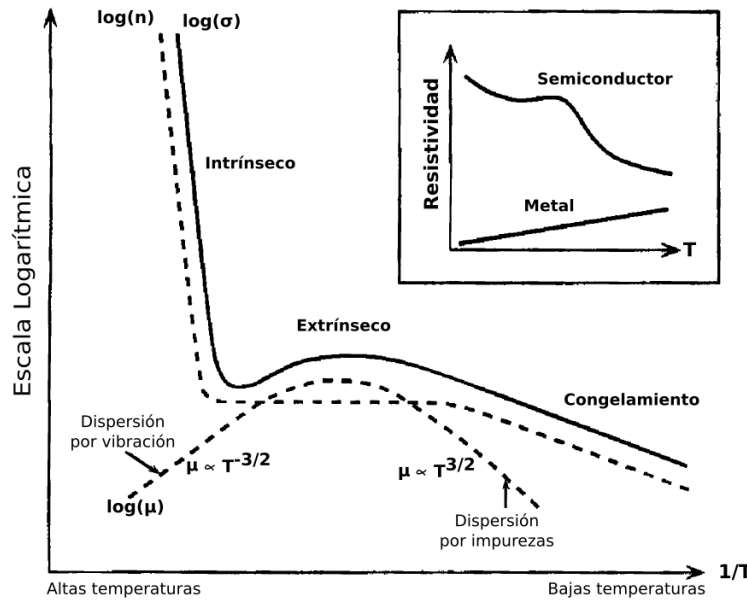
donde  $n$  y  $p$  son las concentraciones de electrones y huecos en el semiconductor. En semiconductores extrínsecos, la conductividad quedará predominada por la concentración mayoritaria de portadores de carga, según el tipo de semiconductor, p o n [16].

### 2.1.5. Resistividad eléctrica de un semiconductor

La resistividad eléctrica se define como el recíproco de la conductividad,

$$\rho = \frac{1}{nq\mu_n + pq\mu_p}. \quad (2.22)$$

Para ver la dependencia de la resistividad con la temperatura, describimos los efectos de dispersión sobre la movilidad de los portadores de carga debido a las vibraciones de la red y a los iones de impurezas [17].



**Figura 2.6:** Diagrama esquemático de la dependencia con la temperatura de la conductividad, movilidad, concentración de portadores mayoritarios y resistividad de un semiconductor tipo n. (Adaptado de [17])

La movilidad debido a la dispersión con la red tiene proporcionalidad

$$\mu_L \propto T^{-\frac{3}{2}} \quad (2.23)$$

Mientras que la movilidad debido a la dispersión con los iones de impurezas

$$\mu_I \propto \frac{T^{\frac{3}{2}}}{N_I} \quad (2.24)$$

donde  $N_I$  es la concentración de impurezas ionizadas. Finalmente, la dependencia de temperatura de la movilidad está dada por

$$\frac{1}{\mu_e} = \frac{1}{\mu_I} + \frac{1}{\mu_L} \quad (2.25)$$

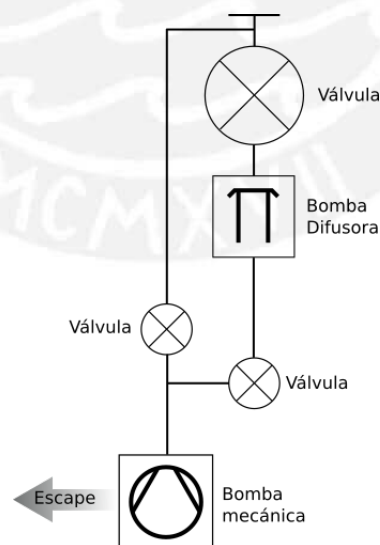
Esto implica que la movilidad de deriva global será dominada por la menor movilidad de dispersión.

Para el caso de un semiconductor tipo n, la Figura 2.6 muestra esquemáticamente la dependencia en escala logarítmica con el inverso de la temperatura de la concentración de portadores mayoritarios  $n$ , la movilidad  $\mu$ , la conductividad  $\sigma$  y la resistividad  $\rho$ .

## 2.2. Generación de temperaturas criogénicas y control de temperatura

En esta sección se describen los principios para el proceso de generación de vacío y el ciclo cerrado que sigue el gas de helio para obtener las temperaturas criogénicas.

Adicionalmente, se describe las características principales de la medición y control de temperatura mediante un control PID.



**Figura 2.7:** Configuración de bombas mecánica y difusora para alcanzar un alto vacío (Adaptado de [18])

### 2.2.1. Generación de vacío

El vacío es un espacio del cual se han retirado moléculas de aire o de algún otro gas. Sin embargo, no es posible extraer completamente todas las moléculas. La cantidad de moléculas retiradas dependerá de la aplicación o experimento realizado y del sistema empleado para hacer el vacío [19].

En algunas aplicaciones la generación de bajas temperaturas requiere de vacío, ya que ayuda a reducir la convección de gas al interior y así disminuir la transferencia de calor debido a esto.

Dos tipos de bombas utilizadas para aplicaciones criogénicas son la bomba mecánica de paleta rotativa y la bomba difusora. Ambas son utilizadas en conjunto, la mecánica para mantener la presión en la salida de la difusora en  $2 \times 10^{-2}$  mbar, aproximadamente, para prevenir la oxidación del aceite utilizado en la difusora y la difusora para obtener alto vacío [20].

Un esquema de la configuración de las bombas se puede ver en la Figura 2.7.

### 2.2.2. Generación de temperaturas criogénicas

Existen diferentes tipos de sistemas de crióstatos. Uno de los sistemas principales son los enfriadores criogénicos. Este tipo de sistemas son de tipo cerrado por lo que no requiere de la disponibilidad de fluidos criogénicos para su funcionamiento. Sin embargo, generalmente poseen una baja capacidad de enfriamiento en comparación con otros tipos de sistemas como los crióstatos de inmersión o los crióstatos de flujo líquido [21].

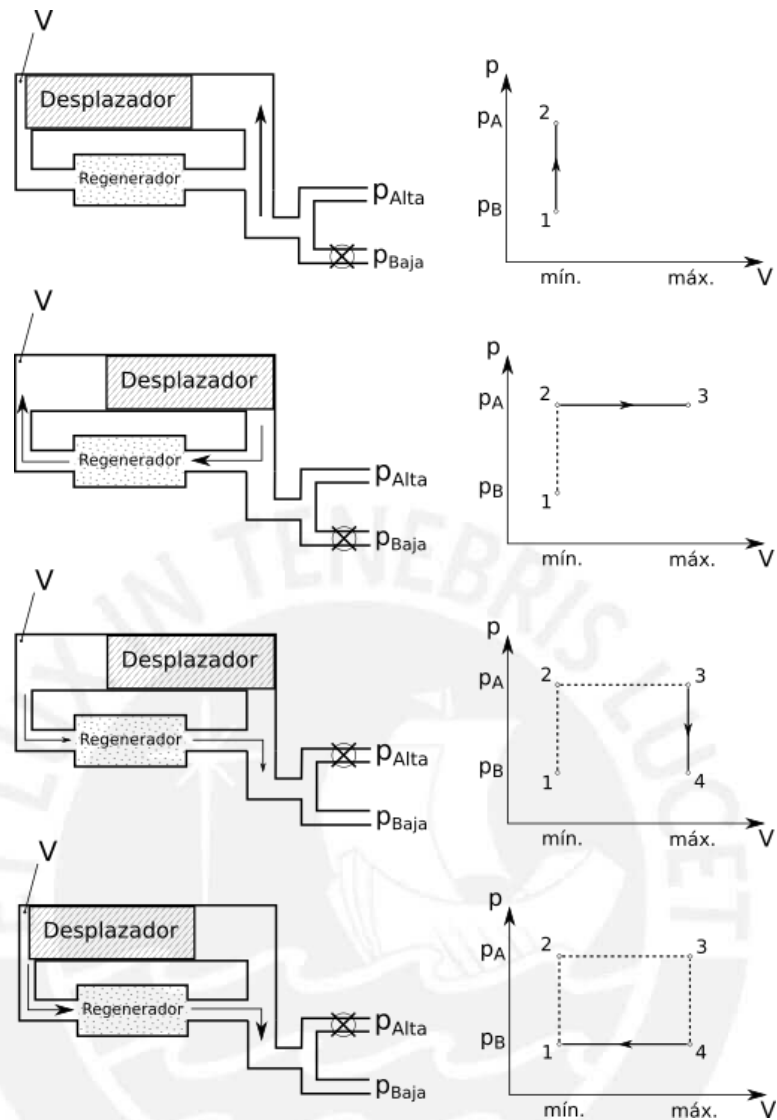
La mayoría de enfriadores criogénicos utilizan un ciclo de compresión-expansión de gas para generar la refrigeración.

Nuestro interés es describir, en particular, uno de estos ciclos denominado Gifford-McMahon que trabaja con un ciclo cerrado de helio y con un regenerador térmico.

La Figura 2.8 muestra el ciclo seguido por el gas de helio. El volumen que ocupa el gas es  $V$  y las presiones  $p_{Alta}$  y  $p_{Baja}$  corresponden al ingreso y al escape del gas, respectivamente.

El principio se divide en cuatro pasos [22]:

- 1-2:** El desplazador está hacia la izquierda con el gas ocupando el volumen  $V$  mínimo. Se cierra el escape (baja presión) y se abre el ingreso de alta presión. El gas incrementa su presión a  $V_{min}$  constante.



*Figura 2.8: Diagrama del ciclo de Gifford-McMahon para el gas de helio.*

**2-3:** Con la válvula de alta presión abierta, se mueve el desplazador hacia la derecha, forzando al gas a través del regenerador. Si el regenerador estuvo frío del ciclo anterior, el gas tendrá un pre-enfriamiento. El gas se expande hasta el volumen máximo.

**3-4:** Se cierra la válvula de alta presión y se abre la válvula de escape. El gas disminuye su presión manteniendo el volumen máximo, realizando trabajo sobre el gas que ha escapado. De esta manera el gas disminuye su temperatura y así su entorno.

**4-1:** Con la válvula de escape abierta, se mueve el desplazador hacia la posición inicial, forzando al gas frío a través del regenerador y enfriándolo.

La ventaja de este tipo de sistema es que puede ser adaptado a múltiples etapas con un

mismo motor que mueve a los desplazadores. Se pueden obtener temperaturas cercanas a los 15 K con menor trabajo que si se utilizara un sistema de una sola etapa [23].

### 2.2.3. Medición y control de temperatura

#### 2.2.3.1. Sensor de temperatura

Existe una amplia variedad de sensores para la medida de temperaturas criogénicas, cada uno con sus propias ventajas y desventajas. Los sensores principales son los termómetros de resistencia, de voltaje y de capacitancia.

Los sensores capacitivos no tienen reproducibilidad en ciclos térmicos, por lo que no son tan útiles como termómetros.

Los sensores que tienen salida de voltaje son los diodos y las termocuplas, mientras que los resistivos pueden ser metálicos o semiconductores.

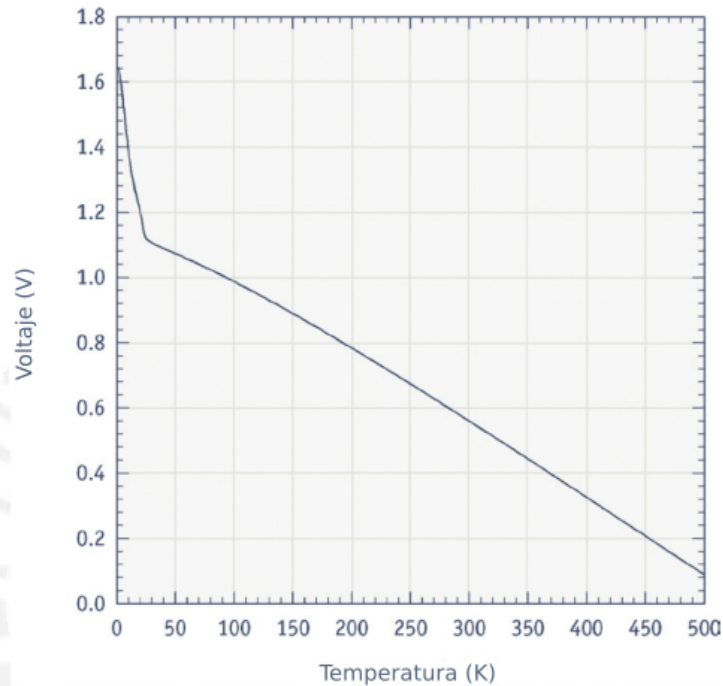
En general, la elección de un sensor de temperatura dependerá de algunas características relevantes: su exactitud, su reproducibilidad en ciclos térmicos, que tenga deriva de calibración a largo plazo, los errores de medida en campos magnéticos, la velocidad de respuesta y el costo. Ekin [21], presenta una tabla con estas características para los diferentes tipos de sensores.

Se puede clasificar a los sensores de acuerdo a la tendencia de variación en resistencia o voltaje en función al cambio en temperatura. Si la tendencia es positiva, es decir, si al incrementar la temperatura aumenta la resistencia o voltaje en el sensor, el sensor tiene un coeficiente de temperatura positivo de resistencia o voltaje (Positive Temperature Coefficient, PTC). Por el contrario, si al incrementar la temperatura disminuye la resistencia o voltaje de salida en el sensor, el sensor tiene una tendencia negativa y se dice que tiene un coeficiente de temperatura negativo (Negative Temperature Coefficient, NTC) [24].

En general, los sensores metálicos son del tipo PTC, por ejemplo los de resistencia de platino o de Rodio-Hierro (Rh-Fe).

En cambio, los sensores resistivos semiconductores y los sensores de diodo son del tipo NTC debido a la dependencia de su resistividad y voltaje con la temperatura. Ejemplos de sensores resistivos semiconductores son de germanio o Cernox<sup>TM</sup> (zirconium oxy-nitride).[25]

En particular, nos interesa las características del diodo de silicio como sensor de temperatura. Una curva característica típica de la respuesta de este sensor se muestra en la Figura 2.9. Una ventaja de los diodos de silicio es el tamaño, son mucho más pequeños que otros termómetros comerciales y pueden ser utilizados en espacios reducidos. Su tamaño también le permite tener tiempo de respuesta térmica menor.



**Figura 2.9:** Curva típica de respuesta en temperatura del diodo de silicio. El diodo es excitado con  $10 \mu\text{A}$ . (Modificado de [25])

Por otro lado, una desventaja es que en presencia de campo magnético, presenta errores altos por debajo de los 60 K, llegando a exceder el cien por ciento [21].

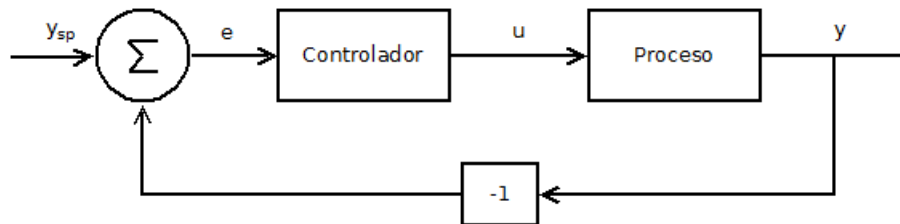
La calibración y operación de los sensores de diodo de silicio se realiza típicamente con una corriente de excitación de  $10 \mu\text{A}$ , aunque, en general, los valores de corriente de excitación del sensor están entre  $10 \mu\text{A}$  y  $50 \mu\text{A}$ . Corrientes por encima de estos valores no son recomendables debido al autocalentamiento del sensor, mientras que corrientes por debajo presentan comportamiento no lineal [26].

### 2.2.3.2. Control PID

El control PID está basado en el principio de realimentación, el cual consiste en aumentar la variable manipulada si la variable de proceso es menor que el punto de consigna o 'setpoint' y

disminuir la variable manipulada si la variable de proceso es mayor que el punto de consigna [27].

Por ejemplo, en un sistema de control de temperatura de un horno con resistencia eléctrica la variable de proceso es la temperatura medida con un sensor y la variable manipulada es el voltaje que se aplica a la resistencia. Si la temperatura medida es menor que la temperatura deseada, se aplica un voltaje a la resistencia eléctrica para que caliente el sistema. Cuando la temperatura medida se vuelve mayor que la deseada, el voltaje se reduce o se hace cero y el sistema empieza a enfriarse disminuyendo su temperatura.



**Figura 2.10:** Diagrama de bloques de un proceso con realimentación negativa.

Este tipo de realimentación se denomina realimentación negativa ya que la variable manipulada va en dirección opuesta a la variable de proceso. La Figura 2.10 muestra el diagrama de bloques de un proceso con realimentación negativa. La variable  $y_{sp}$  es el punto de consigna o “setpoint”,  $y$  es la variable de proceso,  $e = y_{sp} - y$  es la desviación del setpoint y  $u$  es la variable manipulada o de control.

El tipo de control más sencillo es el de encendido-apagado u ‘on-off’, que consiste en que la variable manipulada toma su máximo valor o encendido cuando  $e > 0$  ( $y_{sp} > y$ ) y su mínimo valor o apagado cuando  $e < 0$  ( $y_{sp} < y$ ).

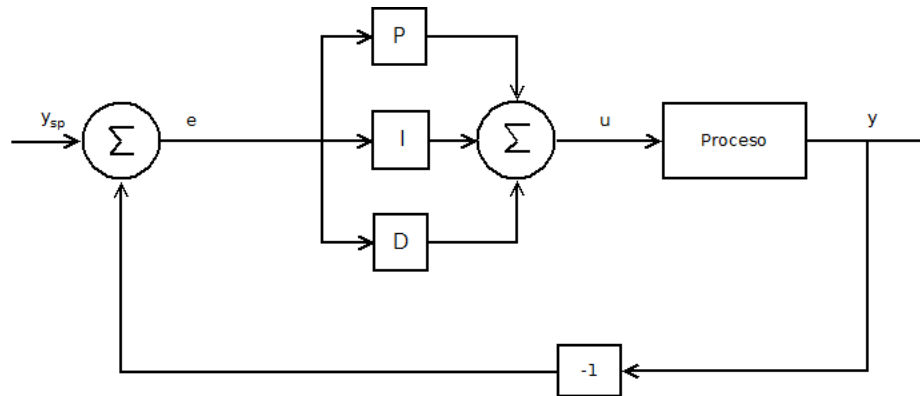
En la práctica, se ha desarrollado el tipo de control PID (Proporcional, Integral, Derivativo), el cual es ampliamente usado.

El algoritmo PID para la variable manipulada o de control es el siguiente:

$$u(t) = K \left( e(t) + \frac{1}{T_i} \int_0^t e(\tau) d(\tau) + T_d \frac{de(t)}{dt} \right) \quad (2.26)$$

Entonces, la variable de control consta de tres componentes: El término proporcional al error (P), el término proporcional a la integral del error (I) y el término proporcional a la derivada del error (D). Los parámetros de control son la ganancia proporcional  $K$ , el tiempo integral

$T_i$  y el tiempo derivativo  $T_d$ . La Figura 2.11 muestra el diagrama de flujo de un proceso con control PID.



**Figura 2.11:** Diagrama de bloques de un proceso con controlador PID.

### Acción Proporcional

Si el control fuera solamente proporcional, la ecuación (2.26) se reduce a:

$$u_P(t) = Ke(t) + u_b \quad (2.27)$$

La acción sobre la variable de control es simplemente proporcional al error de control. El parámetro  $u_b$  es un sesgo o desviación respecto al valor de consigna. Si  $e(t)$  es igual a cero, la variable de control es  $u(t) = u_b$ . Este sesgo puede ser corregido definiéndolo como la semisuma de los valores máximo y mínimo de la variable  $u(t)$ , o también en algunos casos puede ser manipulada manualmente. Esto quiere decir que el control proporcional mantiene un error en el estado estacionario que puede ser eliminado seleccionando un valor adecuado para el sesgo  $u_b$ .

### Acción Integral

Para eliminar el error en el estado estacionario, se introduce la acción integral [ref-Levine-Control-Handbook], el cual tiene la siguiente forma:

$$u_I(t) = \frac{K}{T_i} \int_0^t e(\tau) d(\tau) \quad (2.28)$$

Este término va incrementándose incluso si el error es muy pequeño, bajo la condición de que

el error tenga el mismo signo en un periodo largo. Un error positivo genera un incremento en la señal de control, mientras que un error negativo genera una disminución [27].

### Acción Derivativa

Debido a la dinámica del proceso, ocurren respuestas tardías en la salida del proceso luego de un cambio en la variable de control, generando inestabilidad. El objetivo de la acción derivativa es mejorar la estabilidad. Una forma de expresar la acción derivativa es [28]:

$$u_D(t) = KT_d \frac{de(t)}{dt} \quad (2.29)$$

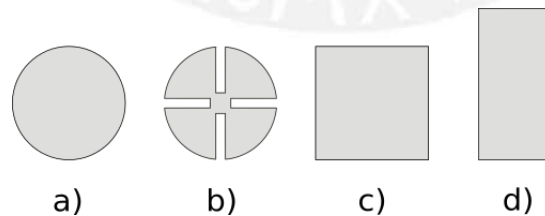
Si se combinan las acciones proporcional y derivativa, se tendría:

$$u_P(t) + u_D(t) = K \left( e(t) + T_d \frac{de(t)}{dt} \right) \quad (2.30)$$

La expresión (2.30) muestra que la acción derivativa se usa para tener una acción anticipativa. La acción de control se basa en realizar una extrapolación lineal del error  $e(t)$ , en un tiempo adelantado en  $T_d$  unidades. Una limitación importante de la acción derivativa es que la extrapolación lineal es inexacta cuando la señal cambia rápidamente comparado con el tiempo de predicción  $T_d$ .

### 2.3. Método de van der Pauw para la medición de resistividad

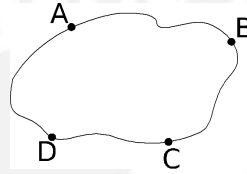
Uno de los métodos más utilizados para la medición de resistividad de materiales semiconductores [29] es el método de van der Pauw [6].



**Figura 2.12:** Formas simétricas de muestras recomendadas para utilizar el método de van der Pauw: **a)** forma circular, **b)** forma de trébol, **c)** forma cuadrada y **d)** forma rectangular.

Si bien la muestra puede ser de forma arbitraria, se recomienda que tenga una de las formas simétricas que se ven en la Figura 2.12. Adicionalmente, la forma de la muestra requiere de

algunas condiciones: el espesor debe ser aproximadamente constante y pequeño respecto a su extensión, debe estar libre de huecos en su interior y los contactos deben estar ubicados en los bordes de la muestra, siendo los más pequeños posibles. Otra condición muy importante para emplear este método es que los cuatro contactos sean óhmicos [30], esto es, que la corriente que circula a través de los contactos sea proporcional al voltaje aplicado en ellos. La Figura 2.13 representa una muestra de forma arbitraria y espesor  $d$  con cuatro contactos puntuales en los bordes A, B, C y D consecutivos. Se define la resistencia  $R_{AB,CD}$  como la diferencia de potencial entre los puntos D y C,  $V_D - V_C$ , dividida entre la corriente que entra por el contacto A y sale por el contacto B. Y de manera análoga, se define la resistencia  $R_{BC,DA}$ .



**Figura 2.13:** Representación de una muestra de forma arbitraria.

La resistividad de la muestra se puede encontrar de la siguiente relación [31]:

$$e^{-\frac{\pi R_{AB,CD}d}{\rho}} + e^{-\frac{\pi R_{BC,DA}d}{\rho}} = 1 \quad (2.31)$$

Definiendo una función auxiliar  $f$ , llamada factor de geometría, que depende de la razón  $R_{AB,CD}/R_{BC,DA}$  (asumiendo que  $R_{AB,CD} \geq R_{BC,DA}$ ), se obtiene  $\rho$  a partir de la expresión (2.31):

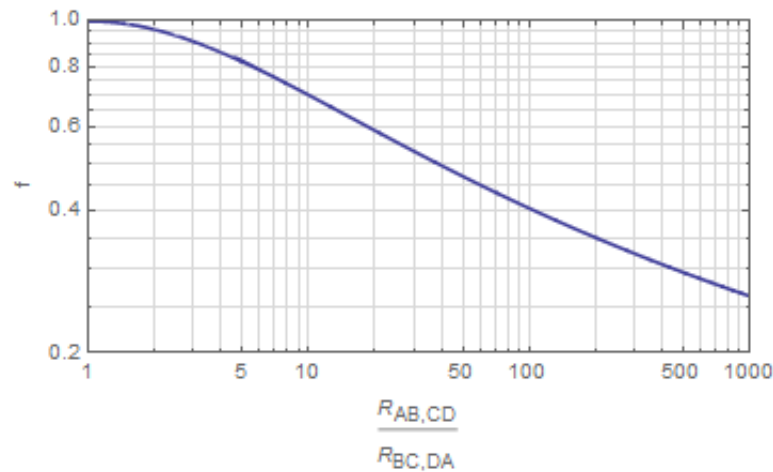
$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{(R_{AB,CD} + R_{BC,DA})}{2} f\left(\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}\right) \quad (2.32)$$

Este factor geométrico es un factor de corrección debido a la asimetría de la muestra. En el caso en que la muestra fuera simétrica, es decir que  $R_{AB,CD} = R_{BC,DA}$ ,  $f = 1$ . El valor de  $f$  se puede determinar de la relación:

$$\frac{R_{AB,CD} - R_{BC,DA}}{R_{AB,CD} + R_{BC,DA}} = \frac{f}{\ln 2} \operatorname{arccosh} \left\{ \frac{e^{\frac{\ln 2}{f}}}{2} \right\} \quad (2.33)$$

$$\frac{\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} - 1}{\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}} + 1} = \frac{f}{\ln 2} \operatorname{arccosh} \left\{ \frac{e^{\frac{\ln 2}{f}}}{2} \right\} \quad (2.34)$$

La Figura 2.14 muestra el gráfico de  $f$  en función de  $R_{AB,CD}/R_{BC,DA}$ .



**Figura 2.14:** Gráfico del factor geométrico  $f$  en función de la razón de resistencias  $\frac{R_{AB,CD}}{R_{BC,DA}}$ .

Como se mencionó al inicio de esta sección, es un requisito que los contactos estén en la periferia de la muestra y sean los más pequeños posibles. Sin embargo, existen casos en los que los contactos no están en la periferia y el tamaño del contacto no es tan pequeño.

Existen varios trabajos en los que se han determinado las correcciones y las magnitudes de error de medida debido a la posición de los contactos [31, 32, 33, 34] en la muestra y debido a los tamaños de los contactos [35, 36]. Aún más, en [37] se propone un algoritmo, a partir de la técnica de propuesta por van der Pauw, para muestras que tienen los contactos alejados de los bordes, anulando los errores debido a esto. En particular, en el Capítulo 4 se emplean los resultados en [31] y [34] para el caso de una muestra cuadrada.

## Capítulo 3

# Metodología experimental

En este capítulo se describen los detalles de los métodos experimentales empleados: la obtención de temperaturas criogénicas, la medición y control de la temperatura, la preparación de la muestra y la medición de su resistividad.

### 3.1. Obtención de bajas temperaturas

Esta sección describe el proceso de obtención de temperaturas criogénicas, que implica la generación de vacío al interior del crióstato con las bombas de vacío y la generación de frío en el crióstato.

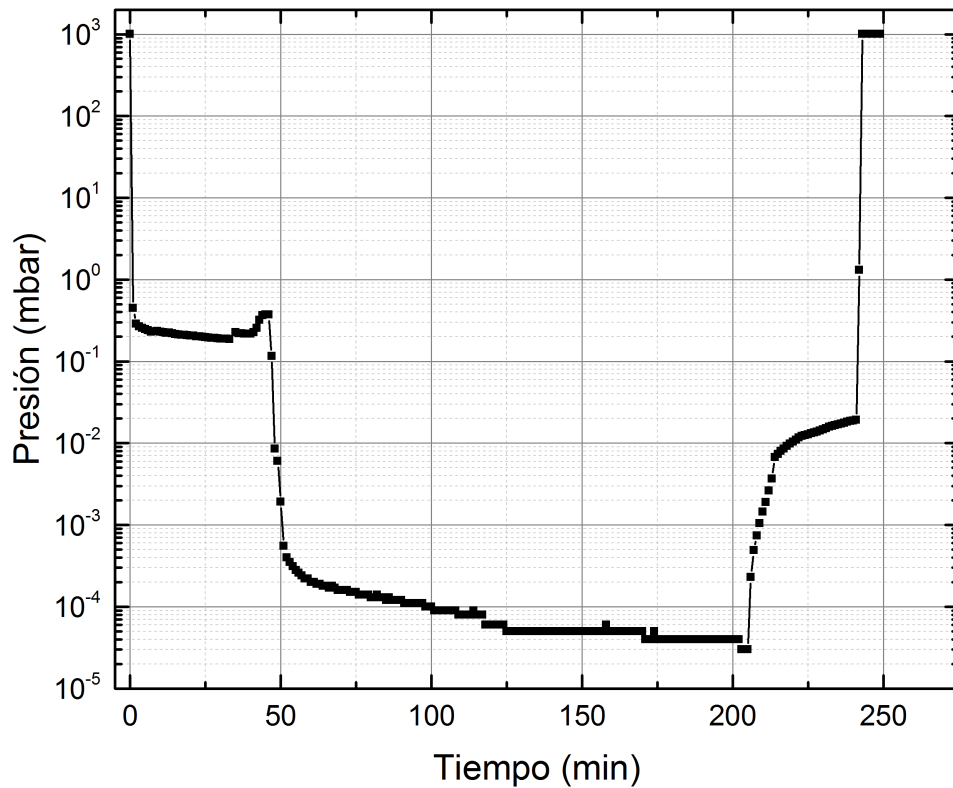
#### 3.1.1. Generación de vacío

La presión de vacío necesaria se obtuvo con dos bombas: una mecánica de paletas rotativas para hacer vacío medio y una difusora para alcanzar un vacío alto. La configuración de las bombas es similar a la mostrada en la Figura 2.7.

En la Tabla 3.1 se nombran las bombas empleadas y las presiones alcanzadas con cada una. La Figura 3.1 muestra el perfil de presión del volumen interno del crióstato. La presión se midió con un sensor Pfeiffer Compact FullRange o con los sensores Leybold-Heraeus 162-02 (Pirani) para vacío medio y Leybold-Heraeus 162-92 (Penning) para vacío alto.

*Tabla 3.1: Bombas de vacío empleadas para obtener las presiones correspondientes.*

	Tipo de bomba	Presión mínima alcanzada
Vacío medio	Bomba rotativa Pfeiffer DUO 10 M	$1.5 \times 10^{-1}$ mbar
Vacío alto	Bomba difusora Edwards Diffstak	$3 \times 10^{-5}$ mbar



*Figura 3.1: Perfil de presión en el volumen interno del crióstato.*

La presión mínima necesaria para proceder con la generación de frío es de  $5 \times 10^{-3}$  mbar, sugerida en [38]. Una presión superior resulta en un incremento de la densidad de aire y también de la conductividad térmica, reduciendo así la capacidad de generación de frío, haciéndola insuficiente para la obtención de la temperatura deseada. Con esto, la presión obtenida con las bombas es suficiente para iniciar el funcionamiento del compresor de helio.

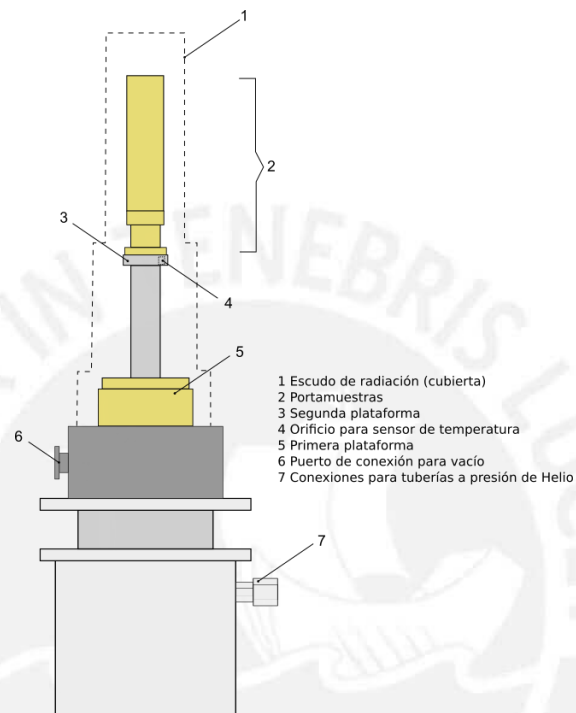
### 3.1.2. Generación de frío

La generación de frío se realiza con el sistema de ciclo cerrado de helio. El equipo criogénico consta de tres partes [39]:

1. Compresor de helio.

2. Crióstato de dos etapas o plataformas.
3. Tuberías flexibles a presión.

Para realizar el enfriamiento interno del compresor de helio se utilizó un enfriador de agua portátil CFT-33 de NESLAB Instruments, Inc., el cual fue configurado en sistema abierto. La Figura 3.2 muestra las partes principales del crióstato.



**Figura 3.2:** Partes principales del crióstato.

Se realizó una primera prueba de funcionamiento en la que se obtuvo el perfil de temperatura mostrado en la Figura 3.8.

## 3.2. Medición y control de la temperatura

En esta sección se describe la instalación y calibración del sensor de temperatura mediante un controlador de temperatura, así como la implementación de un programa LabVIEW para el control desde una PC.

### 3.2.1. Sensor de temperatura de diodo de silicio

El sensor utilizado para medir la temperatura es el diodo de silicio DT-470-SD-13 de Lake Shore Cryotronics, Inc. [40]. Las características principales del sensor:

- Rango de temperatura desde 1.4 K hasta 500 K.
- Durable para uso en ciclos térmicos repetidos.
- Útil por encima de los 60 K en campos magnéticos hasta los 5 T.

La ubicación del sensor en el crióstato (ver Figura 3.2) es en un orificio de la segunda plataforma donde se ubica el calefactor de nicrom (ver Figura 3.4). Esto permite un mejor control de la temperatura en el sistema ya que facilita una respuesta más rápida del sistema de control al medir de manera más próxima los cambios de temperatura debido a la extracción de calor en la segunda plataforma y a la introducción de calor por el calefactor. Si bien se tiene un mejor control, no se tiene una medida precisa de la muestra, ya que no se está midiendo en una posición próxima a ella. Para mejorar esto, se podría colocar otro termómetro cerca a la muestra para monitorear su temperatura.

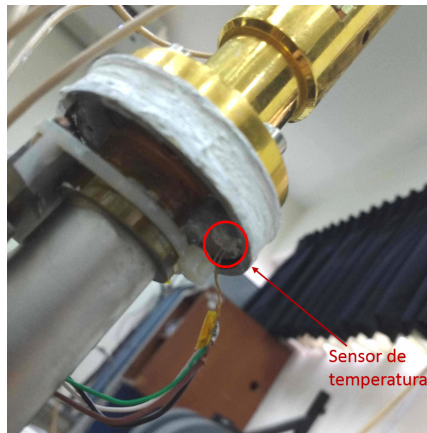


**Figura 3.3:** Esquema de conexión del sensor con los cables de alimentación ( $I+$ ,  $I-$ ) y los de medición de voltaje ( $V+$ ,  $V-$ ).

La conexión con el controlador fue hecha soldando los dos terminales del sensor con cuatro cables que van hacia el conector DB9 tipo macho, según lo indicado en el manual del controlador [41] y en la guía de instalación del sensor [42]: dos para alimentar el sensor con  $10 \mu\text{A}$  de corriente continua ( $I+$ ,  $I-$ ) y dos para medir el voltaje ( $V+$ ,  $V-$ ). Esta conexión permite que la corriente circule exclusivamente por los cables de corriente y que el voltaje medido en el sensor con los cables de voltaje no se vea afectado por la resistencia de dichos cables. La Figura 3.3 muestra un esquema de la conexión realizada. La soldadura utilizada fue de 60 % Sn y 40 % Pb.

Para obtener un mejor contacto térmico se fijó el sensor sobre la superficie metálica de la plataforma con una capa delgada de grasa térmica, evitando que haya contacto eléctrico entre la plataforma y el sensor para obtener una indicación correcta en el controlador. El

resto de espacio en el orificio se rellenó con grasa térmica para contribuir a la fijación del sensor. La Figura 3.4 muestra la ubicación del sensor.



*Figura 3.4:* Ubicación del sensor en la segunda plataforma del crióstato. La pasta térmica blanca cubre el calefactor de nicrom.

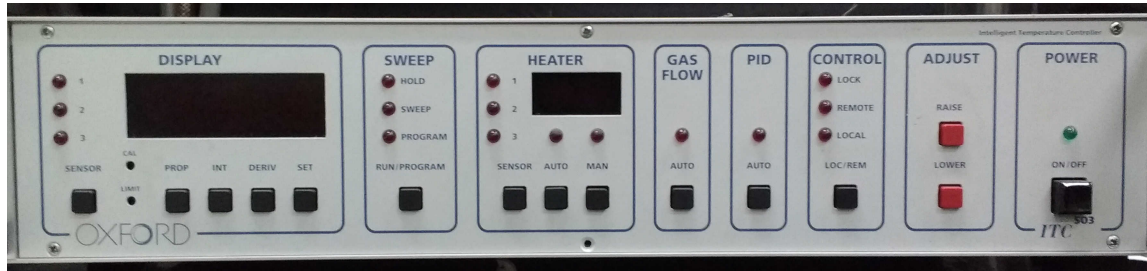
### 3.2.2. Controlador de temperatura - ITC-503

El equipo utilizado para la medición y control de temperatura es el modelo básico del controlador ITC503 (Intelligent Temperature Controller 503) de Oxford Instruments [41], el cual tiene características específicas para aplicaciones criogénicas. Las características principales de este equipo son:

- Rango completo de visualización de temperatura desde 0 K hasta 1677.7 K según el sensor seleccionado y con resolución de 0.001 K para temperaturas debajo de 20 K. La configuración de rango y sensibilidad para un sensor particular se elige con la configuración en el hardware del equipo.
- Único canal de entrada para un sensor de temperatura y permite el uso de varios tipos de sensores de temperaturas criogénicas.
- Puerto GPIB para comunicación y control remoto desde PC. Es posible realizar la comunicación por intermedio de un programa en LabVIEW.
- Proporciona hasta 80 W de potencia para calefactor.
- Permite el control de la temperatura mediante el control PID.
- Permite seleccionar los valores P, I y D de una tabla en su memoria interna según la temperatura de setpoint. Dichos valores se pueden guardar introduciendo cada valor desde el modo de prueba del equipo, según el lo indicado en el manual del equipo [41].

La Figura 3.5 muestra el panel frontal equipo.

La verificación del funcionamiento general del equipo fue realizada siguiendo las indicaciones del manual. La pantalla frontal, todos los indicadores LED y todos los botones frontales del equipo resultaron completamente operativos.

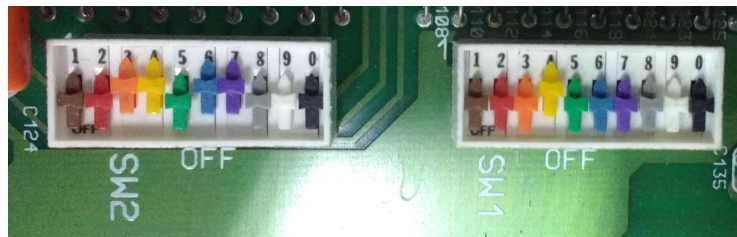


*Figura 3.5: Panel frontal del Controlador ITC-503.*

Los cables del sensor y el calefactor fueron soldados a un conector DB9 tipo macho, el cual hace conexión con el conector hembra en la parte posterior del controlador. La conexión realizada a través del pasamuros puede verse en la Figura 3.14. El tipo de sensor fue elegido desde el menú de prueba del controlador. El código *DS 31* es el predeterminado para el sensor DT-470-SD de Lake Shore Cryotronics, Inc. Para acceder al rango y sensibilidad preestablecidos para el sensor, los interruptores DIP *SW1* y *SW2* se configuraron en el orden indicado en la Tabla 3.2. La Figura 3.6 muestra la configuración realizada en el hardware del controlador.

*Tabla 3.2: Configuración de interruptores DIP en el hardware del controlador de temperatura, según lo indicado en el manual [41] para el diodo de silicio de Lake Shore (DS 31).*

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	0
<b>SW1</b>	OFF	OFF	OFF	ON	OFF	OFF	OFF	OFF	OFF	OFF
<b>SW2</b>	OFF	OFF	ON	ON	OFF	ON	ON	OFF	OFF	OFF



*Figura 3.6: Interruptores tipo DIP al interior del equipo para configuración del tipo de sensor a usar.*

Una vez configurado el tipo de sensor a utilizar, así como el rango y sensibilidad adecuados, se procedió a realizar la calibración del sensor.

### 3.2.2.1. Calibración del sensor

La calibración del sensor en el controlador puede realizarse de dos formas:

1. Enfriar el sensor hasta una temperatura conocida, cerca a la temperatura más baja del rango sensor (e.g. helio líquido).
2. Aplicar un voltaje a los terminales del sensor, equivalente a una temperatura conocida y determinado a partir de una curva de calibración.

Se utilizó la segunda alternativa debido a que el sensor de silicio cuenta con una curva de calibración de fábrica, *Voltaje vs Temperatura*. La curva de calibración se puede ver en el Apéndice B.

Para calibrar el sensor se eligieron de la curva de calibración las temperaturas y voltajes mostrados en la Tabla 3.3.

**Tabla 3.3:** Valores de temperatura y voltaje para la calibración del sensor. Se tomó el punto más bajo que permite la configuración del sensor en el equipo y el punto más alto que da la curva de calibración.

Punto	Temperatura (K)	Voltaje (V)
1	4.20908	1.60631
2	125.102	0.922327

Se aplicó el voltaje del Punto 1, se esperó a que establezca y se presionó el botón hundido CAL en el panel frontal de controlador. La pantalla mostró “Lo” y luego indicó el valor actual de temperatura. Presionando el botón CAL, se cambió la indicación de temperatura en la pantalla hasta 4.209. Esto actualizó el valor correspondiente al cero (ZERO) del equipo.

Luego se aplicó el voltaje del Punto 2 y se repitió el proceso, solo que esta vez el indicador mostró “Hi”. Se modificó la indicación de temperatura hasta 125.10. Esto actualizó el valor correspondiente al valor de rango completo (SPAN) del equipo.

Luego, para almacenar la calibración en la memoria del equipo, se mantuvo presionado el botón hundido LIMIT y se presionó una vez el botón LOC/REM. La pantalla indicó “Stor”, almacenando los valores de calibración.

### 3.2.2.2. Montaje del Calefactor

Se utilizó alambre de nicrom como elemento de calefacción. Las características principales del alambre, según el fabricante Lake Shore Cryotronics, Inc.:

- 80 % Ni - 20 % Cr
- No ferromagnético
- Tamaño 32 AWG
- Aislamiento de poliamida

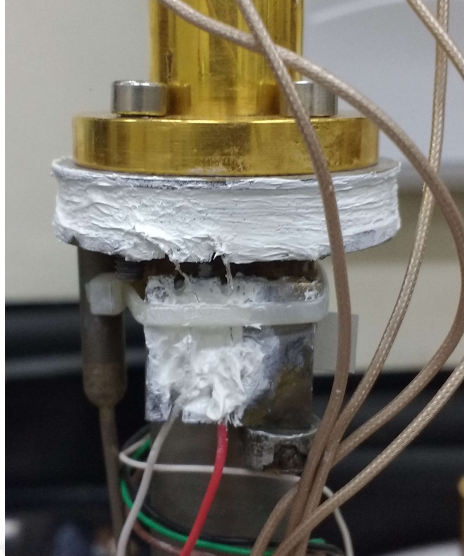
Se enrolló el alambre sobre el borde lateral de un disipador de calor circular de cobre, el cual se coloca sobre la segunda plataforma del crióstato (Figura 3.7). El enrollado se hizo de manera bifilar, es decir, se dobló el cable por la mitad y se enrolló con ambos extremos del cable en paralelo. Luego se adhirió con barniz para baja temperatura IMI 7031. Inicialmente se utilizó una longitud equivalente a una resistencia de  $20\ \Omega$ , sin embargo la potencia requerida para alcanzar temperaturas mayores a 100 K generó que el aislamiento del alambre se quemó, generando cortocircuito con el disipador de cobre.

Finalmente la instalación del calefactor se mejoró de la siguiente manera:

- Se utilizó una longitud equivalente a  $30\ \Omega$  de alambre.
- Se utilizó doble capa delgada de barniz sobre el borde lateral del disipador.
- Utilizando la segunda capa de barniz se fue adhiriendo el alambre con una capa adicional y se fue secando cada cierta longitud en un horno a  $125\ ^\circ\text{C}$  por 2.5 minutos, aproximadamente, hasta que el alambre quedase adherido en toda su longitud, dejando libre dos terminales de 3 cm, aproximadamente.
- Se colocó una capa delgada de pasta térmica sobre toda la zona encima del calefactor.
- Las uniones mecánicas de los terminales del calefactor y los cables de alimentación fueron envueltas en pasta térmica dentro de un disipador de calor de cobre, cuidando el aislamiento eléctrico.

### 3.2.3. Programa en LabVIEW para control de temperatura

El programa para el control de temperatura fue elaborado con la librería en LabVIEW propia de Oxford Instruments para el ITC-503. El panel frontal y el diagrama de bloques del programa se pueden ver en el Apéndice C (Figuras C.1, C.2 y C.3).



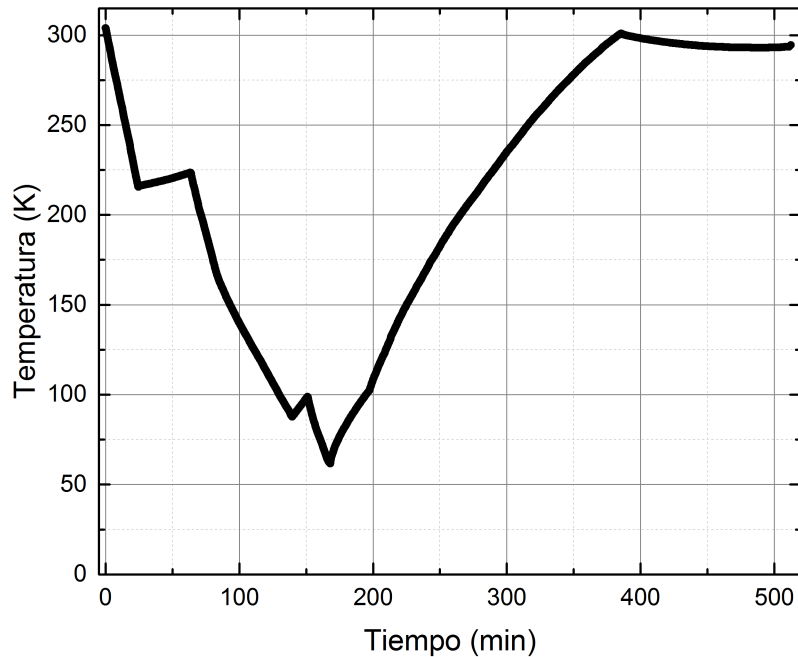
**Figura 3.7:** Calefactor de nicrom ensamblado. La pasta térmica blanca se utilizó para disipar mejor el calor.

El programa permite:

- Seleccionar el intervalo de tiempo de medida. El valor preestablecido es 1000 ms.
- Visualizar la temperatura en el instante medido.
- Definir el voltaje máximo ( $V_{max}$ ) del calefactor a utilizar, sin depender de qué valor de resistencia tenga.
- Suministrar un voltaje manualmente, menor o igual a  $V_{max}$ , cuando el modo automático del calefactor está apagado.
- Visualizar el voltaje suministrado al calefactor.
- Definir la temperatura que se desea alcanzar y controlar (Setpoint).
- Establecer el modo automático del calefactor con la función Auto Heat y seleccionar los valores P, I y D de la memoria interna del equipo con la función Auto PID.
- Definir y visualizar los valores de los parámetros Proporcional (P), Integral (I) y Derivativo (D).
- Visualizar el gráfico *Temperatura vs Tiempo* en tiempo real.

#### 3.2.4. Ensayo de medición de temperatura

Con el programa configurado, se procedió a hacer una primera prueba del sistema criogénico sin control de temperatura. La Figura 3.8 muestra el perfil de temperatura obtenido.



*Figura 3.8:* Perfil de temperatura entregado por el sensor. Los picos durante el descenso se deben a que el compresor de helio se detuvo por cierto intervalo de tiempo. El incremento de temperatura luego de alcanzar el mínimo fue con la ayuda del calefactor.

#### 3.2.4.1. Apagado del sistema

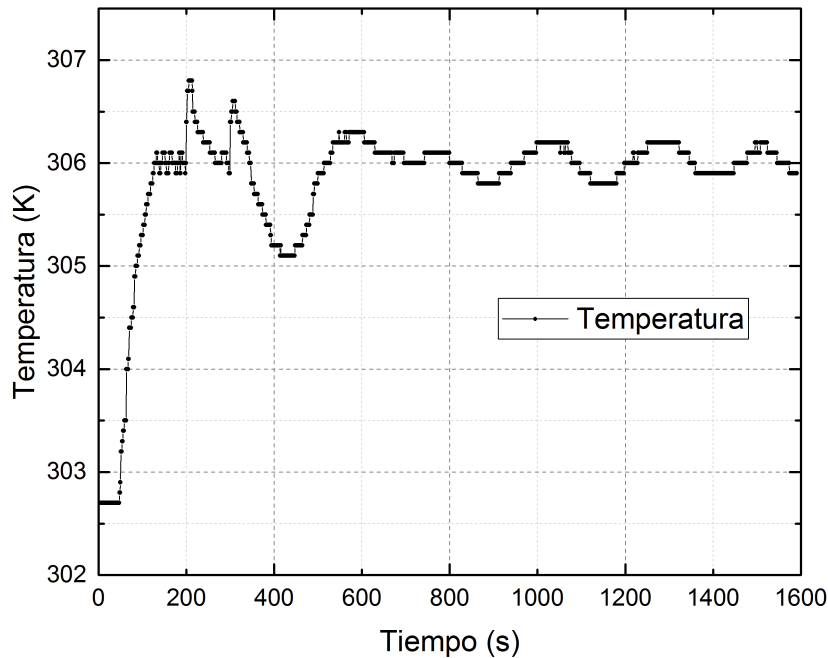
Para apagar el sistema primero se apagó el compresor de helio y se esperó a que el interior del crióstato caliente hasta una temperatura cercana a la de ambiente para proceder a terminar el vacío. Para acelerar el proceso de calentamiento se encendió el calefactor con un voltaje de 5 V.

#### 3.2.5. Ensayo de control de temperatura

Se realizó un primer ensayo de control de temperatura a 306 K, partiendo de una temperatura ambiente de 302.7 K, según el indicador del controlador. La Figura 3.9 muestra la respuesta final obtenida del sistema en el tiempo.

El método para definir los parámetros temperatura en este ensayo fue el siguiente:

1. Dar un valor al parámetro I mucho mayor al tiempo de respuesta que se espera del sistema.
2. Dar al parámetro D el valor cero.
3. Seleccionar Auto Heat y reducir el valor de P hasta que la temperatura empiece a oscilar alrededor de un valor medio. El valor inicial de P fue de 16 %.



*Figura 3.9: Ensayo de control PID en 306 K.*

4. Medir el periodo de oscilación y dar este nuevo valor al parámetro I.
5. Reducir el valor de P hasta que la oscilación disminuya lo más que se pueda.

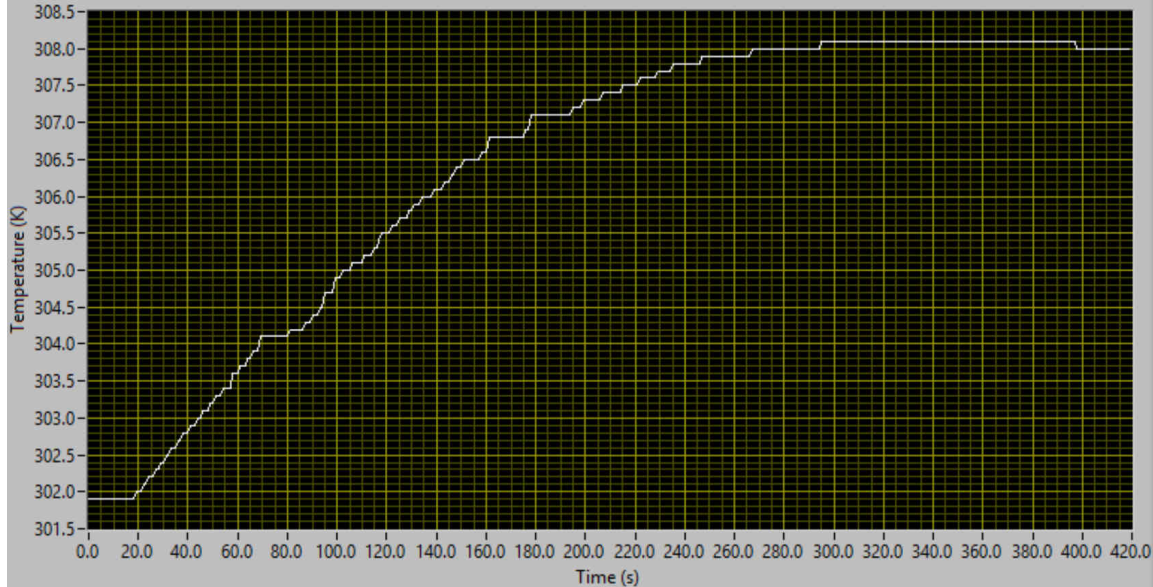
Los pasos anteriores se tomaron como referencia del manual del controlador [41]. Los parámetros definidos en este ensayo se muestran en la Tabla 3.4.

*Tabla 3.4: Valores de voltaje máximo y de los parámetros de control a 306 K.*

	Parámetros de control			
	$V_{\text{máx}}$ (V)	P (%)	I (s)	Auto-PID
<b>306 K</b>	10	15	30	No activado

Se ensayó controlar la temperatura nuevamente, esta vez con la función Auto-PID disponible. La función Auto-PID asigna el valor de P automáticamente a 15 %, el de I a 60 s y D a 0 s, los cuales el equipo toma de su memoria interna, según lo indicado en las características del equipo (ver Subsección 3.2.2). Los valores de la memoria interna no fueron modificados. Adicionalmente, se encontró que asignando manualmente al parámetro P el valor de 0.02, el valor actual leído de P toma los valores 0.02 o 15 de manera alternada. Esto hace que el

tiempo en que se llega a la estabilidad mejor y que la oscilación sea menor. La Figura 3.10 muestra la respuesta del sistema en el tiempo y la Tabla 3.5 muestra el voltaje máximo y los parámetros de control utilizados.



*Figura 3.10: Ensayo de control PID en 308 K.*

*Tabla 3.5: Valores de voltaje máximo y de los parámetros de control a 308 K.*

	Parámetros de control			
	$V_{\text{máx}}$ (V)	P (%)	I (s)	Auto-PID
<b>308 K</b>	10	0.02	60	Activado

Estos parámetros de control se tomaron como punto de partida para definir los parámetros de control de bajas temperaturas.

### 3.3. Preparación de la muestra para mediciones de resistividad

En esta sección se describe el proceso para la preparación de una muestra de silicio policristalino tipo *p* a la que se le deposita contactos de aluminio mediante la técnica de evaporación térmica.

### 3.3.1. Sustrato de silicio

El sustrato se obtuvo a partir de una oblea de silicio tipo *p* cuyas características se muestran en la Tabla 3.6.

*Tabla 3.6: Características de la oblea de silicio empleada.*

	Dopante	Espesor ( <i>t</i> )	Resistividad ( $\rho$ )
poli-Si Tipo <i>p</i>	Boro	400 $\mu$ m	> 1200 $\Omega \cdot$ cm

De esta oblea se cortó una muestra de dimensiones de aproximadamente 0.95 cm por 0.95 cm para realizar la deposición de contactos.

La limpieza del sustrato se realizó utilizando un baño de ultrasonido con acetona y alcohol etílico. Al final se le enjuagó con agua destilada.

### 3.3.2. Deposición de contactos

Los contactos fueron hechos de aluminio, con la evaporadora mostrada en la Figura 3.11. La presión fue medida con un Combitron CM 30 de Leybold-Heraeus, mientras que la tasa de deposición y el espesor de la película depositada se monitorearon con un indicador INFICON SQM-160. La Tabla 3.7 muestra los detalles de la deposición.

*Tabla 3.7: Detalles de la evaporación de contactos sobre la muestra de silicio.*

	Especificación
Metal evaporado	Aluminio
Material del crisol	Tungsteno
Presión de vacío en la cámara	$\sim 5 \times 10^{-5}$ mbar
Rango de selector de corriente	Posición 4 ( $\sim 125$ A) a 5 ( $\sim 155$ A)
Rango de tasa de deposición	0 $\text{\AA} \cdot \text{s}^{-1}$ a 27.29 $\text{\AA} \cdot \text{s}^{-1}$
Espesor de deposición	107 nm

El depósito de los contactos sobre el silicio fue realizado a través de una máscara delgada. La Figura 3.12 presenta la máscara y la muestra obtenida. Las distancias de los bordes de la muestra, de los contactos respecto a las esquinas de la muestra y la distancia entre contactos fueron tomadas con la ayuda de un microscopio digital DinoLite de 2 megapíxeles. Este microscopio permite calibrar su medidor de distancia colocando una referencia conocida en la imagen. Se utilizó un vernier para calibrar con 1 mm.



**Figura 3.11:** (1) Unidad de Evaporación Balzers Mikro BA 3. (2) Cámara de evaporación. (3) Indicador de presión Leybold-Heraeus Combित्रon CM 30. (4) Monitor de tasa de deposición y espesor INFICON SQM-160.



**Figura 3.12:** Máscara utilizada para la deposición de los contactos (izquierda) y muestra obtenida (derecha). Se cubrieron los orificios necesarios para obtener la muestra.

### 3.3.3. Tratamiento térmico

Para asegurar que los contactos tengan un comportamiento óhmico, se realizó tratamiento térmico a la muestra en un horno tubular de cuarzo. Los parámetros de este tratamiento se encuentran en la Tabla 3.8.

*Tabla 3.8: Parámetros del tratamiento térmico.*

	Especificación
<b>Presión de vacío inicial</b>	$\sim 1.2 \times 10^{-5}$ mbar
<b>Gas Ambiente</b>	Nitrógeno
<b>Presión gas ambiente</b>	$\sim 4 \times 10^{-1}$ mbar
<b>Temperatura</b>	500 °C
<b>Tiempo</b>	20 min

### 3.3.4. Verificación de contactos óhmicos

El comportamiento óhmico de los contactos depositados fue verificado luego del tratamiento térmico, antes de colocarlos en el portamuestras del crióstato. Los contactos fueron evaluados de par en par, en un portamuestras con dos puntas de oro. Por medio de las puntas se aplicaron voltajes en los contactos desde  $-5$  V hasta  $5$  V midiendo la corriente que pasó a través de ellos. Todos los contactos tuvieron un comportamiento óhmico.

## 3.4. Medición de resistividad eléctrica a bajas temperaturas

En esta sección se describe todo el proceso de medición de resistividad eléctrica. La Figura 3.13 muestra la secuencia seguida para las mediciones.

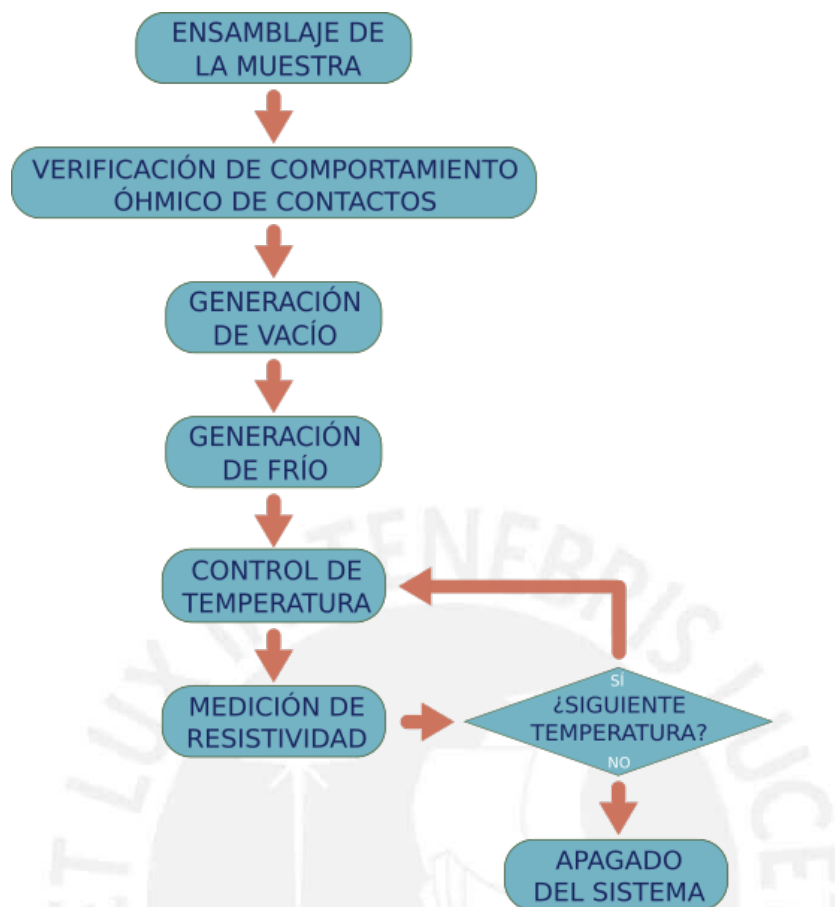
### 3.4.1. Ensamblaje de la muestra y configuración de equipos

La medición de resistividad requirió de cuatro cables o filamentos que fueran conectados por sus extremos uno a uno con los respectivos contactos en la muestra. Esto implicó utilizar pasamuros para poder realizar las conexiones a los equipos sin perder el vacío al interior del crióstato. La Figura 3.14 muestra los pasamuros empleados.

La muestra preparada se sujetó en el portamuestras con una tira pequeña (menor al 5 % del área de la muestra) de cinta adhesiva de doble cara. Adicionalmente, se añadió pasta térmica sobre el posterior de la muestra, rodeando la cinta, para que haya mejor soporte y contacto térmico entre la muestra y el portamuestras.

Los extremos de cada filamento fueron pegados con pasta conductora de plata a cada contacto de aluminio sobre la muestra, respetando el orden mostrado en la Figura 3.16, la cual presenta una muestra de prueba con los cuatro contactos pegados con pasta de plata.

De manera similar se pegaron los filamentos a los contactos en la muestra de la Figura 3.12.



**Figura 3.13:** Secuencia completa para la medición de resistividad a bajas temperaturas.

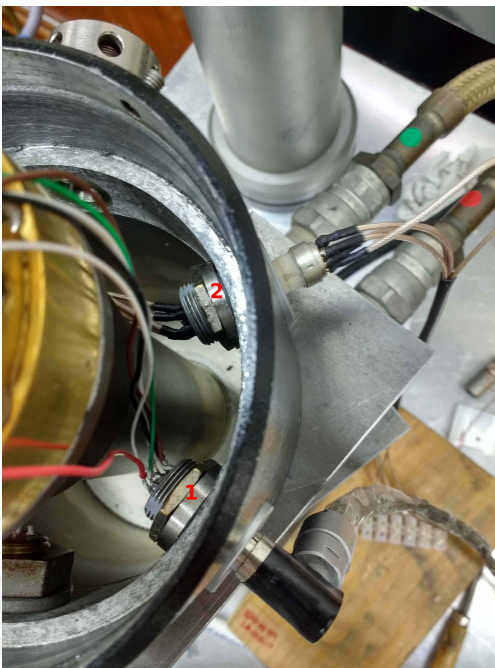
Se verificó que los contactos obtenidos tengan un comportamiento óhmico para luego realizar las medidas de resistividad.

Los equipos utilizados para realizar ambas mediciones fueron:

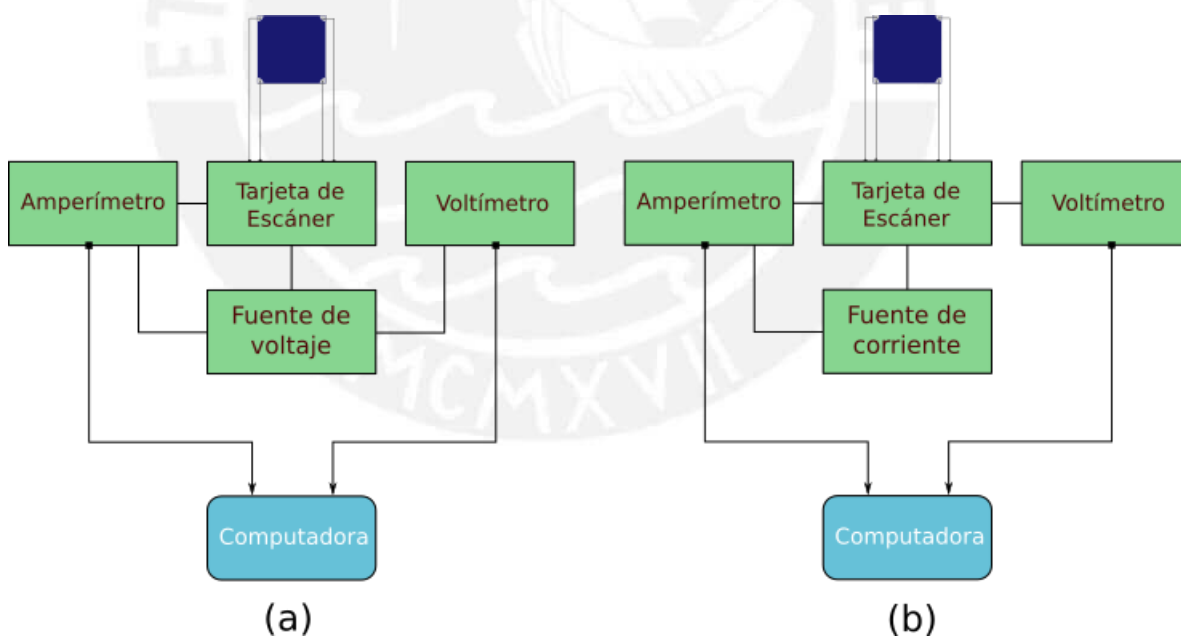
1. Fuente de voltaje programable - Keithley 230
2. Fuente de corriente programable - Keithley 220
3. Escáner - Keithley 705
4. Multímetro digital - Keithley 2000
5. Multímetro digital - HP 34401

La Figura 3.15 muestra un esquema de la configuración para la verificación del comportamiento óhmico (Curvas I-V) y la medición de resistividad eléctrica.

La programación de los equipos y los programas utilizados en LabVIEW fueron elaborados en el laboratorio. En el Apéndice C se muestran los paneles frontales de dichos programas



**Figura 3.14:** Pasamuros utilizados para (1) conectar el sensor de temperatura y el calefactor con el ITC-503 y (2) conectar los contactos de la muestra con el escáner.

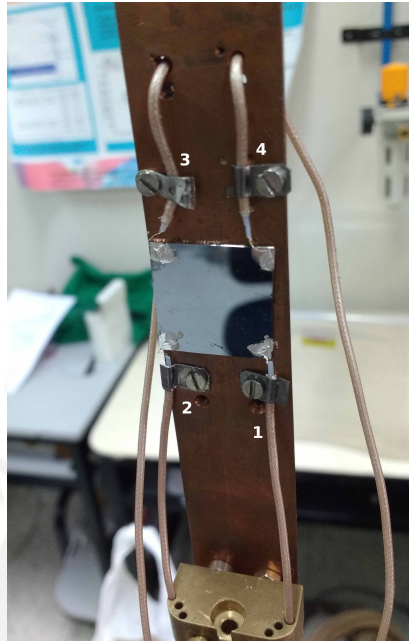


**Figura 3.15:** Configuración de equipos para (a) verificación de comportamiento óhmico de contactos y (b) medidas de resistividad con el método de cuatro puntas.

(Figura C.4 y Figura C.5).

### 3.4.2. Medidas de resistividad de una muestra prueba

Se realizó una prueba inicial de la medición de resistividad con una muestra de prueba de silicio tipo n de bajo dopaje con cuatro contactos de aluminio en las esquinas (Figura 3.16).



*Figura 3.16: Muestra de prueba colocada en el portamuestras. Los números indican el orden de las conexiones con el escáner para las medidas de resistividad.*

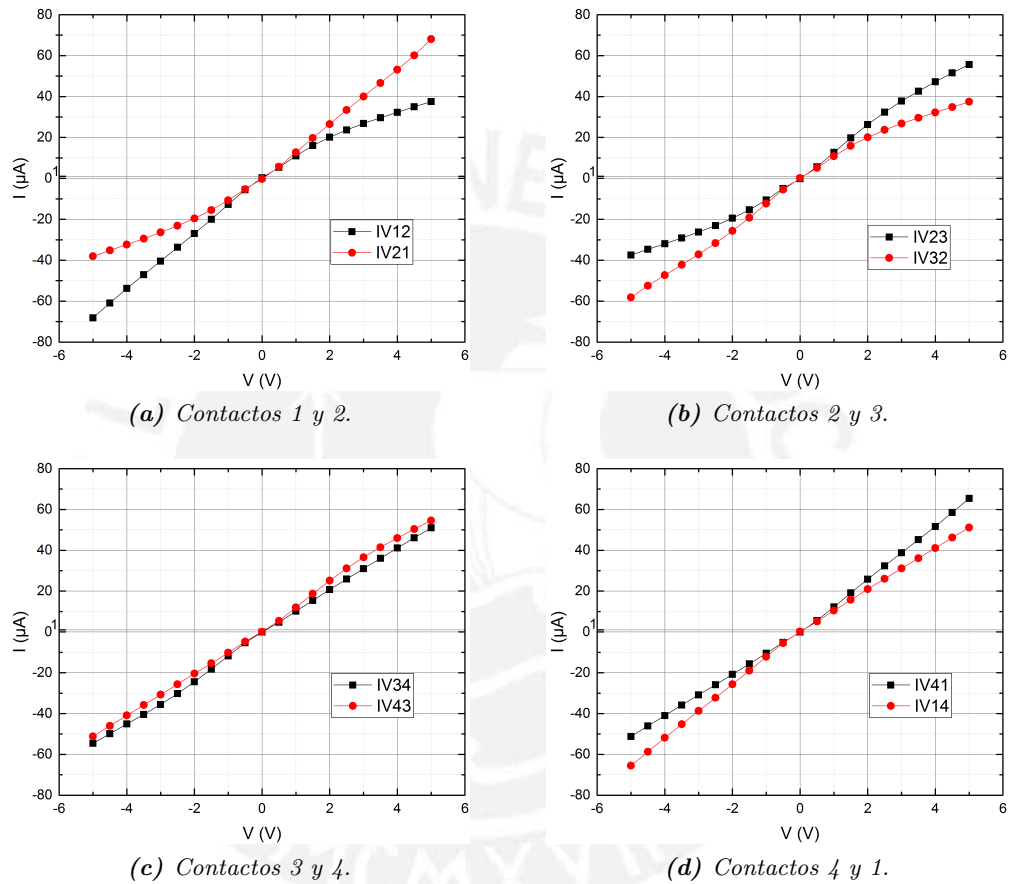
#### 3.4.2.1. Verificación de contactos óhmicos

La verificación del comportamiento óhmico de los contactos se realizó entre cada par de contactos siguiendo la secuencia de los números en la Figura 3.16. La Figura 3.17 muestra los gráficos I-V de cada par. Se observa el comportamiento óhmico de las curvas de las Figuras 3.17a y 3.17b es menor que en las curvas de las Figuras 3.17c y 3.17d.

De las figuras se observa que una corriente de  $1 \mu\text{A}$  se encuentra dentro del rango óhmico común para todas. Este valor de corriente se programó en la fuente de corriente para las mediciones de resistividad.

#### 3.4.2.2. Control de temperatura

La Figura 3.18 muestra el perfil de temperatura del ensayo con la muestra de prueba. Se muestra el control de temperatura a 50 K, 100 K, 150 K y 200 K. La Tabla 3.10 muestra el



**Figura 3.17:** Curvas I-V de cada par de contactos. Se observó un comportamiento óhmico más pronunciado en las curvas (c) y (d) respecto a las curvas (a) y (b). La corriente de  $1\mu\text{A}$  pertenece al rango óhmico de todas las curvas.

intervalo en el que osciló la indicación en cada temperatura. Las medidas de resistividad se realizaron en dichas temperaturas.

**Tabla 3.9:** Valores de voltaje máximo utilizados para el control de temperatura en cada setpoint. Los valores de capacidad de refrigeración son aproximados y fueron tomados del manual del generador criogénico. Se controló con la función AUTO-PID activada. Se ingresó manualmente los valores 0.02, 60 y 0 a los parámetros de control P, I y D, respectivamente.

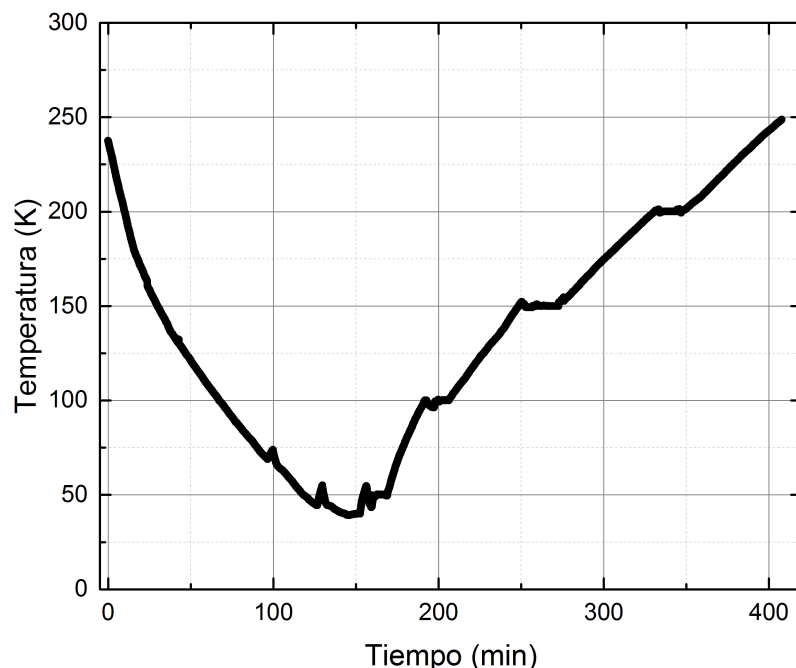
Setpoint	Capacidad de refrigeración (W)	V <sub>máx</sub> (V)
50 K	2.0	7
66 K	–	7
70 K	–	7
80 K	–	10
90 K	–	11
100 K	5.2	13
125 K	–	13
150 K	6.3	17
175 K	–	17
200 K	7.1	20
250 K	7.6	1*
300 K	–	2*

\*El control se hizo con el compresor de helio apagado.

Para controlar las temperaturas se utilizaron los voltajes máximos mostrados en la Tabla 3.9. Estos voltajes se definieron tomando como referencia inicial la capacidad de refrigeración del crióstato en la segunda plataforma, según lo indicado en el manual del generador criogénico [39], teniendo en cuenta una resistencia de  $30\ \Omega$  del calefactor. El control se realizó con la función AUTO-PID activada y a los parámetros P, I y D se les asignó en la entrada manual los valores constantes en 0.02, 60 y 0, respectivamente.

**Tabla 3.10:** Rango de oscilación en cada temperatura programada en el controlador.

Setpoint	Rango de temperatura
50 K	$50.05 \pm 0.25\ \text{K}$
100 K	$100.15 \pm 0.25\ \text{K}$
150 K	$150.1 \pm 0.2\ \text{K}$
200 K	$199.95 \pm 0.05\ \text{K}$



*Figura 3.18: Perfil de temperatura del ensayo con la muestra de prueba.*

### 3.4.2.3. Medición de resistividad

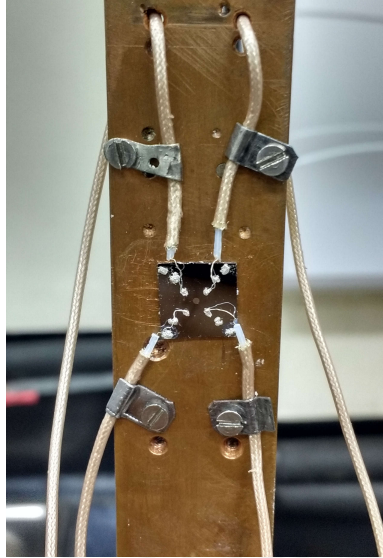
Los datos obtenidos de la medición se muestran en la Tabla 3.11. Los valores de las columnas  $R_A$  y  $R_B$  corresponden a las resistencias  $R_{AB,CD}$  y  $R_{BC,DA}$ , respectivamente. La columna *Razón R* muestra la razón de la mayor resistencia entre  $R_{AB,CD}$  y  $R_{BC,DA}$  sobre la menor.

*Tabla 3.11: Datos de medición de resistividad de la muestra prueba.*

Temperatura (K)	$R_A(\Omega)$	$R_B(\Omega)$	Razón R	Factor de geometría	Resistividad ( $\Omega \cdot cm$ )
50	1794566	2123696	1.1834	0.9995	553599
100	210030	219443	1.0448	1.0000	60820
150	37866	39277	1.0372	1.0000	10925
200	11425	11883	1.0401	1.0000	3301
250	7717	7784	1.0087	1.0000	2195
300	4918	5170	1.0512	1.0000	1429

### 3.4.3. Medidas de resistividad de la muestra preparada

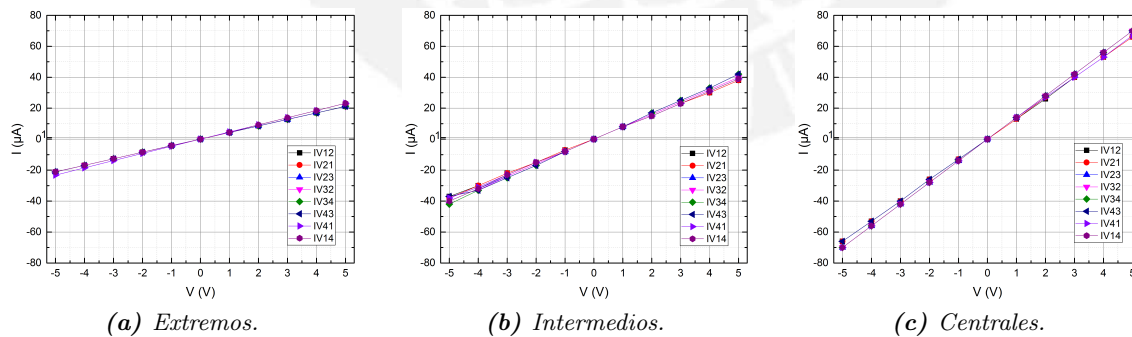
Se realizaron medidas de resistividad de la muestra preparada (Figura 3.12) a diferentes temperaturas y, adicionalmente, variando radialmente la distancia de los contactos. En la Figura 3.19 se puede ver los filamentos pegados a los contactos centrales. A continuación se detalla las mediciones realizadas en cada cuaterna de contactos.



*Figura 3.19: Muestra preparada colocada en el portamuestras.*

### 3.4.3.1. Verificación de contactos óhmicos

La Figura 3.20 muestra las curvas I-V de los contactos cercanos a los extremos (a), en el intermedio (b) y en la parte central (c) de la muestra. Todos los contactos resultaron óhmicos. Para las medidas de resistividad con cada grupo de contactos se utilizó una corriente de  $1 \mu\text{A}$  debido a que es uno de los puntos de corriente donde las ocho curvas I-V están más cercanas.



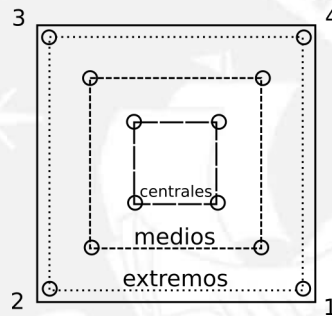
*Figura 3.20: Curvas I-V de la muestra preparada. Se observa un comportamiento óhmico en todos los casos. A medida que los contactos se acercan al centro de la muestra, la pendiente aumenta. Esto implica que la resistencia va disminuyendo. La corriente de  $1 \mu\text{A}$  fue utilizada para las mediciones de resistividad.*

### 3.4.3.2. Control de temperatura

Se controló la temperatura en las siguientes temperaturas: 66 K, 70 K, 80 K, 90 K, 100 K, 125 K, 150 K, 175 K, 200 K, 250 K y 300 K. Se utilizaron los valores de voltaje máximo mostrados en la Tabla 3.9. Los parámetros de control P, I y D no se modificaron, respecto a la configuración anterior. Los perfiles de temperatura obtenidos para cada grupo de contactos se muestran en el Apéndice A.

### 3.4.3.3. Medición de resistividad

Los datos obtenidos de las mediciones de resistividad se muestran en las Tablas 3.12, 3.13 y 3.14, utilizando los contactos extremos, intermedios y centrales, respectivamente (ver Figura 3.21).



**Figura 3.21:** Esquema de contactos en la muestra preparada para mediciones de resistividad.

**Tabla 3.12:** Datos de medición de resistividad con los contactos cercanos a los extremos en cada temperatura controlada.

Temperatura (K)	RA ( $\Omega$ )	RB ( $\Omega$ )	Razón R	Factor de geometría	Resistividad ( $\Omega \cdot cm$ )
66	9661097	10035115	1.0387	1.0000	1785177
70	7782095	6780371	1.1477	0.9997	1317918
80	3555786	3154496	1.1272	0.9998	607525
90	1427996	1325200	1.0776	0.9999	249462
100	487144	434356	1.1215	0.9998	83441
125	92283	81659	1.1301	0.9998	15747
150	41307	33744	1.2241	0.9993	6779
175	26722	21105	1.2661	0.9991	4315
200	24325	18687	1.3017	0.9989	3875
250	24353	21324	1.1420	0.9997	4134
300	20127	21726	1.0795	0.9999	3792

**Tabla 3.13:** Datos de medición de resistividad con los contactos intermedios en cada temperatura controlada.

Temperatura (K)	RA ( $\Omega$ )	RB ( $\Omega$ )	Razón R	Factor de geometría	Resistividad ( $\Omega \cdot cm$ )
66	6600211	5659294	1.1663	0.9996	1108992
70	4736313	4144279	1.1429	0.9997	803713
80	2058570	1821635	1.1301	0.9998	351274
90	942091	824586	1.1425	0.9997	159894
100	453998	393226	1.1545	0.9997	76663
125	103617	86077	1.2038	0.9994	17145
150	38527	31108	1.2385	0.9993	6287
175	24307	18974	1.2811	0.9990	3903
200	23103	17681	1.3066	0.9988	3674
250	22257	19063	1.1675	0.9996	3738
300	17227	17906	1.0394	1.0000	3185

**Tabla 3.14:** Datos de medición de resistividad con los contactos centrales en cada temperatura controlada.

Temperatura (K)	RA ( $\Omega$ )	RB ( $\Omega$ )	Razón R	Factor de geometría	Resistividad ( $\Omega \cdot cm$ )
66	3733723	3474433	1.0746	0.9999	653110
70	2651174	2539217	1.0441	1.0000	470431
80	1073761	1089791	1.0149	1.0000	196128
90	489961	480698	1.0193	1.0000	87989
100	230021	230525	1.0022	1.0000	41746
125	52345	51012	1.0261	1.0000	9369
150	21099	19766	1.0674	0.9999	3703
175	14647	13561	1.0801	0.9999	2556
200	13299	12130	1.0963	0.9999	2303
250	14097	13246	1.0642	0.9999	2478
300	12499	12453	1.0037	1.0000	2262

## Capítulo 4

# Resultados y discusión

Este capítulo está dividido en tres secciones. En la primera se hace una discusión sobre la operación del sistema criogénico y el control de temperatura.

En la segunda sección se discuten los resultados obtenidos de resistividad y los errores debido a la posición de los contactos en la muestra preparada.

En la tercera sección se muestran y discuten los resultados de medición de resistividad en función de la temperatura.

En la última sección se mencionan algunos posibles trabajos a futuro con el sistema implementado.

### 4.1. Operación del sistema criogénico

Durante el descenso de la temperatura el compresor de helio tuvo dos factores que influenciaron en el control de temperatura:

- El enfriamiento de agua para el intercambiador de calor, al parecer, fue insuficiente para mantener constante su funcionamiento, pues el compresor se detiene por protección cuando la temperatura interna del helio excede los  $37.5^{\circ}\text{C}$  [39]. Algunos de los incrementos en temperatura mostrados durante el descenso de temperatura en las figuras 3.8, 3.18 y las del Apéndice A representan lo antes mencionado. Sin embargo, se activó manualmente el equipo luego de esperar a que el agua enfríe el sistema. Esto también influyó en que la temperatura mínima controlada sea 66 K.
- Otra función de protección del compresor es cuando la potencia de entrada es muy

alta [39], haciendo que el funcionamiento se detenga. Algunos incrementos durante el descenso de la temperatura mostrados en las mismas figuras representan lo antes mencionado. La diferencia es que en estos casos el compresor se activa por sí solo luego de unos minutos.

Para disminuir el esfuerzo realizado por el compresor, se optó por apagarlo luego de realizar las medidas en una temperatura dada. Esto tuvo tres consecuencias:

- Redujo el sobrecalentamiento del compresor permitiendo que se enfríe lo suficiente para realizar el control de temperatura en cada punto sin muchas interrupciones.
- Permitted disminuir el tiempo entre setpoints y, a la vez, prevenir algún posible sobrecalentamiento del calefactor, pues éste fue utilizado con un voltaje bajo (5 V) para alcanzar la siguiente temperatura.
- El control de temperatura se vio afectado ya que, en general, se esperó a que la temperatura llegue unos grados por encima del setpoint siguiente para encender nuevamente el compresor. Esto produjo que, al inicio, la temperatura descienda rápidamente hasta que llegue a su descenso normal. Una vez ahí, se procedió a controlar la temperatura.

**Tabla 4.1:** Rangos de oscilación de las temperaturas controladas para las medidas de resistividad con los contactos extremos, intermedios y centrales de la muestra preparada.

Setpoint	Rango de temperatura		
	Extremos	Intermedios	Centrales
<b>66 K</b>	66.0 ± 0.0 K	65.95 ± 0.05 K	65.95 ± 0.05 K
<b>70 K</b>	70.0 ± 0.0 K	70.0 ± 0.1 K	70.0 ± 0.1 K
<b>80 K</b>	80.0 ± 0.1 K	80.0 ± 0.1 K	80.0 ± 0.1 K
<b>90 K</b>	90.0 ± 0.2 K	90.0 ± 0.2 K	90.0 ± 0.2 K
<b>100 K</b>	100.0 ± 0.1 K	100.0 ± 0.2 K	100.0 ± 0.2 K
<b>125 K</b>	125.0 ± 0.2 K	125.0 ± 0.2 K	125.0 ± 0.1 K
<b>150 K</b>	150.0 ± 0.2 K	150.0 ± 0.2 K	149.95 ± 0.25 K
<b>175 K</b>	175.0 ± 0.1 K	175.0 ± 0.3 K	175.0 ± 0.3 K
<b>200 K</b>	200.0 ± 0.2 K	200.05 ± 0.15 K	200.05 ± 0.15 K
<b>250 K</b>	250.0 ± 0.1 K	250.0 ± 0.0 K	250.0 ± 0.0 K
<b>300 K</b>	300.05 ± 0.05 K	300.0 ± 0.1 K	300.0 ± 0.1 K

Las temperaturas controladas (setpoints) se muestran en la Tabla 4.1. Los rangos de temperatura se presentan luego de analizar los datos tomados durante el intervalo de tiempo de

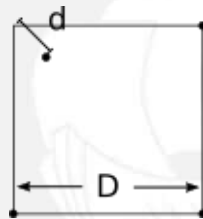
la medición de resistividad. Los límites inferiores y superiores se determinaron observando el máximo y el mínimo en dicho intervalo para cada temperatura controlada.

El rango de temperatura en cada setpoint ha estado dentro de una tolerancia  $\pm 1^\circ\text{C}$ , lo cual está en concordancia con lo sugerido en [43].

La mínima variación ha sido de  $0.0^\circ\text{C}$  y la máxima ha sido de  $0.3^\circ\text{C}$ .

## 4.2. Correcciones en las medidas de resistividad eléctrica debido a la posición de los contactos

Uno de los requerimientos para realizar mediciones de van der Pauw es que los contactos estén en la periferia de la muestra. Sin embargo, la muestra preparada para la medición (ver Figura 3.12) no tiene los contactos en los extremos exactamente en la periferia, sino que tienen una cierta distancia respecto a las esquinas.



**Figura 4.1:** Forma de la muestra evaluada por Koon [34, 44]. Uno de los contactos está desplazado una distancia  $d$  respecto de la esquina.

Esto implica que la medición de resistividad debe ser corregida, o al menos verificar si la magnitud del error de la medida es aceptable, debido a los contactos alejados de la periferia. Koon [34, 44] propone una expresión para determinar la magnitud del error al hallar la resistividad eléctrica en una muestra con la forma de la Figura 4.1 por el método de van der Pauw. La magnitud del error está dada por

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = -2,12 \left( \frac{d}{D} \right)^4 \quad (4.1)$$

Las distancias aproximadas de  $D$  y  $d$  de los contactos de la muestra se muestran en la Tabla 4.2 y en la Tabla 4.3. Como referencia para la toma de distancias se utilizó el esquema de la Figura 3.21.

La relación  $\Delta\rho/\rho$  para cada grupo de contactos (extremos, intermedios y centrales) se muestran en la Tabla 4.4. En [6], van der Pauw menciona que los errores por cada contacto

**Tabla 4.2:** Distancias de los bordes de la muestra (ver Figura 3.21)

Lado	Distancia de bordes, D (mm)
1-2	9.431
2-3	9.451
3-4	9.587
4-1	9.169

**Tabla 4.3:** Distancias de los contactos respecto a las esquinas más próximas (ver Figura 3.21).

Contacto	Distancias respecto a esquinas, d (mm)		
	Extremos	Intermedios	Centrales
1	1.125	2.971	4.423
2	0.845	2.771	4.459
3	1.089	2.713	4.620
4	1.578	3.045	4.995

**Tabla 4.4:** Errores de resistividad debido al desplazamiento de cada contacto respecto de la esquina hallados con (4.1). Al final de la tabla se muestra el error total de la medición.

Contacto	$\Delta\rho/\rho$		
	Extremos	Medios	Centrales
1	-0.000429	-0.0209	-0.103
2	-0.000135	-0.0157	-0.105
3	-0.000353	-0.0136	-0.114
4	-0.00186	-0.0258	-0.187
<b>Error total</b>	-0.00278	-0.0760	-0.509
<b>Error total (%)</b>	-0.278	-7.59	-50.9

desplazado de la esquina son aditivos en primer orden. El error total debido a los cuatro contactos también se muestra en las dos últimas filas de la Tabla 4.4 como la suma de los errores debido al desplazamiento de cada contacto individual.

La resistividad eléctrica determinada con los contactos en los extremos tienen un error menor al 1% lo que indica que la medida realizada con dichos contactos es muy cercana a aquella si se midiese con los contactos en las esquinas. Sin embargo, la resistividad hallada con los contactos medios y centrales presentan errores muy por encima de 1%.

Miccoli et al. (2015) presentan en [31] factores de corrección para medidas de resistividad

eléctrica en una muestra de forma cuadrada con cuatro contactos. La expresión general tiene la forma

$$\rho = F \cdot t \cdot \frac{V}{I} \quad (4.2)$$

Donde  $F$  es el factor de corrección y tiene tres componentes  $F = F_1 \cdot F_2 \cdot F_3$ .

El factor  $F_1$  corrige el error debido al espesor,  $t$ , de la muestra. Si  $s$  es la distancia entre un par de contactos, se tienen dos casos límite:

1. Si  $t/s \gg 1$ ,  $F_1(t/s) \approx 2\ln 2(s/t)$ , que es para muestras en 3D semi-infinitas.
2. Si  $t/s \ll 1$ ,  $F_1(t/s) \approx 1$  que es para muestras en 2D infinita. Esta aproximación es válida dentro del 1% de error para  $t/s < 0,2$ .

La Tabla 4.5 muestra las distancias entre cada par de contactos según la Figura 3.21.

**Tabla 4.5:** Distancias entre pares de contactos (ver Figura 3.21).

Contactos	Distancias entre contactos, s (mm)		
	Extremos	Medios	Centrales
1-2	7.750	5.195	2.837
2-3	7.978	5.392	2.722
3-4	7.392	5.227	2.836
4-1	7.750	5.255	2.750

Para la muestra con espesor  $t = 400 \mu\text{m}$ , el mayor valor de  $t/s$  es de 0,147 para  $s$  de los contactos 2-3. Por lo tanto, se puede tomar  $F_1 = 1$ .

$F_2$  corrige el error por la proximidad de los contactos a un borde de la muestra, sin embargo el factor  $F_3$  ofrece una mejor corrección tomando en cuenta todos los bordes. Por esto, tomaremos  $F_2 = 1$  y nos centraremos en  $F_3$ .

Para una muestra de forma cuadrada con un arreglo de contactos cuadrangular paralelo a los bordes de la muestra, la expresión para  $F_3$  es [45]

$$F_3 = \frac{2\pi}{\ln 2 + \ln \left[ \frac{(r^2+1)^2}{(r^4+1)} \right]}, \quad (4.3)$$

donde  $r$  está dado por

$$r^2 = \frac{\cosh x - \cos y \cosh(\pi - x) + \cos y \cosh(\pi + x) + \cos y}{\cosh x + \cos y \cosh(\pi - x) - \cos y \cosh(\pi + x) - \cos y} \times \left[ 1 - 8 \frac{e^{-2\pi}}{1 + e^{-\pi}} \cosh x \cos y \right], \quad (4.4)$$

además,  $x = y = \pi s/2D$  y  $D$  es la longitud del lado de la muestra.

La Tabla 4.6 presenta las correcciones para la muestra con los valores de  $s$  y  $D$  mostrados en las Tablas 4.5 y 4.2, respectivamente.

**Tabla 4.6:** Factores de corrección  $F_3$  calculados con (4.3) para una muestra cuadrada con contactos en arreglo cuadrangular paralelo a los bordes de la muestra.

Contactos	Extremos		Medios		Centrales	
	$s/D$	$F_3$	$s/D$	$F_3$	$s/D$	$F_3$
<b>1-2</b>	0.822	4.54	0.551	4.92	0.301	6.56
<b>2-3</b>	0.844	4.54	0.571	4.86	0.288	6.69
<b>3-4</b>	0.771	4.56	0.545	4.94	0.296	6.61
<b>4-1</b>	0.845	4.54	0.573	4.85	0.300	6.57

La Tabla 4.7 muestra los factores  $F_3$  de corrección promedio para cada grupo de contactos.

**Tabla 4.7:** Factores de corrección  $F_3$  promedio para cada grupo de contactos.

	Extremos	Medios	Centrales
$F_3$	4.54	4.89	6.61

Para determinar los valores corregidos de resistencias comparamos las ecuaciones 4.2 y 2.32. Si el promedio de la resistencias  $R_{AB,CD}$  y  $R_{BC,DA}$  da la resistencia  $R$  ( $V/I$  en 4.2) y  $d = t$  es el espesor de la muestra, la resistividad corregida estará dada por

$$\rho_c = F_3 \cdot \frac{\ln 2}{\pi f} \cdot \rho \quad (4.5)$$

donde  $f$  es el factor geométrico de van der Pauw y  $\rho$  es la resistividad hallada con el método de van der Pauw.

De la Tabla 3.12, a 300 K,  $f = 0,9999$  y  $\rho = 3792 \Omega \cdot \text{cm}$ , por lo que  $\rho_c = 3799 \Omega \cdot \text{cm}$ . Las tablas 4.8, 4.9 y 4.10 muestran las resistividad corregidas a partir de las resistividades medidas de los contactos en los extremos (Tabla 3.12), contactos intermedios (Tabla 3.13)

y contactos en el centro (Tabla 3.14), respectivamente.

**Tabla 4.8:** Resistividades corregidas para los contactos en los extremos.

Temperatura (K)	$f$	$\rho(\Omega \cdot cm)$	$\rho_c(\Omega \cdot cm)$	$\Delta\rho/\rho(\%)$
66	1.0000	1785177	1788186	-0.168
70	0.9997	1317918	1320536	-0.198
80	0.9998	607525	608671	-0.188
90	0.9999	249462	249907	-0.178
100	0.9998	83441	83598	-0.188
125	0.9998	15747	15777	-0.190
150	0.9993	6779	6795	-0.235
175	0.9991	4315	4326	-0.254
200	0.9989	3875	3886	-0.283
250	0.9997	4134	4142	-0.193
300	0.9999	3792	3799	-0.184

**Tabla 4.9:** Resistividades corregidas para los contactos intermedios.

Temperatura (K)	$f$	$\rho(\Omega \cdot cm)$	$\rho_c(\Omega \cdot cm)$	$\Delta\rho/\rho(\%)$
66	0.9996	1108992	1196979	-7.35
70	0.9997	803713	867393	-7.34
80	0.9998	351274	379068	-7.33
90	0.9997	159894	172563	-7.34
100	0.9997	76663	82737	-7.34
125	0.9994	17145	18509	-7.37
150	0.9993	6287	6788	-7.38
175	0.9990	3903	4215	-7.40
200	0.9988	3674	3969	-7.43
250	0.9996	3738	4035	-7.36
300	1.0000	3185	3436	-7.31

El promedio de las magnitudes de error  $\Delta\rho/\rho$  encontradas a las temperaturas medidas son de  $-0,205\%$  (extremos),  $-7,36\%$  (medios) y  $-31,43\%$  (centrales).

La Tabla 4.11 compara los valores magnitud de error encontrados con lo presentado por ambos desarrollos.

Se puede observar que las magnitudes de error están en un orden cercano entre sí para los contactos extremos e intermedios. Para los contactos centrales, a pesar de que difieren en casi  $20\%$  entre sí, los errores encontrados por ambos desarrollos son mucho más grandes en comparación con los correspondientes a los contactos intermedios y extremos. Si no fuera posible colocar los contactos justamente en las esquinas de la muestra, se deberán colocar

**Tabla 4.10:** Resistividades corregidas para los contactos en el centro.

Temperatura (K)	$f$	$\rho(\Omega \cdot \text{cm})$	$\rho_c(\Omega \cdot \text{cm})$	$\Delta\rho/\rho(\%)$
66	0.9999	653110	952592	-31.44
70	1.0000	470431	686077	-31.43
80	1.0000	196128	286033	-31.43
90	1.0000	87989	128323	-31.43
100	1.0000	41746	60882	-31.43
125	1.0000	9369	13664	-31.43
150	0.9999	3703	5401	-31.44
175	0.9999	2556	3728	-31.44
200	0.9999	2303	3359	-31.44
250	0.9999	2478	3614	-31.43
300	1.0000	2262	3299	-31.43

**Tabla 4.11:** Comparación de magnitudes de error encontradas con lo propuesto por Miccoli et al. (2015) y Koon (1989).

Referencia	$\Delta\rho/\rho(\%)$		
	Extremos	Intermedios	Centrales
Koon (1989)	-0.278	-7.49	-50.9
Miccoli et al. (2015)	-0.205	-7.36	-31.4

lo más cercano posible a fin de reducir el error. Como se puede ver de estos resultados, a medida que los contactos se alejan de las esquinas, el error crece considerablemente.

### 4.3. Resistividad en función de la temperatura

Para revisar los resultados de la resistividad eléctrica en función de la temperatura se tomarán solamente aquellas resistividades corregidas a partir de la resistividad determinada con los contactos extremos, debido a los resultados de la sección anterior.

La Tabla 4.12 presenta los valores de temperatura y resistividad eléctrica correspondientes. Primero notamos que a 300 K, la resistividad es  $3799 \Omega \cdot \text{cm}$ . Esto coincide con la especificación del fabricante ( $> 1200 \Omega \cdot \text{cm}$ ). Con este valor de resistividad se puede determinar la concentración de impurezas de boro en el material a partir de un gráfico de *Resistividad vs Concentración de impurezas*, por ejemplo, de la referencia [8]. Para el valor de resistividad determinado a 300 K, el valor de la concentración de impurezas es de aproximadamente  $2.9 \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ .

**Tabla 4.12:** Valores de temperatura y resistividad corregida, determinada con los contactos en los extremos de la muestra.

T (K)	$\rho(\Omega \cdot cm)$
66	1788229
70	1320549
80	608692
90	249905
100	83599
125	15777
150	6795
175	4326
200	3886
250	4143
300	3799

La Figura 4.2 muestra los gráficos de resistividad y conductividad en función de la temperatura.

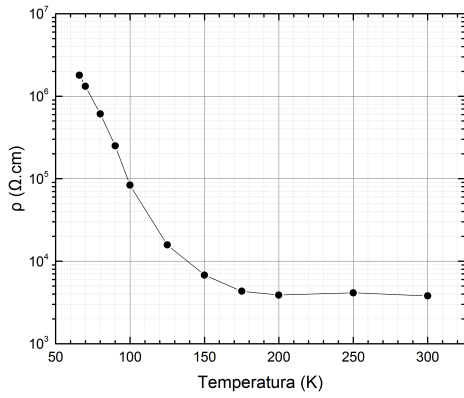
En la Figura 4.2a se puede ver que la resistividad disminuye a medida que la temperatura aumenta. Desde el rango de 66 K hasta 300 K, la resistividad cambia hasta en tres órdenes de magnitud. Como se vio en la Sección 2.1, la región donde ocurre el congelamiento o “freeze-out” empeiza a partir de los 130 K aproximadamente (ver Figura 4.2c). Subiendo más la temperatura, empieza la región extrínseca donde todos los portadores de carga, idealmente, están ionizados. La región intrínseca permitiría estimar el ancho de banda de la muestra (con los gráficos de las Figuras 4.2b y 4.2d), sin embargo, no se visualiza la región intrínseca debido al límite en temperatura alcanzado de 300 K.

A partir de la ecuación (2.22) se podría ver la tendencia de la curva a bajas temperaturas. Para la muestra de silicio tipo p de bajo dopaje aproximamos la concentración de portadores de carga a  $n_i$  (ecuación (2.8)). La resistividad sería

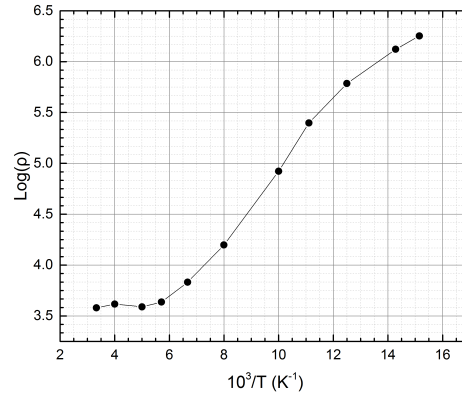
$$\rho \approx \frac{1}{qn_i(\mu_n + \mu_p)} \quad (4.6)$$

Tomando en cuenta solamente la movilidad de los huecos por ser los portadores predominantes, la expresión (4.6) queda de la forma

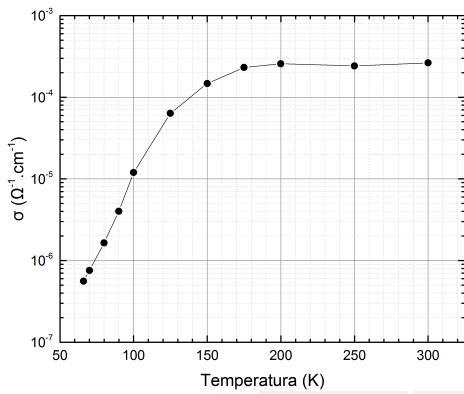
$$\rho \approx \frac{1}{M} \frac{T^{-3/2} e^{N/T}}{\mu_p}, \quad (4.7)$$



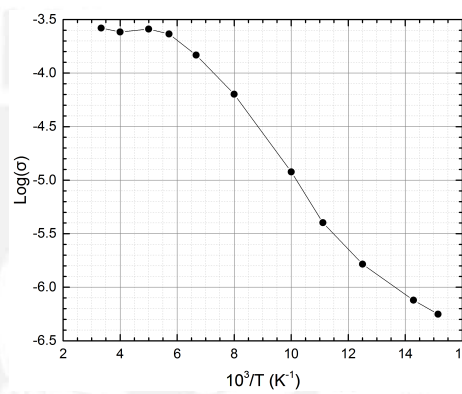
(a)  $\rho$  vs  $T$



(b)  $\log \rho$  vs  $\frac{10^3}{T}$

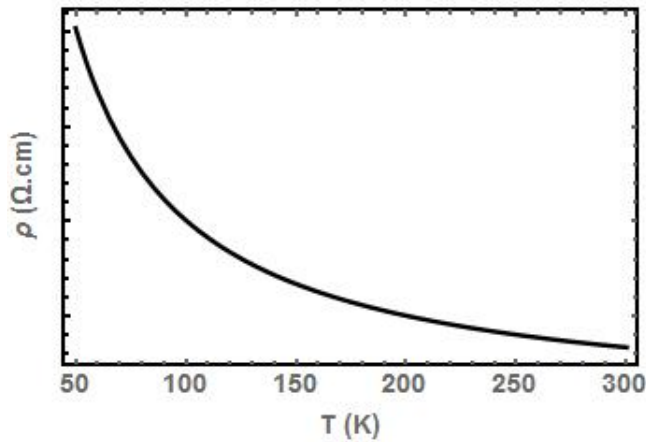


(c)  $\sigma$  vs  $T$



(d)  $\log \sigma$  vs  $\frac{10^3}{T}$

**Figura 4.2:** Curvas de la resistividad  $\rho$  y la conductividad  $\sigma$  en función de la temperatura.



**Figura 4.3:** Tendencia de  $\rho$  a bajas temperaturas, determinada a partir de la expresión (2.22). Los valores de  $\rho$  en el eje y dependen de las constantes  $M'$  y  $N$  de la expresión (4.8).

donde  $M = 8q(k/\pi\hbar^2)^{3/2}(m_n^*m_p^*)^{3/4}$  y  $N = E_g/2k$  son constantes. Asumiremos que para las temperaturas medidas, teóricamente,  $\mu \propto T^{-3/2}$  [46], por lo que (4.7) queda

$$\rho \approx M'e^{N/T}, \quad (4.8)$$

con  $M' = 1/M$ . La tendencia de esta curva se ve en la Figura 4.3.

Se observa que tiene una tendencia similar a la curva de la Figura 4.2a.

#### 4.4. Trabajo Futuro

Debido a que el sistema criogénico es una parte principal del sistema implementado, lo primero sería mejorar el sistema de enfriamiento del compresor de helio. De esta manera se podría afinar aún más los parámetros PID y hacer más eficientes los experimentos.

Ya que el sistema de resistividad está implementado, el siguiente paso sería implementar las medidas de Efecto Hall para determinar la movilidad de los portadores de carga y el signo de su carga. Y, en conjunto con la resistividad, se podrían determinar otros parámetros electrónicos del material.

Paralelamente, debido a lo versátil y compacto del crióstato, se podría adaptar una cubierta (ver Figura 3.2) con lunas transparentes y un portamuestras adecuado para realizar mediciones de parámetros ópticos a bajas temperaturas.

## Capítulo 5

# Conclusiones

Ha sido implementado un sistema de medición de resistividad eléctrica a bajas temperaturas, empleando un crióstato de ciclo cerrado de helio, un sistema de control de temperatura y un sistema de medición de resistividad de van der Pauw. Este sistema ha permitido estudiar la dependencia de resistividad eléctrica en función de la temperatura de una muestra cuadrada de silicio tipo p. A partir del trabajo desarrollado en esta tesis, se concluye lo siguiente:

- El crióstato de ciclo cerrado de helio utilizado alcanzó la temperatura mínima de 50 K, sin embargo, tiene un mejor funcionamiento a partir de los 66 K. El tiempo necesario aproximado para alcanzar dicha temperatura es de 2.5 horas, aproximadamente.
- El alambre de nicrom resulta eficiente como calefactor para el control de temperatura. Resulta conveniente elegir una longitud equivalente a una resistencia de, por lo menos,  $30 \Omega$ .
- A los valores de resistencia obtenidos mediante el programa de medición de resistividad eléctrica por la técnica de van der Pauw se les debe estimar el error de medida cuando los contactos no están en la periferia de la muestra y así poder decidir si se requiere de realizar una corrección de la medida o si el error es lo suficientemente pequeño para ignorarlo.
- Para evitar errores en la medida mayores al 1 %, los contactos deben colocarse lo más cercano posible a las esquinas de la muestra.
- A 300 K, la muestra tiene una resistividad de  $3799 \Omega \cdot \text{cm}$  y una concentración de impurezas de, aproximadamente,  $2.9 \times 10^{12} \text{ cm}^{-3}$ .

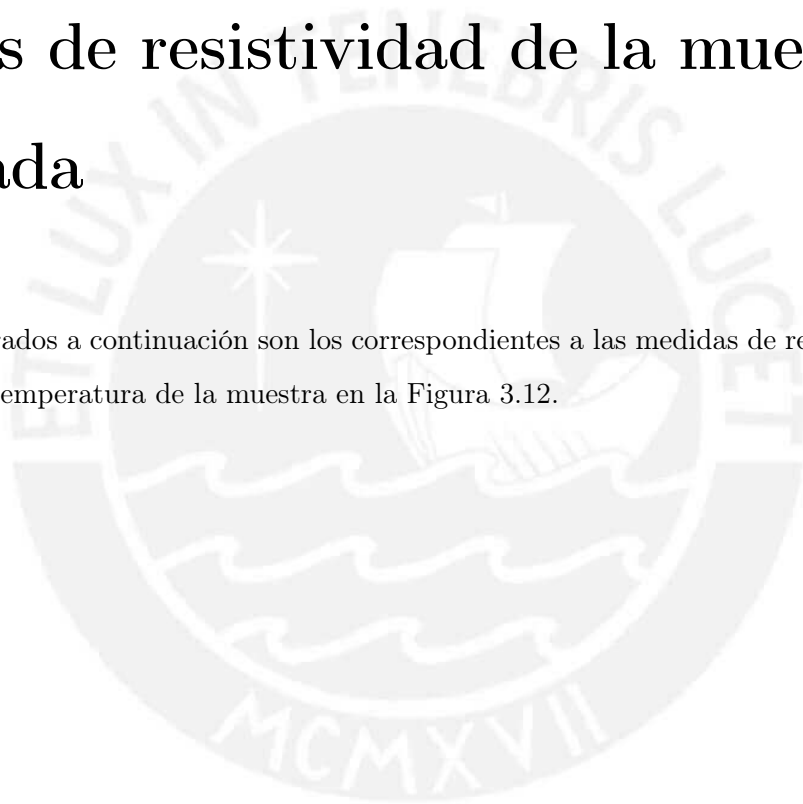
- La curva  $\rho$  vs  $T$  graficada con las medidas de resistividad realizadas con los contactos en los extremos de la muestra siguen una tendencia similar a la aproximada por la teoría: predominada por  $e^{1/T}$  para una muestra de silicio tipo p de bajo dopaje y para las temperaturas controladas.

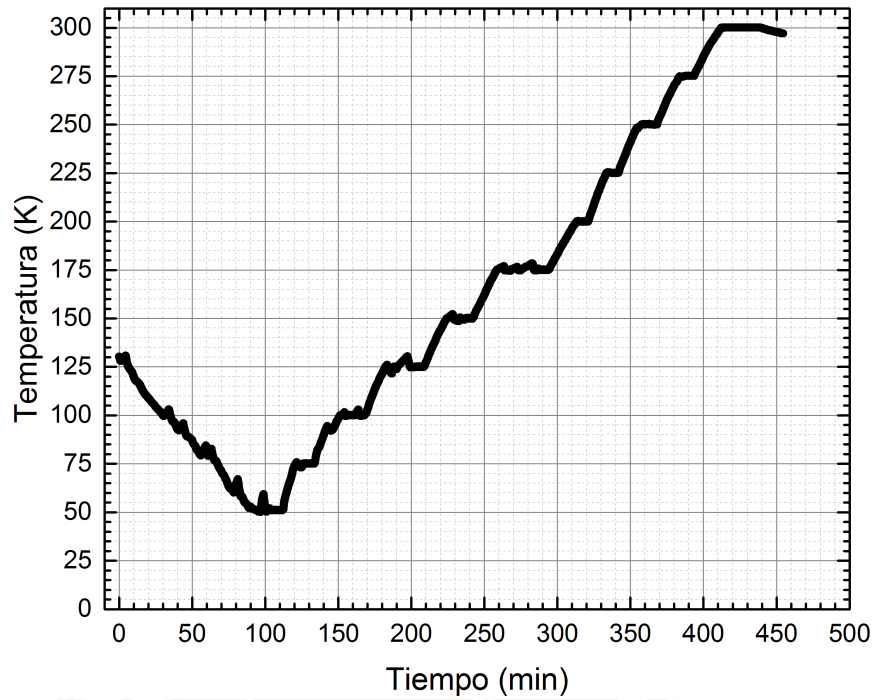


## Apéndice A

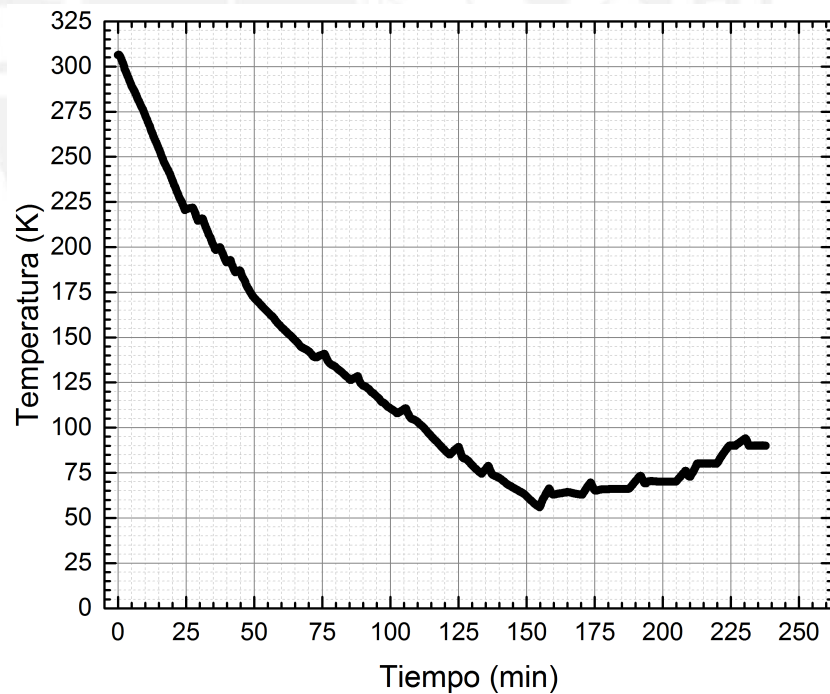
# Perfiles de temperatura para las medidas de resistividad de la muestra preparada

Los perfiles mostrados a continuación son los correspondientes a las medidas de resistividad en función de la temperatura de la muestra en la Figura 3.12.

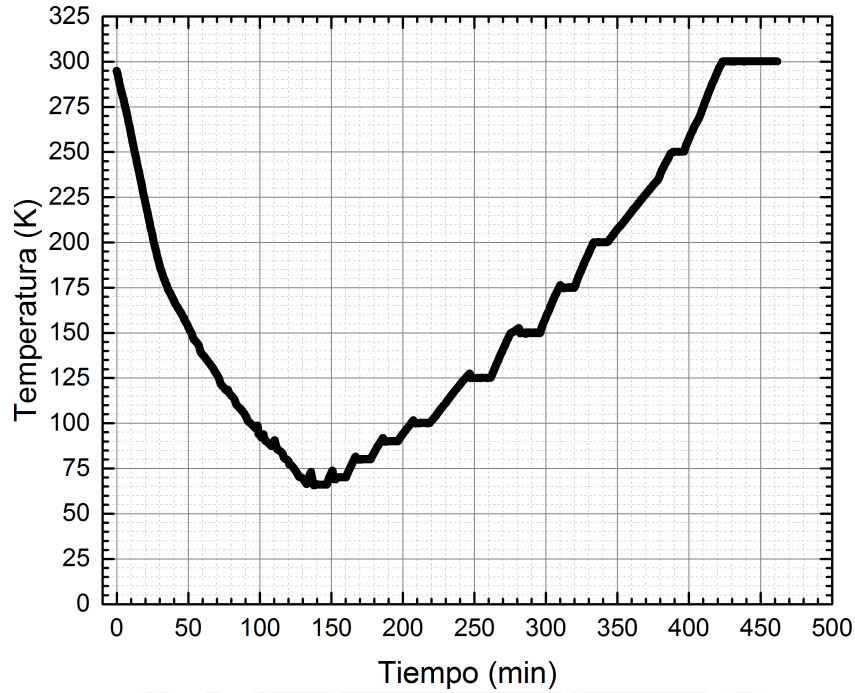




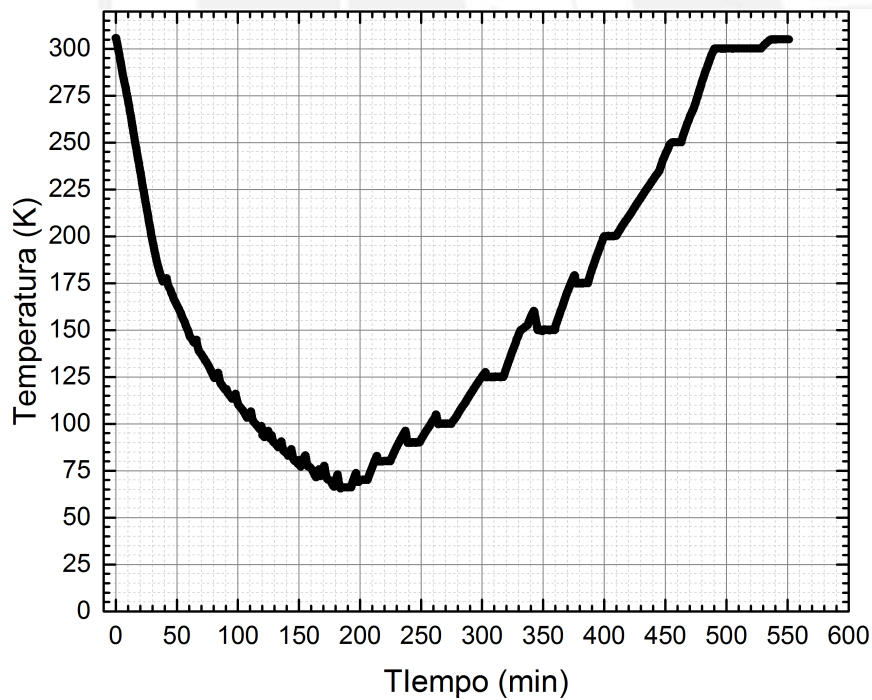
**Figura A.1:** Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos extremos. En este caso las temperaturas fueron controladas a partir de 50 K y subidas cada 25 K.



**Figura A.2:** Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos extremos. En este caso solo se controlaron las temperaturas 66 K, 70 K, 80 K y 90 K.



**Figura A.3:** Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos intermedios.

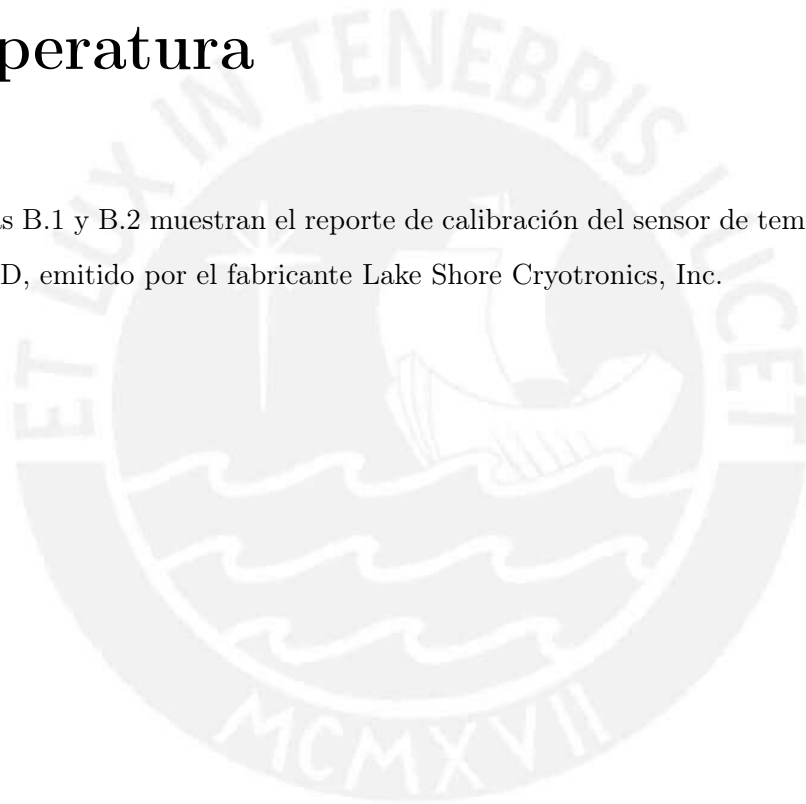


**Figura A.4:** Perfil de temperatura para las medidas de resistividad con los contactos centrales.

## Apéndice B

# Curva de calibración del sensor de temperatura

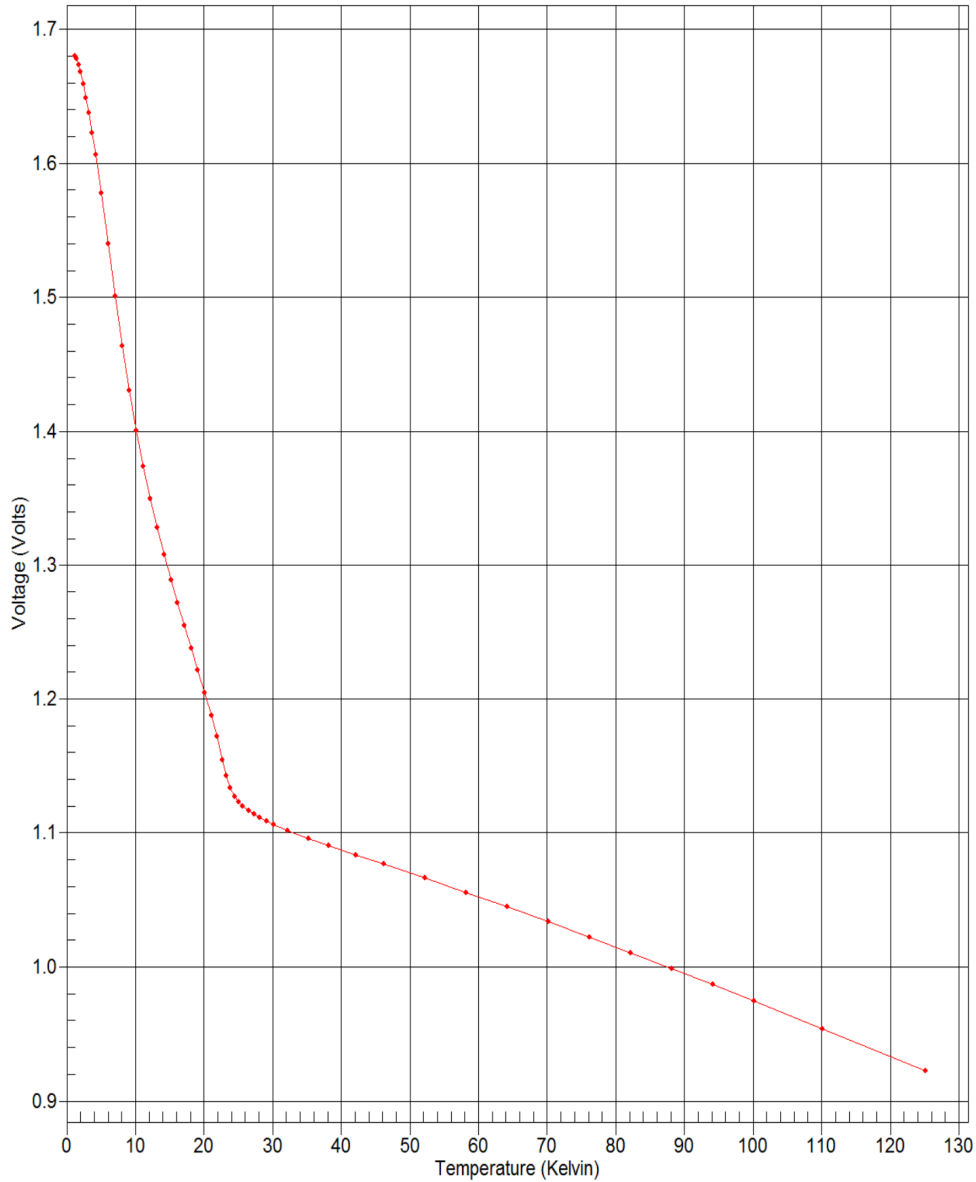
Las figuras B.1 y B.2 muestran el reporte de calibración del sensor de temperatura DT-470-SD-13-1.4D, emitido por el fabricante Lake Shore Cryotronics, Inc.



DATA PLOT

Calibration Report: 663218  
Sensor Model: DT-470-SD-13-1.4D  
Sensor Type: Silicon Diode

Sales Order: 72462  
Serial Number: D92027  
Temperature Range: 1.40K to 100K



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

Figura B.1: Gráfico de la curva de calibración del sensor.

### TEST DATA

Calibration Report: 663218  
 Sensor Model: DT-470-SD-13-1.4D  
 Sensor Type: Silicon Diode

Sales Order: 72462  
 Serial Number: D92027  
 Temperature Range: 1.40K to 100K

Index	Temp. (K)	Voltage (V)	Excitation	Index	Temp. (K)	Voltage (V)	Excitation
1	1.20271	1.68011	10µA±0.1%	36	27.2836	1.11391	10µA±0.1%
2	1.30273	1.67906	10µA±0.1%	37	28.1053	1.11150	10µA±0.1%
3	1.40082	1.67789	10µA±0.1%	38	29.1216	1.10880	10µA±0.1%
4	1.70015	1.67352	10µA±0.1%	39	30.1357	1.10633	10µA±0.1%
5	2.00026	1.66801	10µA±0.1%	40	32.1625	1.10188	10µA±0.1%
6	2.40106	1.65912	10µA±0.1%	41	35.1819	1.09595	10µA±0.1%
7	2.79997	1.64892	10µA±0.1%	42	38.1771	1.09051	10µA±0.1%
8	3.19606	1.63787	10µA±0.1%	43	42.1702	1.08357	10µA±0.1%
9	3.69861	1.62284	10µA±0.1%	44	46.1709	1.07671	10µA±0.1%
10	4.20908	1.60631	10µA±0.1%	45	52.1576	1.06629	10µA±0.1%
11	5.02588	1.57756	10µA±0.1%	46	58.1566	1.05561	10µA±0.1%
12	6.04208	1.53968	10µA±0.1%	47	64.1562	1.04471	10µA±0.1%
13	7.06249	1.50094	10µA±0.1%	48	70.1474	1.03360	10µA±0.1%
14	8.08574	1.46390	10µA±0.1%	49	76.1451	1.02226	10µA±0.1%
15	9.10435	1.43052	10µA±0.1%	50	82.1333	1.01072	10µA±0.1%
16	10.1251	1.40074	10µA±0.1%	51	88.1288	0.998940	10µA±0.1%
17	11.1463	1.37409	10µA±0.1%	52	94.1309	0.986944	10µA±0.1%
18	12.1606	1.35003	10µA±0.1%	53	100.133	0.974756	10µA±0.1%
19	13.1698	1.32808	10µA±0.1%	54	110.114	0.954105	10µA±0.1%
20	14.1713	1.30786	10µA±0.1%	55	125.102	0.922327	10µA±0.1%
21	15.1595	1.28914	10µA±0.1%				
22	16.1468	1.27138	10µA±0.1%				
23	17.1289	1.25437	10µA±0.1%				
24	18.1061	1.23783	10µA±0.1%				
25	19.0863	1.22141	10µA±0.1%				
26	20.0653	1.20482	10µA±0.1%				
27	21.0462	1.18737	10µA±0.1%				
28	21.8388	1.17177	10µA±0.1%				
29	22.6327	1.15462	10µA±0.1%				
30	23.2268	1.14270	10µA±0.1%				
31	23.8305	1.13366	10µA±0.1%				
32	24.4355	1.12732	10µA±0.1%				
33	25.0406	1.12303	10µA±0.1%				
34	25.6527	1.11988	10µA±0.1%				
35	26.4719	1.11660	10µA±0.1%				



Lake Shore Cryotronics, Inc. • 575 McCorkle Boulevard • Westerville, OH 43082  
 Sales: (614) 891-2244 • Fax: (614) 891-1392 • sales@lakeshore.com • www.lakeshore.com

*Figura B.2: Tabla de datos de la calibración.*



## Apéndice C

# Programas en LabVIEW



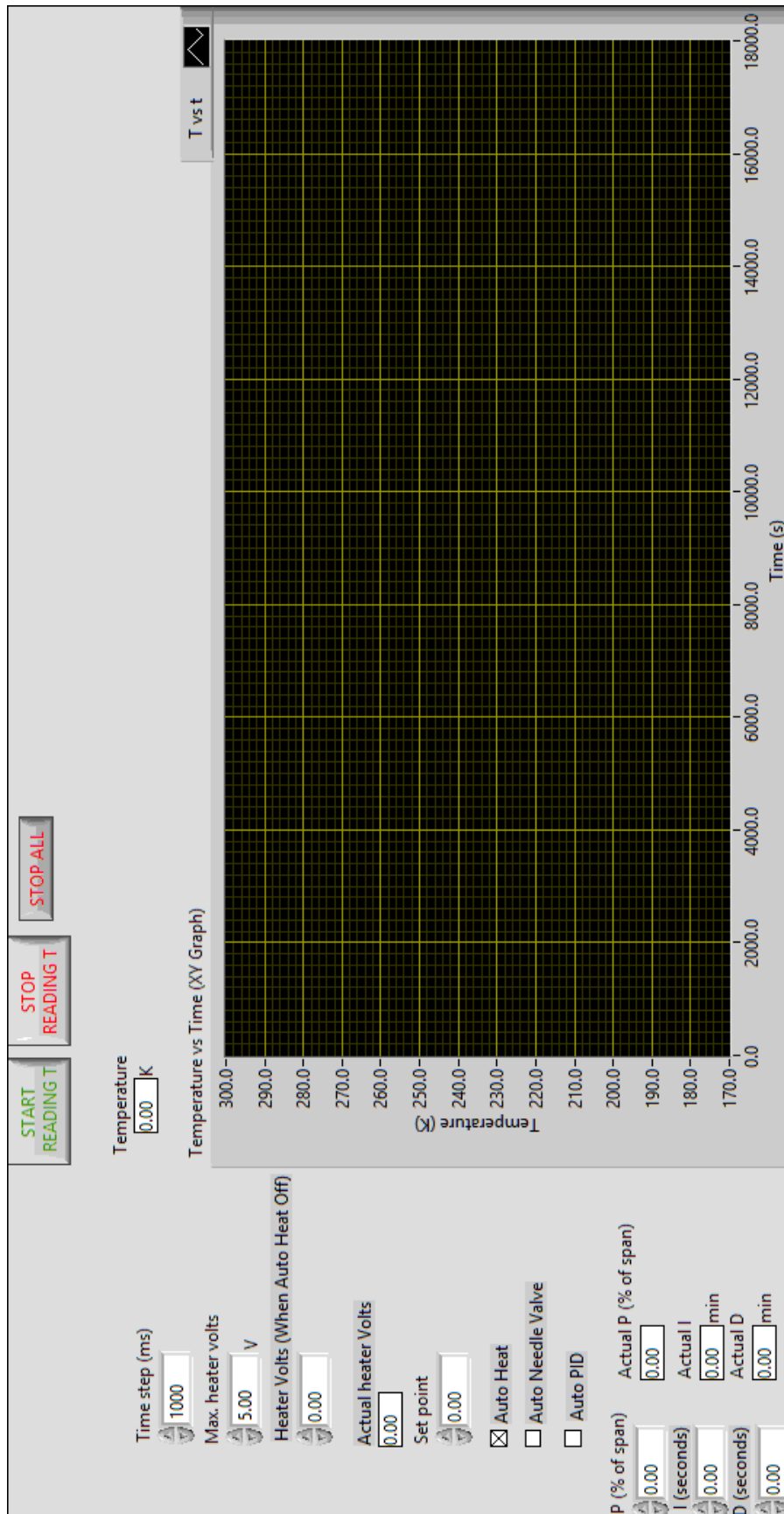
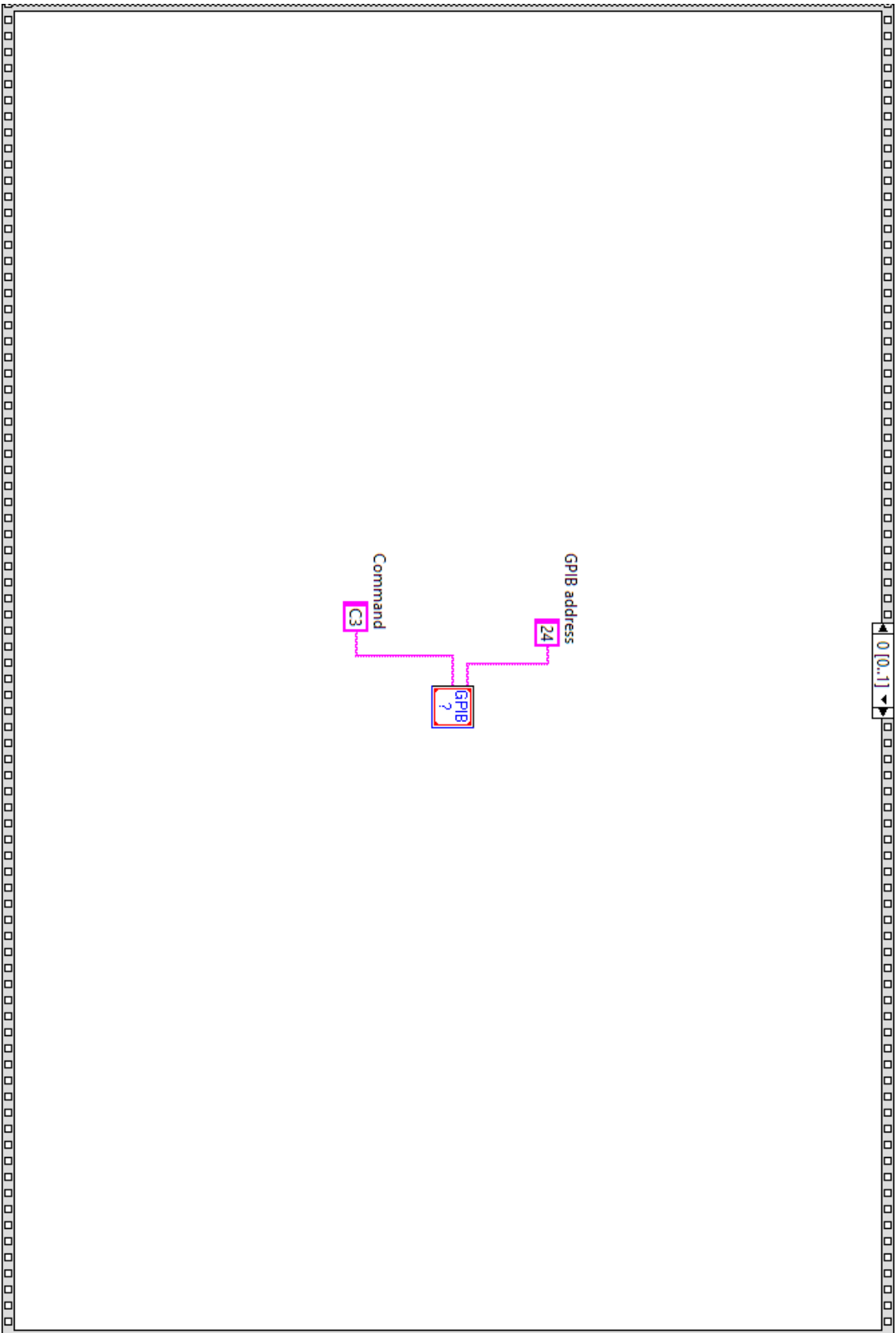


Figura C.1: Panel frontal del programa en LabVIEW.



**Figura C.2:** Diagrama de bloques de la estructura apilada 0 de 1. Se establece la conexión entre la computadora y el IT-C-503 por medio del puerto GPIB.

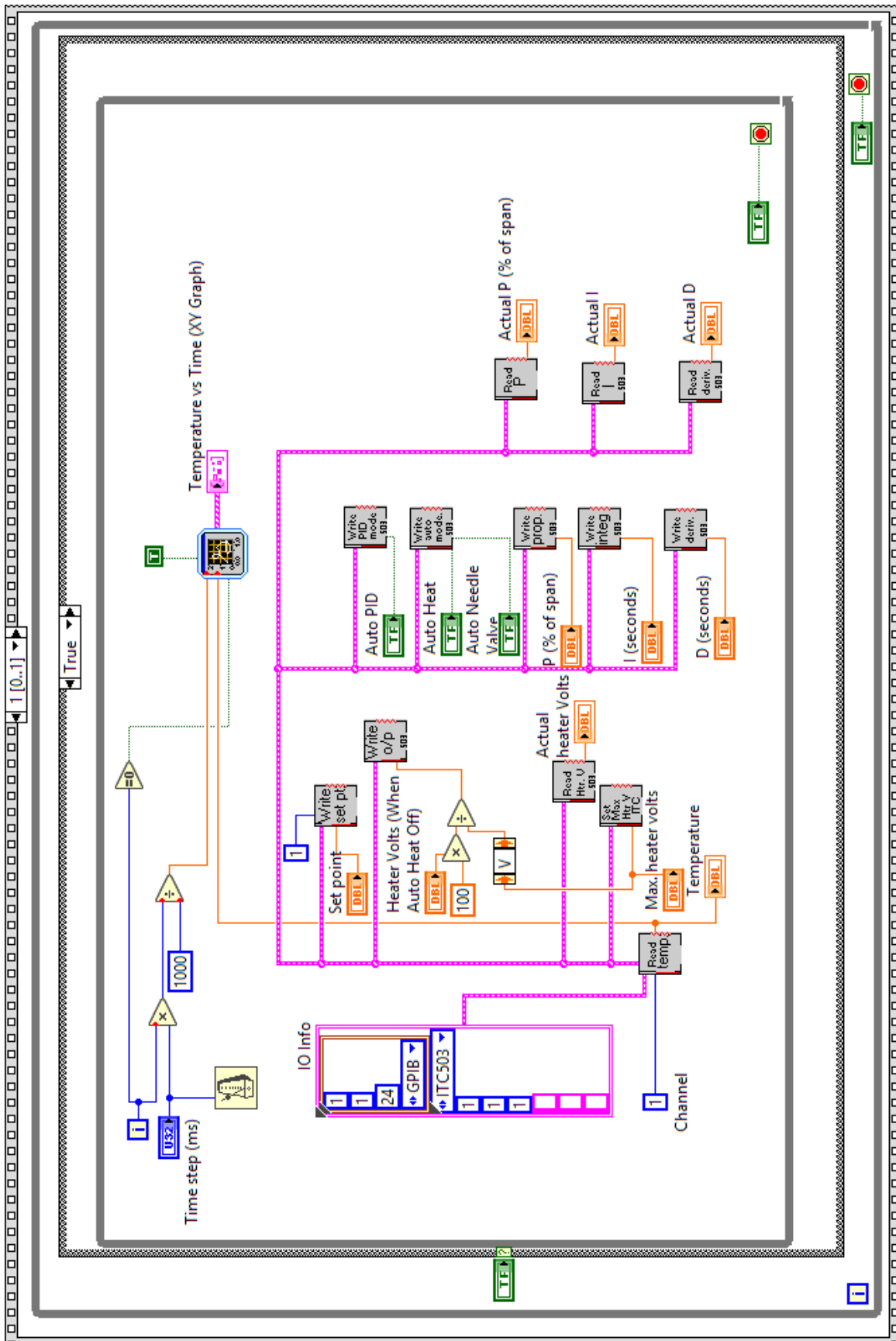
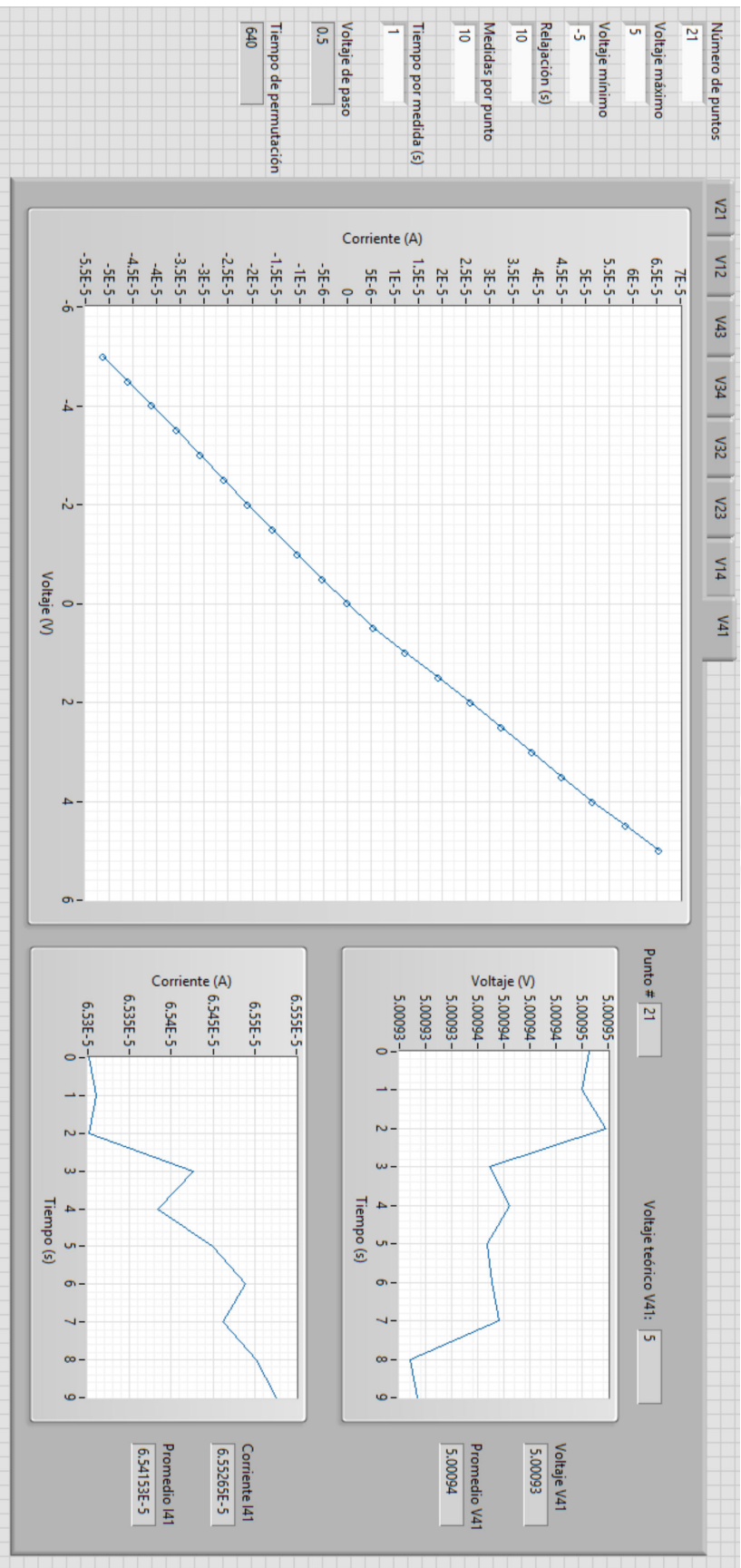


Figura C.3: Diagrama de bloques de la estructura apilada 1 de 1. Se configuran todos los VIs para la medición y control de temperatura.



*Figura C.4: Panel frontal del programa LabVIEW utilizado para determinar las curvas I-V de los contactos.*

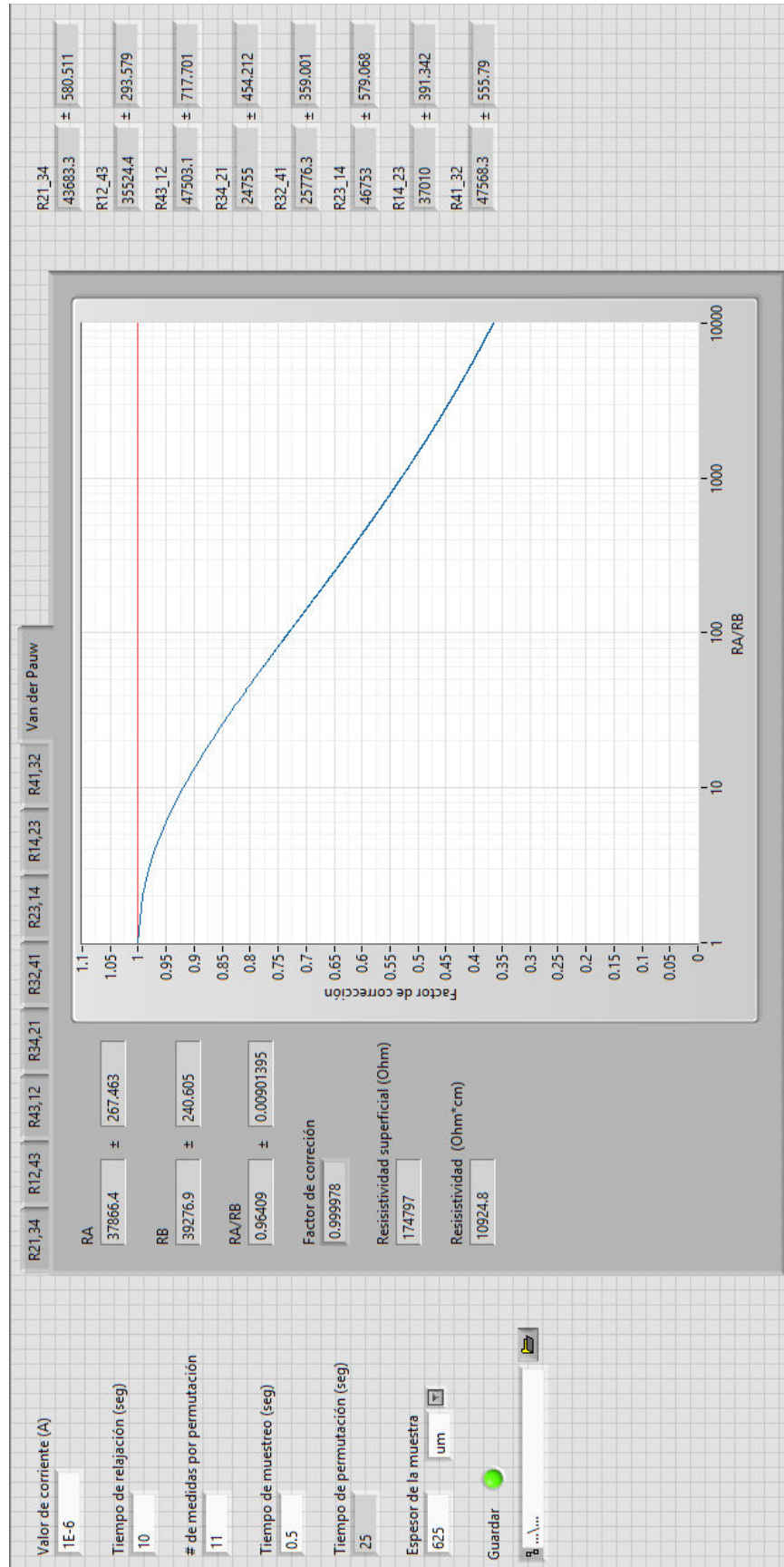


Figura C.5: Panel frontal del programa LabVIEW empleado para hacer medidas de resistividad por el método de van der Pauw.

# Referencias

- [1] M. J. Deen and F. Pascal. Electrical characterization of semiconductor materials and devices - review. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 17(8):549–575, August 2006.
- [2] Guglielmo Ventura and Lara Risegari. *The Art of Cryogenics: Low-Temperature Experimental Techniques*. Elsevier, Ltd., Oxford, 2008.
- [3] Dieter K. Schroder. *Semiconductor Material and Device Characterization*. John Wiley & Sons, Inc., third edition, 2006.
- [4] H. H. Weider. Four-terminal nondestructive electrical and galvanometric measurements. In Jay N. Zemel, editor, *Nondestructive Evaluation of Semiconductor Materials and Devices*, B: Physics, chapter 2, pages 67 – 104. Plenum Press, New York, 1979.
- [5] Yadunath Singh. Electrical resistivity measurements: a review. *International Journal of Modern Physics: Conference Series*, 22:745–756, 2013.
- [6] L. J. van der Pauw. A method of measuring specific resistivity and hall effect of discs of arbitrary shape. *Philips Research Reports*, 13(1):1–9, February 1958.
- [7] L. J. van der Pauw. A method of measuring the resistivity and hall coefficient on lamellae of arbitrary shape. *Philips Technical Review*, 20:220–224, 1958.
- [8] Donald A. Neamen. *Semiconductor Physics and Devices*. McGraw-Hill, fourth edition, 2012.
- [9] Charles Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley & Sons, Inc., eighth edition, 2005.
- [10] Neil W. Ashcroft and N. David Mermin. *Solid State Physics*. Harcourt, Inc., 1976.
- [11] Harald Ibach and Hans Lüth. *Solid-State Physics - An Introduction to Principles of Materials Science*. Springer, fourth edition, 2009.
- [12] S. M. Sze and M. K. Lee. *Semiconductor Devices: Physics and Technology*. John Wiley & Sons, Inc., third edition, 2012.
- [13] S. M. Sze and Kwok K. Ng. *Physics of Semiconductor Devices*. John Wiley & Sons, Inc., third edition, 2007.
- [14] Ben G. Streetman and Sanjay Kumar Banerjee. *Solid State Electronic Devices*. Prentice-Hall, Inc., New Jersey, sixth edition, 2006.

- [15] R.G. Pires, R. M. Dickstein, Titcomb S. L., and Anderson. Carrier freezeout in silicon. *Cryogenics*, 30(12):1064–1068, December 1990.
- [16] Richard S. Muller and Theodore I. Kamins. *Device Electronics for Integrated Circuits*. John Wiley & Sons, Inc., third edition, October 2002.
- [17] S. O. Kasap. *Principles of electronic materials and devices*. McGraw-Hill, third edition, 2006.
- [18] N. H. Balshaw. *Practical Cryogenics*. Oxford Instruments Superconductivity Limited, Oxon - England.
- [19] F. O’Hanlon, John. *A User’s Guide to Vacuum Technology*. John Wiley & Sons, Inc., third edition, 2003.
- [20] M. N. Jirmanus. *Introduction to Laboratory Cryogenics*. Janis Research Company, Inc., Washington.
- [21] Jack W. Ekin. *Experimental Techniques for Low-Temperature Measurements: Cryostat Design, Material Properties and Superconductor Critical-Current Testing*. Oxford University Press Inc., 2006.
- [22] M. Thirumaleshwar and S. V. Subramanyam. Gifford-McMahon cycle - a theoretical analysis. *Cryogenics*, 26(3):177–188, March 1986.
- [23] Randall Barron. *Cryogenic Systems*. McGraw-Hill, Inc., United States of America, 1966.
- [24] S. Kar and R. G. Sharma. Cryogenic temperature sensors. *Defence Science Journal*, 57(3):195–208, May 2007. Review Paper.
- [25] Inc. Lake Shore Cryotronics. *Temperature Measurement and Control Catalog*. Westerville, OH, 2016.
- [26] T. J. Quinn. *Temperature*. Academic Press Limited, San Diego, CA, second edition, 1990.
- [27] Karl J. Åmström and Tore Hägglund. *PID Controllers*. Instrument Society of America, 2nd edition, 1995.
- [28] Karl J. Åmström and Tore Hägglund. PID Control. In William S. Levine, editor, *The Control Handbook*, chapter 9, pages 9–70 – 9–89. CRC Press, Boca Raton, Florida, 2011.
- [29] Toru Matsumura and Sato Yuichi. A theoretical study on van der pauw measurement values of inhomogeneous compound semiconductor thin films. *Journal of Modern Physics*, 1(5):340–347, November 2010.
- [30] Robert F. Pierret. *Advanced Semiconductor Fundamentals*. Pearson, second edition, August 2002.
- [31] I. Miccoli, F. Edler, H. Pfnür, and C. Tegenkamp. The 100th anniversary of the four-point probe technique: the role of probe geometries in isotropic and anisotropic systems. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 27(22), May 2015.

- [32] M. A. Green and Gunn M. W. Four point probe hall effect and resistivity measurements upon semiconductors. *Solid-State Electronics*, 15(5):577–5585, 1972.
- [33] Martin G. Buehler and W. Robert Thurber. Measurement of the resistivity of a thin square sample with a square four-probe array. *Solid-State Electronics*, 20(5):403–406, 1977.
- [34] Daniel K. Koon. Effect of contact size and placement, and of resistive inhomogeneities on van der pauw measurements. *Review of scientific instruments*, 60(2):271–274, February 1989.
- [35] Ronald Chwang, B. J. Smith, and C. R. Crowell. Contact size effects on the van der pauw method for resistivity and hall coefficient measurement. *Solid-State Electronics*, 17(12):1217–1227, 1974.
- [36] Josef Náhlík, Irena Kašpárková, and Přemysl Fitl. Influence of non-ideal circumferential contacts on errors in the measurements of the resistivity of layers using the van der Pauw method. *Measurement*, 46:887–892, 2013.
- [37] S. H. N. Lim, D. R. McKenzie, and M. M. M. Bilek. van der Pauw method for measuring resistivity of a plane sample with distant boundaries. *Review of Scientific Instruments*, 80(7), 2009.
- [38] Leybold-Heraeus GMBH. Cryopumps - Operating instructions.
- [39] Leybold-Heraeus GMBH. Cryogenerators - Operating instructions.
- [40] Lake Shore Cryotronics, Inc. DT-400 Series Silicon Diodes. [http://www.lakeshore.com/Documents/LSTC\\_DT400\\_1.pdf](http://www.lakeshore.com/Documents/LSTC_DT400_1.pdf), 2016. [En línea; accedida 17-agosto-2016].
- [41] Oxford Instruments. *ITC503 Intelligent Temperature Controller: Operator's Handbook*, 2007. Rev. 8.
- [42] Lake Shore Cryotronics, Inc. Instructions, Silicon Diode Temperature Sensor Installation, Model DT-470, 471, 670, and 671 SD Package. <http://www.lakeshore.com/Documents/F003-00-00.pdf>, 2016. [En línea; accedida 01-setiembre-2016].
- [43] Measuring Resistivity and Hall Coefficient and Determining Hall Mobility in Single-Crystal Semiconductors. Standard, American Society for Testing and Materials International - ASTM International, Geneva, CH, 2008.
- [44] Daniel K. Koon, Arshad A. Bahl, and Edward O. Duncan. Measurement of contact placement errors in the van der pauw technique. *Review of scientific instruments*, 60(2):275–276, February 1989.
- [45] A. Mircea. Semiconductor sheet resistivity measurements on square samples. *Journal of Scientific Instruments*, 41(11):679–681, May 1964.
- [46] C. Jacoboni, C. Canali, G. Ottaviani, and A. Alberigi Quaranta. A review of some charge transport properties of silicon. *Solid-State Electronics*, 20:77–89, 1977.